

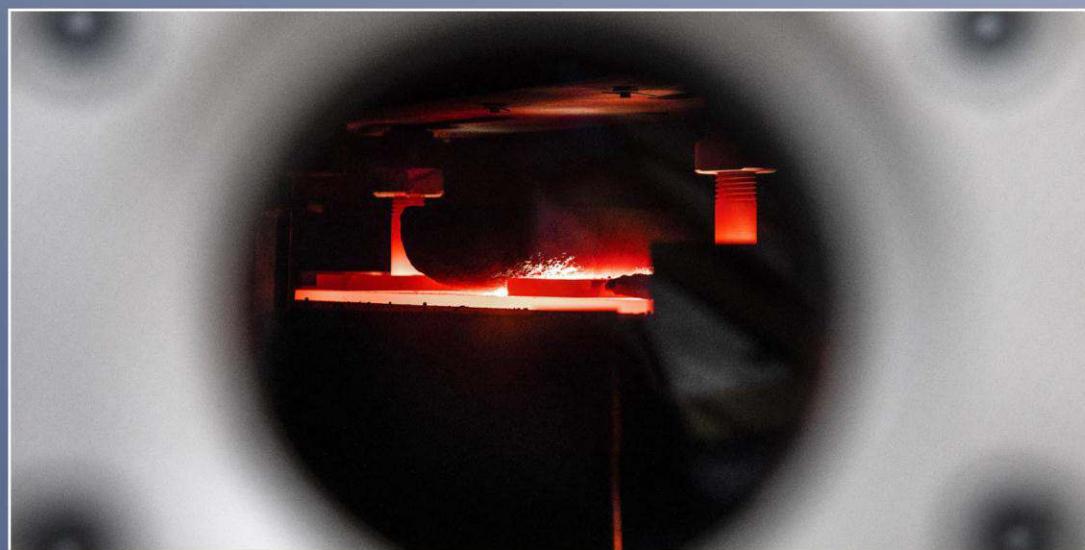
Авиационные

МАТЕРИАЛЫ И ТЕХНОЛОГИИ

научно-технический журнал



Жаропрочные
и конструкционные
материалы



Металлические
и неметаллические
композиционные
материалы

Защитные
и функциональные
материалы
и покрытия



Ресурсные
и климатические
испытания
материалов





ВИАМ – ВЕДУЩИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ ЦЕНТР В ОБЛАСТИ МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ



- Реализует полный инновационный цикл – от фундаментальных и прикладных исследований до создания высокотехнологичных научноемких производств по выпуску материалов нового поколения, полуфабрикатов и уникального технологического оборудования.
- Разрабатывает и поставляет широкую номенклатуру металлических и неметаллических материалов, покрытий, технологических процессов и оборудования, методов и средств защиты от коррозионных поражений и биоповреждений с возможностью осуществления поставки продукции под контролем ВП МО РФ.

На основании одобренного Президентом Российской Федерации В.В. Путиным принципа создания отрасли малотоннажных производств в материаловедческих НИИ и ГНЦ создано:

25 высокотехнологичных
научноемких производств по выпуску
253 наименований материалов
и полуфабрикатов

ИСПЫТАТЕЛЬНЫЙ ЦЕНТР

- Включает 19 комплексов уникальной стеновой и испытательной базы.
- Проводит более 1000 видов исследований и испытаний на 1100 единицах исследовательского и испытательного оборудования.
- Аккредитован в качестве технически компетентного центра Росавиацией, Российским морским регистром судоходства, филиалом ФГБУ «46 ЦНИИ» Минобороны России, признан компанией Snecma группой SAFRAN.
- Включен в международную сеть станций климатических испытаний Atlas Material Testing Technology LLC.



УЛЬЯНОВСКИЙ
НАУЧНО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР

Разработка технологий и производство
полуфабрикатов и изделий из ПКМ.

ГЕЛЕНДЖИКСКИЙ
ЦЕНТР КЛИМАТИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ им. Г.В. АКИМОВА

Единственный в России соответствующий международным стандартам центр климатических испытаний материалов, средств защиты от коррозии, старения и биоповреждений при одновременном воздействии нагрузок и коррозионной среды.

ВОСКРЕСЕНСКИЙ
ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР

Разработка технологий и производство бериллийсодержащих сплавов, полимерных связующих, препров, материалов для беззаховых камер.

Авиационные МАТЕРИАЛЫ И ТЕХНОЛОГИИ

научно-технический журнал

ПЕРИОДИЧНОСТЬ 4 ВЫПУСКА В ГОД

№ 2 (63) июнь 2021

Учредитель периодического издания
ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ

Редакционный совет

Председатель совета – главный редактор
Каблов Е.Н. академик РАН, профессор (ВИАМ)

**Заместитель председателя совета –
заместитель главного редактора**

Оспенникова О.Г. докт. техн. наук (ВИАМ)

Члены совета:

Берлин А.А.	академик РАН, профессор (ИХФ им. Н.Н. Семёнова РАН)
Габдуллин М.Т.	канд. физ.-мат. наук (Казахский национальный университет им. аль-Фараби)
Гречников Ф.В.	академик РАН, профессор (Самарский университет)
Епишин А.И.	докт. физ.-мат. наук (Берлинский технический университет)
Красовский А.Л.	канд. хим. наук (Dow Chemical Company)
Кульков А.А.	докт. техн. наук, профессор (ЦНИИСМ)
Ломберг Б.С.	докт. техн. наук (ВИАМ)
Марковцев В.А.	докт. техн. наук (Ульяновский НИАТ)
Постнов В.И.	докт. техн. наук (ВИАМ)
Славин А.В.	докт. техн. наук (ВИАМ)
Шмотин Ю.Н.	докт. техн. наук (ОДК)
Аграфенина Е.А.	ответственный секретарь (ВИАМ)

Издатель

ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ

105005, г. Москва, ул. Радио, д. 17
Тел.: +7 (499) 261-86-77; факс: +7 (499) 267-86-09
Эл. почта: admin@viam.ru; сайт: www.viam.ru

Редакция:

редакторы – Е.А. Аграфенина, Ю.С. Коломиец;
корректор – И.С. Туманова; верстка – М.С. Закржевская

Ответственный за выпуск – В.Г. Дворянин

Адрес редакции:

Россия, 105005, г. Москва, ул. Радио, 17
Тел.: +7 (499) 263-87-37; +7 (499) 263-87-18; факс: +7 (499) 267-86-09
Эл. почта: journal@viam.ru; сайт: www.journal.viam.ru

Свидетельство о регистрации средства массовой информации
Эл № ФС77-79717 от 07.12.2020.

Журнал включен в Перечень ведущих рецензируемых научных журналов и изданий, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание ученых степеней доктора и кандидата наук, научометрическую базу РИНЦ (Российский индекс научного цитирования), реферативно-информационную базу RSCI (Russian Science Citation Index на платформе Web of Science). Журнал входит в Международную ассоциацию издателей (PILA – Publishers International Linking Association) и участвует в проекте CrossRef. Всем статьям, публикуемым в журнале, присваиваются индексы DOI (Digital Object Identifier). Полные тексты статей с 2005 по 2018 год находятся в открытом доступе на официальном сайте журнала www.journal.viam.ru в разделе «Архив журнала». Полные тексты статей журнала текущего года доступны при оформлении коммерческого доступа к изданию. При использовании материалов в любой форме ссылка на журнал «Авиационные материалы и технологии» обязательна.

СОДЕРЖАНИЕ**Жаропрочные сплавы и стали**

- Мазалов И.С., Мазалов П.Б., Сухов Д.И., Сульянова Е.А.** Влияние параметров горячего изостатического прессования на структуру и свойства сплавов на основе кобальта, получаемых методом селективного лазерного сплавления 3
Елисеев Э.А., Севалььев Г.С., Дорошенко А.В., Дружинина М.Э. Влияние температурно-временных параметров длительных выдержек на превращения в конструкционных сталях (обзор) 15

Легкие сплавы

- Каблов Е.Н., Белов Е.В., Трапезников А.В., Леонов А.А., Зайцев Д.В.** Особенности упрочнения и кинетика старения литейного алюминиевого высокопрочного сплава на основе системы Al–Si–Cu–Mg 24
Асташикин А.И., Бабанов В.В., Селиванов А.А., Ткаченко Е.А., Гусев Д.В., Царев М.В. Улучшение прокаливаемости массивных поковок из сплавов системы Al–Zn–Mg–Cu путем сбалансированного легирования цинком и магнием 35

Полимерные материалы

- Терехов И.В., Ткачук А.И., Донецкий К.И., Караваев Р.Ю.** Технологические и эксплуатационные характеристики и области применения низковязкого эпоксидного связующего ВСЭ-62 с повышенной жизнеспособностью 43

Композиционные материалы

- Тимошков П.Н., Гончаров В.А., Усачева М.Н., Хрульков А.В.** Развитие автоматизированной выкладки: от истоков до наших дней (обзор). Часть 1. Автоматизированная выкладка лент (ATL) 51
Сухов Д.И., Неруш С.В., Ефимочкин И.Ю., Каракаевцев Ф.Н., Богачев И.А. Получение металломатричных композитов на основе сплава ВЖ159 методом селективного лазерного сплавления 62
Воронов В.А., Чайникова А.С., Ткаленко Д.М. Особенности использования органических или водных связующих на основе оксидов элементов III или IV групп при изготовлении керамических форм для литья отливок из химически активных сплавов (обзор) 73

Защитные и функциональные покрытия

- Будиновский С.А., Доронин О.Н., Косямин А.А., Бенклян А.С.** Влияние состояния мишени системы Zr–Y–РЗМ на скорость ее распыления при нанесении керамического слоя ТЗП с помощью установки УОКС-3 85
Кузнецова В.А., Железняк В.Г., Куршев Е.В., Емельянов В.В. Исследование топливо- и водостойкости покрытий на основе наполненных эпоксидно-тиоколовых полимерных композиций 93

Испытания материалов

- Поджиевотов Н.Ю.** Минимальные объемы выборок для оценки начальных моментов распределения предела прочности при растяжении образцов металлических конструкционных материалов 103
Краснов И.С., Ложкова Д.С., Далин М.А. Оценка дефектности заготовок из титановых сплавов для вероятностного расчета риска разрушения дисков газотурбинных двигателей в эксплуатации 115



PUBLICATION FREQUENCY – QUARTERLY

№ 2 (63) June 2021

Founder

FSUE «VIAM» SSC of RF

Editorial board**Chairman of the Board – Editor-in-Chief**

Kablov E.N. Academician of RAS, Professor (VIAM)

Vice-chairmen of the Board – Deputy Editor-in-Chief

Ospennikova O.G. Doctor of Sciences (Tech.) (VIAM)

Members of the Board:

Berlin A.A.	Academician of RAS, Professor (Semenov Institute of Chemical Physics of RAS)
Gabdullin M.T.	Candidate of Sciences (Phys. & Math.) (Al-Farabi Kazakh National University)
Grechnikov F.V.	Academician of RAS, Professor (Samara University)
Epishin A.I.	Doctor of Sciences (Phys. & Math.) (Technical University of Berlin)
Krasovskiy A.L.	Candidate of Sciences (Chem.) (Dow Chemical Company)
Kulkov A.A.	Doctor of Sciences (Tech.), Professor (CRISM)
Lomberg B.S.	Doctor of Sciences (Tech.) (VIAM)
Markovtsev V.A.	Doctor of Sciences (Tech.) (Ulyanovsk NIAT)
Postnov V.I.	Doctor of Sciences (Tech.) (VIAM)
Slavin A.V.	Doctor of Sciences (Tech.) (VIAM)
Shmotin Yu.N.	Doctor of Sciences (Tech.) (UEC)
Agrafenina E.A.	Executive Secretary (VIAM)

Publisher

FSUE «VIAM» SSC of RF

17, Radio str., Moscow, 105005, Russia
 Phone: +7 (499) 261-86-77; fax: +7 (499) 267-86-09
 E-mail: admin@viam.ru; web: www.viam.ru

Editorial Staff:

editors – E.A. Agrafenina, Ju.V. Kolomiets;
 proofreader – I.S. Tumanova; make-up – M.S. Zakrzhevskaya

Responsible for issue – V.G. Dvoryashin

Editorial Address:

17, Radio str., Moscow, 105005, Russia
 Phone: +7 (499) 261-86-77; fax: +7 (499) 267-86-09
 E-mail: journal@viam.ru; web: www.journal.viam.ru

The Journal is included in PILA (Publishers International Linking Association) and participates in the project CrossRef. All published in the Journal articles are assigned indexes DOI (Digital Object Identifier).

The Journal is included in the abstract and information base RSCI (Russian Science Citation Index on Web of Science), the scientometric base RISC (Russian Index of Scientific Citing) and in «The List of leading reviewed scientific journals and issues, where the main scientific results of theses for competition for the scientific degrees of Doctor and Candidate of Science have to be published» (approved by the Higher Attestation Commission under the Ministry of Education and Science of the Russian Federation – abbr. VAK in Russian).
 The content of the Journal since 2005 to 2017 is available in an open access format at the section «Archives» on the official web-site www.journal.viam.ru.
 The content of the Journal of the current year is available registration commercial access.

CONTENTS**Heat-resistant alloys and steels**

- Mazalov I.S., Mazalov P.B., Suhov D.I., Sulyanova E.A. Influence of hot isostatic pressing parameters on structure and properties of cobalt-based alloys obtained by selective laser melting 3
 Eliseev E.A., Sevalnev G.S., Doroshenko A.V., Druzhinina M.E. Influence of time-temperature parameters of long-duration exposure on transformations in structural steels (review) 15

Light-metal alloys

- Kablov E.N., Belov E.V., Trapeznikov A.V., Leonov A.A., Zaitsev D.V. Strengthening features and aging kinetics of high-strength cast aluminum alloy AL4MS based on Al–Si–Cu–Mg system 24
 Astashkin A.I., Babanov V.V., Selivanov A.A., Tkachenko E.A., Gusev D.V., Tsarev M.V. Improving the hardenability of massive forgings from alloys of the Al–Zn–Mg–Cu system by balanced alloying with zinc and magnesium 35

Polymer materials

- Terekhov I.V., Tkachuk A.I., Donetsky K.I., Karavaev R.Yu. Technological and operational characteristics of the VSE-62 low-viscosity epoxy resin with increased pot life and its application 43

Composite materials

- Timoshkov P.N., Goncharov V.A., Usacheva M.N., Khrulkov A.V. The development of automated laying: from the beginning to our days (review). Part 1. Automated Tape Laying (ATL) 51
 Sukhov D.I., Nerush S.V., Efimochkin I.Yu., Karachevchev F.N., Bogachev I.A. Production of MMC based on VZh159 alloy by selective laser melting 62
 Voronov V.A., Chaynikova A.S., Tkalenko D.M. Aspects of usage of organic or aqueous binders based on III or IV group elements oxides in the production of ceramic molds for chemically active alloys casting (review) 73

Protective and functional coatings

- Budinovskiy S.A., Doronin O.N., Kosmin A.A., Benklyan A.S. Influence of the state of the YSZ target on its sputtering rate during deposition of a TBC ceramic layer by the UOKS-3 unit 85
 Kuznetsova V.A., Zheleznyak V.G., Kurshev E.V., Yemelyanov V.V. Research of fuel- and water resistance of coatings based on the filled epoxy-thiokol polymeric compositions 93

Material tests

- Podzhivotov N.Yu. The minimum samples amounts for an assessment of the initial moments of distribution of tensile ultimate strength for the samples of structural metallic materials 103
 Krasnov I.S., Lozhkova D.S., Dalin M.A. Evaluation of deficiency of titanium alloy forgings for probabilistic calculation of gas turbine engine disks fracture risk 115

УДК 622.1/2.(035)

И.С. Мазалов¹, П.Б. Мазалов¹, Д.И. Сухов¹, Е.А. Сульянова¹

ВЛИЯНИЕ ПАРАМЕТРОВ ГОРЯЧЕГО ИЗОСТАТИЧЕСКОГО ПРЕССОВАНИЯ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ КОБАЛЬТА, ПОЛУЧАЕМЫХ МЕТОДОМ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ

DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-3-14

Исследованы микроструктура и механические свойства экспериментальных композиций жаростойкого сплава на основе кобальта, полученных методом селективного лазерного сплавления. Упрочнение в исследованных композициях достигается путем формирования мелкокачистой структуры твердого раствора на основе кобальта и высокодисперсных интерметаллидных и карбидных фаз. Методом МРСА установлено соотношение химических элементов в этих фазах и определен их тип. Показано, что содержание tantalа определяет прочностные свойства сплава. Установлено, что образующиеся при синтезе дисперсные частицы положительно влияют на сопротивление ползучести при температуре 800 °C, тогда как при температуре 1100 °C происходит разрушение по границам наследственной структуры синтеза вне зависимости от особенностей легирования и морфологии структурных составляющих.

Ключевые слова: кобальтовый сплав, аддитивные технологии, селективное лазерное сплавление, горячее изостатическое прессование, структура, механические свойства.

I.S. Mazalov¹, P.B. Mazalov¹, D.I. Suhov¹, E.A. Sulyanova¹

INFLUENCE OF HOT ISOSTATIC PRESSING PARAMETERS ON STRUCTURE AND PROPERTIES OF COBALT-BASED ALLOYS OBTAINED BY SELECTIVE LASER MELTING

The paper examines the microstructure and mechanical properties of experimental compositions of a heat-resistant cobalt superalloy, produced by the method of selective laser melting (SLM). Strengthening in the studied materials is achieved by the formation of a fine-celled structure of a solid solution based on cobalt and highly dispersed intermetallic and carbide phases. By the EMPA (electron micro probe analysis) method, the ratio of chemical elements in these phases was evaluated and their type was determined. It was estimated that the tantalum content determines the strength properties of the alloy. It was found that dispersed particles formed during the synthesis have a positive effect on the creep resistance at 800 °C temperature, whereas at 1100 °C temperature the destruction occurs along the boundaries of the persisted structure of synthesis, regardless of the alloying and morphology of structural components.

Keywords: cobalt alloy, additive manufacturing, selective laser melting, hot isostatic pressing, structure, mechanical properties.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

Одним из главных преимуществ аддитивных технологий (АТ) является возможность изготовления деталей сложной формы с использованием 3D-модели, которые при использовании традиционных технологий литья или штамповки изготовить невозможно. При этом развитие АТ требует применения новых специализированных конструкционных материалов, которые должны создаваться с учетом особенностей формирования структуры, свойственной аддитивным процессам [1, 2].

Разработка материалов нового поколения с высоким комплексом физико-механических свойств для использования в АТ совместно с отработкой технологии изготовления особо ответственных конструктивных элементов характеризуется новизной и прорывным характером. С помощью АТ возможно изготовление изделий с плотностью, близкой к 100 % от теоретической, что позволяет получать изделия с механическими свойствами, сопоставимыми или иногда даже превышающими свойства изделий, полученных традиционными методами (литьем и ковкой) [3, 4].

Основным методом АТ для изготовления деталей является метод селективного лазерного сплавления (СЛС). Он заключается в послойном нанесении металлопорошковой композиции и ее последующем селективном (выборочном) сплавлении при помощи лазера [4]. Процесс СЛС включает следующие стадии: поглощение и рассеивание лазерного излучения, перенос тепла, плавление и перемещение потока жидкости внутри ванны расплавленного металла, испарение металла и химические реакции на поверхности расплава, а также фазовые реакции при затвердевании расплава. Все они совместно с технологическими параметрами синтеза оказывают влияние на формирование структуры материала в процессе СЛС [5–7].

Обработка слоя порошка лучом лазера происходит послойно вдоль линий согласно данным САПР-файла модели. В связи с этим микроструктуре изделий, полученных методом СЛС, присущи некоторые особенности. Она представляет собой выраженную направленную столбчатую структуру, в которой при травлении шлифа в попечном сечении можно обнаружить так называемые треки – области ванны расплавленного и закристаллизовавшегося металла, имеющие сходство со сварными швами.

Из-за высокой энергии лазера и его кратковременного локализованного взаимодействия с ограниченным объемом порошка характерны высокие скорости охлаждения материала, вследствие чего наблюдаются существенные остаточные напряжения в изделиях, полученных методом СЛС [8]. При таких скоростях охлаждения характерно уменьшение размеров структурных составляющих, а также образование пересыщенного твердого раствора с высоким уровнем дефектов упаковки, что выражается в высокой прочности материала по сравнению с отливкой, полученной традиционным путем [9–11]. Исследованиям структуры сплавов на никелевой основе, получаемых методами АТ, посвящен ряд отечественных работ [12–14].

Вместе с тем при освоении АТ широкое распространение получили ранее разработанные сплавы на основе кобальта, применявшиеся в виде отливок. Это связано с сочетанием высокой прочности, сопротивления горячей коррозии и высокого качества структуры кобальтового сплава, синтезированного в виде образцов и изделий методом СЛС. Например, кобальтовые сплавы системы Co–Cr–Mo, разработанные для протезирования и применяющиеся в виде порошка под маркой EOS MP1 для получения деталей методом СЛС, а также другие подобные материалы, в состоянии после СЛС имеют прочность: $\sigma_b = 1136\text{--}1300 \text{ МПа}$, $\sigma_{0,2} = 730\text{--}870 \text{ МПа}$, тогда как в литом состоянии прочность такого сплава не превышает $\sigma_b = 800 \text{ МПа}$ [15–17].

Сочетание технологичности, жаростойкости и механических свойств позволило широко использовать кобальтовые сплавы для прототипирования и натурных испытаний деталей горячей части ГТД, а впоследствии внедрить их для отдельных деталей, изготавливаемых методом СЛС.

В работе [18] исследованы микроструктура и механические свойства опытного сплава системы Co–Cr–Ni–W–Ta в литом состоянии, отличающегося низким содержанием углерода. Цель работы – изучение механических свойств и микроструктуры сплавов данной системы, полученных методом СЛС, в зависимости от режимов газостатической обработки и особенностей легирования.

Работа выполнена в рамках реализации комплексной научной проблемы 10.4. «Технологии получения би- и полиметаллических естественноармированных металлических материалов методом прямого лазерного синтеза из металлических порошков»

(«Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [19].

Материалы и методы

Образцы для исследования получали методом СЛС из трех порошковых композиций, составы которых аналогичны составам литых образцов, изученных в работе [18]. Основа сплава состоит из следующих элементов (здесь и далее – в % (по массе)): 49–53 Co; 20–30 Cr; 7–10 Ni. Углерод – элемент, образующий основную упрочняющую фазу (карбид) и влияющий на структуру синтезированного материала, во всех композициях содержится в количестве 0,25 %. Все три композиции также содержат Ti в качестве карбиообразователя в количестве до 0,15 %, а состав 3 – дополнительно Zr.

Содержание тугоплавких элементов (W и Ta), обеспечивающих сопротивление ползучести при повышенных температурах, варьировалось следующим образом: 10 W и 4 Ta – в составе 1; 10 W и 6 Ta – в составе 2; 5 W и 2 Ta – в составе 3. Дополнительно в составе 3 содержится Mo в количестве 6 %.

Для снижения доли вредных примесей и раскисления при вакуумно-индукционной выплавке добавляли La и Mg в количествах, принятых в практике металлургии жаропрочных сплавов. Для повышения жаростойкости в состав 1 вводили Al в количестве 2 %.

Выплавку прутковых шихтовых заготовок проводили в вакуумной индукционной печи ВИАМ-2002. Металлопорошковые композиции получали из шихтовых заготовок методом газовой атомизации расплава на установке Hermiga. Для работы использовали фракцию металлопорошковой композиции 10–63 мкм. Образцы для испытаний и исследований синтезировали методом послойного лазерного синтеза на установке Concept Laser M2 Cusing.

Для выявления критических температур фазовых превращений экспериментальные композиции исследовали методом дифференциального термического анализа (DTA) с использованием дифференциального сканирующего калориметра DSC 404 F1 в диапазоне температур от 35 до 1500 °C в атмосфере аргона. На основании полученных результатов [18] выбрали режимы баротермической обработки образцов – горячего изостатического прессования (ГИП) на уровнях 90, 60 и 40 °C ниже температуры сольвус (T_{Solv}). Операция ГИП применяется для устранения дефектов структуры, возникающих при синтезе (несплавления, поры), а также для релаксации внутренних напряжений с целью повышения пластичности материала. Горячее изостатическое прессование проводили при давлении 150 МПа, продолжительность обработки составляла 2 ч. Исследовали также структуру материала после отжига при температуре T_{Solv} –10 °C для сопоставления с данными DTA.

Изображения структуры и морфологии фазовых составляющих в образцах исследуемых композиций получали на растровом электронном микроскопе, а также с использованием просвечивающего электронного микроскопа Tescai G2 F20 S-TWIN TMP. Оценку морфологических параметров и объемной доли структурных составляющих проводили в программе Image Expert. Качественный микрорентгеноспектральный анализ (МРСА) осуществляли на сканирующем электронном микроскопе Zeiss EVO MA 10 с энергодисперсионным спектрометром X-Max с применением калибровки по сертифицированным эталонам.

Для испытания механических свойств образцов, изготовленных из синтезированного материала, использовали стандартные методики ГОСТ 1497–84, ГОСТ 9651–84 – при испытаниях на кратковременное растяжение и ГОСТ 10145–81 – при испытаниях на длительную прочность; испытывали по три образца на каждый режим. Испытания на растяжение проводили на образцах как в исходном состоянии после СЛС, так и после ГИП; испытания на длительную прочность проводили на материале, прошедшем ГИП

при температуре 800 °C с приложенным напряжением 220 МПа, а также при температуре 1100 °C с напряжением 25 МПа.

Результаты и обсуждение

Структура синтезированного материала исследованных композиций не имеет существенных различий в зависимости от химического состава. В исходном состоянии микроструктура (рис. 1) сформирована треками – закристаллизовавшимися объемами металла, расплавленного при воздействии лазера с определенной шириной развертки. Особенности формирования мелкодисперсной структуры внутри трека в синтезированном материале обусловлены высокой скоростью кристаллизации в микрообъеме металла, которая оценивается на уровне $10^4\text{--}10^6$ К/с.

Микроячейки треков в поперечном сечении имеют диаметр 100–150 мкм (рис. 1, *a*, *b*). Формирование каждого последующего трека в результате теплового воздействия изменяет структуру предыдущего, формируя при кристаллизации субзерна с дендритной структурой, независимые от границ трека. Дендритная структура субзерен разориентирована, но имеет текстуру в направлении теплоотвода, соседние дендриты внутри субзерен также незначительно разориентированы. Оси дендритных кристаллов имеют сечение 0,5–1,0 мкм, протяженность 5–25 мкм (рис. 1, *c*, *d*). Эвтектическая фаза кристаллизуется в междендритном пространстве в виде частиц округлой или неправильной формы размером <100 нм и образует прослойки, формирующие границы дендритных ячеек (рис. 1, *e*, *f*).

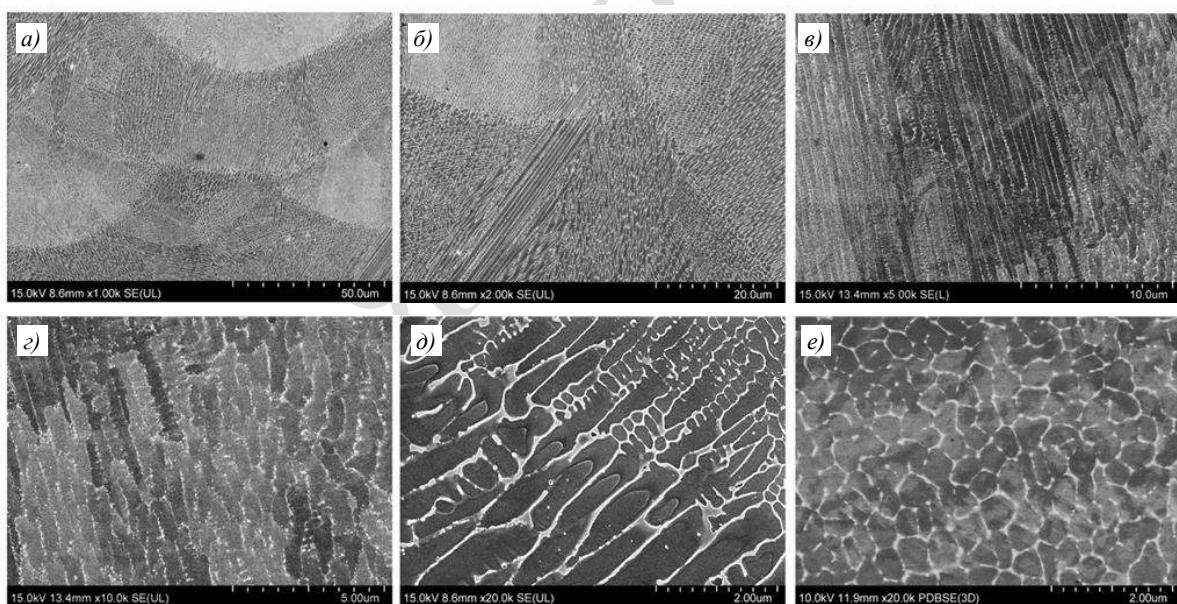


Рис. 1. Микроструктура синтезированного образца композиции 1 без термообработки

На светлопольных снимках, полученных методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), степень разориентировки фрагментов и отдельных ячеек наблюдается в условиях дифракционного контраста (рис. 2, *a*). На границах ячеек кристаллизации наблюдаются карбидные прослойки и отдельные частицы карбидов (рис. 2, *b*). Карбидные частицы имеют гранецентрированную кубическую (ГЦК) кристаллическую решетку с периодом ~0,44 нм (период матрицы ~0,37 нм) и ориентационное соотношение с матрицей $(100)\parallel(100)$ и $[010]\parallel[010]$. В объеме ячеек наблюдаются дефекты упаковки в плоскостях (111) ГЦК-матрицы (рис. 2, *c*).

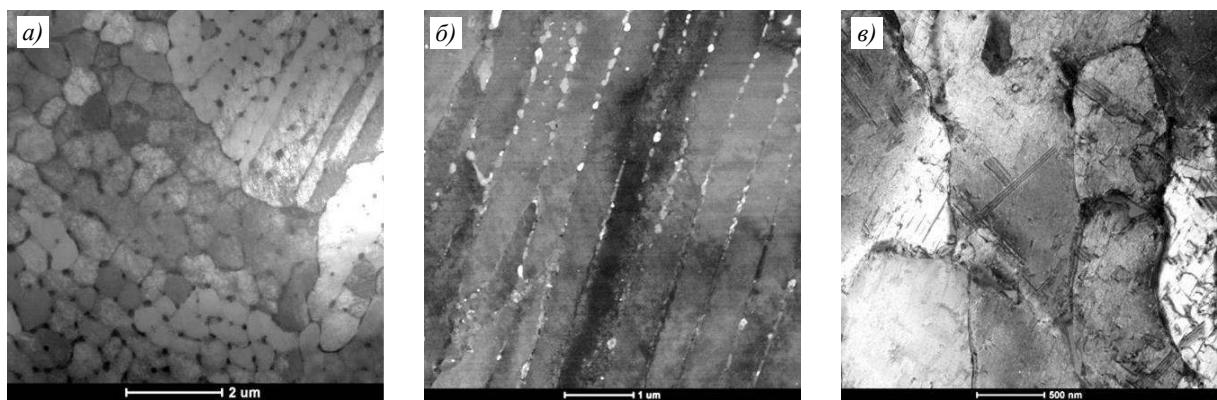


Рис. 2. Микроструктура синтезированных образцов экспериментальных композиций, полученная методом ПЭМ: а – дендритные ячейки в составе субзерен с различной ориентировкой; б – темнопольный снимок в рефлексе карбидной фазы; в – дефекты упаковки в объеме ячеек

Микроструктура синтезированных образцов после ГИП, проведенного по различным режимам, представлена на рис. 3.

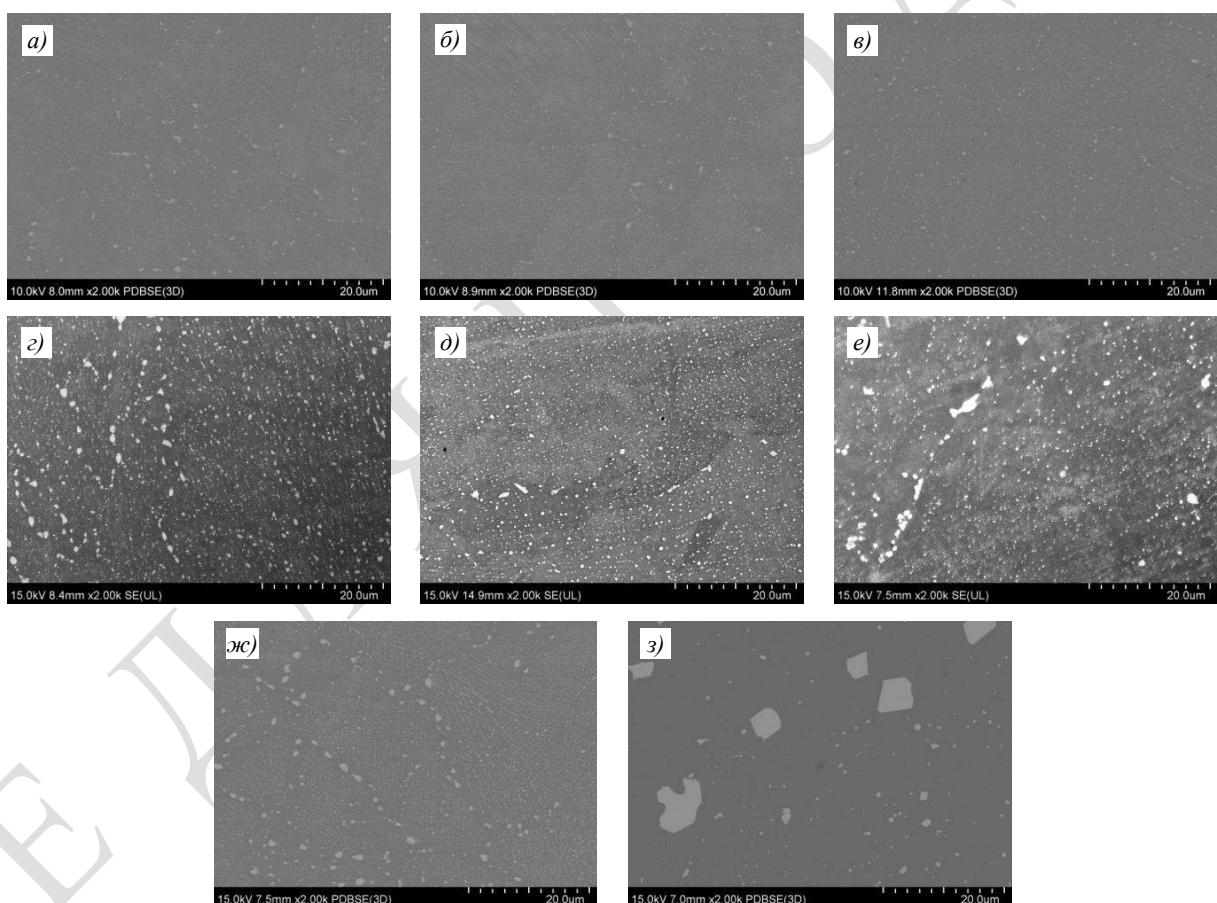


Рис. 3. Микроструктура синтезированных образцов экспериментальных композиций 1 (а–в), 2 (г–е) и 3 (ж–з) после горячего изостатического прессования, проведенного по режимам 1 (а, г, ж), 2 (б, д, з) и 3 (в, е)

Установлено, что воздействие температуры при ГИП приводит к частичной рекристаллизации дендритной структуры, но при этом сохраняется субструктура ячеек

синтеза, границы которых декорированы частицами эвтектических фаз дисперсностью <100 нм.

При нагреве вблизи температуры сольвус $T_{\text{Solv}}=40^{\circ}\text{C}$ происходит интенсивная коагуляция крупных частиц избыточной фазы, их размер достигает 1–2 мкм для композиций 1 и 2. В синтезированном материале композиции 1 размер частиц на границах ячеек заметно не изменяется, однако их количество сокращается, в композиции 2 объемная доля дисперсной фазы размером 0,2–0,5 мкм заметно уменьшается. Наиболее активные процессы коагуляции с формированием частиц размером до 10 мкм с почти полным растворением мелкой фракции в междендритном пространстве демонстрирует синтезированный материал композиции 3 уже при температуре $T_{\text{Solv}}=60^{\circ}\text{C}$.

Воздействие температуры приводит к коагуляции частиц, в первую очередь – на границе субзерен. В зависимости от состава композиции сплава, при обработке по режимам $T_{\text{Solv}}=90^{\circ}\text{C}$ и $T_{\text{Solv}}=60^{\circ}\text{C}$ частицы на границах субзерен имеют размер 0,5–0,7 мкм, а размер частиц на границах дендритных ячеек существенно не меняется и составляет 0,1–0,2 мкм, однако отмечено, что в композиции 1 при температуре $T_{\text{Solv}}=60^{\circ}\text{C}$ характер выделений на границах ячеек приобретает вид сетки, что может свидетельствовать о процессах их коагуляции.

Оценка изменения объемной доли карбидной фазы в синтезированном материале композиции 2 при различных температурах ГИП показала, что объемная доля избыточной фазы в структуре сплава снижается с ~5,2 % (при $T_{\text{Solv}}=90^{\circ}\text{C}$) до 4,8 и 3,3 % при $T_{\text{Solv}}=60^{\circ}\text{C}$ и $T_{\text{Solv}}=40^{\circ}\text{C}$ соответственно. При этом >70 % доли растворенных частиц приходится на мелкую фракцию с размером 0,1–0,3 мкм.

Исследование структуры методом ПЭМ после ГИП при температуре $T_{\text{Solv}}=90^{\circ}\text{C}$ показало, что кристаллографическая разориентировка между ячейками в структуре материала менее выражена по сравнению с исходным состоянием, но дефекты упаковки сохраняются и пересекают их границы (рис. 4, а). Период кристаллической решетки матрицы после ГИП составляет ~0,36 нм, а карбидной фазы ~0,45 нм. По данным рентгеноспектрального анализа в структуре материала присутствуют частицы двух типов: интерметаллидная фаза с высоким содержанием W, Ta, Co и Cr, а также карбидная – на основе тантала с небольшим содержанием Ti и меньшим, по сравнению с интерметаллидной фазой, содержанием Co и Cr (рис. 4, б).

При дальнейшем нагреве до температуры $T_{\text{Solv}}=10^{\circ}\text{C}$ крупные частицы интерметаллидной фазы неправильной морфологии в композиции 1 полностью растворяются (рис. 5, а), в структуре сплава присутствуют только карбиды размером 0,5–2,0 мкм. В композиции 2 при данной температуре происходит интенсивная коагуляция интерметаллидной фазы с формированием частиц неправильной формы размером 2–8 мкм, а также тонких выделений в виде сплошной сетки на границах субзерен (рис. 5, б). В структуре также сохраняются дисперсные карбиды более светлого тона размером до 1 мкм (рис. 5, в).

Исследование распределения химических элементов в частицах избыточных фаз после ГИП и нагревов проводили методом количественного МРСА на растровом электронном микроскопе. Данный метод ограничен возможностью анализа легких элементов с атомным номером менее 11, таким образом, предполагаемое содержание углерода определяли по разнице с суммой содержания тяжелых элементов. В связи с локальностью анализа не менее 1 мкм², анализировали структурные составляющие, превышающие эту величину. По данным МРСА рассчитана атомная концентрация химических элементов в фазовых составляющих, на основании чего проведен анализ возможного типа химических соединений, присутствующих в исследуемых композициях.

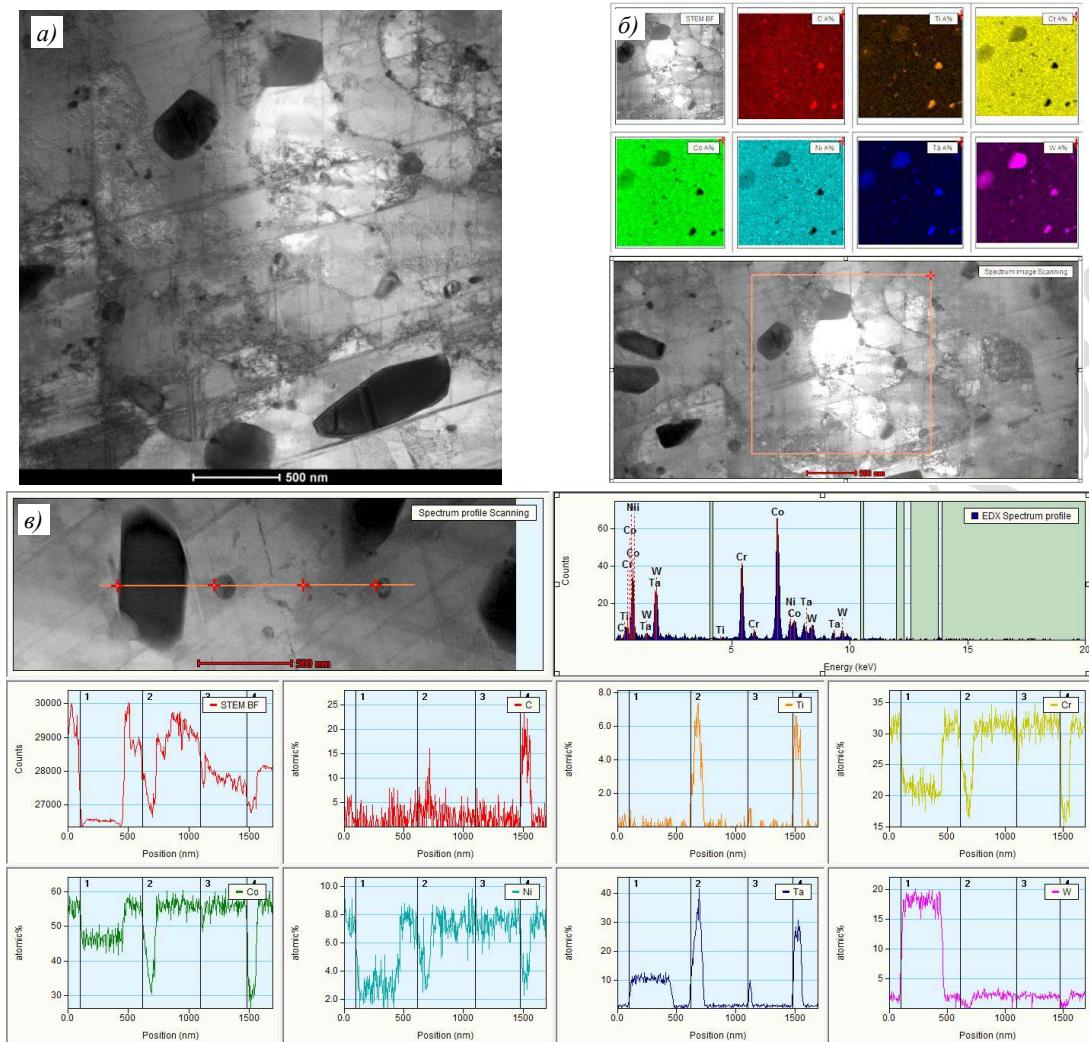


Рис. 4. Микроструктура синтезированного материала после горячего изостатического прессования, полученная методом ПЭМ: *а* – вид структуры избыточных фаз и дефектов упаковки в матрице; *б* – картирование легирующих элементов в области субзеренной структуры материала; *в* – профиль распределения легирующих элементов вдоль линии в структуре образца

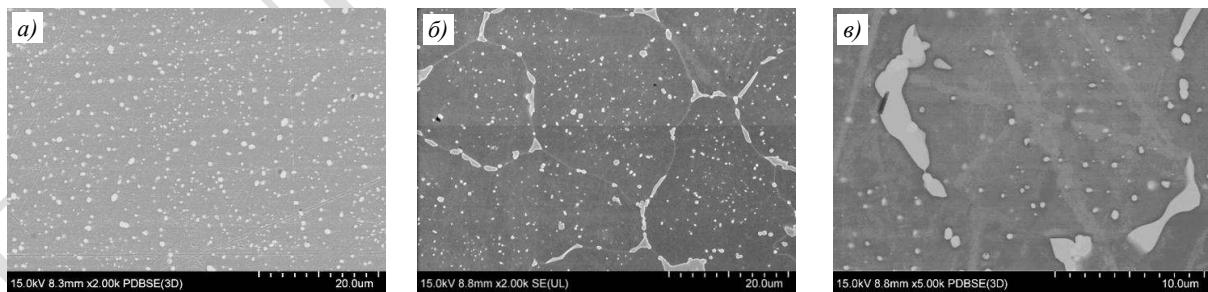


Рис. 5. Микроструктура синтезированного материала после нагрева вблизи температуры сольвус: карбидная фаза в композиции 1 (*а*) и морфология крупной интерметаллидной фазы (*б*) и дисперсных карбидов (*в*) в композиции 2

В синтезированном материале исследуемых композиций после ГИП обнаружены частицы фаз двух типов. Наиболее крупные частицы неправильной формы являются интерметаллидной фазой сложного химического состава с высоким содержанием Co, Cr, W и Ta. Соотношение элементов (в % (атомн.)) в данной фазе можно представить как

соединение типа A₃B: (Co_{0,6}Cr_{0,35}Ni_{0,05})₃ (W_{0,55}Ta_{0,44}Ti_{0,01}). Состав композиции 3 отличается более высокой концентрацией молибдена в интерметаллидной фазе, в которую также входит цирконий. Для этого состава соотношение элементов отличается – (Co_{0,5}Cr_{0,4}Ni_{0,1})₂ (Mo_{0,52}W_{0,28}Ta_{0,18}Zr_{0,01}Ti_{0,01}), т. е. соединение типа A₂B.

Наиболее вероятно, что рассматриваемые фазы являются топологически плотноупакованными, однако тип атомного строения и параметры кристаллической решетки в данной работе не рассматриваются и требуют уточнения. С ростом температуры выдержки при ГИП химический состав интерметаллидной фазы меняется незначительно: уменьшается атомная доля хрома (на ~3 %) с одновременным ростом доли тяжелых элементов – W (Mo).

В исследуемых композициях кобальтового сплава в наибольшей объемной доле содержатся карбиды различного химического состава. Поскольку образцы изучали после проведения нагрева в условиях термообработки методом ГИП на промышленной установке с замедленным охлаждением, то выявленные типы карбидных фаз существуют в диапазоне температур – от нагрева до полного охлаждения, а не в конкретных изотермических условиях.

В композициях 1 и 2, содержащих 4–6 % (по массе) Та, при температурах обработки T_{Solv}–40 °C и T_{Solv}–10 °C обнаружены карбиды состава (в % (атомн.)): (Ta_{0,8}Ti_{0,14}Cr_{0,06})C, что соответствует наиболее стабильному карбиду типа МС (TaC). В композиции 3 данный карбид отдельно не обнаружен, по-видимому, в виду дисперсности частиц и их малой доли.

В композиции 1, помимо карбида МС, после выдержки при температуре T_{Solv}–40 °C обнаружена карбидная фаза типа M₂₃C₆ состава (в % (атомн.)): (Co_{0,4}Cr_{0,3}Ta_{0,2}Ti_{0,06}W_{0,04})₂₃C₆, которая обычно образуется при распаде эвтектических карбидов, т. е. при более низких температурах.

В композиции 2 при всех исследованных температурах обнаружены крупные карбиды состава (в % (атомн.)): (Co_{0,32}Ta_{0,3}Cr_{0,28}Ti_{0,05}W_{0,05})₇C₃, образование которых характерно при уменьшенном соотношении Cr/C в твердом растворе, что может свидетельствовать о вторичном характере образования данных карбидов, т. е. после формирования более стабильных соединений.

В композиции 3 при температурах T_{Solv}–90 °C и T_{Solv}–60 °C обнаружены карбиды M₇C состава (в % (атомн.)): (Cr_{0,57}Co_{0,35}Mo_{0,05}W_{0,02})₇C, в которых также содержатся Та, Zr и Ti с суммарной атомной долей 0,01. При температуре T_{Solv}–40 °C карбидная фаза в композиции 3 не обнаружена.

Дисперсность карбидной фазы даже при температурах, близких к температуре сольвус, а также отсутствие возможности точно определить количество углерода в структурных составляющих осложняет возможность идентификации их структурного типа и требует проведения рентгеноструктурного анализа изолятов избыточных фаз. Вместе с тем видно, что в условиях сверхнеравновесной кристаллизации и последующей выдержки при температуре ниже температуры сольвус карбидной фазы формируются преимущественно интерметаллидные фазы, которые коагулируют с ростом температуры при операциях ГИП, а затем при охлаждении происходит незначительное выделение вторичных карбидов.

Для оценки влияния особенностей легирования исследуемых композиций кобальтового сплава на механические свойства, проведены испытания образцов, изготовленных из синтезированных методом СЛС заготовок цилиндрической формы, ориентированных параллельно (в направлении XY) по оси симметрии образца относительно плоскости построения. Результаты испытаний на кратковременное растяжение при комнатной температуре представлены в табл. 1.

Таблица 1

Механические свойства синтезированных методом селективного лазерного сплавления (СЛС) образцов экспериментальных композиций

Условный номер композиции	Состояние образца и температура нагрева при ГИП или отжиге	σ_b	$\sigma_{0,2}$	$\delta, \%$
		МПа	МПа	
1	После СЛС	1397	1111	17
	После ГИП при 1160 °C	1315	840	26
	После отжига при 1190 °C + 1150 °C	1250	740	32
	После отжига при 1240 °C + 1160 °C	1120	570	36
2	После СЛС	1553	1273	11
	После ГИП при 1160 °C	1438	1038	14
	После ГИП при 1190 °C	1430	1010	16
3	После СЛС	1517	1260	9
	После отжига при 1130 °C	1417	1047	13
	После ГИП при 1160 °C	1370	950	9

В исходном синтезированном состоянии кобальтовые сплавы обладают высокой прочностью, связанной как с ультрадисперсной дендритной структурой на макроуровне, так и с высокой плотностью дефектов кристаллической структуры твердого раствора в сочетании с распределением наноразмерных частиц избыточных фаз на границах дендритов. При воздействии высоких температур происходит частичная рекристаллизация структуры синтезированного материала, а также коагуляция эвтектических фаз – интерметаллидов и карбидов, в результате чего снижается предел текучести и возрастает пластичность. Нагрев материала вблизи температуры сольвус на примере композиции 1 показывает, что, при значительном растворении частиц на наследственных границах дендритов и их коагуляции в виде крупной морфологии, эффект упрочнения, достигаемый при высокой скорости кристаллизации, почти полностью нивелируется и предел текучести материала приближается к показателям литого материала. Вместе с тем синтезированный материал сохраняет высокую пластичность (по сравнению с отливкой), что обусловлено сохранением развитых наследственных границ. Дополнительная выдержка при температурах 1150 и 1160 °C после отжига в образцах композиции 1 не привела к заметному эффекту упрочнения дисперсными частицами вторичных фаз.

При сравнении уровня кратковременной прочности исследуемых композиций при едином режиме обработки методом ГИП при температуре 1160 °C видно, что определяющим фактором упрочнения структуры в синтезированном кобальтовом сплаве служит доля выделившихся частиц, преимущественно интерметаллидных на основе Со, W и Та, а также их стабильность при нагреве до температуры отжига или ГИП. Эффект влияния Та наблюдается при сравнении предела прочности композиций 1 и 2. Частицы на основе Со и Мо (частично замещающего вольфрам) в композиции 3 обеспечивают упрочняющий эффект (сравнимый с эффектом для состава 2), но лишь до температуры 1160 °C, при которой в композиции 3 происходит активная коагуляция фазы.

При статическом нагружении эффекты ползучести развиваются по различным механизмам в зависимости от температуры испытания. При температурах эксплуатации, когда сохраняется зависимость Холла–Петча, определяющий вклад в сопротивление ползучести вносит прочность границ зерен, в том числе благодаря увеличению энергии дефектов упаковки в структуре твердого раствора кобальта. Наноразмерные частицы эвтектических карбидных и интерметаллидных фаз, образующиеся при кристаллизации и сохраняющие эффективность до определенных температур (начала

стадии высокотемпературной ползучести), вносят существенный вклад в упрочнение кобальтовых сплавов при температурах до 800 °C. При более высоких температурах (>1000 °C) для кобальтовых сплавов определяющие факторы, влияющие на сопротивление ползучести, – снижение коэффициента диффузии и энергии дефектов упаковки, а также протяженность и значение энергии межфазных границ. Таким образом, в условиях максимальных рабочих температур оптимальная структура синтезированного материала будет отличаться от таковой для средних температур эксплуатации.

Результаты испытаний на длительную прочность образцов экспериментальных композиций, обработанных при различных температурах, представлены в табл. 2.

Таблица 2

Результаты испытаний на длительную прочность образцов экспериментальных композиций

Температура испытания, °C	Напряжение, МПа	Условный номер композиции	Температура нагрева при ГИП или отжиге	Среднее время до разрушения, ч	Остаточное удлинение, %
800	220	1	Отжиг при 1240 °C + 1160 °C	47	87
		2	ГИП при 1160 °C	122	20
		3		347	80
1100	25	1	ГИП при 1160 °C	18	10
			Отжиг при 1190 °C + 1150 °C	22	15
			Отжиг при 1240 °C	37	10
		2	ГИП при 1160 °C	9	13
			ГИП при 1190 °C	9	17
		3	Отжиг при 1130 °C	10	13
			ГИП при 1160 °C	19	13

При температуре испытания 800 °C наибольшую долговечность демонстрирует композиция 3, вероятно, благодаря образованию (помимо интерметаллидов) значительной объемной доли карбидной фазы типа M₇C, содержащей Cr и Mo, а увеличенную по сравнению с составом 2 пластичность при испытаниях можно объяснить меньшей долей тугоплавких элементов в матрице. Образцы состава 1, обработанные при температуре 1240 °C и дополнительно выдержаные при температуре 1160 °C, демонстрируют наибольшую пластичность и сниженную долговечность в отсутствие эффективного дисперсного зернограничного упрочнения.

Для синтезированных кобальтовых сплавов, испытываемых при температуре 1100 °C, характерным является многоочаговый характер разрушения по границам субзерен, декорированным частицами интерметаллидных фаз, укрупняющимися с ростом температуры при термической обработке. В данном исследовании не изучалась роль межфазных границ в механизме разрушения при данной температуре испытаний, однако видно, что отжиг образцов состава 1 при температурах, близких к температуре сольвус, несколько увеличивает долговечность, предположительно, благодаря частичному растворению интерметаллидных фаз и уменьшению энергии межфазных границ. Вне зависимости от легирования видно, что высокотемпературная ползучесть и характер разрушения в исследуемых кобальтовых сплавах определяется преимущественно наследуемыми границами структуры, полученной после синтеза, что показано ранее при фрактографическом исследовании разрушенных образцов [20].

Заключения

Исследована микроструктура образцов различных композиций жаро- и коррозионностойкого сплава на основе кобальта, полученных методом СЛС. Установлено, что структура исследуемого кобальтового сплава типична для послойно синтезированных кобальтовых и никелевых материалов, но отличается наличием большого количества ультрадисперсных частиц избыточных фаз на границах структурных составляющих, что обуславливает характеристики его прочности.

Проведена оценка стабильности структурных составляющих при различных температурах обработки – высокая стабильность структуры синтезированного кобальтового сплава определяет его работоспособность при температурах >1100 °C. Наиболее стабильной структурной составляющей является карбидная фаза типа TaC, тогда как интерметаллидная фаза активно коагулирует с ростом температуры обработки. Кроме того, в структуре сплавов образуются вторичные карбиды различных типов.

Методом МРСА установлен химический состав фаз, определены предполагаемые типы образующихся соединений: интерметаллидных и карбидных фаз, определяющих характеристики кратковременной прочности и сопротивления ползучести синтезированного материала.

Исследовано изменение механических свойств в зависимости от термической обработки материала и особенностей легирования. Показано, что содержание тантала определяет прочностные свойства сплава, в то время как легирование молибденом эффективно в более низком диапазоне температур. Установлено, что образующиеся при синтезе дисперсные частицы положительно влияют на сопротивление ползучести при температуре 800 °C, тогда как при температуре 1100 °C происходит разрушение по границам наследственной структуры, полученной после синтеза, вне зависимости от морфологии структурных составляющих, что требует оптимизации структуры для эффективной работы сплава во всем диапазоне температур.

Библиографический список

1. Каблов Е.Н. Что такое инновации // Наука и жизнь. 2011. № 11. С. 16–21.
2. Каблов Е.Н. Без новых материалов – нет будущего // Металлург. 2013. № 12. С. 4–8.
3. Frazier W.E. Metal Additive Manufacturing: A Review // Journal of Materials Engineering and Performance. 2014. Vol. 23 (6). P. 1917–1928.
4. Зленко М.А., Попович А.А., Мутылина И.Н. Аддитивные технологии в машиностроении. СПб.: Изд-во Политех. ун-та, 2013. 222 с.
5. Yadroitsev I., Smurov I. Selective laser melting technology: from the single laser melted track stability to 3D parts of complex shape // Physics Procedia. 2010. Vol. 5. P. 551–560.
6. Yasa E., Deckers J., Kruth J. The investigation of the influence of laser remelting on density, surface quality and microstructure of selective laser melting parts // Rapid Prototyping Journal. 2011. Vol. 17. No. 5. P. 312–327.
7. Kruth J.-P., Badrossamay M., Yasa E. et al. Part and material properties in selective laser melting of metals // Proceedings of the 16th International Symposium of Electromachining. 2010. P. 3–14.
8. Karpov I.D., Em V.T., Mazalov P.B., Sulyanova E.A. Characterisation of residual stresses by neutron diffraction at the research reactor IR-8 of NRC «Kurchatov Institute» // Journal of Physics: Conference Series. 2018. Vol. 1109. Art. 012046. DOI: 10.1088/1742-6596/1109/1/012046.
9. Тарасова Т.В., Назаров А.П. Исследование процессов модификации поверхностного слоя и изготовления трехмерных машиностроительных деталей посредством селективного лазерного плавления // Вестник МГТУ «Станкин». 2013. Т. 25. № 2. С. 17–21.
10. Song B., Dong S., Deng S., Liao H. Microstructure and tensile properties of iron parts fabricated by selective laser melting // Optical Laser Technologies. Elsevier, 2014. Vol. 56. P. 451–460.
11. Суперсплавы II. Жаропрочные материалы для аэрокосмических и промышленных установок / под ред. Ч.Т. Симса, Н.С. Столлоффа, У.К. Хагеля. М.: Металлургия, 1995. Кн. 1. 384 с.

12. Евгенов А.Г., Горбовец М.А., Прагер С.М. Структура и механические свойства жаропрочных сплавов ВЖ159 и ЭП648, полученных методом селективного лазерного сплавления // Авиационные материалы и технологии. 2016. № S1 (43). С. 8–15. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-S1-8-15.
13. Евгенов А.Г., Щербаков С.И., Рогалев А.М. Опробование порошков жаропрочных сплавов ЭП718 и ЭП648 производства ФГУП «ВИАМ» для ремонта деталей ГТД методом лазерной газопорошковой наплавки // Авиационные материалы и технологии. 2016. № S1 (43). С. 16–23. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-S1-16-23.
14. Евгенов А.Г., Рогалев А.М., Неруш С.В., Мазалов И.С. Исследование свойств сплава ЭП648, полученного методом селективного лазерного сплавления металлических порошков // Труды ВИАМ. 2015. № 2. Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 07.08.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-2-2-2.
15. Mergulhão M.V., Podestá C.E., Neves M. Perspective of Additive Manufacturing Selective Laser Melting in Co–Cr–Mo Alloy in the Consolidation of Dental Prostheses // Biomaterials in Regenerative Medicine. 2018. February. DOI: 10.5772/intechopen.69720.
16. Qian B., Saeidi K., Kvetková L. et al. Defects-tolerant Co–Cr–Mo dental alloys prepared by selective laser melting // Dental Materials. 2015. Vol. 31. P. 1435–1444. DOI: 10.1016/j.dental.2015.09.003.
17. Kajima Y., Takaichi A., Nakamoto T. et al. Fatigue strength of Co–Cr–Mo alloy clasps prepared by selective laser melting // Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials. 2016. Vol. 59. P. 446–458. DOI: 10.1016/j.jmbbm.2016.02.032.
18. Мазалов И.С., Сухов Д.И., Неруш С.В., Сульянова Е.А. Особенности формирования микроструктуры сплавов системы Со–Cr–Ni–W–Ta и их механические свойства // Кристаллография. 2019. Т. 4. С. 544–549.
19. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. № 1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
20. Асланян Г.Г., Сухов Д.И., Мазалов П.Б., Сульянова Е.А. Фрактографическое исследование образцов сплава системы Со–Cr–Ni–W–Ta, полученных методом селективного лазерного сплавления // Труды ВИАМ. 2019. № 4 (76). Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 07.08.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-4-3-10.

УДК 669.15:621.785

Э.А. Елисеев¹, Г.С. Севальнев¹, А.В. Дорошенко¹, М.Э. Дружинина¹

ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРНО-ВРЕМЕННЫХ ПАРАМЕТРОВ ДЛИТЕЛЬНЫХ ВЫДЕРЖЕК НА ПРЕВРАЩЕНИЯ В КОНСТРУКЦИОННЫХ СТАЛЯХ (обзор)

DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-15-23

Низкотемпературное азотирование сталей проводят, как правило, в температурном интервале развития обратимой отпускной хрупкости. Продолжительность выдержки при этих температурах значительно превосходит выдержку при обычном отпуске, что может отрицательно сказаться на свойствах стали. Рассмотрены теории, объясняющие процессы, происходящие в сталях в интервале температур отпускной хрупкости. Сделан вывод о том, что воззрения, связывающие охрупчивание с присутствием в стали легирующих элементов, таких как никель, не подтверждаются экспериментами, а лучшие объясняют процессы в стали положения, основанные на классических представлениях о диффузии химических элементов.

Ключевые слова: отпускная хрупкость, сегрегации, границы зерен, легированные стали, электронная Оже-спектроскопия, высокий отпуск, фрактография изломов.

E.A. Eliseev¹, G.S. Sevalnev¹, A.V. Doroshenko¹, M.E. Druzhinina¹

INFLUENCE OF TIME-TEMPERATURE PARAMETERS OF LONG-DURATION EXPOSURE ON TRANSFORMATIONS IN STRUCTURAL STEELS (review)

Low-temperature nitriding of steels is usually carried out in the temperature range of development of reversible temper brittleness. The holding time at these temperatures significantly exceeds the holding time during normal tempering, which can negatively affect the properties of steel. The article considers theories that explain the processes occurring in steels in the temper brittleness temperature range. It may be concluded that views linking the embrittlement of steel with alloying elements such as nickel in its content are not confirmed by the experiments; at the same time ideas based on classical views about the diffusion of chemical elements explain the processes in steel better.

Keywords: temper brittleness, segregation, grain boundaries, alloy steel, Auger electron spectroscopy, high-temperature tempering, fractography of fractures.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

В настоящее время исследование процессов вязко-хрупкого перехода в сталях различных систем легирования является перспективной областью исследования в материаловедении [1–4]. В производстве применяется достаточно большое количество технологических процессов, при проведении которых стали выдерживают в температурном интервале отпускной хрупкости или они проходят через этот интервал при медленном охлаждении. Некоторые стали достигают температур появления обратимой отпускной хрупкости при эксплуатации. Таким образом, рассмотрение причин и движущих сил процессов, приводящих к появлению обратимой отпускной хрупкости в стали, является весьма актуальной задачей.

Например, низкотемпературное азотирование сталей проводят, как правило, в температурном интервале развития обратимой отпускной хрупкости ($500\text{--}550\text{ }^{\circ}\text{C}$). Продолжительность выдержки при этих температурах значительно превосходит выдержку при обычном отпуске. В итоге температура вязко-хрупкого перехода возрастает и может превысить рабочую температуру азотирования деталей. Такое повышение температуры вязко-хрупкого перехода обнаруживается обычно как резкое снижение уровня ударной вязкости.

К тому же при выборе или разработке сталей, упрочняемых низкотемпературным азотированием, в научно-технической литературе даются рекомендации по содержанию в них различных элементов [5]. Например, обосновывается положительное влияние никеля на структуру азотированного слоя. В то время как в других работах утверждается усиливающее действие никеля на процессы, приводящие к повышению отпускной хрупкости [6]. Это же относится и к разрабатываемым сталью со сверхравновесным содержанием азота [7].

Общепризнано, что существуют стали, не склонные к обратимой отпускной хрупкости. Во-первых, это углеродистые стали, содержащие в своем составе $<0,5\text{ \%}$ (по массе) Mn. Во-вторых, это легированные стали очень высокой чистоты. В научно-технической литературе также утверждается, что необходимым условием развития обратимой отпускной хрупкости является присутствие в промышленных стальях атомов примесных элементов, прежде всего Sb, P, Sn, As, и легирующих элементов (Cr, Mn, Ni) [8, 9].

Работа выполнена в рамках реализации комплексной научной проблемы 8.3. «Высокопрочные наноструктурированные конструкционные стали и диффузионные покрытия, получаемые методами химико-термической обработки» [10, 11].

Исследования формирования отпускной хрупкости

В настоящее время не существует общепризнанной теории, которая объясняла бы всю совокупность явлений, приводящих к развитию отпускной хрупкости. Однако все исследователи согласны с тем, что охрупчивание в стальях происходит по причине выделения на границах зерен атомов примесных элементов в виде монослоев [12–14]. В работе [15] впервые было высказано предположение о том, что при нагреве атомы примесей перемещаются к дефектам, что приводит к существенному уменьшению внутренней энергии системы. В работе [16] путем измерения электродвижущей силы, возникающей между участками структуры с разным химическим составом в сплавах с варьирующимся содержанием фосфора, доказана связь охрупчивания с обогащением границ зерен этим химическим элементом. В этой же работе обогащение границ зерен охрупченной стали атомами фосфора было подтверждено методом радиометрического анализа травителей.

Применение Оже-спектроскопии для исследования отпускной хрупкости

С появлением возможности осуществлять химический анализ тонких поверхностных слоев металла ($0,5\text{--}2\text{ nm}$) методом Оже-электронной спектроскопии проведение исследований отпускной хрупкости вышло на принципиально иной уровень. Первые опыты с использованием Оже-спектроскопии проводились на хромоникелевых стальях [17, 18]. В этих исследованиях, как и в целом ряде последующих [19–22], использовали следующую схему эксперимента: образцы из хромоникелевой стали, содержащие некоторое количество примесных элементов (Sb – в [23, 24], P – в [25–27], Sn – в [27, 28]) и почти не содержащие таковых (тысячные доли процента), отпускали при одинаковой температуре и продолжительности; затем делали изломы при температуре существенно ниже $0\text{ }^{\circ}\text{C}$, после чего производили химический анализ излома путем снятия Оже-спектров. С целью изучения распределения концентрации химических элементов вглубь от поверхности излома в некоторых работах применялось распыление

материала. Для оценки изменения концентрации примесного элемента в работах рассматривали значение приведенной концентрации $\frac{C(A) - C_\infty}{C(O) - C_\infty}$, где $C(A)$ – общая концентрация легирующих и примесных элементов в данной точке исследуемого образца; $C(O)$ – концентрация исследуемого элемента в данной точке исследуемого образца.

Исследования сегрегаций примесных элементов на изломах

На образцах сталей, содержащих в своем составе в значительном количестве атомы примесных элементов, обнаруживали их в изломе в количестве в 100–300 раз больше, чем в среднем в стали (рис. 1). Тем самым были подтверждены выводы, сделанные в работе [16]. Наряду с примесными элементами, на границе обнаруживали повышенное содержание хрома, и особенно никеля (в 2–3 раза больше, чем в среднем в стали). В образцах, не содержащих атомов примеси, на поверхности излома какие-либо сегрегации отсутствовали. Эти работы создали впечатление, что легирующие элементы на границах появляются только при наличии в стали достаточного количества атомов примеси. Такие выводы легли впоследствии в основу теории синергетической сосегрегации М. Гуттмана, представленной в работах [29–32].

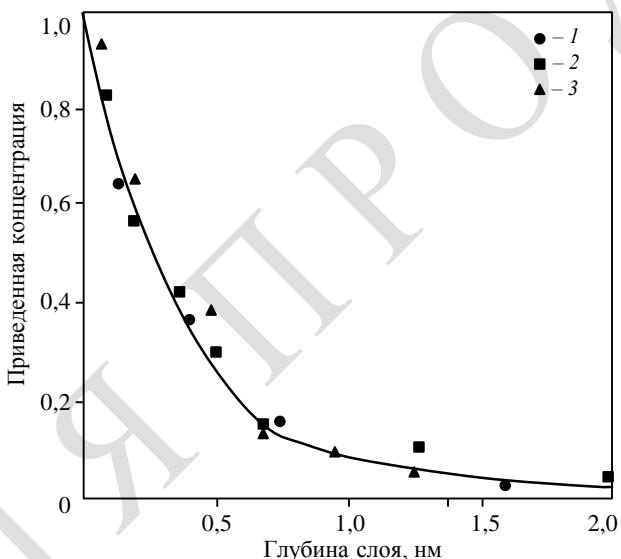


Рис. 1. Зависимость приведенной концентрации примесных элементов на поверхности излома от глубины слоя, удаленного ионным распылением [29]: 1 – Р в стали Fe–0,3С–3,7Ni–1,7Cr–0,01Р; 2 – S в стали Fe–0,39С–3,5Ni–1,6Cr–0,004S; 3 – Sb в сплаве Fe–0,6Sb (состав – в % (по массе))

В соответствии с представлениями теории синергетической сосегрегации граница зерна рассматривалась как двумерная фаза. Атомы примеси и легирующих элементов диффундируют к этой границе. Движение как одних, так и других носит взаимно обусловленный характер, т. е. наиболее подвижные атомы примеси усиливают диффузию атомов легирующих элементов (даже если они не проявляют значительной диффузионной активности), а последние в свою очередь усиливают диффузию атомов примеси. Основываясь на этих представлениях, авторы работы [6] для борьбы с отпускной хрупкостью предлагают, в частности, уменьшать содержание никеля в сталях, поскольку утверждается, что никель усиливает диффузию фосфора к границам зерен. Кроме того, согласно этой теории, на границе происходит конкуренция («конкуренция мест») между атомами различных элементов.

Вывод о конкуренции между атомами химических элементов за места на границе зерен принадлежит Е.И. Гликману [33, 34]. Многие исследователи делали аналогичные выводы [35–37]. Однако приводимые в таких работах экспериментальные факты допускают неоднозначное толкование.

Ошибочность представлений теории М. Гуттмана заключается, по-видимому, в неправильном толковании результатов исследований. Бессспорно, что появление атомов примеси на границах зерен существенно уменьшает эффективную поверхностную энергию разрушения по границам. Выделение атомов легирующих элементов, таких как никель, на границах зерен несколько усиливает границы, поскольку никель имеет более высокую поверхностную энергию, чем железо. Поэтому хрупкий излом в образце, не содержащем атомов примеси, даже при низкой температуре не обязательно будет интеркристаллическим. Существуют работы, например [38], где указывается, что по фрактографии хрупкого излома, полученной в электронном микроскопе, нельзя абсолютно точно определить – является ли он транс- или интеркристаллическим.

Автор работы [39] справедливо замечает, что синергетическая сосегрегация атомов разнородных элементов представляет собой как бы новый вид диффузии, когда элементы с различной величиной разности химических потенциалов между их состоянием в объеме зерен и на границах и с различной диффузионной подвижностью участвуют в одном совместном диффузионном потоке на границе зерен. Это различие обязывает двигаться в первую очередь атомы тех элементов, которые приведут к большему снижению свободной энергии системы, т. е. атомы примеси. Конкуренция за места на границе зерен между атомами, имеющими различную разность химических потенциалов, заранее предрешена в пользу элемента, сильнее снижающего свободную энергию сплава.

Вследствие этого обстоятельства можно утверждать, что обусловленность зернограницых выделений легирующих элементов наличием в сплаве значительного количества примесных атомов не может считаться доказанной. Бессспорно лишь наличие на границах зерен такого количества примесных атомов, которое значительно превышает их среднее содержание в стали, чем определяется низкое сопротивление развитию интеркристаллитного разрушения, и повышенного содержания легирующих элементов, в частности Ni.

В работе [40] показано, что никель распределяется по поверхности излома неравномерно, т. е. атомы образуют «сгустки» на границах зерен. Применением распыления при Оже-спектроскопических исследованиях установлена глубина зернограницей сегрегации никеля 15–20 нм [19, 20] и более (рис. 2) [41].

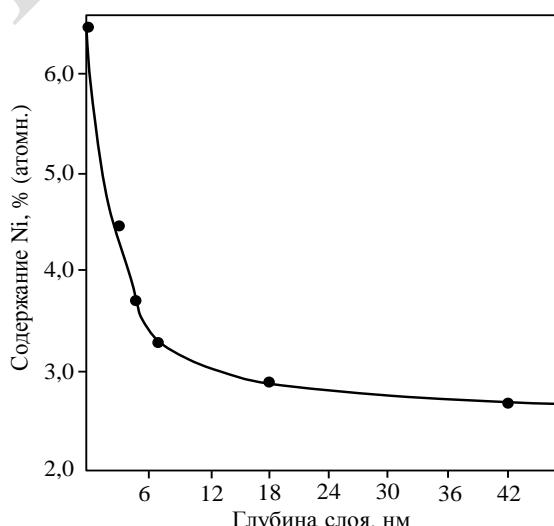


Рис. 2. Зависимость содержания никеля от толщины слоя, удаленного ионным распылением [41]

Положение теории М. Гуттмана о том, что присутствие на границах зерен повышенного количества легирующих элементов является показателем выделения на них сегрегаций примеси, опровергнуто работами немецких ученых [42–44], а также исследованиями в работах [37, 45]. На примере сплавов системы Fe–Ni–P с различным содержанием никеля и фосфора в работе [37] показано, что концентрация обоих химических элементов на границе зерна зависит исключительно от их среднего содержания в стали и не определяется содержанием другого элемента. Обнаружено также, что фосфор скапливается на границах в виде монослоя, в то время как сегрегации никеля имеют значительную толщину. Следовательно, скопление атомов P не может быть причиной концентрации никеля вблизи границ.

Никелевые стали, содержащие до 4 % (по массе) Ni и до 0,4 % (по массе) P, исследованные в работе [46], оказались невосприимчивыми к отпускной хрупкости. Никелевая сталь с содержанием 3 % (по массе) Ni и 0,1 % (по массе) P, по данным работы [47], также практически не показала охрупчивания после выдержки в течение 24 ч при температуре 500 °C, хотя автор отмечает усиление травимости границ зерен. Остается открытый вопрос о том, каким образом усиление склонности стали к хрупкому разрушению связано со скоплением атомов Ni на границах зерен. Достаточно большое количество работ указывает на наличие такой взаимосвязи, например статьи [48–50]. Объяснение, данное в монографии [51], согласно которому зернограницевые кластеры атомов никеля усиливают притягивающую способность границ зерен для атомов примеси – например, фосфора, нельзя считать удовлетворительным. Во-первых, вследствие высокой энергии связи атомов примесей с границами зерен, они неизбежно будут проявляться к границам. Во-вторых, атомы Ni, даже находясь в скоплении, не способны существенно повлиять на это движение из-за малой энергии взаимодействия между непкарбидообразующими элементами, каким является Ni, и примесными (P, Sb, Sn и др.).

В отличие от представленной теории сосегрегации атомов имеются достаточно разработанные представления, изложенные в целом ряде работ, наиболее значимые из которых [39, 51, 52]. В концепции, развитой в этих работах, делаются попытки с использованием исключительно классических понятий связать все процессы образования второй фазы из твердого раствора, перераспределения в нем элементов замещения и элементов внедрения, а также явления, приводящие к возникновению отпускной хрупкости, и объяснить их на единой теоретической основе.

Традиционные представления заключаются в том, что, если каким-либо путем при данной температуре получен неустойчивый твердый раствор, то он должен претерпеть двухфазный распад с образованием фаз, имеющих меньшую объемную свободную энергию [53]. Такой распад может идти двумя принципиально разными путями: по спинодальному механизму и по механизму образования и роста зародышей.

Суть предложенного в работах [39, 51, 52] подхода заключается в том, что спинодальный механизм распада сплавов нестехиометрического состава рассматривается как единственно возможный механизм определяемых диффузией фазовых превращений. В работе [39] показано, что классическая теория зарождения и роста зародышей не выполняется и что сплавы всех составов, за исключением стехиометрического, распадаются по спинодальному механизму.

В отличие от теории зарождения и роста зародышей, где дефекты кристаллического строения имеют определяющее значение в процессе зарождения, являясь местами, в которых вероятность образования новой фазы резко возрастает по сравнению с бездефектными участками матрицы, для формирования новых фаз по спинодальному механизму наличие в сплавах дефектов кристаллического строения совершенно не обязательно. В соответствии с этими представлениями вакансии во время распада имеют чисто кинетическое значение, а роль дислокаций и границ зерен определяется кинетикой и термодинамикой распада.

На кинетику эти дефекты влияют посредством ускорения диффузии легирующих элементов. Например, скорость диффузии элементов внедрения по дислокациям на два порядка выше, чем в относительно бездефектных участках кристалла. На термодинамику распада дислокации и границы зерен влияют в зависимости от природы растворенных химических элементов. Поведение растворенных атомов зависит от вклада химической энергии $E_{\text{см}}^{\text{хим}}$ и упругой энергии $E_{\text{см}}^{\text{упр}}$ в общую энергию смешения $E_{\text{см}}$:

$$E_{\text{см}} = E_{\text{см}}^{\text{хим}} + E_{\text{см}}^{\text{упр}}. \quad (1)$$

Так, для элементов внедрения $E_{\text{см}}^{\text{упр}} \gg |E_{\text{см}}^{\text{хим}}|$. В связи с чем они в первую очередь образуют выделения на дислокациях и границах зерен, формируя там сначала атмосферы Коттрелла, а затем фазы. Зарождение фаз на относительно бездефектных участках происходит в том случае, если исчерпаны места преимущественного зарождения и остались атомы элементов внедрения, не связанные в выделениях.

Элементы замещения, для которых $E_{\text{см}}^{\text{упр}} \gg |E_{\text{см}}^{\text{хим}}|$, также стремятся выделиться на дислокациях и границах зерен (в основном к ним относятся примесные элементы в стали, такие как S, P, Sb, Sn, As и др.), причем выделение происходит сначала на границах зерен, а потом на дислокациях. В относительно бездефектных участках такие элементы выделяются только в случае больших концентраций после заполнения мест преимущественных выделений.

Для элементов замещения, у которых $E_{\text{см}}^{\text{упр}} \ll |E_{\text{см}}^{\text{хим}}|$, таковыми являются обычно легирующие карбидообразующие элементы (Cr, Mn, V, W, Mo и др.), практически безразлично место выделения, хотя некоторые преимущества имеют выделения на дислокациях и границах зерен вследствие более интенсивного протекания диффузии.

Во время высокого отпуска атомы различных элементов образуют диффузионные пары. В работах [54, 55] выделены взаимодействия, энергия которых, по мнению автора, достаточно высока. В основном это диффузионные пары растворенных элементов с атомами железа: железо–карбидообразующий элемент, железо–некарбидообразующий элемент, железо–примесный атом замещения, железо–углерод, карбидообразующий элемент–углерод.

Двухстадийная модель сегрегации фосфора на границах зерен [56], разработанная по итогам исследований зернограницевых выделений в стали 15ХНМФА-А, также основана на классических представлениях и используется для построения теоретических зависимостей уравнения диффузии, слагаемые которых не зависят от наличия или отсутствия других легирующих элементов. Однако авторы проводили эксперименты в основном при температурах 280–320 °C, при которых легирующие элементы в этой стали не обладают достаточной диффузионной подвижностью, при этом длительности выдержек составляли десятки тысяч часов.

На склонность стали к охрупчиванию влияет не только ее химический состав, но и протяженность границ зерен. В работе [57] показано снижение порога хладноломкости охрупченной хромоникелевой стали с 210 до 80 °C при измельчении зерна с 4 до 9 номера. Резко возрастающая площадь границ при измельчении зерна затрудняет образование монослоя примесных элементов на такой границе. По данным работы [58], под действием значительной холодной пластической деформации существенно повышается ударная вязкость стали, которая путем термической обработки перед деформированием переведена в состояние отпускной хрупкости. Авторы работы [25] более детально изучили этот эффект, подвергая деформации образцы сталей ХГ2 и 35ХГСА в вязком (улучшенном) состоянии и в состоянии отпускной хрупкости. Ударная вязкость первых образцов после деформации несколько снижалась, а у хрупких образцов – повышалась. Деформация, проведенная после высокого отпуска, значительно замедлила

и уменьшила падение вязкости под действием последующего отпуска при 500 °С. Из всего вышеизложенного можно сделать вывод о том, что увеличение протяженности границ зерен в стали можно рассматривать как способ борьбы с охрупчиванием.

Заключения

В настоящее время отсутствуют единые представления о причинах возникновения обратимой отпускной хрупкости. Все исследователи сходятся лишь в том, что охрупчивание в сталях происходит при выделении на границах зерен монослоев атомов примесных элементов – неметаллов.

Теория синергетической сосегрегации рассматривает границу зерна как двумерную фазу. Атомы примеси и легирующих элементов диффундируют к этой границе, усиливая движение друг друга. Имеется ряд работ, опровергающих данное утверждение. На примере сплавов системы Fe–Ni–P показано, что концентрация никеля и фосфора на границе зависит только от их среднего содержания в стали и не определяется содержанием другого элемента.

Более продуктивным является применение классических понятий к объяснению указанных сложных процессов. Анализ проводится посредством рассмотрения диффузионных пар растворенных элементов с атомами железа: железо–карбидообразующий элемент, железо–некарбидообразующий элемент, железо–примесный атом замещения, железо–углерод, а также карбидообразующий элемент–углерод, и оценки их вклада в общую картину превращений.

На склонность стали к охрупчиванию влияет не только ее химический состав, но и протяженность границ зерен. Увеличение протяженности границ зерен в стали можно рассматривать как способ борьбы с охрупчиванием.

Библиографический список

1. Каблов Е.Н., Лукина Е.А., Сбитнева С.В., Хохлатова Л.Б., Зайцев Д.В. Формирование метастабильных фаз при распаде твердого раствора в процессе искусственного старения Al-сплавов // Технология легких сплавов. 2016. № 3. С. 7–17.
2. Каблов Е.Н., Бақрадзе М.М., Громов В.И., Вознесенская Н.М., Якушева Н.А. Новые высокопрочные конструкционные и коррозионностойкие стали для аэрокосмической техники разработки ФГУП «ВИАМ» (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2020. № 1 (58). С. 3–11. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-1-3-11.
3. Григоренко В.Б., Морозова Л.В. Применение фрактографического анализа для определения причин разрушения изделий из среднеуглеродистых сталей // Труды ВИАМ. 2018. № 8 (68). Ст. 10. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 01.12.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-8-98-111.
4. Вознесенская Н.М., Шестаков И.И., Тонышева О.А. Влияние режимов отжига на склонность к хрупким разрушениям крупногабаритных поковок из высокопрочной коррозионностойкой стали 18Х13Н4К4С2АМ3 // Труды ВИАМ. 2016. № 12 (48). Ст. 04. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 01.12.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-12-4-4.
5. Герасимов С.А., Куксенова Л.И., Лаптева В.Г. Структура и износостойкость азотированных конструкционных сталей и сплавов. 2-е изд., испр. М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2014. 518 с.
6. Утевский Л.М., Гликан Е.Э., Карк Г.С. Обратимая отпускная хрупкость стали и сплавов железа. М.: Металлургия, 1987. 222 с.
7. Севальнев Г.С., Анцыферова М.В., Дульнев К.В., Севальнева Т.Г., Власов И.И. Влияние концентрации азота на структуру и свойства экономнолегированной конструкционной стали // Авиационные материалы и технологии. 2020. № 2 (59). С. 10–16. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-2-10-16.
8. Васильева А.Г., Комиссарова Л.А., Горюшин В.В. Устойчивость деформационного упрочнения мартенсита против отпуска // Металловедение и термическая обработка металлов. 1978. № 9. С. 26–29.

9. Seach M.P. Interface adsorption, embrittlement and fracture in metallurgy // Surface Science. 1975. Vol. 53. No. 1. P. 168–212.
10. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Ломберг Б.С. Стратегические направления развития конструкционных материалов и технологий их переработки для авиационных двигателей настоящего и будущего // Автоматическая сварка. 2013. № 10. С. 23–32.
11. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. № 1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
12. Архаров В.И., Ивановская С.И., Колесникова Н.М., Фафанова Т.А. О механизме влияния фосфора на отпускную хрупкость стали // Физика металлов и металловедение. 1956. Т. 2. Вып. 1. С. 57–56.
13. Inman M.C., Tipler H.R. Grain-boundary segregation of phosphorus in an iron-phosphorus alloy and the effect upon mechanical properties // Acta metallurgica. 1958. Vol. 26. No. 2. P. 72–84.
14. Cahn J.W., Hilliard J.E. Grain-boundary segregation of P in an Fe–P alloy and effect upon mechanical properties // Acta metallurgica. 1959. Vol. 7. No. 3. P. 219–222.
15. Мак Лин Д. Границы зерен в металлах. М.: Металлургиздат, 1960. 322 с.
16. Утевский Л.М. Отпускная хрупкость стали. М.: Металлургиздат, 1961. 190 с.
17. Marcus H.L., Palmberg P.W. Auger fracture surfase analysis of a temper embrittled 3340 steel // Transactions of metallurgical society of AIME. 1969. Vol. 245. No. 7. P. 1664–1666.
18. Stein D.F., Joshi A., LaForce R.P. Studies utilizing auger electron emission spectroscopy on temper embrittlement in low alloy steels // ASM Transactions Quarterly. 1969. Vol. 62. P. 776–783.
19. Joshi A., Stein D.F. Temper embrittlement of low alloy steels // ASTM STP. 1972. No. 499. P. 59–89.
20. Viswanathan R. Temper embrittlement in a Ni–Cr steel containing phosphorus as impurity // Metallurgical transactions. 1971. Vol. 2. No. 3. P. 809–815.
21. Marcus H.L., Hackett L.H., Palmberg P.W. Effect of solute elements on temper embrittlement of low alloy steels // ASTM STP. 1972. No. 499. P. 90–103.
22. Seah M.P. Adsorption-induced interface decohesion // Acta metallurgica. 1980. Vol. 28. P. 955–964.
23. Савицкий И.А., Скаков Ю.А. О влиянии деформации на ширину рентгеновских линий безуглеродистого мартенсита // Известия вузов. Черная металлургия. 1972. № 1. С. 124–126.
24. Вылежнев В.П., Клейнер Л.М., Курдюмов Г.В., Саррак В.И. О влиянии пластической деформации на состояние твердого раствора углерода в мартенсите закаленной стали // Физика металлов и металловедение. 1967. Т. 24. Вып. 22. С. 186–189.
25. Курдюмов Г.В., Утевский Л.М., Энтин Р.И. Превращения в железе и стали. М.: Наука, 1977. 238 с.
26. Блантер М.Е., Гасанов М.Г., Гуляева Н.А. Тонкая кристаллическая структура поверхностного слоя стали, подвергнутой упрочняющей обработке роликом // Металловедение и термическая обработка металлов. 1966. № 3. С. 13–15.
27. Мясников Ю.Г. Рентгенографические исследования дробеструйного наклена // Качество поверхности деталей машин. М.: Изд-во АН СССР, 1961. С. 256–259.
28. Шигарев А.С. Исследование тонкой структуры поверхностно упрочненных усталостных образцов низкоотпущеных сталей // Металловедение и термическая обработка металлов. 1962. № 3. С. 25–29.
29. Guttmann M. Equilibrium segregation in a ternary solution: a model for temper embrittlement // Surface Science. 1975. Vol. 53. P. 213–227.
30. Krahe P.R., Guttmann M. On the segregation of manganese and antimony to the grain boundaries of temper embrittled steel // Scripta metallurgica. 1973. Vol. 7. P. 387–394.
31. Coad J.P., Riviere J.C., Guttmann M. Reversibiliti of temper embrittlement studied by combined XPS and AES // Acta metallurgica. 1977. Vol. 25. No. 2. P. 161–172.
32. Guttmann M., Krahe P.R., Abel F. et al. Temper embrittlement and intergranular segregation of antimony: a quantitative analysis performed with the backscattering of energetic ions // Metallurgical transactions. 1974. Vol. 5. No. 1. P. 167–177.
33. Гликман Е.Э. О понижении поверхностной энергии границ зерен в сплавах при охрупчивании, вызванном обогащением границ примесями // Физика металлов и металловедение. 1968. Т. 26. № 2. С. 233–240.

34. Гликман Е.Э., Брувер Р.Н., Сарычев К.Ю. О влиянии углерода на межкристаллитную внутреннюю адсорбцию и межзеренное сцепление в сплавах железо-фосфор // Доклады Академии наук СССР. 1971. Т. 200. № 5. С. 1055–1058.
35. Woodward J., Burstein G.T. Surface segregation in 3Cr–0,5Mo steel // Metal science. 1980. Vol. 14. No. 11. P. 529–533.
36. Lea C., Seah M.P. Site competition surface segregation // Surface science. 1975. Vol. 53. P. 272–285.
37. Briant C.L. The effect of nickel, chromium, and manganese on phosphorus segregation in low alloy steels // Scripta metallurgica. 1981. Vol. 15. No. 9. P. 1013–1018.
38. Юрьев С.Ф., Кусницына З.И. Структурные особенности конструкционной стали в состоянии обратимой отпускной хрупкости // Физика металлов и металловедение. 1956. Т. 3. Вып. 2. С. 282–298.
39. Устиновщик Ю.И. Выделение второй фазы в твердых растворах. М.: Наука, 1988. 175 с.
40. Joshi A. Segregation at selective grain bounderies and its role in temper embrittlement of alloy steels // Scripta metallurgica. 1975. Vol. 9. P. 251–260.
41. Briant C.L., Feng H.C., McMahon C.J. Embrittlement of a 5 pct nickel high strength steel by impurities and their effects on hydrogen-induced cracking // Metallurgical transactions. 1978. Vol. 9A. No. 5. P. 625–632.
42. Erhart H., Grabke H.J., Moller R. Kongrenzenanreicherung und versprodende Wirkung des Phosphors in Eisenbasis-Legierungen und niedriglegierten Stählen // Archive fur das Eisenhuttenwesen. 1981. Vol. 52. No. 11. S. 451–456.
43. Erhart H., Grabke H.J. Equilibrium segregation of phosphorus at grain boundaries of Fe–P, Fe–C–P, Fe–Cr–P, Fe–Cr–C–P alloys // Metal science. 1981. Vol. 15. No. 9. P. 401–408.
44. Erhart H., Grabke H.J. Site competition in grain boundary segregation of phosphorus and nitrogen in iron // Scripta metallurgica. 1981. Vol. 15. No. 5. P. 531–534.
45. Suzuki S., Obata M., Abiko K., Kimura H. Role of carbon in preventing the intergranular fracture in iron-phosphorous alloys // Transactions of The Iron and Steel Institute of Japan. 1985. Vol. 25. P. 62–68.
46. Preece A., Carter R.D. Temper brittleness in high-purity iron-base alloys // The journal of Iron and Steel Institute. 1953. Vol. 173. No. 4. P. 387–396.
47. Woodline B.C. Some aspects of temper brittleness // The journal of Iron and Steel Institute. 1953. Vol. 173. No. 3. P. 240–245.
48. Smith C.L., Low J.R. Effect of prior austenitic grain boundary composition of temper brittleness in a Ni–Cr–Sb steel // Metallurgical transactions. 1974. Vol. 5. No. 2. P. 279–285.
49. Seah M.P. Grain boundary segregation and the T-t dependence of temper brittleness // Acta metallurgica. 1977. Vol. 25. No. 3. P. 345–357.
50. Cianelli A.K., Feng H.C., Ucisik A.H., McMahon C.J. Temper embrittlement of Ni–Cr steel by Sn // Metallurgical transactions. 1977. Vol. 8A. No. 7. P. 1059–1061.
51. Устиновщик Ю.И., Банных О.А. Природа отпускной хрупкости сталей. М.: Наука, 1977. 238 с.
52. Устиновщик Ю.И. Вторичное твердение конструкционных легированных сталей. М.: Металлургия, 1982. 127 с.
53. Новиков И.И. Теория термической обработки металлов. М.: Металлургия, 1986. 480 с.
54. Ustinovshikov Y.I. Effects of alloying elements, impurities, and carbon on temper embrittlement of steels // Metal science. 1984. Vol. 18. No. 12. P. 545–548.
55. Устиновщик Ю.И. Характер влияния различных компонентов на отпускную хрупкость сталей // Физика металлов и металловедение. 1985. Т. 59. № 3. С. 524–532.
56. Бокштейн Б.С., Ходан А.Н., Забусов О.О., Мальцев Д.А., Гурович Б.А. Кинетика сегрегации фосфора на границах зерен в низколегированной малоуглеродистой стали // Физика металлов и металловедение. 2014. Т. 115. № 2. С. 156.
57. Ucisik A.H., McMahon C.J., Feng Jr.C., Feng H.C. The influence of intercritical heat treatment on the temper embrittlement susceptibility of a P-doped Ni–Cr steel // Metallurgical transactions. 1978. Vol. 9A. No. 3. P. 321–329.
58. Lea P.C., Arnold R.N. The embrittlement of alloy steels // Proceeding of the Institution of Mechanical Engineers. 1935. Vol. 131. P. 539–553.

УДК 669.018.28:669.715

E.N. Каблов¹, E.V. Белов¹, A.V. Трапезников¹, A.A. Леонов¹, D.V. Зайцев¹

ОСОБЕННОСТИ УПРОЧНЕНИЯ И КИНЕТИКА СТАРЕНИЯ ЛИТЕЙНОГО АЛЮМИНИЕВОГО ВЫСОКОПРОЧНОГО СПЛАВА НА ОСНОВЕ СИСТЕМЫ Al–Si–Cu–Mg

DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-24-34

На основании проведенных исследований установлено, что применение закалки с горячим изостатическим прессованием, а также ступенчатого старения с последовательно повышающимися температурами низкотемпературного старения (первая ступень) и высокотемпературного старения (вторая ступень) обеспечивает для медистого силумина AL4MS при литье в формы из холоднотвердеющих смесей высокий предел прочности, повышает предел текучести на 10 %, сохраняя высокую пластичность, по сравнению с уровнем свойств после одноступенчатого старения.

Ключевые слова: медистый силумин, трехступенчатая закалка, двухступенчатое старение, горячее изостатическое прессование, дислокационная структура, упрочняющие фазы.

E.N. Kablov¹, E.V. Belov¹, A.V. Trapeznikov¹, A.A. Leonov¹, D.V. Zaitsev¹

STRENGTHENING FEATURES AND AGING KINETICS OF HIGH-STRENGTH CAST ALUMINUM ALLOY AL4MS BASED ON Al–Si–Cu–Mg SYSTEM

Based on the conducted research, it has been found that quenching with hot isostatic pressure and step-by-step aging with consistently increasing temperatures of low-temperature aging (first stage) and high-temperature aging (second stage) provides high tensile strength for AL4MS copper silumin during cold box casting, increases the flow stress by 10%, and maintains high plasticity compared to the level of properties after single-stage aging.

Keywords: copper silumin, three-stage quenching, two-stage aging, hot isostatic pressing, dislocation structure, strengthening phases.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

Уровень развития современной авиационной техники, надежность изделий и способы их производства определяются свойствами используемых материалов. Еще недавно основным критерием при выборе материала была его прочность. Однако практика показывает, что наряду с прочностными характеристиками особое значение имеет надежность в эксплуатации [1–6]. Эффективным способом упрочнения алюминиевых сплавов на основе системы Al–Si–Cu–Mg при создании конструкционных материалов для авиакосмической техники является термическая обработка, включающая закалку и ступенчатое старение [7, 8]. Известно, что высокопрочное состояние сплавов можно получить применением одинарного изотермического старения (распада пересыщенного твердого раствора) или ступенчатого старения, сочетающего низкотемпературное

старение (первая ступень) с последующим высокотемпературным старением (вторая ступень) [9–14]. В результате при температуре низкотемпературного старения создается большое число зародышей фазы, стабильных при более высокой температуре второй ступени старения. Таким образом, удается значительно увеличить дисперсность выделений и благодаря этому повысить механические свойства сплава [15–17].

Сплав АЛ4МС (патент РФ № 2563416) относится к группе высокопрочных медистых силуминов и по комплексу механических свойств (относительное удлинение, технологические свойства, герметичность и др.) превосходит многие литейные алюминиевые сплавы. Он предназначен для изготовления крупногабаритных деталей сложной геометрической формы, длительно работающих при температуре до 250 °С. Высокие механические свойства сплав приобретает после термической обработки по режиму Т5 (закалка+старение) и при литье в песчаные формы, которые составляют: $\sigma_b \geq 275$ МПа, $\sigma_{0,2} \geq 235$ МПа, $\delta \geq 5\%$.

Цель данной работы – описание основных положений теории упрочнения применительно к литейному сплаву АЛ4МС, определение кинетики изменения структуры и физико-механических свойств в результате ступенчатого старения.

Материалы и методы

Исследования медистого силумина АЛ4МС проводили на отдельно отлитых образцах, полученных методом литья в формы из холоднотвердеющих смесей (ХТС). Выплавку сплава осуществляли в индукционной печи типа ИСТ-04. С целью получения максимального удлинения содержание элементов в сплаве было в пределах, % (по массе): 8,5–9,0 Si; 1,5–1,65 Cu; 0,37–0,45 Mg.

Термическую обработку проводили в печах сопротивления «Накал», горячее изостатическое прессование (ГИП) – в газостате Quintus-16 фирмы ASEA (Швеция).

Механические свойства определяли при испытании на разрывной машине Zwick/Roell Z100.

Количественный металлографический анализ структуры проводили на металлографическом комплексе фирмы Leica. Съемку изображений вели при помощи цифровой камеры VEC-335 (3 мегапикселя).

Рентгеноструктурный анализ, включая фазовый, проводили на рентгеновском дифрактометре Empyrean PANalytical. Регистрацию дифрактограмм осуществляли в монохроматическом Cu K α -излучении в геометрии Брэгга–Брентано, расшифровку дифрактограмм – с помощью специализированной программы HighScore+ и базы данных PDF-2 2014.

Тонкую структуру образцов из сплава АЛ4МС исследовали с применением просвечивающего электронного микроскопа Tecnai G2 F20 S-TWIN (9922720/D2318) по ММ1.595-17-344-2007 с приставкой для рентгеноспектрального анализа X-Max80T. Объекты исследования – фольги, приготовленные на установке Tenipol-5 фирмы Struers методом электролитической струйной полировки в кислотно-спиртовом электролите, охлажденном до –38 °С.

Результаты и обсуждение

Сплав АЛ4МС имеет сложный химический состав (Al–Si–Cu–Mg–Ti–Zr–Sc). Выбор режима термической обработки определяется фазовым составом сплава, который в свою очередь может сильно изменяться в зависимости от скорости кристаллизации. Чем медленнее идет процесс кристаллизации, например, при литье в формы из песчано-глинистых (ПГС) или холоднотвердеющих смесей (особенно при наличии массивных участков отливки), тем шире интервал кристаллизации. С учетом неравновесных условий кристаллизации при литье в формы из ХТС необходимо прежде всего

исследовать сплав АЛ4МС на наличие легкоплавких эвтектик, температура плавления которых определяет температуру нагрева под закалку. Правильный выбор температуры нагрева под закалку имеет определяющее значение в достижении высоких прочностных свойств сплава. С одной стороны, эта температура должна быть достаточно высокой, чтобы обеспечить в закаленном состоянии высокую степень пересыщения твердого раствора, позволяющую в процессе старения получить высокую плотность ультрадисперсных частиц (микрогетерогенность) и, следовательно, максимально упрочнить сплав. С другой стороны, при выборе этой температуры необходимо учитывать температуру плавления легкоплавких эвтектик [11].

Анализ дифракционных спектров показал, что для всех образцов из сплава АЛ4МС в литом состоянии основной фазой является α -твердый раствор Al и Si с гранецентрированной кубической (ГЦК) решеткой, а также образуются θ -фаза (Al_2Cu), β -фаза (Mg_2Si) и дополнительная фазовая составляющая – W-фаза ($Al_4Cu_2Mg_8Si_7$), которая при литье в кокиль с высокой скоростью кристаллизации не наблюдается (рис. 1 и 2).

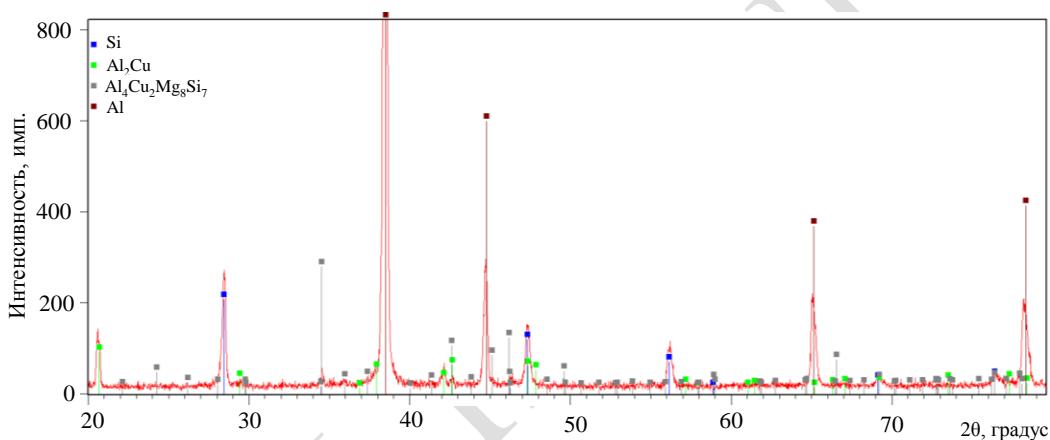


Рис. 1. Дифракционный спектр образца из сплава АЛ4МС в литом состоянии и штрих-диаграмма обнаруженных фаз



Рис. 2. Форма кристаллизации W-фазы ($Al_4Cu_2Mg_8Si_7$), $\times 500$ [11]

Вследствие этого для последовательного растворения упрочняющих фаз и исключения пережога для сплава АЛ4МС требуется термическая обработка по ступенчатому режиму с максимальной выдержкой на каждой ступени.

На термограмме для сплава АЛ4МС в литом состоянии фиксируют четыре эндотермических эффекта, которые, очевидно, соответствуют оплавлению эвтектик различного состава (табл. 1).

Таблица 1

Температуры плавления эвтектик в сплаве АЛ4МС

Температура, °C	503	517	538	566
Эвтектика	$\alpha + W + Al_2Cu + Mg_2Si$	$\alpha + Al_2Cu + Mg_2Si$	$\alpha + Si + Al_2Cu$	$\alpha + Si$

Таким образом, для максимального упрочнения сплава, достигаемого за счет присутствия пересыщенного твердого раствора, температура нагрева должна быть ступенчатой. Изначально для медистых силуминов марок АЛ4МС, АЛ4М и ВАЛ8 установлен нагрев под закалку с третьей ступенью при температуре 510 °C, что, как показали исследования, недостаточно для получения максимальных прочностных свойств. Поэтому, очевидно, для закалки может подойти трехступенчатый режим для растворения эвтектик W, Al₂Cu и Mg₂Si с последней ступенью при температуре 535 °C.

Максимальному повышению свойств могут помешать мелкие газовые включения в виде раковин, неизбежно присутствующие в отливках. Поэтому с целью устранения внутренних (т. е. не сообщающихся с поверхностью) раковин и пор, повышения предела текучести и сохранения высокой пластичности после закалки, совместно с различными режимами старения применяли ГИП. Удаление газовой пористости в сплаве происходит главным образом за счет пластической деформации материала отливки в месте расположения этих пустот. Под воздействием всестороннего сжатия материал отливки деформируется и постепенно «заполняет» пустоту, стенки поры или раковины сближаются, смыкаются и диффузионно сращиваются (свариваются). В полости внутренней поры или раковины присутствует под низким давлением водород, который был растворен в жидком алюминиевом сплаве. Этот водород не будет препятствовать «захлопыванию» поры или раковины, поскольку под воздействием температуры и давления он будет диффундировать в материал отливки, частично растворяясь в нем, и уходить в рабочую среду газостата. Тем самым повышаются механические свойства, особенно пластичность. Максимальная эффективность газостатирования достигается при температуре, близкой к температуре солидус, но поскольку в газостате затруднена ее регулировка, то во избежание пережога выбрали температуру 525±5 °C для проведения ГИП.

Достаточность этих температур и эффективность выбранного режима в целом подтверждаются металлографическими исследованиями и стабильностью уровня механических свойств образцов после закалки – все упрочняющие фазы переведены в твердый раствор, пережог отсутствует.

На рис. 3 показана микроструктура сплава АЛ4МС в литом состоянии и после закалки по выбранному режиму. В процессе ступенчатой закалки наблюдается растворение и коагуляция частиц кремния в эвтектике и расширение области α -твердого раствора.

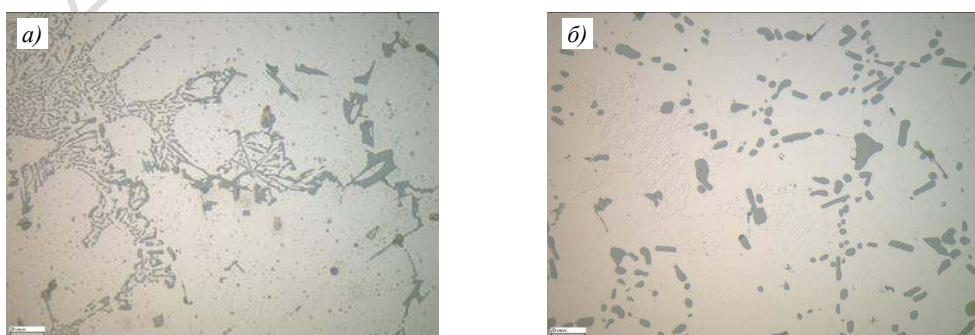


Рис. 3. Микроструктура ($\times 500$) в образцах из сплава АЛ4МС в литом состоянии после травления (а) и закалки (б)

Ранее проведена работа по опробованию различных режимов старения сплава АЛ4МС на основе анализа режимов термообработки сплавов-аналогов из ГОСТ 1583–93 (табл. 2). Цель работы – повышение предела текучести с применением процесса ГИП.

Таблица 2

**Механические свойства* образцов из сплава АЛ4МС
после термической обработки по различным режимам**

Условный номер образца	Режим термической обработки	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %
1	Закалка + ГИП**+ закалка	210–215 214	165–180 172	5,5–7,0 6,3
2	Закалка+ГИП**+ закалка + старение***	355–375 367	300–305 303	2,5–5,8 4,2
3	Закалка+ГИП**+ закалка + старение****	325–360 343	265–280 274	2,6–7,7 4,8
Паспортные данные (литье в ПГС)	T5 (закалка + старение****)	≥275	≥235	≥5

* В числителе – минимальное и максимальное значение, в знаменателе – среднее.
** При температуре 525 ± 5 °С, давлении 1100 ± 100 ат и выдержке 3 ч.
*** При 130 °С, 2 ч + 165 °С, 6 ч, охлаждение на воздухе.
**** При 160 °С, 6 ч, охлаждение на воздухе.

Закалка перед и после ГИП необходима для максимального растворения фаз. Значения пределов прочности при растяжении и текучести удалось значительно повысить, при этом среднее значение для относительного удлинения немного уступает паспортному минимальному значению, поэтому было необходимо доработать режим старения.

Для выбора оптимального режима старения сплава АЛ4МС при литье в формы из ХТС исследованы процессы, происходящие при распаде твердого раствора. Так, необходимо было понять, каким образом формируются структурные выделения дисперсных фаз при двухступенчатом старении по схеме «низкотемпературное старение+высокотемпературное старение». Эффективность такой обработки определяется термической стабильностью низкотемпературных структурных выделений при высоких температурах. Однако переход от низко- к высокотемпературному старению обычно сопровождается полным или частичным растворением зародышей фазы. Такой процесс возврата определяет устойчивость выделений на стадии высокотемпературного старения и, очевидно, имеет существенное значение в формировании структуры при температуре второй ступени старения. В связи с этим представляется важным детально рассмотреть кинетику изменения структуры в результате ступенчатого старения и определить оптимальный режим применительно к алюминиевому сплаву АЛ4МС при невысоких скоростях кристаллизации.

Для этого исследовано влияние образования зон Гинье–Престона (ГП), выделения метастабильных и стабильных фаз в зависимости от режимов одинарного или ступенчатого старения. Механические свойства сплава АЛ4МС в зависимости от режима термической обработки приведены в табл. 3. Для оценки структуры и свойств при «перестаривании» испытали один образец (режим 12).

Анализ полученных данных показывает, что максимальное упрочнение сплава достигается после закалки и одноступенчатого длительного или высокотемпературного старения по режимам 7 и 12. Однако пластичность сплава резко снижается. Определение

механических свойств сплава АЛ4МС, подвергнутого двухступенчатому старению по режимам 10 и 11, показало, что его предел текучести повышается на 25 % без снижения пластичности, по сравнению с пределом текучести после одноступенчатого низкотемпературного старения (режимы 3 и 4).

Таблица 3

Механические свойства* сплава АЛ4МС в зависимости от режима термической обработки

Условный номер режима	Режим термической обработки	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %
1	Закалка + ГИП + закалка (T4)	280–310 295	205–210 210	5,1–5,3 5,2
2	T4 + низкотемпературное старение 4 ч, охлаждение на воздухе	315–330 325	200–205 205	5,5–7,5 6,5
3	T4 + низкотемпературное старение 10 ч, охлаждение на воздухе	310–320 315	205–210 205	3,6–6,2 5,3
4	T4 + низкотемпературное старение 24 ч, охлаждение на воздухе	300–320 310	205–220 210	3,1–5,7 4,4
5	T4 + высокотемпературное старение 4 ч, охлаждение на воздухе	315–325 320	225–230 225	2,7–3,1 2,9
6	T4 + высокотемпературное старение 10 ч, охлаждение на воздухе	350–365 355	290–300 295	1,0–1,7 1,3
7	T4 + высокотемпературное старение 24 ч, охлаждение на воздухе	345–385 370	310–320 315	0,5–1,8 1,3
8	T4 + низкотемпературное старение 10 ч + + высокотемпературное старение 6 ч, охлаждение на воздухе	320–345 335	255–275 265	1,4–3,0 2,4
9	T4 + низкотемпературное старение 24 ч + + высокотемпературное старение 6 ч, охлаждение на воздухе	315–350 330	250–255 250	1,5–4,1 2,8
10	T4 + низкотемпературное старение 2 ч + + высокотемпературное старение 2 ч, охлаждение на воздухе	300–330 315	260–270 265	5,1–6,3 5,6
11	T4 + низкотемпературное старение 2 ч + + высокотемпературное старение 4 ч, охлаждение на воздухе	320–325 320	260–270 265	5,0–5,1 5,0
12	T4 + старение при 200 °C, 10 ч, охлаждение на воздухе	370	320	1,4

* В числителе – минимальное и максимальное значение, в знаменателе – среднее.

Сохранение пластичности сплава АЛ4МС после двухступенчатого старения на прежнем уровне (режим 10), по сравнению с одноступенчатым старением (режим 3), можно объяснить более регулярным пространственным распределением частиц упрочняющей θ' -фазы и меньшим их разбросом по размерам, что приводит к более однородному распределению сдвиговой деформации в сплаве и к участию в процессе деформации большего объема кристалла. Вследствие этого, несмотря на увеличение прочности, относительное удлинение при испытаниях остается на прежнем уровне. При определенных размерах частиц упрочняющей фазы и равномерном распределении их в объеме зерна, пластическая деформация в кристалле является результатом сочетания свободного пробега скользящих дислокаций и огибания частиц фазы, что позволяет сохранять пластичность материала при увеличении уровня прочности.

Наилучшее сочетание пределов прочности и текучести при высоком относительном удлинении достигается после двухступенчатого старения по режиму 10. Для обоснования выбранного режима старения проведены исследования тонкой структуры сплава.

На рис. 4 представлена структура твердого раствора сплава АЛ4МС в закаленном состоянии, отлитого в форму из ХТС. В структуре образца после трехступенчатой закалки наблюдаются дислокации и частицы фазы, содержащей Sc, Zr, Ti и Si (рис. 4, *a*). Кристаллическая решетка частиц является кубической гранецентрированной, упорядоченной по типу сверхструктур L1₂. Некоторые из таких частиц имеют кристаллографическую огранку и небольшую разориентировку с матрицей, что может быть связано с несоответствием решеток при сохранении их когерентного сопряжения с матрицей (рис. 4, *б*, *в*). В структуре сплава (рис. 4, *г*) происходит также выделение упрочняющих фаз на основе меди и магния.

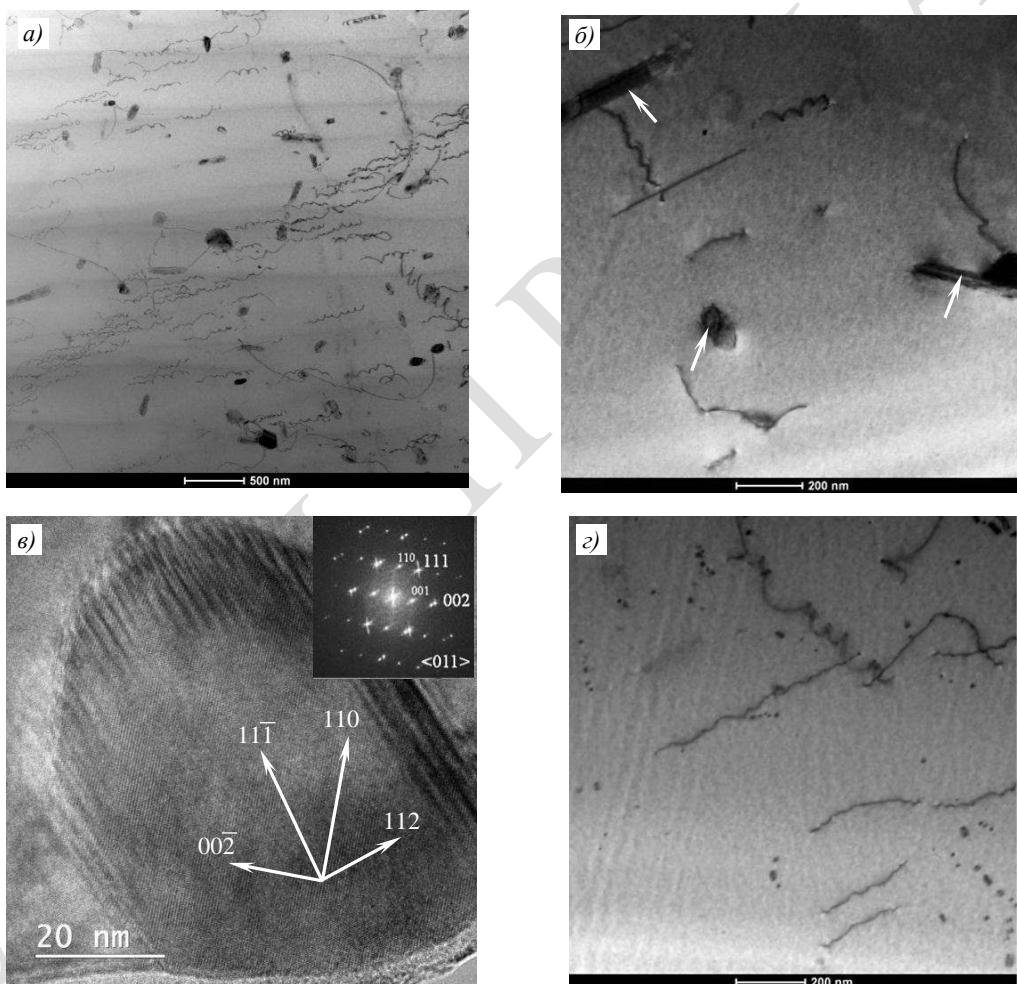


Рис. 4. Структура закаленного образца (режим 1): *а* – дислокационная структура; *б* – частицы с упорядоченной ГЦК-решеткой (дисперсиоиды); *в* – прямое разрешение частицы в α -матрице и Фурье-преобразование (ось зоны $<011>$); *г* – упрочняющие фазы на основе меди, магния и дислокаций

Упрочняющие фазы, содержащие Sc, Zr, Ti и Si, распределены в твердом растворе как показано на рис. 5.

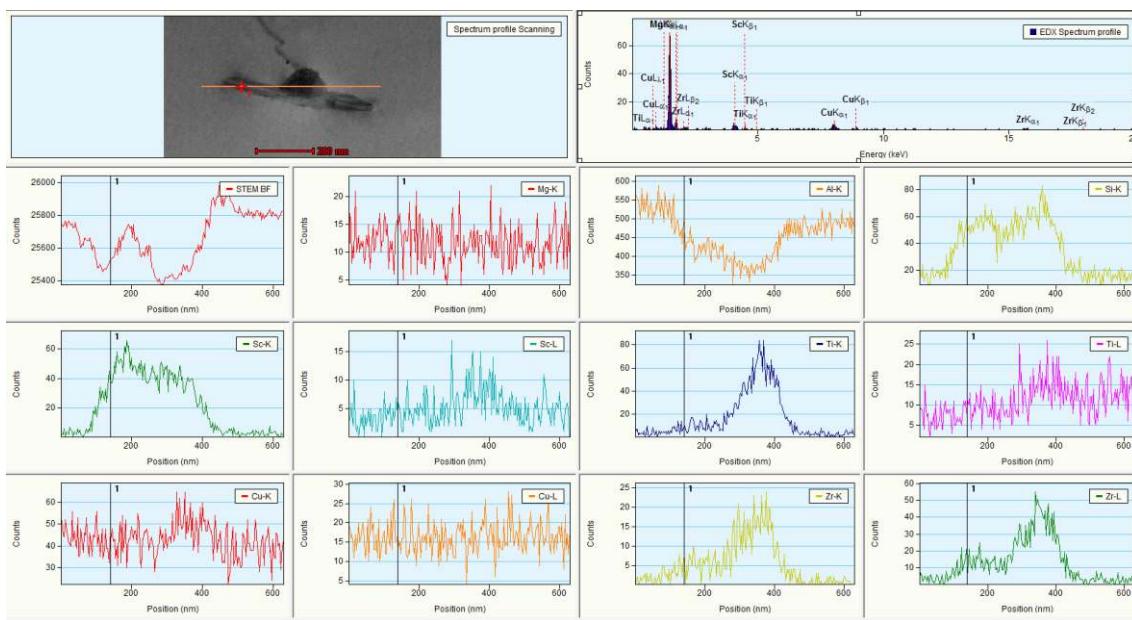


Рис. 5. Профиль распределения легирующих элементов вдоль линии (режим 1)

На рис. 6 видно, что в процессе охлаждения прошла первоначальная стадия старения, наблюдается распад пересыщенного твердого раствора, происходит распад продуктов зонной стадии старения с выделением зон ГП (пятна диаметром 10–20 нм) и образованием скоплений ультрадисперсных частиц кремния. Однако сниженная скорость кристаллизации при литье в форму из ХТС уменьшает плотность зон ГП в твердом растворе сплава АЛ4МС. Это можно объяснить тем, что степень пересыщения твердого раствора пониженная и степень искажения кристаллической решетки твердого раствора также низкая, что тормозит процесс формирования зон ГП, а также и ультрадисперсных частиц элементарного кремния. Поэтому для компенсации отрицательного влияния скорости кристаллизации на процесс образования зон ГП необходимо увеличение продолжительности зонной стадии низкотемпературного старения.

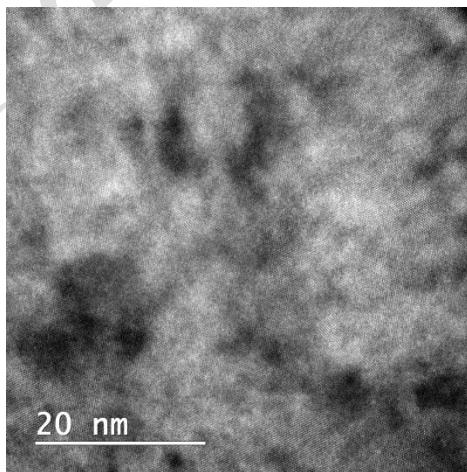


Рис. 6. Структура сплава АЛ4МС после закалки – прямое разрешение кристаллической решетки твердого раствора с неоднородными областями (зоны Гинье–Престона)

Низкотемпературное старение при температурах 130–160 °С после закалки приводит к быстрому и множественному распаду твердого раствора. В структуре образца 2 (табл. 2) наблюдается распад твердого раствора с выделением упрочняющих фаз,

содержащих Sc, Zr, Si, Cu и Mg (рис. 7, *a*). Видны более крупные структурные выделения на дислокациях и отдельные частицы в объеме зерна. Гомогенно зарождающиеся частицы имеют минимальные размеры и равномерно распределены в объеме зерна (рис. 7, *б*).

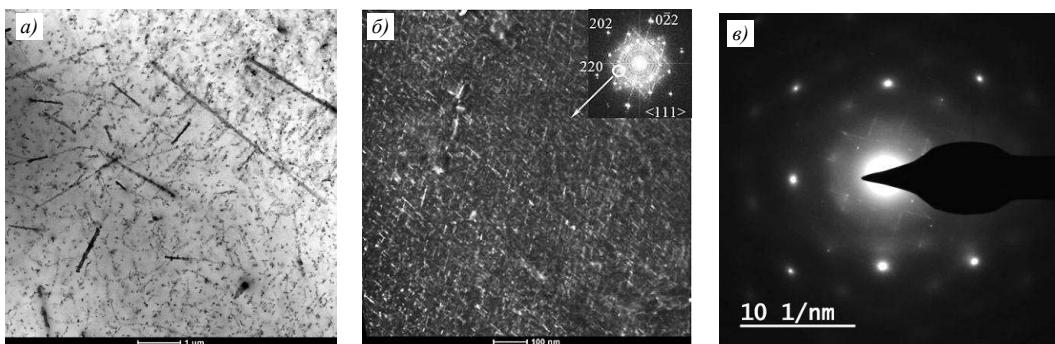


Рис. 7. Структура образца 2 (табл. 2): *а* – светлопольный снимок отдельных крупных выделений упрочняющей фазы в объеме зерна и гетерогенных выделений на дислокациях; *б* – темнопольный снимок структурных выделений упрочняющей фазы в объеме зерна (ось зоны $<111>$ _α, вектор $\mathbf{g} = 1/2(220)$); *в* – электронограмма с рефлексами β' -фазы (ось зоны $<125>$ _α)

В структуре сплава АЛ4МС после низкотемпературного старения можно наблюдать мелкие скопления зон ГП. Плотность зон ГП тем выше, чем больше продолжительность старения (рис. 8, *а*, *б*). При этом увеличивается количество скоплений ультрадисперсных частиц элементарного кремния. Повышение прочности состаренного сплава определяется процессом взаимодействия при скольжении дислокаций с продуктами выделения. Дислокации проходят через зоны, когерентные и частично когерентные выделения, огибая при своем движении выделения. Механическое торможение движения дислокаций дисперсными частицами оказывается тем больше, чем меньше расстояние между ними. С увеличением продолжительности старения количество зон продуктов распада твердого раствора возрастает, расстояние между ними становится меньше, чем в начале старения, и прочность сплава, подвергнутого старению, повышается. Анализ приведенных в табл. 3 данных показывает, что наибольшее значение предела прочности при растяжении достигается после термообработки по режимам 7 и 12.

Старение (одна ступень) при более высокой температуре 200 °C протекает с образованием частиц метастабильной фазы θ' и β' -фазы, а также более крупных частиц кремния (рис. 8, *в*), пластичность сплава снижается (табл. 3, режим 12).

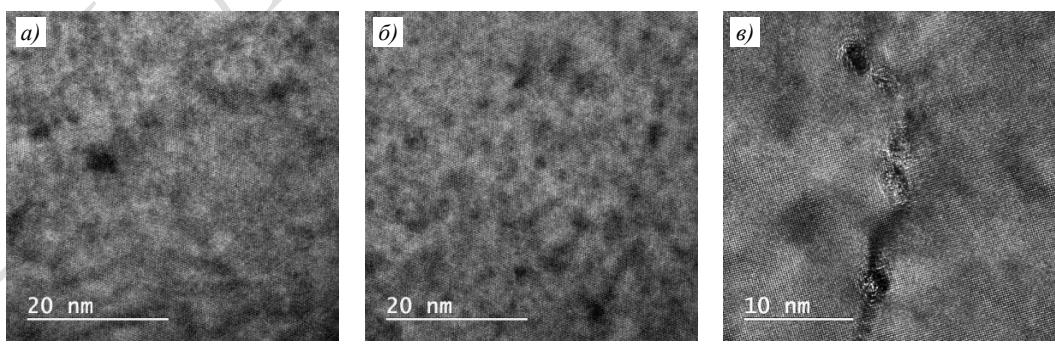


Рис. 8. Тонкая структура сплава АЛ4МС в зависимости от режима старения: 3 (*а*), 4 (*б*) и 12 (*в*)

Для проведения высокотемпературного старения выбран следующий режим первой ступени: температура 130 °C в течение 2 ч. В процессе высокотемпературного старения (вторая ступень) после первой ступени наблюдается эффект возврата,

который зависит от устойчивости выделения зон ГП и величины упругих напряжений, возникающих из-за несоответствия параметров кристаллических решеток зон и матрицы. Так, в сплаве АЛ4МС вследствие большого несоответствия решеток вокруг зон ГП существуют напряжения, которые при температуре возврата перераспределяются и релаксируют. При этом наблюдается полное растворение зон. Для θ'' -фазы, выделяющейся при этом в процессе старения, величина напряжений существенно меньше, что обуславливает неполный возврат. Поэтому частицы θ'' -фазы служат зародышами следующей более стабильной фазы θ' с последующим выделением равновесной фазы θ (Al_2Cu).

Таким образом, релаксация упругих напряжений осуществляется в результате перехода кристаллической решетки зон ГП в кристаллическую решетку метастабильных или стабильных выделений и появления в некоторых случаях около них эпитаксиальных дислокаций. Это повышает устойчивость структурных выделений на высокотемпературной (второй ступени) стадии старения.

Проведенный анализ экспериментальных данных указывает на то, что изменение структурного состояния сплава АЛ4МС, которое приводит к возврату свойств, связано с неустойчивостью системы выделений, образовавшихся при низкотемпературном старении.

В процессе возврата улучшается распределение выделений по размерам и в объеме зерен сплава, а с ростом выделений – и степень атомного упорядочения в них. Эти два фактора (как и развитие релаксационных процессов) будут способствовать увеличению устойчивости зародышей при дальнейшем высокотемпературном старении. При объяснении процесса возврата представляется справедливым учет размера устойчивого зародыша, однако очевидно, что только размерным фактором нельзя объяснить термическую стабильность зародышей при высокой температуре и их способность к росту при дальнейшем старении после возврата. Все это нужно учитывать при выборе сложных термических обработок.

Таким образом, эффект ступенчатого старения с последовательно повышающимися температурами низкотемпературного старения (первая ступень) и высокотемпературного старения (вторая ступень) зависит от устойчивости сплава к возврату, которая определяется величиной упругих напряжений вблизи структурных выделений. Чем они меньше, тем меньше глубина возврата и, как следствие, больше устойчивых зародышей, способных к росту при высокотемпературном старении, и выше свойства сплава. Термическая устойчивость структурных выделений при переходе от низко- к высокотемпературному старению определяется не только их размером, но и величиной напряжений около них, а также их составом и атомным упорядочиванием.

Этим объясняется факт устойчивости системы частиц при высокой температуре на второй ступени старения при достаточной продолжительности предварительного низкотемпературного старения. Следовательно, явление возврата свойств можно использовать в качестве критерия применимости ступенчатого старения к сплаву АЛ4МС.

Заключения

В результате проведенных исследований изучены особенности упрочнения и определена кинетика изменения структуры и физико-механических свойств в результате ступенчатого старения литейного медистого силумина АЛ4МС. Установлено, что изменение структурного состояния сплава приводит к возврату свойств и связано с неустойчивостью системы выделений, образовавшихся при низкотемпературном старении. Установлена закономерность выделений частиц упрочняющих фаз при ступенчатом старении с последовательно повышающимися температурами низкотемпературного (первая ступень) и высокотемпературного старения (вторая ступень).

Разработан режим термической обработки для отливок из сплава АЛ4МС, получаемых методом литья в формы из ХТС, обуславливающий высокий уровень механических свойств. Оптимизация режима старения, включающего низкотемпературное

(первая ступень) и высокотемпературное (вторая ступень) старение, обеспечивает высокий предел прочности, повышает предел текучести на 25 % при сохранении высокой пластичности, по сравнению с уровнем свойств после одноступенчатого старения.

Библиографический список

1. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. № 1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
2. Гаврилов Г.Н., Каблов Е.Н., Ерофеев В.Т. и др. Материаловедение. Теория и технология термической обработки: учеб. пособие. Саранск: Нац. иссл. Морд. гос. ун-т им. Н.П. Огарева, 2019. 1 электрон. опт. диск.
3. Фридляндер И.Н. Создание, исследование и применение алюминиевых сплавов. Избранные труды / под общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: Наука, 2013. 291 с.
4. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Вершков А.В. Редкие металлы и редкоземельные элементы – материалы современных и будущих высоких технологий // Труды ВИАМ. 2013. № 2. Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 06.10.2020).
5. Антипов В.В. Перспективы развития алюминиевых, магниевых и титановых сплавов для изделий авиационно-космической техники // Авиационные материалы и технологии. 2017. № S. С. 186–194. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-186-194.
6. Левчук В.В., Трапезников А.В., Пентюхин С.И., Леонов А.А. Способы литья тонкостенной детали из алюминиевого сплава типа силумин (обзор) // Труды ВИАМ. 2018. № 6 (66). Ст. 04. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 01.10.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-6-30-38.
7. Селиванов А.А., Антипов К.В., Асташкин А.И., Овсянников Б.В. Оптимизация режимов искусственного старения кованых и катаных полуфабрикатов из жаропрочного алюминиевого сплава АК4-1ч. // Труды ВИАМ. 2018. № 4 (64). Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 06.10.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-4-9-19.
8. Нечайкина Т.А., Блинова Н.Е., Иванов А.Л., Козлова О.Ю., Кожекин А.Е. Исследование влияния режимов гомогенизации и закалки на структуру и механические свойства раскатных колец из сплава В95о.ч.-Т2 // Труды ВИАМ. 2018. № 10 (70). Ст. 04. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 01.10.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-10-27-36.
9. Белов Е.В., Дуюнова В.А., Леонов А.А., Трапезников А.В. Метод повышения герметичности и упрочнения литейных коррозионностойких свариваемых магниев // Труды ВИАМ. 2020. № 6–7 (89). Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 05.10.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-67-11-18.
10. Постников Н.С. Упрочнение алюминиевых сплавов и отливок. М.: Металлургия, 1983. 119 с.
11. Колобнев И.Ф. Жаропрочность литейных алюминиевых сплавов. 2-е изд. М.: Металлургия, 1973. 320 с.
12. Hafenstein S., Werner E. Pressure dependence of age-hardenability of aluminum cast alloys and coarsening of precipitates during hot isostatic pressing // Materials Science & Engineering A. 2019. Vol. 757. P. 62–69. DOI: 10.1016/j.msea.2019.04.077.
13. Белов Е.В., Дуюнова В.А., Леонов А.В., Трапезников А.В. Управление структурообразованием и свойствами сварных соединений алюминиевых литодеформированных сплавов с малым удельным весом // Сварочное производство. 2019. № 7. С. 3–11.
14. Белов Н.А., Савченко С.В., Белов В.Д. Атлас микроструктур промышленных силуминов. М.: МИСиС, 2009. 204 с.
15. Белов Н.А., Аксенов А.А. Материаловедение цветных металлов. Алюминиевые, магниевые и титановые сплавы: лабораторный практикум. М.: МИСиС, 2005. 148 с.
16. Золоторевский В.С., Белов Н.А. Материаловедение литейных алюминиевых сплавов. М.: МИСиС, 2005. 376 с.
17. Белов Е.В., Дуюнова В.А., Леонов А.В., Трапезников А.В. Особенности формирования структуры и свойств литейных магниев при термостабилизирующем отжиге // Технология машиностроения. 2019. № 12. С. 5–12.

УДК 669.046.516.2

*А.И. Асташкин¹, В.В. Бабанов¹, А.А. Селиванов¹, Е.А. Ткаченко¹,
Д.В. Гусев², М.В. Царев²*

УЛУЧШЕНИЕ ПРОКАЛИВАЕМОСТИ МАССИВНЫХ ПОКОВОК ИЗ СПЛАВОВ СИСТЕМЫ Al–Zn–Mg–Cu ПУТЕМ СБАЛАНСИРОВАННОГО ЛЕГИРОВАНИЯ ЦИНКОМ И МАГНИЕМО

DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-35-42

Представлены результаты исследований влияния отношения Zn:Mg на прокаливаемость, структуру и комплекс механических и коррозионных свойств поковок толщиной 150 мм из сплавов на основе системы Al–Zn–Mg–Cu, изготовленных в производственных условиях металлургических заводов АО «AMP» и ОАО «КУМЗ».

Показано, что сплав системы Al–Zn–Mg–Cu с соотношением Zn:Mg не менее чем 4:1 при содержании меди не более 1,2 % (по массе) обладает более высокой прокаливаемостью, по сравнению со сплавом 1933 марочного состава, что обеспечивает получение однородных структуры и показателей механических и коррозионных свойств по толщине полуфабрикатов и позволяет на стадии изготовления в metallurgическом производстве снизить остаточные закалочные напряжения в массивных поковках путем правки обжатием в свежезакаленном состоянии.

Ключевые слова: высокопрочные сплавы системы Al–Zn–Mg–Cu, поковки, прокаливаемость, сбалансированное легирование, механические свойства, вязкость разрушения, коррозионные свойства, остаточные закалочные напряжения.

A.I. Astashkin¹, V.V. Babanov¹, A.A. Selivanov¹, E.A. Tkachenko¹,
D.V. Gusev², M.V. Tsarev²

IMPROVING THE HARDENABILITY OF MASSIVE FORGINGS FROM ALLOYS OF THE Al–Zn–Mg–Cu SYSTEM BY BALANCED ALLOYING WITH ZINC AND MAGNESIUM

The paper presents the results of studies of the influence of the Zn:Mg ratio on the hardenability, structure and complex of mechanical and corrosive characteristics of forgings with 150 mm thickness made of alloys based on Al–Zn–Mg–Cu system, manufactured in the production conditions of metallurgical plants of JSC AMR and Public Corporation “KUMZ”.

It has been determined that an alloy of the Al–Zn–Mg–Cu system with Zn:Mg ratio of not less than 4,1:1 and copper mass content of not more than 1.2% has a higher hardenability compared to the 1933 alloy of standard composition, which ensures homogeneous structure and indicators of mechanical and corrosion properties over the thickness of semi-finished products; in metallurgical industry at the stage of manufacturing this allows reducing the residual quenching stresses in massive forgings by means of straightening by reduction in an as-quenched state.

Keywords: high-strength alloys of the Al–Zn–Mg–Cu system, forgings, hardenability, balanced alloying, mechanical properties, fracture toughness, corrosion properties, residual quenching stresses.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

²Акционерное общество «Алюминий Металлург Рус» [Joint Stock Company «Aluminium Metallurg Rus»]; e-mail: amr@amrbk.ru

Введение

В настоящее время существенно возросли требования к служебным и технологическим характеристикам материалов для обеспечения снижения массы и повышения экономической эффективности изделий авиационной и ракетно-космической техники нового поколения [1–6].

Алюминиевые сплавы цинковой группы, особенно в виде кованых, прессованных и катаных полуфабрикатов, применяемых для изготовления сложноконтурных деталей силового каркаса планера самолета, не исчерпали своих потенциальных возможностей. Задачей материаловедов является повышение уровня metallургического и технологического совершенства полуфабрикатов в соответствии с возросшими запросами разработчиков перспективных самолетов и вертолетов [7–11].

Штамповки, поковки и массивные прессованные полосы из высокопрочных сплавов цинковой группы широко используются для получения силовых деталей планера современных серийных самолетов Як-130 и SSJ, а также в конструкции нового пассажирского среднемагистрального самолета МС-21. В конструкции перспективных вертолетов также планируется применение высокопрочных сплавов указанной группы в виде крупногабаритных поковок и плит [8].

Требования, предъявляемые к сплавам, предназначенным для изготовления крупногабаритных деталей сложной формы (шпангоутов, лонжеронов, фитингов), обусловлены особенностями этих деталей, такими как сложная конфигурация; резкий перепад толщин; действие нагрузок, приложенных в процессе эксплуатации детали в разных направлениях относительно волокна в сложноконтурных изделиях. В связи с этим полуфабрикаты из сплавов системы Al–Zn–Mg–Cu должны обладать необходимой однородностью и высоким уровнем свойств во всем объеме, что существенно зависит от прокаливаемости материала. Глубину прокаливаемости определяют главным образом два показателя – скорость охлаждения во время операции закалки и устойчивость переохлажденного α_{Al} -твердого раствора легирующих элементов в алюминии [12–14]. Чем больше скорость охлаждения и устойчивость твердого раствора, тем выше прокаливаемость.

Максимальная допустимая при закалке толщина кованых полуфабрикатов из высокопрочных деформируемых алюминиевых сплавов серийных составов, ограниченная прокаливаемостью, составляет 50–80 мм (ОСТ 1 90297–85). При такой толщине по всему объему поковки обеспечивается скорость охлаждения в воде с температурой 20 °C при закалке не ниже критической, и ее замедление в центральной части поковки (по сравнению с периферией) не приводит к заметному снижению эксплуатационных характеристик.

По этой причине термообработку кованых полуфабрикатов больших толщин проводят на авиастроительном предприятии после черновой обработки резанием до толщины, не превышающей 50–80 мм, что приводит к появлению значительных остаточных напряжений, возникающих как в процессе охлаждения при закалке, так и при заключительной механической обработке, и, как следствие, – к существенным поводкам и короблению в деталях.

Известным методом снижения закалочных остаточных напряжений в кованых массивных полуфабрикатах является правка сжатием в свежезакаленном состоянии со степенью остаточной деформации 2–5 %, которую осуществляют на металлургических заводах с использованием мощного прессового оборудования. Другой часто применяемый способ снижения закалочных напряжений, в том числе на авиастроительных заводах, особенно для полуфабрикатов незначительной толщины и листовых деталей, – замедление скорости охлаждения во время операции закалки путем охлаждения в горячей воде с температурой не менее 65 °C или в водных растворах полимеров [12, 15].

В связи с этим для устранения остаточных напряжений в крупногабаритных поковках на стадии их изготовления необходимо расширение до толщины 150 мм номенклатуры полуфабрикатов, поставляемых в термоупрочненном состоянии, что возможно только при условии увеличения прокаливаемости сплава. Это позволит исключить дополнительную операцию правки, снизить трудоемкость при термической обработке и брак при изготовлении деталей на авиастроительных заводах, а также повысить коэффициент использования материала.

Известно [12–14], что величина прокаливаемости сплавов рассматриваемой системы легирования связана с соотношением между базовыми легирующими элементами в материале – цинком и магнием. При увеличении содержания меди в сплавах также снижается устойчивость α_{Al} -твердого раствора из-за увеличения его пересыщенности.

Микролегирование сплава переходными металлами, которые вводят в алюминиевые сплавы в качестве антирекристаллизаторов и модификаторов [16], оказывает существенное влияние на прокаливаемость сплавов цинковой группы. Из наиболее распространенных малых добавок в наибольшей мере снижает устойчивость α_{Al} -твердого раствора хром, в меньшей степени – оказывает влияние цирконий, а затем марганец.

В данной статье показаны результаты исследования влияния содержания цинка и магния на механические и коррозионные свойства, прокаливаемость, вязкость разрушения массивных поковок из сплавов цинковой группы с фиксированным содержанием меди и циркония при изменении соотношения цинка и магния, а также проведено сравнение эффективности основных методов и приемов по устранению остаточных напряжений в крупногабаритных кованых полуфабрикатах.

Материалы и методы

Образцы отбирали из крупногабаритных поковок толщиной 150 мм, изготовленных из алюминиевых сплавов цинковой группы с пропорциями содержания Zn к Mg, такими как 3,1:1; 4,1:1 и 4,4:1. Закалку, правку и искусственное старение по режиму T2 проводили в условиях металлургических предприятий.

Суммарное содержание цинка и магния в исследуемых сплавах составляло 8,8–9,2 % (по массе) при одинаковых содержаниях меди 1,2 % (по массе) и циркония 0,12 % (по массе). Присутствие примесей, таких как Fe и Si, в исследуемых сплавах также было практически одинаковым.

Анализ микроструктуры проводили на микроскопе Olympus GX 51 по MP 21-31-85 на шлифах, отобранных из периферийной и центральной частей по толщине крупногабаритных поковок.

Электронно-микроскопические структурные исследования выполняли на просвечивающем электронном микроскопе JEM 200CX (ЕМ 132039-49) по ММ 1.595-17-344-2007. Фольги для исследований изготавливали электроэррозионной резкой, шлифовкой и электролитической полировкой при температуре -38°C в спиртовом растворе HNO_3 .

Для определения механических свойств, вязкости разрушения и коррозионных свойств образцы отбирали из периферийных и центральной частей по толщине поковок.

Механические свойства (σ_b , $\sigma_{0,2}$, δ) определяли на машине Zwick/Roell Z250 при комнатной температуре в соответствии с требованиями ГОСТ 1497–84 на цилиндрических образцах (по 5 образцов на точку).

Критический коэффициент вязкости разрушения (K_{Ic}) при внекентренном растяжении компактных образцов (по 5 образцов на точку) определяли на испытательной машине Walter+Bai LFMZ-250 в соответствии с ОСТ 25.506–85.

Склонность к межкристаллитной коррозии (МКК) определяли по стандартной методике в растворе 2 по ГОСТ 9.021–74 (по 6 образцов на точку).

Остаточные напряжения в исследуемой поковке, подвергнутой правке в свежезакаленном состоянии и термообработанной по режиму Т2, оценивали рентгеноструктурным методом по методике ММ 1.595-17-225-2004 на анализаторе остаточных напряжений.

Результаты и обсуждение

Микроструктура исследованных крупногабаритных поковок толщиной 150 мм из сплавов трех составов приведена на рис. 1. Существенных различий в структуре поковок не обнаружено – все поковки имеют преимущественно нерекристаллизованную (полигонизованную) структуру, однако отмечается тенденция к некоторому укрупнению зерна в центральных зонах по толщине, что вызвано неоднородностью деформации, возникающей при ковке массивных поковок.

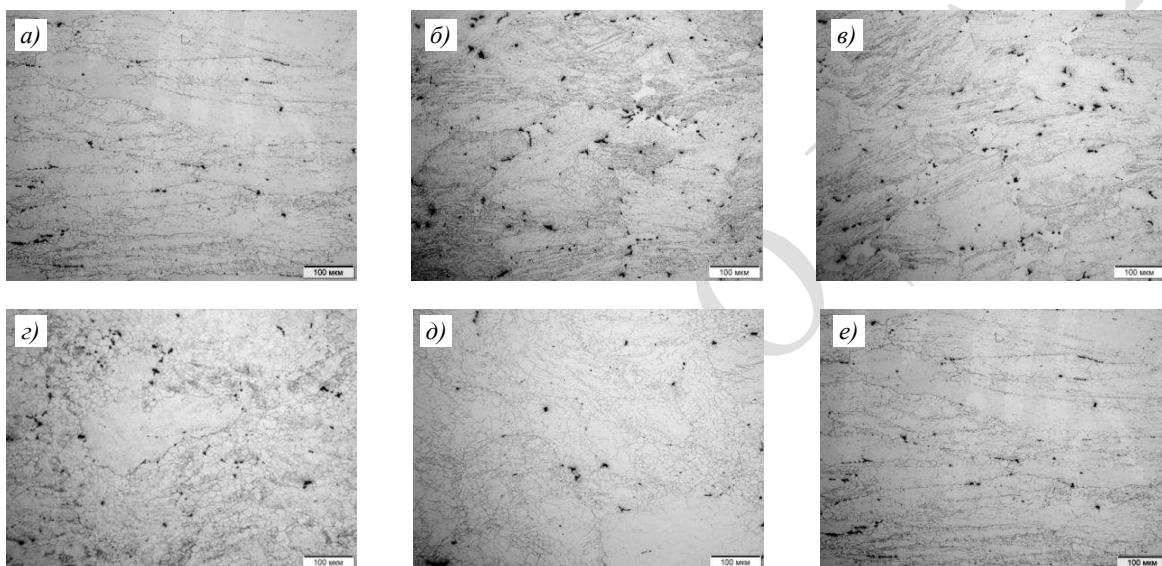


Рис. 1. Микроструктура в средней зоне сечения по толщине (*a*, *в*, *д*) и на периферии (*б*, *г*, *е*) массивных кованых полуфабрикатов из сплавов системы Al–Zn–Mg–Cu с отношением цинка к магнию 4,4:1 (*a*, *б*); 4,1:1 (*в*, *г*) и 3,1:1 (*д*, *е*)

Установлено (табл. 1), что у поковок, охлажденных в воде с температурой 20 °С во время закалки, при низких значениях отношения цинка к магнию в центральных частях снижение уровня прочности по сравнению с уровнем прочности на периферии составляет 40 МПа в термоупрочненном состоянии, в то время как при большем соотношении (более 4,1:1) – не превышает 10 МПа.

Аналогичный характер имеет изменение уровня вязкости разрушения (K_{Ic}) поковок (табл. 1). При высоких значениях соотношения Zn и Mg различие уровня значений K_{Ic} по сечению незначительно. При соотношении Zn к Mg, равном 3,1:1, значение K_{Ic} в центральной зоне поковки снижается на ~10 % по сравнению с периферийными зонами.

При оценке склонности к МКК установлено (табл. 2), что при более высоком значении соотношения Zn к Mg обеспечивается отсутствие склонности к МКК в поковках, а при уменьшении этого соотношения в центральной зоне поковок появляется склонность к МКК – до ~0,145 мм. В табл. 2 для сравнения приведены также ранее полученные данные по склонности к МКК аналогичных крупногабаритных поковок из сплавов цинковой группы, охлажденных в горячей воде во время операции закалки. Видно, что при температуре воды 70 °С повышается склонность к МКК по сравнению с охлаждением в воде с температурой 20 °С, особенно в центральной части поковок из сплава марки 1933 с соотношением цинка к магнию, равным 3,1:1.

Таблица 1

Механические свойства и вязкость разрушения поковок толщиной 150 мм из сплавов системы Al–Zn–Mg–Cu с различным отношением Zn к Mg

Соотношение Zn:Mg	Зона вырезки образца	Направление вырезки образца	σ_b	$\sigma_{0,2}$	δ , %	K_{Ic} , МПа $\sqrt{\text{м}}$
			МПа			
4,4:1	Поверхность	Продольное	515	485	13	39,5
		Поперечное	505	480	12	—
	Середина	Продольное	505	475	15	38
		Поперечное	500	475	13	—
		Высотное	485	450	9	—
4,1:1	Поверхность	Продольное	505	465	12	38,0
		Поперечное	500	460	10	—
	Середина	Продольное	495	440	14	36,5
		Поперечное	490	450	10	—
		Высотное	485	440	8	—
3,1:1	Поверхность	Продольное	515	485	13	38,0
		Поперечное	510	480	13	—
	Середина	Продольное	475	445	14	34,0
		Поперечное	460	440	13	—
		Высотное	440	410	6	—

Таблица 2

Склонность к межкристаллитной коррозии (МКК) поковок толщиной 150 мм из сплава марки 1933 сбалансированного состава с различным соотношением Zn к Mg

Соотношение Zn:Mg	Условия охлаждения при закалке	Склонность к МКК, мм	
		на поверхности	в середине
4,4:1	Холодная вода	Отсутствует	
	Горячая вода*	0,05	0,105
4,1:1	Холодная вода	Отсутствует	
3,1:1	Холодная вода	Отсутствует	0,145
	Горячая вода*	0,105	0,175

* Ранее полученные данные.

Как показали электронно-микроскопические исследования структуры поковок (рис. 2), указанные изменения свойств связаны со степенью распада (устойчивостью) пересыщенного α_{Al} -твердого раствора сплавов цинковой группы при охлаждении в процессе закалки в зависимости от содержания цинка и магния.

В структуре периферийных зон сечения кованых массивных полуфабрикатов из сплавов системы Al–Zn–Mg–Cu, закаленных в воде с температурой 20 °C, по границам субзерен отсутствуют выделения фазы MgZn₂ (рис. 2, а, б) при соотношении цинка к магнию, равном 4,1:1, но в центральной зоне отмечается незначительный распад твердого раствора по границам субзерен (рис. 2, в).

В центральной части по сечению поковок с соотношением содержания цинка к магнию, равным 3,1:1, замедление скорости охлаждения приводит к частичному распаду пересыщенного твердого раствора, что сопровождается выделением большего количества частиц фазы MgZn₂ на субграницах (рис. 2, г), чем в структуре образца, вырезанного из центра поковки с соотношением цинка к магнию более 4,1:1 (рис. 2, в), что и привело к заметной разнице свойств образцов, вырезанных из поверхностных и центральных частей поковки с соотношением цинка к магнию, равным 3,1:1.

В поковках, охлажденных в горячей воде (рис. 2, д–з), на границах субзерен наблюдается распад α_{Al} -твердого раствора независимо от количества цинка и магния в сплаве, однако по качественной оценке – наибольшее количество частиц фазы MgZn₂ наблюдается в центральной части по сечению поковки с соотношением Zn к Mg,

равным 3,1:1 (рис. 2, з), и незначительное количество более мелких частиц фазы $MgZn_2$ присутствует в периферийных зонах поковки с соотношением Zn к Mg, равным 4,1:1 (рис. 2, д).

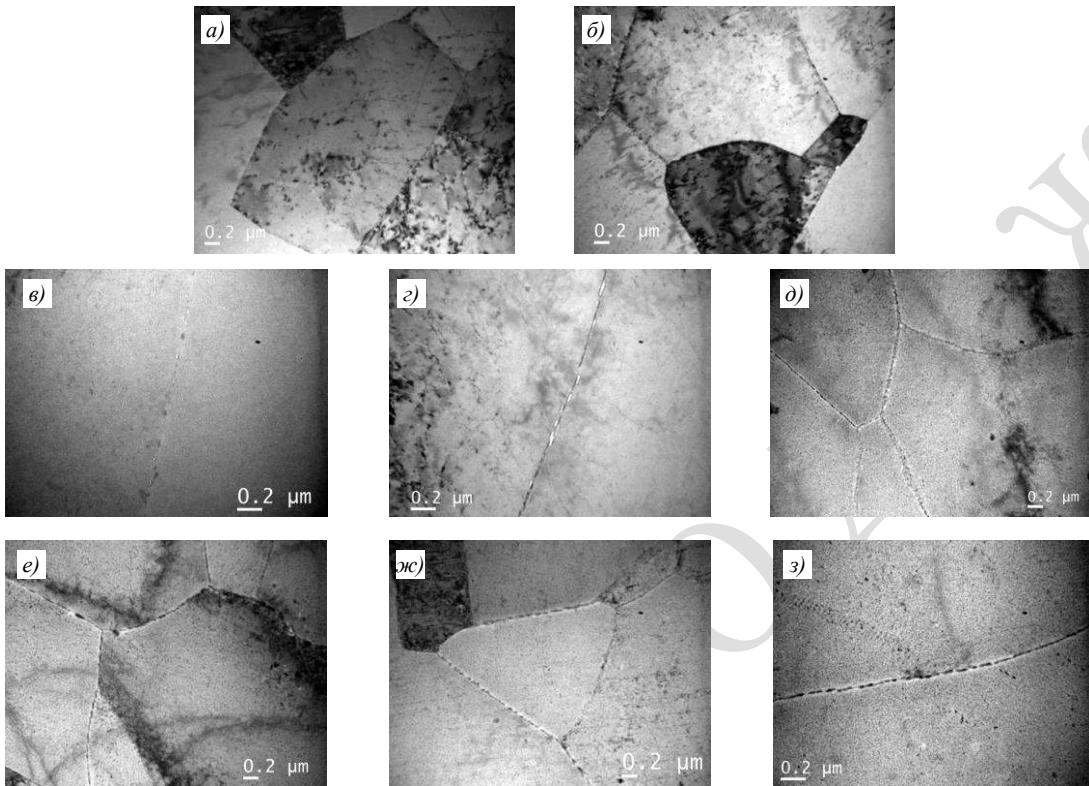


Рис. 2. Электронно-микроскопическое изображение (ПЭМ) структуры на поверхности (а, в, д, жс) и в центральной зоне (б, г, е, з) по толщине массивных поковок из сплава марки 1933, закаленных в холодной (а–г) и горячей (д–з) воде, с соотношением цинка и магния 4,1:1 (а, б, д, е) и 3,1:1 (в, г, жс, з)

Следует отметить, что для достижения сбалансированного соотношения цинка к магнию даже минимальной величины ($Zn:Mg = 4,1:1$), обеспечивающей повышение прокаливаемости сплава марки 1933 марочного состава (по ОСТ1 90026–80), необходимо содержание цинка в нем устанавливать строго на верхнем пределе, в то время как содержание магния, соответствующее сбалансированному составу, должно быть ограничено интервалом значений 1,6–1,8 % (по массе) Mg, близких к нижнему пределу по ОСТ1 90026–80, при возможном суммарном содержании $Zn+Mg$ – от 7,95 до 9,0 % (по массе). Такие требования трудно выполнять в условиях серийного производства, следовательно возможность для улучшения прокаливаемости сплава марки 1933 марочного состава ограничена. В связи с этим для обеспечения стабильного уровня соотношения $Zn:Mg$ более 4,1:1 при суммарном содержании $Zn+Mg$ – от 8,1 до 9,2 % (по массе), необходимо поднять верхнюю и нижнюю границы содержания цинка в сплаве на 0,3 и 0,2 % (по массе) соответственно (по сравнению с марочным составом сплава марки 1933), ограничив содержание магния диапазоном значений 1,6–1,85 % (по массе).

На поковке толщиной 150 мм из сплава системы Al–Zn–Mg–Cu сбалансированного состава с высоким соотношением $Zn:Mg$ (более 4,1:1), которая, как показали результаты исследований, обладает повышенной прокаливаемостью, подвергнутой в свежезакаленном состоянии правке сжатием с остаточной деформацией 2,8 %, а затем состаренной по режиму Т2, определены остаточные закалочные напряжения (табл. 3).

Таблица 3

**Сравнительные показатели по прокаливаемости поковок из сплава марки 1933
с различным соотношением Zn к Mg**

Химический состав сплава марки 1933	Условия охлаждения при закалке (наличие правки)	Остаточные напряжения, МПа	Допустимая толщина поковки при закалке, мм
Сбалансированный (соотношение Zn к Mg более 4,1:1)	Охлаждение в холодной воде (правка 2,8 %)	60–80	150
	Охлаждение в горячей воде (без правки)	90–100	100*–150
Серийный (соотношение Zn к Mg, равное 3,1:1)	Охлаждение в холодной воде (без правки)	160–180	80

* С учетом склонности к межкристаллитной коррозии.

Исследования показали, что правка сжатием в свежезакаленном состоянии позволяет снизить уровень остаточных напряжений со 160–180 МПа в поковках, не подвергнутых правке, до 80–90 МПа в поковках с правкой сжатием. При этом поковка из сплава системы Al–Zn–Mg–Cu сбалансированного состава, закаленная при толщине 150 мм, в отличие от серийной поковки аналогичных габаритов, имеет однородные свойства по всему сечению, а также превосходит ее по уровню механических и коррозионных свойств в центральной зоне по толщине.

Охлаждение при закалке в горячей воде приводит к снижению остаточных напряжений в 1,3–1,5 раза, по сравнению с двукратным их снижением после правки сжатием в свежезакаленном состоянии.

Заключения

Установлено, что сплав системы Al–Zn–Mg–Cu сбалансированного состава с суммарным содержанием цинка и магния от 8,1 до 9,2 % (по массе) и соотношением Zn:Mg более 4,1:1 обладает повышенной прокаливаемостью, которая позволяет осуществлять закалку поковок толщиной до 150 мм без ухудшения механических и коррозионных свойств по толщине термоупрочненного полуфабриката.

Для улучшения прокаливаемости сплава марки 1933 путем сбалансированного легирования и стабильного обеспечения в серийном производстве полуфабрикатов с соотношением Zn:Mg более 4:1, следует поднять верхнюю и нижнюю границы содержания цинка в сплаве на 0,3 и 0,2 % (по массе) соответственно (по сравнению с марочным составом сплава марки 1933), ограничив содержание магния диапазоном значений 1,6–1,85 % (по массе).

Оптимизация химического состава сплава марки 1933 с целью повышения прокаливаемости за счет сбалансированного легирования цинком и магнием при суммарном их содержании от 8,2 до 9,2 % (по массе) позволяет проводить в процессе изготовления правку массивных поковок в свежезакаленном состоянии, что обеспечивает двукратное снижение остаточных напряжений и позволит на авиастроительных заводах существенно сократить количество операций правки и трудоемкость при термической обработке, снизить брак при механической обработке деталей, а также увеличить коэффициент использования материала.

Получено, что более эффективное снижение остаточных закалочных напряжений (в 2 раза) в массивных поковках из сбалансированно легированного сплава

системы Al–Zn–Mg–Cu достигается правкой сжатием в свежезакаленном состоянии после закалки в холодной воде, по сравнению с уменьшением остаточных напряжений (в 1,3–1,5 раза) путем замедления скорости охлаждения при закалке в горячей воде.

Библиографический список

1. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. № 1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
2. Каблов Е.Н. ВИАМ: продолжение пути // Наука в России. 2012. № 11. С. 16–21.
3. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения и цифровые технологии их переработки // Вестник Российской академии наук. 2020. Т. 90. № 4. С. 331–334.
4. Каблов Е.Н. Становление отечественного космического материаловедения // Вестник РФФИ. 2017. № 3. С. 97–105.
5. Лаптев А.Б., Павлов М.Р., Новиков А.А., Славин А.В. Современные тенденции развития испытаний материалов на стойкость к климатическим факторам (обзор). Часть 1. Испытания новых материалов // Труды ВИАМ. 2021. № 1 (95). Ст. 12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 02.02.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-1-114-122.
6. Антипов В.В. Перспективы развития алюминиевых, магниевых и титановых сплавов для изделий авиационно-космической техники // Авиационные материалы и технологии. 2017. № S. С. 186–194. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-186-194.
7. Селиванов А.А., Ткаченко Е.А., Попова О.И., Бабанов В.В. Высокопрочный алюминиевый деформируемый свариваемый сплав В-1963 для деталей силового набора изделий современной авиационной техники // Труды ВИАМ. 2017. № 2 (50). Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 02.12.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-2-1-1.
8. Дуюнова В.А., Нечайкина Т.А., Оглодков М.С., Яковлев А.Л., Леонов А.А. Перспективные разработки в области легких материалов для современной авиакосмической техники // Технология легких сплавов. 2018. № 4. С. 28–43.
9. Фридляндер И.Н., Сенаторова О.Г., Ткаченко Е.А., Молостова И.И. Развитие и применение высокопрочных сплавов системы Al–Zn–Mg–Cu для авиакосмической техники // 75 лет. Авиационные материалы. М.: ВИАМ, 2007. С. 155–163.
10. Антипов В.В., Клочкова Ю.Ю., Романенко В.А. Современные алюминиевые и алюминий-литиевые сплавы // Авиационные материалы и технологии. 2017. № S. С. 195–211. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-195-211.
11. Антипов В.В. Перспективы развития легких сплавов для изделий авиационно-космической техники // Металловедение и современные разработки в области технологий литья, деформации и термической обработки легких сплавов: сб. докладов науч.-техн. конф. М.: ВИАМ, 2016. С. 1.
12. Фридляндер И.Н. Создание, исследование и применение алюминиевых сплавов: Избранные труды: к 100-летию со дня рождения / под общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: Наука, 2013. 291 с.
13. Li P.-Yu., Xiong B.-Q., Zhang Y.-A. et al. Quench sensitivity and microstructure character of high strength AA7050 // Transactions of Nonferrous Metals Society of China. 2012. Vol. 22 (2). P. 268–274.
14. Вахромов Р.О. Изменения структуры, свойств и уровня остаточных напряжений в кованых полуфабрикатах из алюминиевого сплава 1933 в зависимости от химического состава и режимов термической обработки: автореф. дис. ... канд. техн. наук. М.: ВИАМ, 2015. 24 с.
15. Алюминиевые сплавы. Структура и свойства полуфабрикатов из алюминиевых сплавов: справочное руководство: в 6 т. / под ред. В.А. Ливанова, В.И. Елагина. М.: Металлургия, 1985. Т. IV. 408 с.
16. Давыдов В.Г., Захаров В.В., Захаров Е.Д., Новиков И.И. Диаграммы изотермического распада раствора в алюминиевых сплавах: справочник / под ред. И.И. Новикова. М.: Металлургия, 1973. 152 с.

УДК 678.072, 678.078

И.В. Терехов¹, А.И. Ткачук¹, К.И. Донецкий¹, Р.Ю. Караваев¹

ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ И ЭКСПЛУАТАЦИОННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ И ОБЛАСТИ ПРИМЕНЕНИЯ НИЗКОВЯЗКОГО ЭПОКСИДНОГО СВЯЗУЮЩЕГО ВСЭ-62 С ПОВЫШЕННОЙ ЖИЗНЕСПОСОБНОСТЬЮ

DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-43-50

Рассмотрены основные физико-химические, термомеханические и прочностные характеристики связующего ВСЭ-62. Приведены результаты релогических испытаний разработанного связующего в динамическом и изотермическом режимах, а также кинетические параметры процесса отверждения для определения технологических диапазонов получения бездефектных отверженных образцов. Результаты физико-механических испытаний показывают, что данное связующее характеризуется высокими значениями температуры стеклования и сохранением показателей прочности при температуре испытания 120 °C. Отсутствие растворителей в составе связующего ВСЭ-62 позволяет обеспечить получение высокопрочных материалов с пониженной пористостью.

Ключевые слова: полимерные композиционные материалы, эпоксидные связующие, вакуумная инфузия, RTM, безавтоклавное формование, жизнеспособность.

I.V. Terekhov¹, A.I. Tkachuk¹, K.I. Donetsky¹, R.Yu. Karavaev¹

TECHNOLOGICAL AND OPERATIONAL CHARACTERISTICS OF THE VSE-62 LOW-VISCOSITY EPOXY RESIN WITH INCREASED POT LIFE AND ITS APPLICATION

The paper considers the main physical and chemical and thermomechanical characteristics of the VSE-62 epoxy resin. The results of rheological tests of the developed resin in dynamic and isothermal modes, as well as the kinetic parameters of the curing process are presented. They help to determine the technological conditions for obtaining defect-free cured samples. The results of mechanical tests show that this resin's system is characterized by high values of the glass transition temperature and good mechanical properties at test temperature of 120 °C. The absence of solvents in the composition of the VSE-62 epoxy resin and its low viscosity makes it possible to obtain high-strength materials with reduced porosity.

Keywords: polymer composite materials, epoxy matrices, vacuum infusion, RTM, out-of-autoclave molding, pot life.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

При проектировании современных изделий авиационной техники требуются материалы с высокой прочностью, низкой плотностью, устойчивостью к усталостным нагрузкам, а также тепло-, трещино- и коррозионностойкостью [1]. Этими свойствами обладают полимерные композиционные материалы (ПКМ), в том числе и на основе углеродных волокон и эпоксидных смол [2–4]. Такие материалы в первую очередь получают предварительной пропиткой наполнителя связующим с получением препрега, выложенным по форме изделия, и его последующим отверждением в

автоклаве при избыточном давлении [4–7]. Данные изделия обеспечивают значительное снижение массы конструкции, по сравнению с металлами, однако они обладают одним существенным недостатком – высокой стоимостью за счет многостадийности получения изделий, высокой доли ручного труда при выкладке препрега и высокой энергоемкости процесса автоклавного отверждения [4, 8, 9].

В связи с этими недостатками в конце XX века начали широко разрабатывать и применять альтернативные способы получения композиционных материалов – методы жидкостного формования композитов (liquid composite moulding – LCM) [11–13]. Данные методы позволяют получать изделия сложной формы (с двойной кривизной и острыми углами) с гладкой поверхностью, при этом также снижаются стоимость и отходы производства [11–14].

Самые широкораспространенные методы LCM – это пропитка под давлением (resin transfer moulding – RTM) и вакуумная инфузия или пропитка под вакуумом (vacuum assisted resin transfer moulding – VaRTM) [11, 12, 15]. В первую очередь эти методы нашли широкое применение при изготовлении малонагруженных изделий – например, лодок, яхт и спортивного инвентаря, так как используемые эпоксидные композиции не обладали достаточной прочностью для получения ответственных изделий конструкционного назначения. Однако в настоящее время, в связи с развитием науки и техники, эпоксидные связующие для этих технологий находят все большее применение в авиационной технике.

Процесс RTM основан на нескольких последовательных этапах, состоящих из выкладки преформы волокнистого наполнителя в заданную геометрическую форму, пропитки преформы под давлением связующим с низкой вязкостью и отверждения изделия при повышенной температуре в закрытой форме под давлением. Процесс вакуумной инфузии схож с процессом пропитки под давлением, однако в этом случае применяется давление вакуума вместо положительного давления при пропитке и отверждении преформ [12, 16, 17]. Существенным преимуществом вакуумной инфузии является применение простых и доступных материалов при изготовлении оснастки и вакуумного пакета. С использованием процессов VaRTM возможно изготавливать крупногабаритные конструкции, такие как корпус яхты или крыло самолета.

Следует учитывать, что в процессе инфузии в смоле могут образовываться пустоты [16, 17] – как внутри толщи материала, так и на поверхности изделия. Такие пустоты образуются из-за различных проблем, возникающих в процессе производства, таких как утечка из вакуумного пакета, плохая проницаемость используемого связующего, низкое давление уплотнения между слоями и прочее. Такие дефекты могут значительно снижать прочность при растяжении в поперечном направлении, при этом механические свойства, определяемые матрицей, имеют большее влияние на поведение композиционного материала [18]. Поэтому важно при разработке связующих, применяемых для пропитки наполнителя методами RTM и VaRTM, уделять внимание их вязкости и жизнеспособности, так как повышенная жизнеспособность и низкая вязкость способствуют не только получению крупногабаритных изделий, но также заполнению образующихся пустот даже при низкой проницаемости преформы связующим.

Накопленный опыт в области разработки композиционных материалов позволил разработать во ФГУП «ВИАМ» обширную номенклатуру термореактивных связующих на основе эпоксидных, бисмалеимидных смол, винилэфирных и циановых эфиров, перерабатываемых по безавтоклавным технологиям. В данной работе приводятся технологические и эксплуатационные характеристики перспективного эпоксидного связующего ВСЭ-62 производства ФГУП «ВИАМ» с повышенной жизнеспособностью, а также свойства углепластиков на его основе.

Работа выполнена в рамках реализации комплексной научной проблемы 13.1. «Связующие для полимерных и композиционных материалов конструкционного и специального назначения» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [19].

Материалы и методы

Исходные реагенты

В данной работе использовано эпоксидное связующее марки ВСЭ-62 производства ФГУП «ВИАМ» и углеродная объемно-армирующая преформа на основе углеродного волокна марки UMT49-12К-ЕР производства компании «Юматекс» номиналом 12 текс.

Методы исследования

Реологические испытания образцов проводили на ротационном вискозиметре Брукфильда марки DV2TLV. Время гелеобразования измеряли на гельтаймере Geltimer Gelnorm. Теплофизические испытания проводили на дифференциальном сканирующем калориметре фирмы Netzsch (Германия) с интервалом рабочих температур от -100 до $+400$ °C и диапазоном скоростей нагрева от 1 до 20 °C/мин. Термомеханические испытания проводили на приборе DMA 242 С фирмы Netzsch (Германия) с диапазоном рабочих температур от -170 до $+600$ °C со скоростью нагрева 0,01–20 К/мин. Для проведения испытания готовили образцы размером 10×50 мм. Физико-механические испытания на растяжение (ГОСТ 11262–2017) и статический изгиб (ГОСТ 4648–2014) при температурах 20 и 120 °C проводили на разрывной машине Zwick/Roell KAPPA 50DS. Для каждой серии испытаний выбрано по 6 образцов отверженного связующего ВСЭ-62. Исследования микроструктуры образцов проводили на металлографическом комплексе фирмы Leica при увеличении $\times 12,5$. Съемку изображений вели при помощи цифровой камеры VEC-335, подготовку изображений к количественному анализу и их математическую обработку выполняли при помощи компьютерной программы Image Expert Pro3x. Количественный анализ пористости на поверхности шлифов проводили согласно МИ 1.2.018–2010. При проведении ультразвуковых исследований использовали дефектоскоп ультразвуковой OmniScan MX (Olympus NDT) в комплекте с преобразователем на фазированной решетке Olympus NDT 5L64-NW1 с рабочей частотой 5 МГц, закрепленным на призме SNW1-0L-IHC-C. Исследование проводили по ТР 1.2.2215–2011.

Результаты и обсуждение

Известно, что большинство связующих, пригодных для получения ПКМ методами пропитки под давлением или вакуумной инфузии, должны обладать низкой вязкостью расплава (предпочтительно $<0,6$ Па·с – для вакуумной инфузии и <1 Па·с – для пропитки под давлением при температурах пропитки) и сохранять данную вязкость во время всего процесса пропитки связующим наполнителя. В связи с этим необходимо знать зависимость вязкости связующего и жизнеспособности от температуры. Накопленная информация позволяет использовать дополнительные приемы, такие как повышение температуры при достижении определенных значений вязкости. В связи с этим реологическими методами проведены исследования зависимости вязкости связующего ВСЭ-62 от температуры. Для этого применен вискозиметр Брукфильда с использованием ротационного метода измерения вязкости в двух режимах – динамическом и изотермическом (рис. 1 и 2).

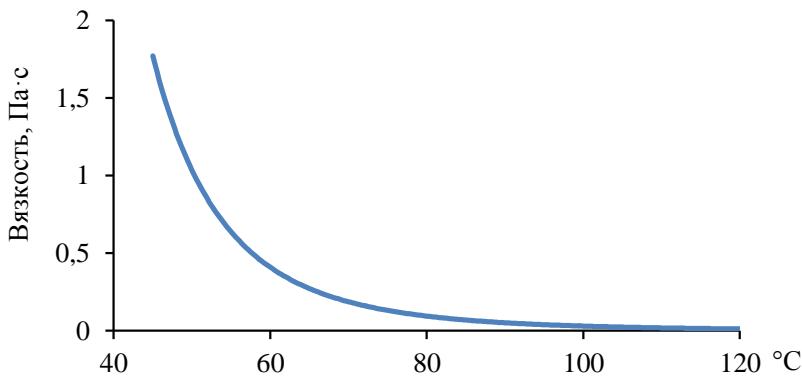


Рис. 1. Зависимость вязкости связующего ВСЭ-62 от температуры

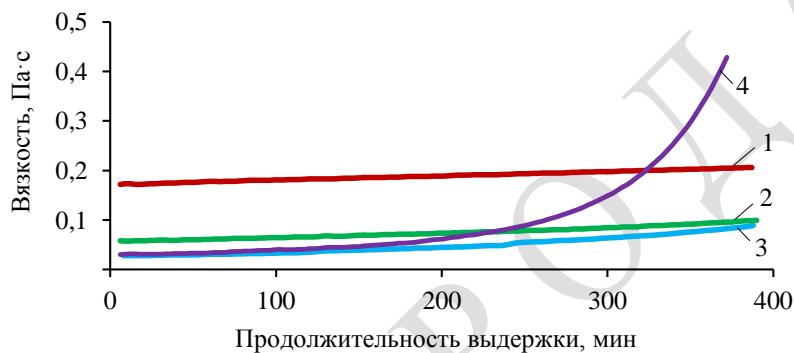


Рис. 2. Зависимость вязкости связующего ВСЭ-62 от времени изотермической выдержки при температуре 70 (1), 90 (2), 100 (3) и 110 °C (4)

Из представленных зависимостей видно, что эпоксидное связующее ВСЭ-62 достигает необходимых для пропитки значений вязкости $<0,6$ Па·с уже при температуре 60 °C (вязкость составляет 0,41 Па·с), при этом оно сохраняет высокую жизнеспособность $>6,5$ ч вплоть до температуры 110 °C. Так, вязкость связующего ВСЭ-62 при выдержке при температуре 100 °C в течение 6,5 ч увеличивается с 0,03 Па·с всего до 0,1 Па·с. Благодаря этому данным связующим можно пропитывать крупногабаритные изделия, при этом за счет своей очень низкой вязкости в течение почти всего процесса оно не должно образовывать пустоты в материале, приводящие к ухудшению физико-механических свойств. Можно также сделать вывод, что данное связующее технологически пригодно для широкой номенклатуры используемого оборудования, работающего в различных температурных пределах.

Кроме этого, связующее ВСЭ-62 хорошо сохраняет свои технологические характеристики при хранении при комнатной температуре. Так, вязкость композиции при 100 °C после 20 дней хранения при комнатной температуре увеличивается до 0,05 Па·с, а при изотермической выдержке при 100 °C в течение 6,5 ч – до 0,34 Па·с (рис. 3).

Методом дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) также проводилось определение кинетических параметров процесса отверждения эпоксидного связующего ВСЭ-62 и степени его отверждения (рис. 4). Из типичных кривых ДСК связующего ВСЭ-62 можно выделить зону экзотермического процесса поликонденсации эпоксидного связующего, который протекает в температурном интервале 100–180 °C, а температуры основного пика при этом составляют 140–145 °C.

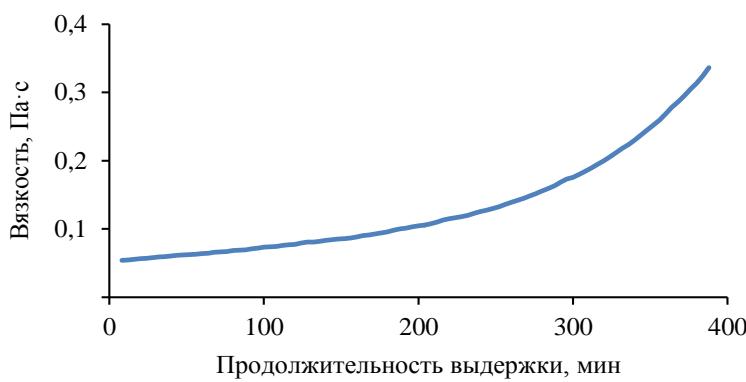


Рис. 3. Зависимость вязкости связующего ВСЭ-62 (20 дней хранения при температуре 25 °C) от времени изотермической выдержки при температуре 100 °C

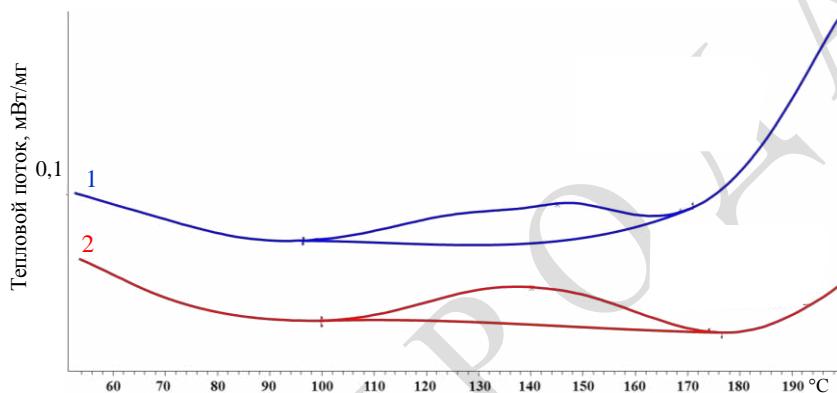


Рис. 4. Кривые дифференциальной сканирующей калориметрии двух образцов связующего ВСЭ-62 до отверждения и после отверждения (сканирующий режим в диапазоне температур 20–250 °C, скорость нагрева 10 °C/мин, атмосфера – воздух)

Таким образом, исследование реакционной активности связующего ВСЭ-62 реологическими и калориметрическими методами показало, что пропитку данным связующим можно осуществлять в широком диапазоне температур (70–100 °C) в зависимости от выбранного метода переработки (RTM или вакуумная инфузия); активная реакция отверждения при этом начинается при температурах >110 °C. Следует отметить, что точки гелеобразования желательно достичь при температурах, при которых не происходит значительного выделения тепла. Для этого измерено время гелеобразования при температуре 140 °C, которое составило 157 мин. В связи с этим оптимальными режимами отверждения являются нагрев до температуры 130–145 °C со скоростью нагрева 1–2 °C/мин, выдержка при этой температуре до точки гелеобразования с последующим нагревом до температуры 180 °C со скоростью нагрева 1–2 °C/мин и выдержкой при этой температуре не менее 2 ч до достижения полного отверждения, которое подтверждалось методом ДСК (степень отверждения составила ~98,5%). Низкий тепловой эффект также является преимуществом данного связующего, так как его можно использовать при получении толстостенных изделий, не боясь локальных перегревов связующего при отверждении, которое может привести к дополнительным дефектам.

В соответствии с подобранным технологическим режимом изготовлены отверженные отливки связующего ВСЭ-62 для исследования термомеханических и прочностных характеристик. Результаты исследований представлены в табл. 1. Образцы изготавливали в открытых формах и отверждали по указанному режиму в вакуумном шкафу.

Таблица 1

**Физико-механические свойства образца эпоксидного связующего марки ВСЭ-62
в сравнении с зарубежными аналогами**

Свойства	Значения свойств для связующего марки		
	ВСЭ-62	HexFlow® RTM 6 (фирма Hexcel)	PRISM EP2400 (фирма Cytec)
Вязкость связующего при температуре 100 °C после изотермической выдержки при температуре 100 °C в течение не менее 6,5 ч, Па·с	0,09	–	0,2
Температура стеклования, °C	171	200	179
Прочность при растяжении при 20 °C, МПа	91	75	95
Модуль упругости при растяжении при температуре 20 °C, ГПа	2,9	2,9	3,4
Удлинение при растяжении при температуре 20 °C, %	2,4	3,4	7,2
Прочность при статическом изгибе отверженных отливок связующего при температуре 20 °C, МПа	145	132	150
Модуль упругости при изгибе при температуре 20 °C, ГПа	3,4	3,3	3,6
Время гелеобразования при температуре 140 °C, мин	157	95	–

Исследование упруго-прочных и термомеханических характеристик отверженных образцов связующего ВСЭ-62 показало, что оно характеризуется высоким значением прочности при изгибе и растяжении, а также температурой стеклования >170 °C, что позволяет обеспечить работоспособность изделий из ПКМ на основе данного связующего при рабочих температурах до 120 °C.

Следует отметить, что данное связующее не содержит в своем составе высококипящих инертных пластификаторов, разбавителей или поверхностно-активных веществ, что также является существенным преимуществом перед многими существующими связующими, так как они могут снижать другие важные характеристики – например, теплостойкость, влагостойкость и стойкость к воздействию агрессивных факторов окружающей среды, а также могут со временем высаливаться и вымываться из материала изделия, ухудшая свойства последнего. Сочетания высокой прочности и низкой деформативности в связующем ВСЭ-62 удалось достичь путем тщательного подбора ряда модификаторов и компонентов, способных обеспечить образование требуемой плотности сшивки и упаковки отверженной полимерной матрицы.

Для проверки свойств данного связующего в качестве матрицы для углепластика, методом инфузии получены образцы композиционного материала на основе объемно-армирующей плетеной преформы. Свойства полученных образцов углепластика представлены в табл. 2. Видно, что углепластик на основе эпоксидного связующего ВСЭ-62 и объемно-армирующей плетеной преформы обладает хорошими прочностными свойствами, при этом он сохраняет эти свойства при повышенных температурах (120 °C). Так, сохранение прочности при изгибе составляет ~85 %, а ударной прочности по Шарпи 86 %.

Проведено исследование микроструктуры образцов углепластика (рис. 5). Для оценки объемной доли пор суммарную площадь всех обнаруженных на шлифе пор относили к общей площади шлифа. Видно, что пор на образцах углепластика не обнаружено.

Таблица 2

Физико-механические свойства образцов углепластика на основе эпоксидного связующего марки ВСЭ-62 и объемно-армирующей плетеной преформы

Свойства	Значения свойств
Плотность образцов углепластика, г/см ³	1,5234
Ударная прочность по Шарпи, кДж/м ² , при температурах, °С:	
20	159
120	138
Прочность при статическом изгибе, МПа, при температурах, °С:	
20	580
120	490
Модуль упругости при изгибе, ГПа, при температурах, °С:	
20	29
120	17

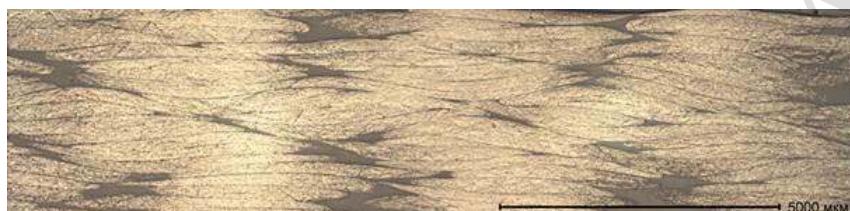


Рис. 5. Панорамный снимок микроструктуры образца углепластика

При сканировании преобразователем на фазированной решетке высокочастотным эхо-импульсным методом с чувствительностью контроля, эквивалентной выявлению плоскодонного отражателя диаметром 5 мм, по всей площади образца несплошностей (дефектов) не обнаружено. Подтверждено также, что в толще образца материала поры отсутствуют. Это является важным результатом при получении высоконаполненных материалов на основе объемно-армированных преформ.

Заключения

В результате проведенных исследований вязкости и реакционной активности связующего ВСЭ-62 установлено, что связующее обладает подходящими реологическими характеристиками для пропитки наполнителя методами RTM и VaRTM в широком интервале температур в течение длительного времени. Значительная экзотермическая реакция при этом наблюдается только при температурах >140 °С, исходя из чего можно подобрать удобный режим отверждения в две стадии. Связующее ВСЭ-62 обладает повышенными физико-механическими характеристиками (при температуре 20 °С прочность при изгибе 145 МПа, температура стеклования 171 °С), что позволяет использовать его в различных областях науки и техники при получении высокопрочных угле- и стеклопластиков с рабочей температурой до 120 °С. Свойства связующего ВСЭ-62 подтверждены также с помощью полученных и исследованных углепластиков на основе объемно-армированной плетеной преформы. Полученные углепластики показали хорошие физико-механические характеристики как при комнатной, так и при повышенной температуре. Показано также, что благодаря низкой вязкости связующего ВСЭ-62 возможно получать материалы без пор в толще и на поверхности изделия.

Библиографический список

1. Zakaria M.R., Md Akil H., Omar M.F. et al. Enhancement of mechanical and thermal properties of carbon fiber epoxy composite laminates reinforced with carbon nanotubes interlayer using electrospray deposition // Composites. Part C. 2020. Vol. 3. Art. 100075. DOI: 10.1016/j.jcomc.2020.100075.
2. Soutis C. Fibre reinforced composites in aircraft construction // Progress in Aerospace Sciences. 2005. Vol. 41. No. 2. P. 143–151.

3. Каблов Е.Н., Чурсова Л.В., Бабин А.Н., Мухаметов Р.Р., Панина Н.Н. Разработки ФГУП «ВИАМ» в области расплавных связующих для полимерных композиционных материалов // Полимерные материалы и технологии. 2016. Т. 2. № 2. С. 37–42.
4. Ткачук А.И., Загора А.Г., Донецкий К.И., Евдокимов А.А. Связующие для полимерных композиционных материалов, применяемых при строительстве быстровозводимых мостовых сооружений // Труды ВИАМ. 2020. № 12 (94). Ст. 07. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 01.02.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-12-67-74.
5. Мухаметов Р.Р., Петрова А.П., Пономаренко С.А., Долгова Е.В., Павлюк Б.Ф. Свойства связующего ЭДТ-69Н и ПКМ на его основе // Труды ВИАМ. 2018. № 4 (64). Ст. 04. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 01.02.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-4-28-37.
6. Misumi J., Oyama T. Low viscosity and high toughness epoxy resin modified by in situ radical polymerization method for improving mechanical properties of carbon fiber reinforced plastics // Polymer. 2018. Vol. 156. P. 1–9.
7. Каблов Е.Н., Чурсова Л.В., Лукина Н.Ф., Куцевич К.Е., Рубцова Е.В., Петрова А.П. Исследование эпоксидно-полисульфоновых полимерных систем на основе высокопрочных kleev авиационного назначения // Клеи. Герметики. Технологии. 2017. № 3. С. 7–12.
8. Мухаметов Р.Р., Петрова А.П. Термореактивные связующие для полимерных композиционных материалов (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2019. № 3 (56). С. 48–58. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-3-48-58.
9. Sprenger S., Kothmann M.H., Altstaedt V. Carbon fiber-reinforced composites using an epoxy resin matrix modified with reactive liquid rubber and silica nanoparticles // Composites Science and Technology. 2014. Vol. 105. P. 86–95.
10. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения – основа инноваций, технологического лидерства и национальной безопасности России // Интеллект и технологии. 2016. № 2. С. 16–22.
11. Григорьев М.М., Хрульков А.В., Гуревич Я.М., Панина Н.Н. Изготовление стеклопластиковых обшивок методом вакуумной инфузии с использованием эпоксиангидридного связующего и полупроницаемой мембранны // Труды ВИАМ. 2014. № 2. Ст. 04. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 15.11.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-2-4-4.
12. Постнова М.В., Постнов В.И. Опыт развития безавтоклавных методов формирования ПКМ // Труды ВИАМ. 2014. № 4. Ст. 06. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 15.11.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-4-6-6.
13. Кудрявцева А.Н., Ткачук А.И., Григорьева К.Н., Гуревич Я.М. Использование связующего марки ВСЭ-30, перерабатываемого по инфузионной технологии, для изготовления низко- и средненагруженных деталей конструкционного назначения // Труды ВИАМ. 2019. № 1 (73). Ст. 04. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 11.08.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-1-31-39.
14. Григорьев М.М., Коган Д.И., Твердая О.Н., Панина Н.Н. Особенности изготовления ПКМ методом RFI // Труды ВИАМ. 2013. № 4. Ст. 03. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 15.11.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2013-0-4-3-3.
15. Sales R.C.M., Gusmao S.R., Gouvea R.F., Chu T., Marlet J.M.F., Candido G.M., Donadon M.V. The temperature effects on the fracture toughness of carbon fiber/RTM-6 laminates processed by VARTM // Journal of Composite Materials. 2017. Vol. 51. No. 12. P. 1729–1741.
16. Amirkhosravi M., Pishvar M., Altan M.C. Void reduction in VARTM composites by compaction of dry fiber preforms with stationary and moving magnets // Journal of Composite Materials. 2019. Vol. 53. No. 6. P. 769–782.
17. Brouwer W.D., van Herpt E.C.F.C., Labordus M. Vacuum injection moulding for large structural applications // Composites. Part A. 2003. Vol. 34. P. 551–558.
18. Shiah Y.C., Chen Y.H., Kuo W.S. Analysis for the interlaminar stresses of thin layered composites subjected to thermal loads // Composites Science and Technology. 2007. Vol. 67. P. 2485–2492.
19. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. № 1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.

УДК 678.8

П.Н. Тимошков¹, В.А. Гончаров¹, М.Н. Усачева¹, А.В. Хрульков¹

РАЗВИТИЕ АВТОМАТИЗИРОВАННОЙ ВЫКЛАДКИ: ОТ ИСТОКОВ ДО НАШИХ ДНЕЙ (обзор)

Часть 1. Автоматизированная выкладка лент (ATL)

DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-51-61

Статья посвящена актуальной в настоящее время проблеме автоматизации процесса выкладки заготовок композитных деталей. Одной из основных технологий, которая используется для производства конструкций из термореактивных или термопластичных композиционных материалов, является автоматизированная выкладка лент (automated tape laying – ATL). В первой части статьи рассмотрена технология выкладки лент для больших простых плоских деталей, а также дано описание процесса и оборудования, представленного на рынке от известных компаний.

Ключевые слова: автоматизированная выкладка лент (automated tape laying – ATL), полимерные композиционные материалы (ПКМ), оборудование, препрег, аддитивные технологии.

P.N. Timoshkov¹, V.A. Goncharov¹, M.N. Usacheva¹, A.V. Khrulkov¹

THE DEVELOPMENT OF AUTOMATED LAYING: FROM THE BEGINNING TO OUR DAYS (review)

Part 1. Automated Tape Laying (ATL)

The article is devoted to the currently topical problem of automating the process of lay-up tapes of composite parts. One of the main technologies used for the production of structures from thermosetting or thermoplastic composites is the Automated Tape Laying (ATL). In the first part of the article, the technology of laying-up the tapes for large simple flat parts is considered, as well as the process and equipment from well-known companies on the market is described.

Keywords: automated tape laying (ATL), polymer composite materials (PCM), equipment, prepreg, additive technology.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

Композиционные материалы используются во многих отраслях промышленности, поэтому необходимо оптимизировать стоимость и совершенствовать организацию производства композитов, так как эти материалы должны быть более рентабельными по сравнению с их металлическими аналогами [1–5]. Автоматизация процесса – один из путей достижения конкурентоспособности композиционных материалов.

Автоматизированная выкладка лент (automated tape laying – ATL) и автоматизированная выкладка волокон (automated fiber placement – AFP) – две основные технологии, которые в настоящее время используются для производства современных композиционных материалов из односторонних препрегов [6]. Широкие односторонние

ленты укладывают на форму детали с помощью системы нагруженных роликов с различной степенью шарнирного сочленения в зависимости от сложности изготавливаемой детали [7]. Продолжительность простоя (когда меняют ленту) и выкладки, температуру и натяжение ленты можно контролировать во время остановки процесса [6]. Технология ATL имеет точный контроль начала подачи ленты, ее обрезки и ориентации, что позволяет реализовывать более сложное армирование, чем просто наращивание слоев полимерного композиционного материала (ПКМ) [7].

Установка ATL укладывает волокна в виде предварительно натянутых однона правленных лент или непрерывных полос ткани, а не отдельных жгутов. Выкладка ленты является универсальным процессом, что позволяет легко изменять направление ориентации волокон при выкладке. Технология ATL используется для выкладки термореактивных и термопластичных материалов. Как правило, в обоих процессах материал наносят с помощью роботизированной головки, которая может весить до нескольких сотен килограммов в зависимости от области применения. Головка содержит множество механизмов, необходимых для размещения материала [8].

За последнее десятилетие достижения в области программного и аппаратного обеспечения, связанные с критически важными процессами производства композитов, позволили производить большие конструкции, армированные углеродным волокном, которые ранее было просто невозможно получить.

Однако, как и во многих отраслях промышленности композитов, автоматизированная выкладка, несмотря на технический прогресс последних нескольких лет, все еще претерпевают огромные изменения. В настоящее время перед специалистами стоит вопрос, как будет развиваться эта технология и куда эта эволюция приведет индустрию по изготовлению композитов.

Описание технологии ATL

Технологию ATL можно интерпретировать как форму аддитивного производства, поскольку деталь создается путем добавления материала, а не его удаления во время обработки [9].

Головка машины включает катушки с лентой, намоточное устройство, направляющие устройства для намотки, уплотнитель, датчик положения и резак для ленты. В любом случае головка может быть расположена на конце многоосевого шарнирно-сочлененного робота, перемещающегося вокруг формы, на которую наносится материал, или головка может быть расположена на раме, подвешенной над формой. В качестве альтернативы форму можно перемещать или вращать, чтобы обеспечить доступ головки к различным местам. Ленту или волокно накладывают на форму в один ряд любой длины под любым углом. Несколько рядов ленты можно выложить вместе по шаблону или без него, траектории укладки контролируют с помощью программного обеспечения, разработанного в результате проектирования и анализа детали [8]. Головка машины ATL работает с лентой препрэга, которая обычно имеет ширину 75, 150 или 300 мм и поставляется на бумажной подложке [6], аналогичной препрэгу, используемому для ручной выкладки. Однако препрэг можно модифицировать для автоматизированной выкладки путем изменения бумажной подложки или степени пропитки. В большинстве имеющихся в продаже установок материал препрэга хранится непосредственно в укладочной головке. Из-за большой массы головки и материала, а также размера производимых деталей, установки ATL обычно монтируются на горизонтальных (рис. 1) [10] или вертикальных рамках (рис. 2).

Для большинства аэрокосмических конструкций траектория выкладки пролегает через уклоны и впадины, что приводит к сложной топологии укладки поверхности. Оборудование для ATL – это установки с числовым программным управлением (ЧПУ), которые следуют по заранее заданным траекториям с большой точностью и воспроизведимостью, что позволяет исключить ошибки выкладки, которые могут возникнуть при ручной укладке. Во время выкладки каждого слоя ленты укладываются рядом друг с другом с зазором 0,5–1 мм. Влияние зазоров на механические характеристики минимизировано [11].



Рис. 1. Пример установки ATL на горизонтальной раме [10]



Рис. 2. Пример установки ATL на вертикальной раме для выкладки ленты шириной 300 мм [6]

В начале выкладки к инструменту прикрепляют ленту заданной длины с помощью мягкого силиконового валика [12–16]. Во время выкладки материал прикрепляется к форме с помощью контролируемого инструмента. Это может быть гибкий силиконовый валик, но были также разработаны более сложные методы контроля распределения давления по сложным поверхностям, таким как сегментированный наконечник для выкладки [13, 16].

Головка установки контролирует входное натяжение препрета, для того чтобы избежать разрывов бумажной основы, улучшить выравнивание слоев и сделать возможной выкладку детали с получением изогнутой формы. Для обеспечения требуемой температуры во время выкладки, материал можно нагреть либо перед укладочной головкой, либо непосредственно при выкладке.

В конце выкладки ленты головка установки замедляет движение и автоматически обрезает ленту, используя вращающиеся или режущие лезвия. Расстояние между положением лезвия и точкой контакта ролика называется «минимальной длиной участка» и используется в качестве нижней границы для размеров деталей, которые могут быть изготовлены, – около 100 мм. После обрезки ленты головка перемещается в сторону и выкладывает следующий слой (рис. 3) [17]. Весь этот процесс повторяется слой за слоем до тех пор, пока слой не будет закончен или система не будет остановлена программой, вмешательством пользователя или если автоматическая система обнаружения неисправностей не обнаружит ошибку выкладки [6].

Большинство установок ATL обеспечивают максимальную линейную скорость выкладки 0,83–1 м/с, ускорение 0,5 м·с² и обычно создают уплотнение с усилием 445 Н (для термореактивной ленты шириной 75 мм [18]) или 1000 Н (для термореактивной ленты шириной 300 мм), что соответствует давлению 0,1 МПа. Напротив, для выкладки

термопластического материала необходимо давление от 1,4 МПа [19], но не более 3,6 МПа [20].

Технология ATL обычно используется для геометрически простых конструкций, таких как обшивка крыла и закрылки, панели вертикального и горизонтального оперения, плоских ПКМ [17].

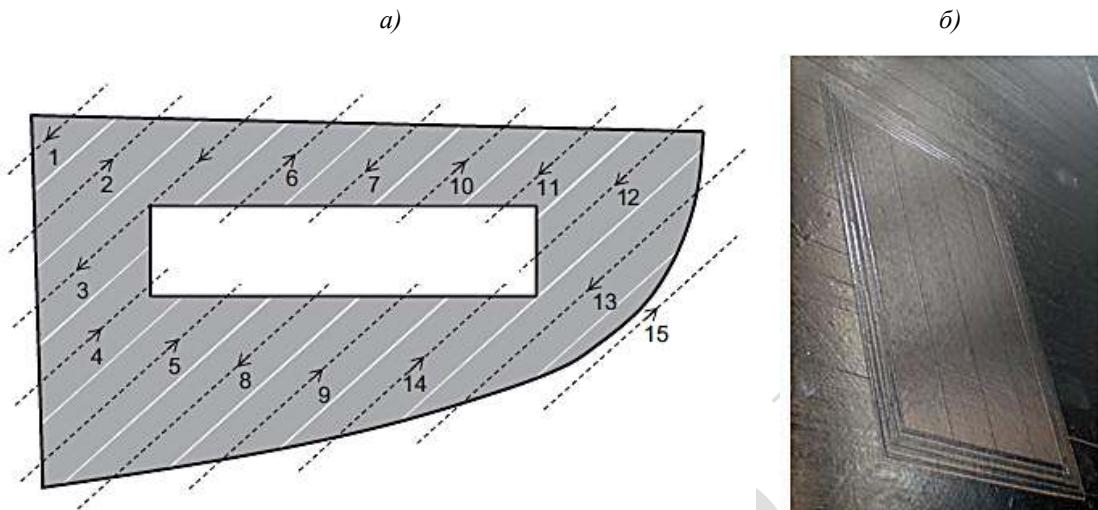


Рис. 3. Пример последовательности нанесения слоев с помощью головки ATL (а) и композитная структура, состоящая из нескольких слоев препрега, выложенного по технологии ATL (б) [17]

Первоначальные разработки технологии ATL

Самое раннее известное упоминание о технологии ATL – это патент 1971 г. [21], в котором описан метод наслаждания композитной ленты на вращающуюся опорную плиту с использованием программного управления.

В 1974 г. в патенте [22] описана автоматизированная выкладка ленты шириной 76 мм на изогнутую поверхность сложной детали, на которой с помощью вращающегося роликадерживают материал. В авиакосмической промышленности и большинстве исследовательских институтов начали использовать метод ATL еще в 1975 г. [23]. Следует отметить, что при использовании этого процесса можно уменьшить количество ошибок при выкладке материалов и снизить количество отходов. Таким образом, это дает возможность более эффективного использования материала.

Например, в 2001 г. подсчитали потери материалов при создании деталей с помощью установки ATL в зависимости от их размера: для мелких деталей – до 30 %, для более крупных – потери экспоненциально уменьшаются до 2–4 % [24]. Технология ATL получила более широкое распространение – стала общедоступной на мировом рынке. Так, для решения проблемы высоких скоростей выкладки была создана система укладки с облегченной головкой, распределяющей ленту по изогнутой поверхности со скоростью до 60 м/мин [25, 26].

Для того чтобы окончательно устраниТЬ ограничение по выкладке только плоской поверхности, в 1984 г. была представлена коммерческая технология ATL [27], с помощью которой возможно выкладывать ленту на поверхность с кривизной до 15 градусов с применением ультразвуковой системы отслеживания выкладки по поверхности формы. Однако по-прежнему оставалось несколько технических проблем, в том числе скорость выкладки, точность выкладки деталей сложной геометрической формы и улучшение надежности и качества изделий. В середине 80-х годов прошлого века роботизированные установки были ограничены в скорости выкладки (менее 60 м/мин), что

стало проблемой для возможности автономного программирования [28]. Для решения этой проблемы большинство установок ATL оборудовали рамами с рельсами, которые оказались тяжелыми и жесткими конструкциями с ухудшенными механическими и динамическими характеристиками [29].

В 1986 г. была представлена система, на основе которой сформирована база для всех современных коммерческих установок ATL [30]. Непосредственный контроль давления уплотнения выкладки, а также рабочее состояние прилегания головки машины на криволинейных поверхностях стали возможными благодаря замене предыдущей ультразвуковой системы слежения на систему с силовым управлением по поворотным осям *A* и *Z* [12]. Однако оставшиеся проблемы были в основном связаны с надежностью выкладки в зависимости от продолжительности жизненного цикла препрега и первого слоя, который обычно должен прилипать к форме с покрытием или к антиадгезионной ткани. Затем был запатентован метод завершения выкладки ленты, которую отрезают под острым углом с помощью гибкого резака [13]. Этот метод был усовершенствован [14] не только для узла обрезки ленты, но и для выкладки первого слоя – в частности, для преодоления технических трудностей при прилипании первого слоя. Однако выкладка препрегов по-прежнему ограничивалась довольно простыми соединениями, а надежность выкладки все же зависела от липкости каждого слоя, которая ухудшалась с увеличением продолжительности выкладки [31]. Для решения первой проблемы [32] ввели систему укладки, которую контролировали с применением программного обеспечения, чтобы выполнять выкладку по криволинейным поверхностям вдоль траектории, по которой будет проходить лента по поверхности без трения.

Поскольку сложная выкладка становилась более совершенной, в конце 1980-х гг. возникла проблема выравнивания слоев по ширине. Мягкие ролики, используемые для выкладки изделий сложной геометрической формы, приводили к неравномерному давлению при выкладке и натяжению ленты на головке установки. Оба эти фактора приводили к действию сжимающей силы на ленту, находящуюся между роликом и источником ленты, что в свою очередь допускало поперечное перемещение слоя ленты перед укладкой. Для того чтобы предотвратить эти проблемы, головку установок оснащали узлом для контролируемого натяжения ленты в сочетании с жестко контролируемым давлением отрыва для обеспечения правильного выравнивания слоя. Одна из таких систем, в которой сочетаются средства для натяжения слоев с усилием выкладки, показана в патенте [33].

Затем была продемонстрирована технология ATL, имеющая сегментированный наконечник, соединенный с камерой давления, что обеспечивало точное значение давления при выкладке и улучшенное выравнивание слоев по контурным поверхностям [15]. В 1995 г. этот подход был распространен на несколько элементов выкладки, работающих независимо от головки [16]. Другой целью использования контроля давления при выкладке было уменьшение продолжительности операций по резке, так как это отрицательно сказывалось на производительности установки. Например, в работе [34] утверждалось, что эффективное давление, передаваемое с головки установки на препрег, зависит от скорости выкладки и должно быть больше, чем при вакуумировании, так как на материал оказывалось кратковременное давление. Давление зависит от мощности установки, геометрической формы и материала ролика, а также от геометрических параметров формы, на которую наносится материал.

Все исследовательские работы были направлены на повышение производственной возможности оборудования для технологии ATL, но проблемы жизнеспособности материала и изменения липкости так и остались нерешенными. Кроме того, технология давала возможность точного контроля давления во время выкладки, но было неясно,

каким должен быть желательный уровень давления или от чего он зависит. К сожалению, фактическая скорость выкладки осталась без изменений, по сравнению с ранее достигнутой величиной скорости 10–20 м/мин. Особой проблемой, остававшейся в этот период времени, была также стоимость оборудования для укладки.

В 2000 г. систему ATL оценили в 3,5 млн долларов США [35]. Это означало, что технология ATL должна быть высокопроизводительной для компенсации первоначальных капитальных затрат, что делает ее внедрение в коммерческое авиастроение достаточно продолжительным процессом. Экономические оценки для различных производственных методов, доступных в конце 1980-х гг. с точки зрения производительности и стоимости, показали [36–38], что автоматическая выкладка не дает заметного увеличения производительности по сравнению с ручной формовкой. С учетом дополнительных капиталовложений в систему укладки, стоимость серийных деталей увеличилась для автоматизированной выкладки, однако авторы этих статей пришли к выводу, что автоматизация все же желательна из-за эффектов, которые не были учтены в их исследованиях, в том числе повышение надежности, стабильности свойств и снижение потерь материала.

Развитие технологии ATL с 1990-х гг. по настоящее время

Обогрев ленты в установках ATL введен в 1990-х гг. для решения проблем, возникающих при сложной укладке, что также позволяет контролировать липкость при выкладке крупных деталей [39]. В работе [40] обсуждается разработка совместной компоновки системы, в которой к оборудованию ATL добавлена система воздушного кондиционирования, позволяющая выкладывать ленту на формы со сложными контурами. Дальнейшие изменения в технологии ATL, включая уменьшение диаметра ролика для укладки со 150 до 50 мм, произведены для повышения маневренности оборудования при нанесении ленты на контуры деталей с кривизной более 30 градусов. Для обеспечения возможности выкладки на сложные геометрические формы, требовалось некоторое натяжение ленты, чтобы слои оставались ровными. Отмечено, что эффективная скорость выкладки составляла 13 м/мин и не изменилась по сравнению с самыми ранними сведениями, опубликованными в 1981 г.

Для того чтобы эффективно уменьшить последующее отверждение термореактивной ленты в процессе выкладки, был рассмотрен вопрос об оптимальных условиях обработки. Так, в работе [35] предложена система выкладки, в которой термореактивная лента нагревается до 150 °С и укладывается со скоростью 0,06 м/мин. Отмечено, что термореактивный материал достигает лишь ограниченной степени отверждения и последующее доотверждение все равно необходимо. При этом давление выкладки не зависело от количества слоев и незначительно зависело от диаметра головки и ориентации слоев. Наконец, авторы работы [35] пришли к выводу, что высокое избыточное давление может привести к расслоению препрэга во время выкладки, так как слои ленты раздвигаются и разрываются перед и за прикатывающим роликом, прижимающим материал к форме, однако в представленном исследовании не рассматривалась липкость, которая могла бы предотвратить такие разрывы.

В работе [41] предложена модель лазерного нагрева термопластической ленты для обеспечения прямой выкладки и консолидации термопластических материалов, однако достаточно скоро выкладку таких материалов стали осуществлять по технологии AFP. Таким образом, с середины 1990-х гг. до настоящего времени дальнейшее развитие процесса ATL было довольно ограниченным, поскольку стали преобладать требования к производительности.

В патенте [42] представлена система, которая объединяет по крайней мере два рулона материала шириной 75, 150 или 300 мм в одной головке установки ATL, чтобы потенциально улучшить как производительность, так и скорость выкладки, хотя этот вариант можно рассматривать как систему выкладки по технологии AFP.

В патентах [43, 44] разработана технология раскюра для укладки лент по ATL-технологии для повышения производительности при обработке больших деталей с мелкими частями. Небольшие накладки из препрега предварительно нарезают с применением отдельной операции, хранят на подложке и заново наматывают на рулон. В этой системе используют две отдельные стороны головки установки для нанесения либо непрерывного слоя, либо небольших предварительно нарезанных участков препрега. Этот процесс часто называют двухфазной выкладкой, тогда как обычная выкладка является однофазной.

В настоящее время оборудование для ATL стало более разнообразным – разрабатываются машины, которые могут решать конкретные проблемы с выкладкой, а также обеспечивать очень высокую производительность. Технологию ATL можно считать высокопроизводительным процессом выкладки препрега, который широко используется, в частности, в аэрокосмической отрасли и в отраслях возобновляемой энергетики. Преимуществами такого процесса являются высокие скорость выкладки и механические свойства за счет использования препрега, возможность изготавливать крупные детали и обрабатывать материалы с большой поверхностной плотностью, а также упрощенное автономное программирование установок. К недостаткам можно отнести высокие начальные капитальные затраты, ограниченную геометрическую сложность изготавливаемых деталей и более высокий уровень потерь материала, чем у технологии AFP. Несмотря на потенциальные ограничения и сложности производства, к технологии ATL недавно возобновился интерес из-за ее высокой производительности, необходимой для производства плоских слоистых листов из ПКМ [45]. После укладки плоским слоистым листам из ПКМ можно придать желаемую форму путем горячего формования [46], используя конкурентоспособный по стоимости способ производства крупных композитных компонентов и материалов с высокой поверхностной плотностью препрега. Однако формование может отрицательно сказаться на механических характеристиках конструкции, например из-за сморщивания волокон, зазоров и нахлестов [6, 11].

Оборудование для технологии ATL

Технология ATL используется для изготовления множества деталей, таких как хвостовые плоскости, обшивка крыла [47, 48] и кессон центрального крыла [48, 49]. Основными производителями аэрокосмического оборудования для систем ATL являются компании MAGCincinnati (США), MTorres (Испания) и Forest-Liné (Франция), хотя последняя недавно приобретена компанией MAGCincinnati. Компании GFM (Германия), Mikrosam (Македония), Entec (США) и ATK (США) поставляют системы ATL, а компания Ingersoll (США) в настоящее время поставляет только системы AFP, но ранее поставляла и системы ATL.

Оборудование для технологии ATL чаще конструируют с горизонтальной балкой, с помощью которой можно выкладывать большие и легкие по форме изделия (рис. 1 и 2). Его, как правило, конструируют с рамой и роботизированной рукой с большим количеством степеней свободы, а также с врачающимся инструментом или их комбинаций [50].

Компания MAGCincinnati предлагает установку CHARGER, которая наносит слои из односторонней пропитанной ленты шириной 75, 150 или 300 мм. Слои ленты выкладывают по контурам и элементам с острыми углами – до 25 градусов.

Десятиосевая портальная система с ЧПУ автоматически накладывает, разрезает и удаляет ленту. В технологии используется уникальная конструкция головки с боковой загрузкой, которая обеспечивает быструю и простую замену рулона ленты шириной до 300 мм и диаметром бобины 650 мм [8, 51].

Технология ATL компании Forest-Liné является уникальной для отрасли. Машина ATLAS с двумя головками выкладывает ленту шириной 305 мм через основную головку и ленту шириной 152,5 мм через вторичную головку, подаваемую кассетой, которая удерживает ленту с предварительно обрезанными краями [8, 52]. Предварительно нарезанную ленту подготавливают автономно на отрезном станке (Access) и хранят в кассете, что позволяет избежать простоев для резки и удаления обрезков. Нарезку ленты производят двумя ультразвуковыми ножами. Предварительно нарезанные ленты позволяют изготавливать любые детали для удовлетворения различных требований дизайна. Одна головка выкладывает ленту шириной от 76 до 305 мм, а другая – от 76 до 152,5 мм при скорости выкладки 60 м/мин с оптимизированным ускорением или замедлением. Четыре машины ATLAS и две машины Access компании Forest-Liné используются для сборки самых крупных деталей – крыльев самолета Boeing 787, производимых Mitsubishi Heavy Industries (МНІ, Нагоя, Япония).

Установка ATLAS One от этой же компании является усовершенствованной машиной для резки и укладки лент на поверхность двойной кривизны, предназначеннной для выкладки композитных деталей для гражданских или военных самолетов и ветряной энергетики. Компания предлагает высочайшую производительность при минимальном обслуживании. Машина содержит непрерывную шестиосевую головку с высокими динамическими характеристиками, два ультразвуковых резака, двухтактная функция которых позволяет выполнять резку нескольких сегментов. Система позволяет автоматически регулировать высоту резака и очищать его, а также проверять нахлесты и зазоры в процессе выкладки [53].

Технология компании North Thin Ply Technology (Ренан, Швейцария), известная своими ультратонкими мультиаксиальными препрегами марки ThinPreg, изготовленными для автоматизированного процесса, включающего запатентованное распределение волокон в сочетании с технологией автоматической выкладки ленты, позволяет производить ленты с поверхностной плотностью до 17 г/м². Ленты этой компании использовались для создания крыльев самолета Solar Impulse, который совершил кругосветный перелет на элементах, работающих на солнечной энергии. Компания также предлагает оборудование для выкладки лент [54].

Компания MTorres (Торрес-де-Элорз, Наварра, Испания) предлагает установку TORRESLAYUP – одиннадцатиосевую портальную высокоскоростную систему ATL, изначально разработанную для производства армированных углеродным волокном композитных аэроструктур. Каждое устройство разработано в виде модульной системы, спроектировано и построено в соответствии с требованиями заказчика с использованием имеющегося в продаже ЧПУ. Система обеспечивает максимально возможную уплотняющую способность в процессе выкладки, устранив необходимость в частых циклах вакуумного уплотнения для достижения оптимального уплотнения ПКМ [8, 10]. Компания также представила новую увеличенную автоматизированную головку для системы ATL для массового производства плоских (2D) или слегка изогнутых деталей со скоростью 250 м²/ч. Предназначенная для снижения затрат на материалы и уменьшения продолжительности цикла, головка имеет запатентованную конструкцию с несколькими лентами, которая вмещает четыре ленты шириной 150 мм, создавая полосу шириной 600 мм [54].

Заключения

Автоматизированная выкладка находит все более широкое распространение в ряде отраслей благодаря потенциальной надежности и экономическим усовершенствованиям. Технология ATL разрабатывалась с 1970-х гг. как автоматизированная версия ручной выкладки ленты, которая обеспечивала бы высокую производительность и надежность для простых или несложных конструкций. Эта технология особенно эффективна для больших плоских деталей, с ее помощью, проведя небольшие модификации, можно изготавливать из препрегов заготовки композитных конструкций большой площади. Дальнейшие разработки в области изготовления изделий для возобновляемых источников энергии (например, производство лопастей ротора), вероятно, будут сделаны с помощью технологии ATL из недорогого препрега. В целом потенциальный прирост производительности для ATL-технологии ограничен из-за достаточной продолжительности усовершенствования установок.

В Российской Федерации разработкой, проектированием и изготовлением опытных автоматизированных установок для намотки и выкладки препрегов для заготовок деталей из ПКМ в течение 10 лет занимается ООО «НПП ВИУС». Во ФГУП «ВИАМ» разработан материал (в виде препрега), пригодный для автоматизированной выкладки лент по технологии ATL. Испытания материала прошли успешно на одном из предприятий, которое занимается изготовлением конструкций из ПКМ.

Библиографический список

1. Каблов Е.Н. ВИАМ: материалы нового поколения для ПД-14 // Крылья Родины. 2019. № 7–8. С. 54–58.
2. Каблов Е.Н. Маркетинг материаловедения, авиастроения и промышленности: настоящее и будущее // Директор по маркетингу и сбыту. 2017. № 5–6. С. 40–44.
3. Kablov E.N. Materials and chemical technologies for Aircraft Engineering // Herald of the Russian Academy of Sciences. 2012. Vol. 82. No. 3. P. 158–167.
4. Тимошков П.Н., Хрульков А.В., Усачева М.Н., Пурвин К.Э. Технологические особенности изготовления толстостенных деталей из ПКМ (обзор) // Труды ВИАМ. 2019. № 3 (75). Ст. 07. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 15.10.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-3-61-67.
5. Тимошков П.Н., Хрульков А.В., Язвенко Л.Н., Усачева М.Н. Композиционные материалы для безавтоклавной технологии (обзор) // Труды ВИАМ. 2018. № 3 (63). Ст. 05. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 06.11.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-3-37-48.
6. Lukaszewicz D.H.-J.A., Ward C., Potter K.D. The engineering aspects of automated prepreg layup: History, present and future // Composites: Part B. 2012. Vol. 43. P. 997–1009.
7. Crosky A., Grant C., Kelly D., Legrand X., Pearce G. Fibre placement processes for composites manufacture // Advances in Composites Manufacturing and Process Design / ed. Ph. Boisse. Woodhead Publishing, 2015. P. 79–92.
8. Compositesworld: ATL and AFP: Defining the megatrends in composite aerostructures. URL: <https://www.compositesworld.com/articles/atl-and-afp-defining-the-megatrends-in-composite-aerostructures> (дата обращения: 31.10.2020).
9. Gutowski T.G. Advanced composites manufacturing. New York: John Wiley & Sons, Inc, 1997. 600 c.
10. TORRESLAYUP: Productivity and flexibility together in a perfect solution. URL: <https://www.mtorres.es/en/aeronautics/products/carbon-fiber/torreslayup> (дата обращения: 02.11.2020).
11. Тимошков П.Н., Гончаров В.А., Усачева М.Н., Хрульков А.В. Влияние зазоров и нахлестов при выкладке препрегов на механические свойства углепластиков (обзор) // Труды ВИАМ. 2018. № 12 (72). Ст. 08. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 01.10.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-12-71-78.

12. Composite tape laying machine with pivoting presser member: pat. US4627886A; filed 30.05.85; publ. 09.12.86.
13. Composite tape laying machine and method: pat. US4557783A; filed 05.12.83; publ. 10.12.85.
14. Tete enrubanneuse pour l'application de bande en materiau composite: pat. EP1097799A1; filed 08.11.00; publ 09.05.01.
15. Machine for applying composite and presser assembly therefor: pat. EP0371289B1; filed 08.11.89; publ. 06.06.90.
16. Method and apparatus for laying composite material: pat. EP0644040A1; filed 08.11.94; publ. 22.03.95.
17. Lengsfeld H., Wolff-Fabris F., Krämer J., Lacalle J., Altstädt V. Composite Technology: Prepregs and Monolithic Part Fabrication Technologies. Hanser Publications, 2015. 223 p.
18. Land I.B. Design and manufacture of advanced composite aircraft structures using automated tow placement: master thesis. Cambridge: Massachusetts Institute of Technology, 1996. 91 p.
19. Colton J.S., Baxter J., Behlendorf J., Tabassum H. et al. The automation of the lay-up and consolidation of PEEK/graphite fiber composites // Advanced Manufacturing Processes. 1987. Vol. 2 (1). P. 1–22.
20. Lamontia M.A., Gruber M.B., Waibel B.J. Conformable compaction system used in automated fiber placement of large composite aerospace structures // Proceedings of the 23rd Sampe conference. Paris, 2002. P. 745–756.
21. Apparatus for making laminated structural shapes by the controlled detrusive placement and polymerization of tectonic filamentous tapes: pat. US3574040A; filed 29.06.61; publ. 06.04.71.
22. Geodesic path length compensator for composite-tape placement method: pat. US3810805A; filed 14.04.72; publ. 14.05.74.
23. Huber J. Automated lamination of production advanced composite aircraft structures // SAE Transactions. 1981. Vol. 90. P. 1794–1803.
24. Grimshaw M.N. Automated tape laying // Composites. 2001. Vol. 21. P. 480–485.
25. Eaton H.L. Cost effective tape laying // 29th National SAMPE symposium. Reno, 1984. P. 34–42.
26. Saveriano J.W. Automated contour tape laying of composite materials // 16th National SAMPE technical conference. Albuquerque, 1984. P. 126–139.
27. Stone K.L. Automation in composite processing // 29th National SAMPE symposium. Reno, 1984. P. 1489–1498.
28. Albus J.S. Research issues in robotics // 16th National SAMPE technical conference. Albuquerque, 1984. P. 1–16.
29. Wang E.L., Gutowsi T. Laps and gaps in thermoplastic composites processing // Composites Manufacturing. 1991. Vol. 2 (2). P. 69–78.
30. Meier R.A. An advanced control system for composite material placement // 31st International SAMPE symposium. Covina, 1986. P. 536–549.
31. Тимошков П.Н., Усачева М.Н., Хрульков А.В. Липкость и возможность использования prepregов для автоматизированных технологий (обзор) // Труды ВИАМ. 2018. № 8 (68). Ст. 04. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 15.10.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-8-38-46.
32. Composite tape placement apparatus with natural path generation means: pat. US4696707A; filed 21.10.85; publ. 29.09.87.
33. Head for applying composite strips: pat. FR2713213A1; filed 30.11.93; publ. 09.06.95.
34. Olsen H.B., Craig J.J. Automated composite tape layup using robotic devices // IEEE international conference on robotics and automation. Atlanta, 1993. P. 291–297.
35. Sarazin H., Springer G.S. Thermochemical and mechanical aspects of composite tape laying // Journal of Composite Materials. 1995. Vol. 29. P. 1908–1943.
36. Krolweski S., Gutowski T. Effect of the automation of advanced composite fabrication processes on part cost // Sample Journal. 1987. Vol. 23 (3). P. 21–26.
37. Krolewski S., Gutowski T. Economic comparison of advanced composite fabrication technologies // 34th International SAMPE symposium. Covina: SAMPE, 1989. Vol. 34. P. 329–340.

38. Foley M.F. Techno-economic analysis of automated composite manufacturing techniques // 22nd International Sampe technical conference. Boston, 1990. P. 759–773.
39. Control of radiation heating system for thermoplastic composite tape: pat. US5177340A; filed 23.01.89; publ. 05.01.93.
40. Benda B.J., Stump K.H. A case study of contoured tape laying // American Helicopter Society 52nd Annual Forum. Washington, 1996. P. 603–610.
41. Grove S.M. Thermal modelling of tape laying with continuos carbon fibrereinforced thermoplastic // Composites. 1988. Vol. 19 (5). P. 367–375.
42. Head for application of carbon-fibre strips and application method: pat. WO2008020094A1; filed 08.08.06; publ. 21.02.08.
43. Device for separating and discharging trimmings cut in a pre-impregnated strip: pat. WO2008/135645A1; filed 02.04.07; publ. 13.11.08.
44. Composite lay-up head with a retractable device for separating a prepreg from its support tape: pat. WO2008/142273A2; filed 04.05.07; publ. 27.11.08.
45. Larberg Y.R., Ekermo M. On the interply friction of different generations of carbon/epoxy prepreg systems // Composite Part A – Applied Science and Manufacturing. 2011. Vol. 42 (9). P. 1067–1074.
46. Gutowski T.G., Dillon G., Chey S., Li H. Laminate wrinkling scaling laws for ideal composites // Composites Manufacturing. 1995. Vol. 6 (3–4). P. 123–134.
47. Evans D.O., Vaniglia M.M., Hopkins P.C. Fiber placement process study // 34th International SAMPE symposium. Covina, 1989. P. 1822–1833.
48. Thomas J. The A380 programme – the big task for Europe's aerospace industry // Air Space Europe. 2001. Vol. 3 (3/4). P. 35–39.
49. Hinrichsen J., Bautista C. The challenge of reducing both airframe weight and manufacturing cost // Air Space Europe. 2001. Vol. 3 (3/4). P. 119–121.
50. Grimshaw M.N., Grant C.G., Diaz J.M.L. Advanced technology tape laying for affordable manufacturing of large composite structures // 46th International SAMPE symposium. 2001. P. 2484–2494.
51. Fives: Cincinnati CHARGER™ Станок для выкладки композитных лент. URL: <https://metal-cutting-composites.fivesgroup.com/ru/oborudovanie/kompozity/stanki-dlya-vykladki-kompozitnykh-lent/cincinnati-chargertm.html> (дата обращения: 12.10.2020).
52. Fives: Forest-Liné ATLAS. URL: <https://metal-cutting-composites.fivesgroup.com/products/composites/tape-layer-systems/forest-line-atlas.html> (дата обращения: 22.10.2020).
53. Fives: Forest-Liné ATLAS One. URL: <https://metal-cutting-composites.fivesgroup.com/products/composites/tape-layer-systems/forest-line-atlas-one.html> (дата обращения: 22.10.2020).
54. Compositesworld: Trends in automation: ATL and AFP technologies increase speed, flexibility. URL: <https://www.compositesworld.com/articles/trends-in-automation-atl-and-afp-technologies-increase-speed-flexibilty> (дата обращения: 12.10.2020).

УДК 669.017.165:669.245

Д.И. Сухов¹, С.В. Неруш¹, И.Ю. Ефимочкин¹, Ф.Н. Каракевичев¹, И.А. Богачев¹

ПОЛУЧЕНИЕ МЕТАЛЛОМАТРИЧНЫХ КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ СПЛАВА ВЖ159 МЕТОДОМ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ

DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-62-72

Рассмотрено получение металломатричных композитов методом селективного лазерного сплавления (СЛС). В качестве материала матрицы выбран отечественный жаропрочный никелевый сплав системы Ni–Cr–Mo–Nb–Al, в качестве упрочняющих дисперсных частиц – оксид иттрия Y₂O₃. После механического легирования из полученного порошка изготавливали материал методом СЛС. Проведено исследование полученного синтезированного материала в состояниях после процесса СЛС и после проведения горячего изостатического прессования (ГИП). В структуре обнаружены области, содержащие соединения на основе Y, Al и O. После операций ГИП и термической обработки образцы испытывали на длительную прочность. Результаты испытаний объяснены проведенными исследованиями, в том числе фрактографическим анализом изломов испытанных образцов.

Ключевые слова: селективное лазерное сплавление, аддитивные технологии, жаропрочный никелевый сплав, дисперсное упрочнение, структура, длительная прочность, оксидные частицы.

D.I. Sukhov¹, S.V. Nerush¹, I.Yu. Efimochkin¹, F.N. Karachevchev¹, I.A. Bogachev¹

PRODUCTION OF MMC BASED ON VZh159 ALLOY BY SELECTIVE LASER MELTING

The paper considers manufacturing of metal matrix composites (MMC) by means of selective laser melting. The heat-resistant nickel-based Ni–Cr–Mo–Nb–Al alloy was chosen as a matrix material, the Y₂O₃ oxide was chosen as a strengthener. After mechanical alloying the obtained powder was used in SLM for the production of a material. The synthesized material's condition was examined after the SLM process and after hot isostatic pressing (HIP). In the structure the areas containing Y, Al and O-based compounds were found. The creep-rupture tests of samples after HIP and heat treatment were performed and the results were explained by fractographic analysis.

Keywords: selective laser melting, additive manufacturing, heat-resistant nickel alloy, disperse strengthening, structure, creep-rupture strength, oxide particles.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

Аддитивные технологии – одно из самых перспективных и динамично развивающихся направлений в современной промышленности [1–3]. Основными и наиболее изученными в отечественной практике материалами для аддитивных технологий являются сплавы на никелевой основе. Они применяются как в методе селективного лазерного сплавления (СЛС) [4, 5], так и в методе прямого лазерного выращивания [6–8].

В настоящее время наблюдается повышенный интерес ведущих зарубежных ученых в области аддитивных технологий к созданию металломатричных композитов

методом СЛС. Работы в этом направлении ведутся с 2000 г., первые результаты по свойствам синтезированного материала металломатричных композитов представлены в 2016 г. В качестве материала матрицы обычно выбирают следующие металлы и сплавы на их основе: Al (сплав AlSi10Mg), Ti (сплав Ti6Al4V) и Ni (сплавы Inconel 625 и Inconel 718). В качестве наполнителей используют широкий спектр оксидов, карбидов, нитридов и боридов, при этом чаще всего в работах встречаются такие материалы, как карбиды SiC и TiC, оксид Al_2O_3 и борид TiB.

Композиты с металлической матрицей (металломатричные композиты) – это группа композиционных материалов, состоящих как минимум из двух компонентов: пластичной матрицы из металла и хрупкого наполнителя из карбидов, оксидов и т. п. Их разделяют на армированные волокнами (волокнистые композиты) и наполненные тонкодисперсными частицами, не растворяющимися в основном металле (дисперсноупрочненные композиты). К последним также относят сплавы, дисперсноупрочненные оксидами, где в качестве наполнителя выступают оксиды. В дисперсноупрочненном композите матрица является основной несущей нагрузку составляющей, а дисперсные частицы тормозят движения дислокаций, повышая предел текучести и прочность материала. Смесь порошков для изготовления дисперсноупрочненного композита обычно получают механическим легированием, которое обеспечивает равномерное распределение упрочняющих частиц в порошках [9].

Применение дисперсноупрочненных композитов в аддитивных технологиях является очень перспективным по двум причинам: изготовление из них деталей сложной формы сопряжено с большим количеством трудностей и основной областью их применения является авиационная промышленность. Однако в основном работы по их применению в аддитивных технологиях находятся на экспериментальной стадии. Например, специалисты из Найджинского института аэронавтики и космонавтики (Китай) опубликовали статью по экспериментам по легированию сплава Inconel 718 наночастицами TiC (рис. 1) [10]. Процентное соотношение порошков сплава и карбида составляло 9:1. Такие композиты называют металлическими нанокомпозиционными материалами. Представленное исследование упрочнения никелевого сплава является новым подходом в аддитивных технологиях.

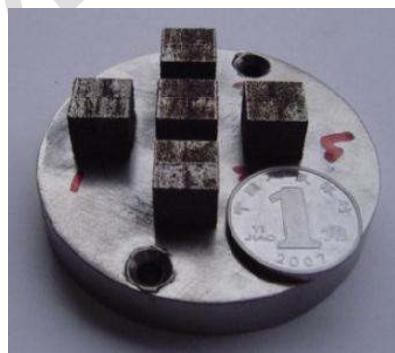


Рис. 1. Образцы из композита Inconel 718/TiC [10]

Несмотря на то, что проведен достаточно большой комплекс исследований по изучению структуры, пористости и микротвердости таких материалов в зависимости от плотности энергии лазера, т. е. от режима сплавления, основным недостатком можно считать отсутствие исследований по изменению свойств материала по сравнению с базовым сплавом Inconel 718. Так, получены следующие результаты: высокая плотность (пористость 98,2%) синтезированного материала, а также подобраны оптимальные режимы СЛС для получения материала с однородной структурой (рис. 2).

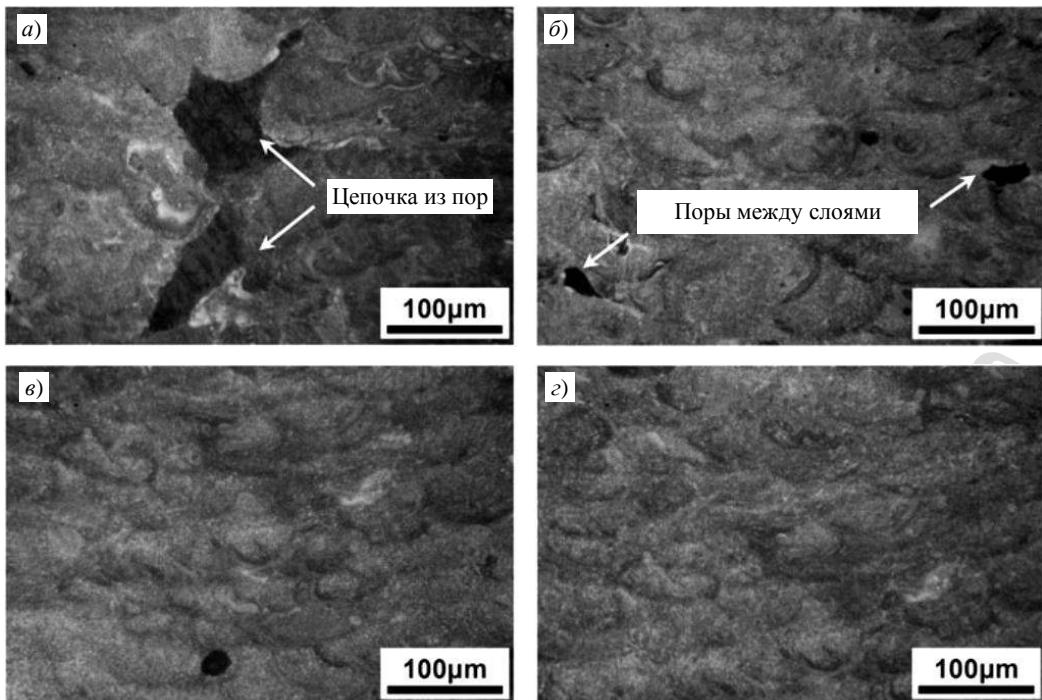


Рис. 2. Микроструктура синтезированного материала, изготовленного по разным режимам с плотностью энергии лазера: 3 (а); 3,9 (б); 4,7 (в) и 5,1 кДж/мм³ (г) [10]

Статья [10], опубликованная в 2014 г., послужила основой для книги «Laser Additive Manufacturing of High-Performance Materials», изданной в 2015 г. и полностью посвященной изготовлению композиционных материалов методом СЛС [11]. Существенная часть книги содержит исследования материала на основе карбида вольфрама WC, легированного различными наполнителями – в частности, чистой медью; в другой части книги приведены исследования легирования различными наполнителями сплава AlSi10Mg. В этой книге также приведены единственные в научно-технической литературе значения прочностных свойств металломатричного композиционного материала, изготовленного методом СЛС (рис. 3).

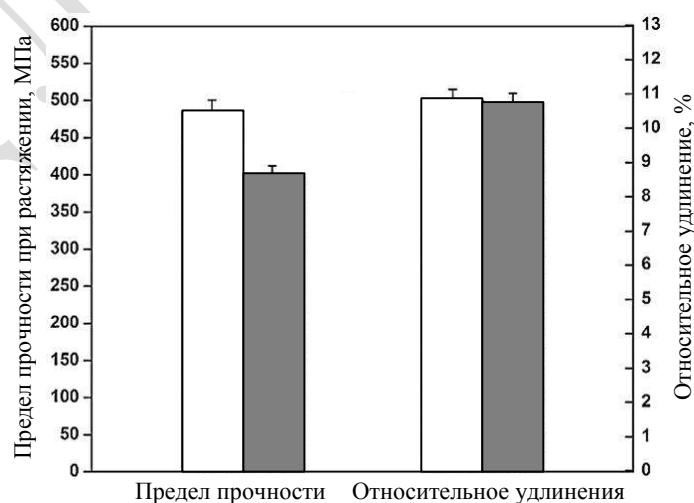


Рис. 3. Механические свойства синтезированного материала из сплава AlSi10Mg, легированного TiC (□) и без легирования (■) [11]

Исследования сплава Inconel 625 проведены учеными в работе [12]. В качестве материалов для легирования использованы соединения Al_2O_3 , SiC и TiC . По результатам работы определено, что оптимальная структура с отсутствием трещин и повышенной твердостью наблюдалась на материале из сплава, легированного карбидом титана TiC .

В работе [13] металлическим композиционным материалам отведена целая глава, в которой сообщается, что всего несколько научно-технических публикаций посвящено их применению в аддитивных технологиях, начиная с 2008 г. [14]. В этой работе также приведен ряд современных публикаций с информацией об алюминиевых композитах, упрочненных в основном карбидом кремния SiC .

В работе [14] группой ученых из Италии проведены перспективные исследования по получению алюминиевых композитов методом СЛС на установке фирмы EOS. В качестве материала матрицы использован сплав AlSi10Mg , а наполнителей – карбид кремния SiC со средним размером частиц 0,55 мкм и алюмомагниевая шпинель MgAl_2O_4 со средним размером частиц 30 нм. В обоих случаях порошки сплава смешивали с наполнителем, во втором – дополнительно проводили механическое легирование. Внешний вид частиц композиций $\text{AlSiMg}-10\%$ (по массе) SiC и $\text{AlSiMg}-1\%$ (по массе) MgAl_2O_4 представлен на рис. 4.

В результате данной работы наблюдался интересный феномен исчезновения карбида кремния SiC в синтезированном материале с образованием карбида алюминия Al_4C_3 . Авторы связывают это с высокой температурой и плотностью энергии лазера при сплавлении, достаточной для прохождения реакции по переходу Si в твердый раствор и образования карбида алюминия, причем частично карбид кремния SiC сохраняется в структуре, что видно на рентгенограмме, которая приведена на рис. 5.

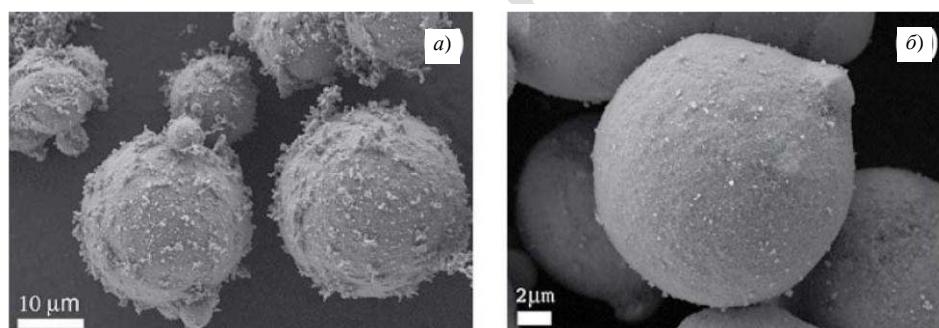


Рис. 4. Внешний вид частиц композитов $\text{AlSiMg}-\text{SiC}$ (а) и $\text{AlSiMg}-\text{MgAl}_2\text{O}_4$ (б) [14]

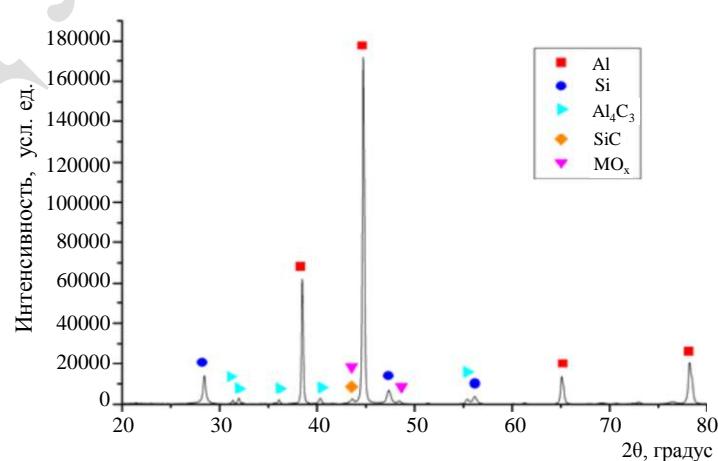


Рис. 5. Рентгенограмма синтезированного материала $\text{AlSiMg}-\text{SiC}$ [14]

Результаты исследований синтезированного материала AlSiMg–SiC показывают преимущества по значениям твердости и модуля упругости по сравнению со значениями аналогичных характеристик для материала из сплава AlSiMg.

Добавим, что при использовании шпинели $MgAl_2O_4$ она вообще не обнаружена в синтезированном материале. Рентгенограмма такого материала приведена на рис. 6. Видно, что образовался сложный оксид $AlSiO_x$.

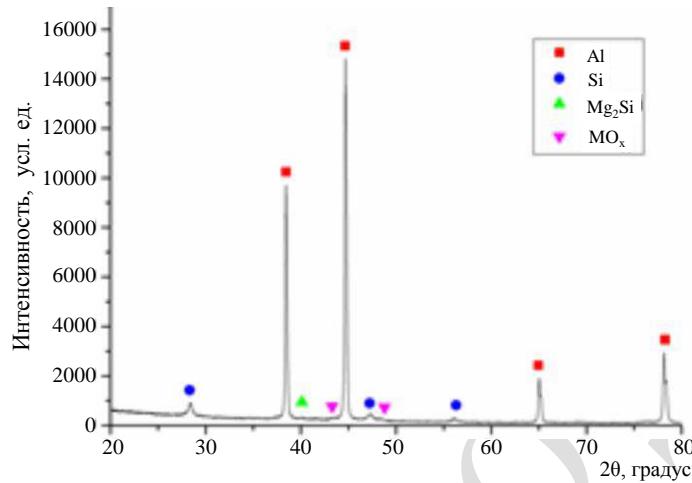


Рис. 6. Рентгенограмма синтезированного материала AlSiMg– $MgAl_2O_4$ [14]

Обобщая приведенные данные, а также информацию из других работ [15–26], можно сделать вывод о том, что исследование создания металломатричных композитов, изготавливаемых методом СЛС, является одним из самых перспективных направлений в аддитивных технологиях. Это направление включает как технологические, так и материаловедческие проблемы. При этом особый интерес представляет использование в качестве материала матрицы отечественных сплавов, применяемых в аддитивных технологиях; поэтому целью данной работы является исследование полученного методом СЛС металломатричного композита, в котором в качестве матрицы используется отечественный сплав на основе никеля марки ВЖ159.

Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 10. «Энергоэффективные, ресурсосберегающие и аддитивные технологии получения деталей, полуфабрикатов и конструкций» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года»).

Материалы и методы

В качестве материала матрицы выбран жаропрочный никелевый сплав системы Ni–Cr–Mo–Nb–Al. В качестве материала наполнителя использован оксид иттрия Y_2O_3 , введенный в количестве 2,5% (по массе). Порошок выбранного никелевого сплава получали методом атомизации на установке HERMIGA 10/100VI (Великобритания), после чего выделяли основную фракцию размером от 10 до 63 мкм. Форма порошка – сферическая. Материал наполнителя представлял собой наночастицы оксида Y_2O_3 фракции размером от 20 до 50 нм.

Операцию механического легирования проводили в аттиторе А-60К по стандартной методике. Исследование фракционного состава полученного порошка проводили на лазерном анализаторе размеров частиц Analizette 22 фирмы Fritsch (Германия). После получения механически легированного порошка из него изготавливали образцы методом СЛС на установке Concept Laser M2 Cusing (Германия) по разработанным во

ФГУП «ВИАМ» режимам для жаропрочного никелевого сплава системы Ni–Cr–Mo–Nb–Al. Сплавление (синтез) механически легированного порошка проводили в среде азота. В процессе синтеза изготавливали образцы простой формы в виде куба размером $10 \times 10 \times 10$ мм для испытаний на длительную прочность. Все образцы подвергали ГИП в газостате «Квинтус-16» фирмы ASEA (Швеция) и термической обработке по стандартному режиму для жаропрочного никелевого сплава системы Ni–Cr–Mo–Nb–Al.

Исследование структуры механически легированного порошка и структуры синтезированного материала проводили методами световой микроскопии (СМ) на микроскопе Leica DM IRM и растровой электронной микроскопии (РЭМ) на микроскопе Hitachi SU8010. Испытания на длительную прочность проводили по стандартным методикам.

Результаты и обсуждение

Внешний вид механически легированного порошка представлен на рис. 7. Видно, что после обработки в аттриторе порошок утратил свою первоначальную сферическую форму, которая необходима для использования порошка в методе СЛС для обеспечения его плотной укладки в слое сплавления. Поэтому принято решение – использовать полученный механически легированный порошок для дальнейшего сплавления без дополнительной обработки, хотя в дальнейшем необходимо рассмотреть применение плазменной сфероидизации для придания механически легированному порошку сферической формы. Необходимо также разработать режимы работы аттритора для того, чтобы напрямую получать механически легированный порошок более сферической формы.

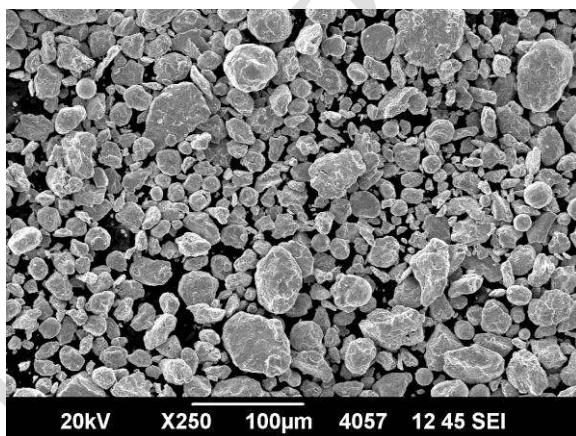


Рис. 7. Внешний вид частиц механически легированного порошка (РЭМ, $\times 250$)

На рис. 8, *a* представлен внешний вид поверхности частиц механически легированного порошка, на рис. 8, *б* – спектр поверхности этих частиц. Видно, что в материале порошка, помимо основных элементов сплава выбранной для исследований системы легирования, также содержится иттрий. Можно предположить, что белые частицы на микрофотографии – это частицы оксида иттрия. Исходя из данных микрорентгеноспектрального анализа, механическое легирование порошка проведено в полном объеме, поэтому этот порошок можно использовать в дальнейших исследованиях.

Фракционный состав порошка приведен на рис. 9. Параметр d_{50} составил 32 мкм. После механического легирования основной фракцией порошка являлась фракция размером от 10 до 63 мкм, как и для исходного порошка сплава системы Ni–Cr–Mo–Nb–Al. Однако вид распределения порошка по фракциям не соответствует нормальному, что, видимо, может быть скорректировано при отработке режимов механического легирования в аттриторе.

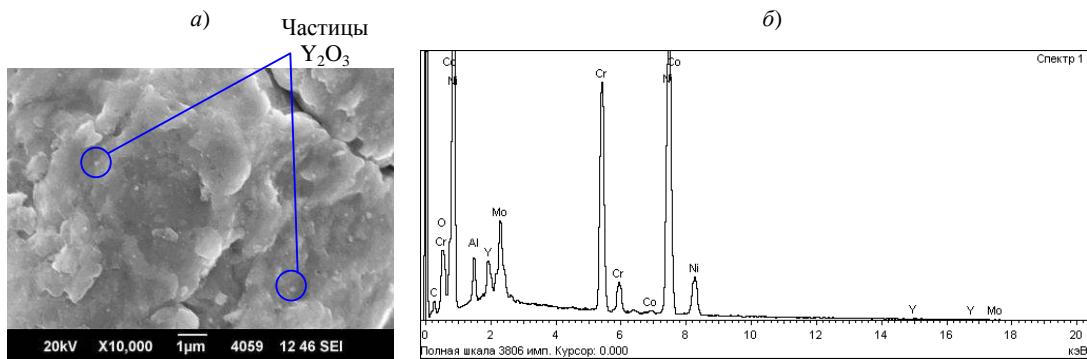


Рис. 8. Внешний вид ($\times 10000$) поверхности частиц механически легированного порошка (а; РЭМ) и спектр по поверхности частиц (б; МРСА)

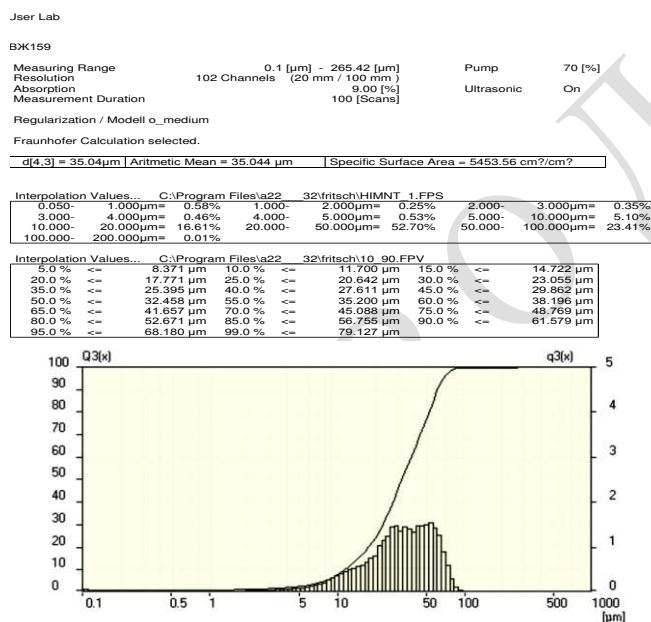


Рис. 9. Распределение по фракциям механически легированного порошка

После синтеза материала на установке Concept Laser изучали микроструктуру материала методом световой микроскопии. Обычно она применяется для оценки объемной доли пор в структуре синтезированного материала. Однако при анализе поверхности шлифов возникло сомнение – все ли темные области в структуре являются порами (рис. 10, а). Более того, в структуре обнаружили темные области размером $\sim(40–60)$ мкм (рис. 10, б).

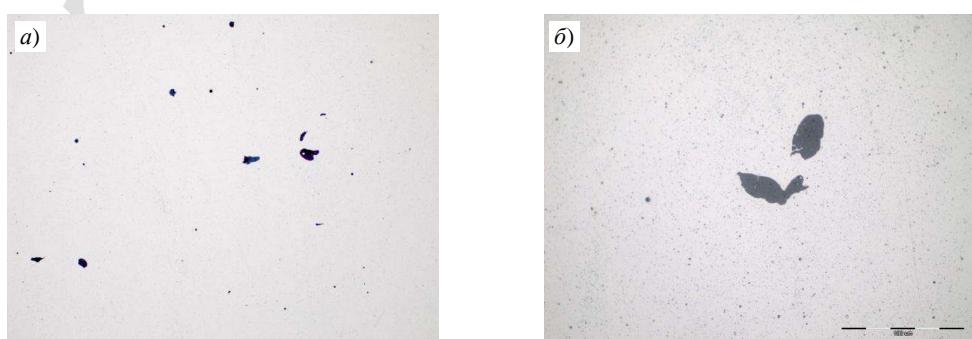


Рис. 10. Микроструктура (а – $\times 100$; б – $\times 500$) синтезированного материала

Для определения природы этих элементов структуры провели микрорентгеноспектральный анализ поверхности шлифов (рис. 11). В структуре не обнаружено пор; в ней находятся равномерно распределенные по объему области с повышенным содержанием элементов Y, O и Al; размер этих областей не превышает 1–2 мкм. Микрорентгеноспектральный анализ областей в структуре размером 40–60 мкм показал повышенное содержание этих элементов.

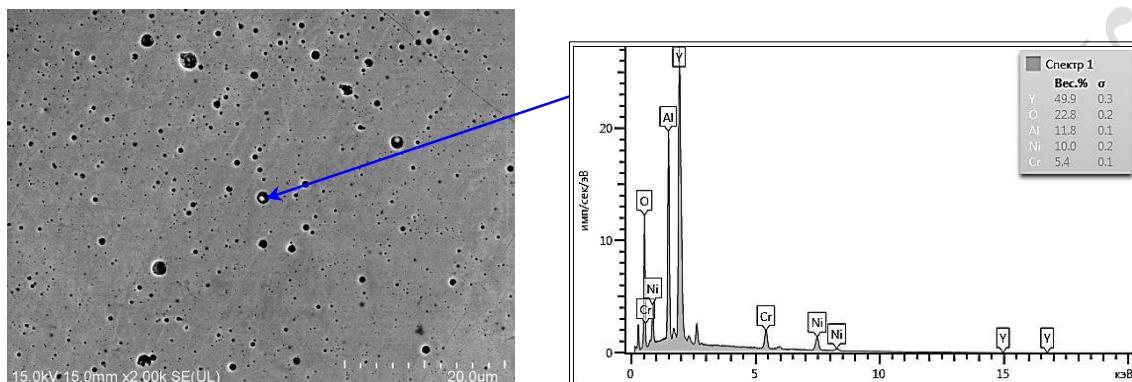


Рис. 11. Микрорентгеноспектральный анализ поверхности шлифов синтезированного материала (РЭМ; $\times 2000$)

По результатам исследования структуры синтезированного материала можно сделать предварительный вывод о кинетике проходивших в нем процессов при синтезе – в процессе синтеза произошло расплавление частиц оксида иттрия, а затем при охлаждении они коагулировали в частицы размером 1–2 мкм. Встречающиеся более крупные частицы, по-видимому, также являются результатом коагуляции большого скопления частиц оксида иттрия.

На следующем этапе исследований проведен анализ микроструктуры материала после ГИП. Результаты представлены на рис. 12. В структуре обнаружены новые элементы, представляющие собой кристаллы неправильной формы размерами от 30 до 200 мкм. Помимо них в структуре присутствуют области неправильной формы.

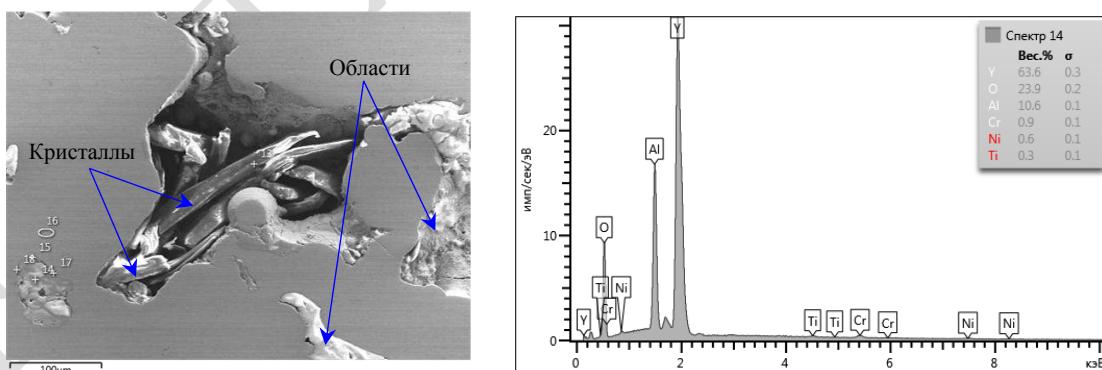


Рис. 12. Исследование структуры и микрорентгеноспектральный анализ поверхности шлифов синтезированного материала после ГИП (РЭМ, $\times 500$)

Микрорентгеноспектральный анализ кристаллов и областей показал, что в них содержатся практически только элементы Y, O и Al. Это подтверждается построением концентрационного профиля от основного материала в область вышеуказанных структурных элементов (рис. 13). Никель в этих областях практически отсутствует.

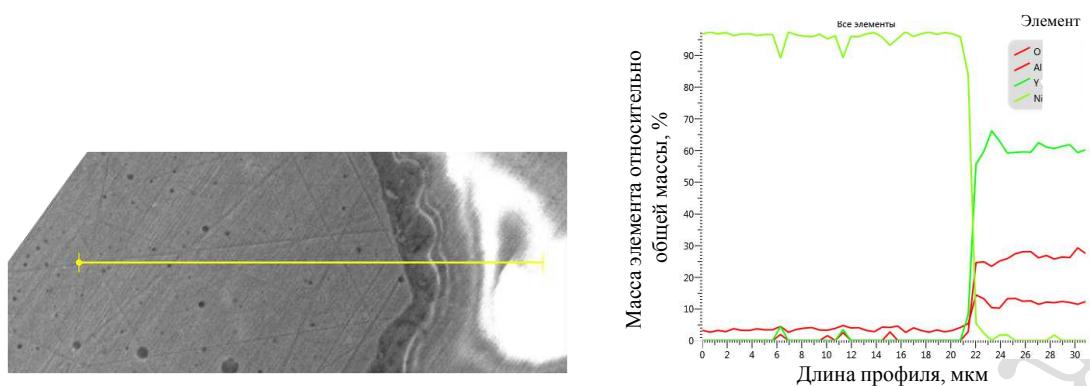


Рис. 13. Концентрационный профиль синтезированного материала

Данные области и кристаллы, по-видимому, представляют собой алюмоиттриевый гранат $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$. Температура образования этого соединения из алюминия и оксида иттрия $\sim 1000^\circ\text{C}$ согласно данным, приведенным в статье [27]. По данным этой статьи, также возможно наличие в этих областях в небольшом количестве и других соединений на основе элементов Y, O и Al – в частности, алюмоиттриевого перовскита YAlO_3 . Большое количество элементов Y и O (по отношению к Al), находящихся в данных областях свидетельствуют о том, что в них присутствуют и частицы оксида иттрия.

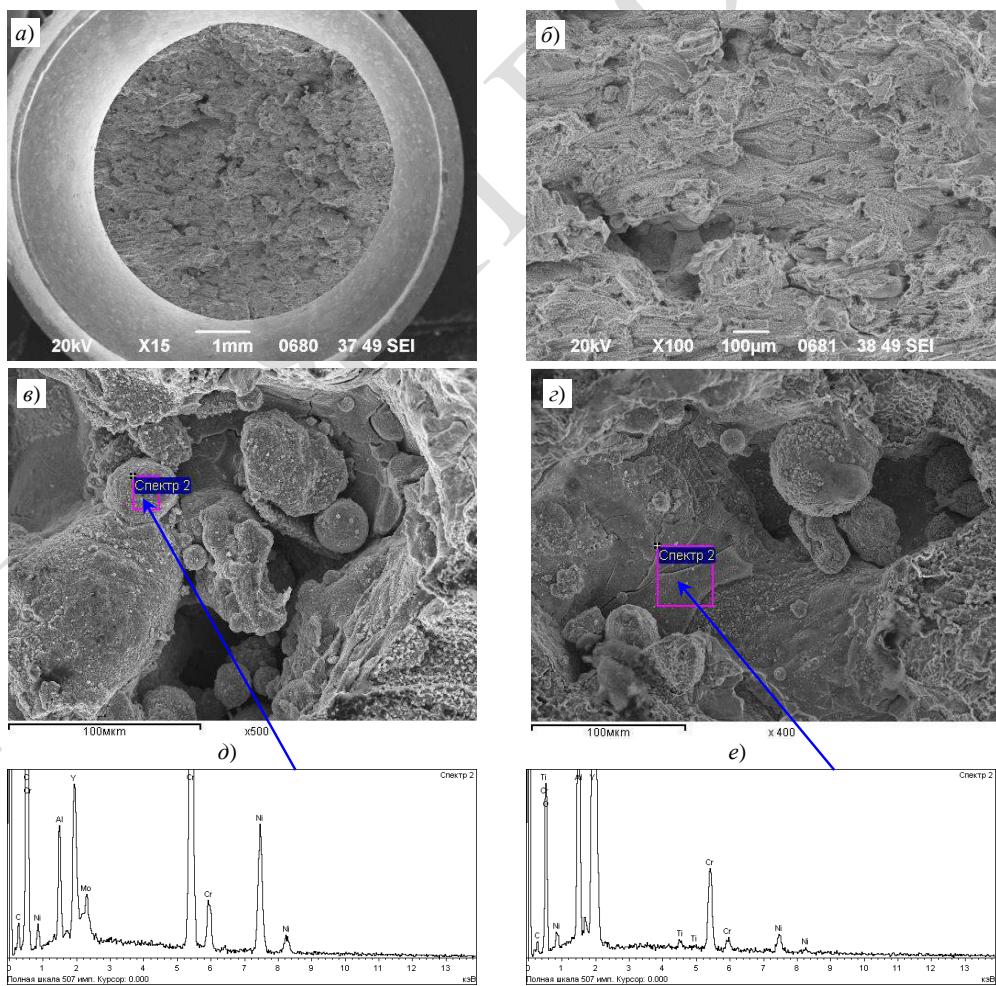


Рис. 14. Фрактографические исследования изломов материала: a – общий вид излома; b – структура излома; c – строение пор в изломе; d, e – спектр поверхности пор в изломе

Образцы из синтезированного материала после ГИП и термообработки испытывали на длительную прочность при температуре 1000 °С и напряжении 25 МПа. Образцы испытывали в течение 40 и 46 ч при базе 100 ч для материала сплава на основе системы Ni–Cr–Mo–Nb–Al при таком же режиме испытаний. Изломы образцов подвергали фрактографическому анализу с целью выявления причин разрушения (рис. 14).

Общий вид излома представлен на рис. 14, *a*; разрушение по большей части имеет вязкий характер. В структуре наблюдаются участки с пористостью и несплошностью (рис. 14, *b*). Внутри пор наблюдается типичное окисление и сглаживание поверхности, а также множество сферичных и пластинчатых частиц (рис. 14, *в*, *г*). В результате проведенного микрорентгеноспектрального анализа получено, что в порах присутствуют округлые частицы на основе иттрия и алюминия (рис. 14, *д*, *е*).

Причиной преждевременного разрушения материала послужили частицы с повышенным содержанием элементов Y, O и Al. Так, алюмоиттриевый гранат и алюмоиттриевый перовскит термически стабильны до 1000 °С. Поскольку испытания материала проводили при этой температуре, то, возможно, разупрочнение этих кристаллов послужило одной из причин его (материала) разрушения. Более того, при их образовании нарушалась сплошность материала и образовывались концентраторы напряжений (на фрактограммах это поры и несплошности). Наличие большого количества такого рода дефектов в материале является основной причиной его преждевременного разрушения.

Заключения

Проведенные исследования подтвердили возможность получения металломатричных композитов на основе отечественных сплавов методом СЛС. Получен синтезированный материал с беспористой структурой и с равномерным распределением частиц в ней. Показано, что мощности лазера хватает для расплавления оксидов, поэтому в синтезированной структуре размер упрочняющих частиц будет составлять ~(1–2) мкм. Дальнейшие исследования должны быть направлены на оценку влияния дисперсности, распределения и концентрации таких частиц на свойства синтезированного материала.

Так, для применения механически легированного порошка в методе СЛС необходимо в дальнейшем разрабатывать специальные режимы для его получения в аттриторах или, возможно, в планетарных мельницах.

Вследствие того, что в материале присутствовал алюминий в достаточном количестве для образования алюмоиттриевого граната и алюмоиттриевого перовскита, для дальнейших работ будут выбраны либо матричные сплавы без алюминия в составе, либо рассмотрены варианты по использованию в качестве легирующего компонента других оксидов, в том числе и сложных.

Библиографический список

1. Каблов Е.Н. Что такое инновации // Наука и жизнь. 2011. № 11. С. 16–21.
2. Каблов Е.Н. На перекрестке науки, образования и промышленности // Эксперт. 2015. № 15 (941). С. 49–53.
3. Каблов Е.Н. Аддитивные технологии – доминанта национальной технологической инициативы // Интеллект и технологии. 2015. № 2 (11). С. 52–55.
4. Евгенов А.Г., Сухов Д.И., Неруш С.В., Рогалев А.М. Механические свойства и структура сплава системы Ni–Cr–W–Mo–Al–Ti–Nb, получаемого методом селективного лазерного сплавления // Технология машиностроения. 2016. № 3. С. 5–9.
5. Сухов Д.И., Мазалов П.Б., Неруш С.В., Ходырев Н.А. Влияние параметров селективного лазерного сплавления на образование пористости в синтезированном материале коррозионностойкой стали // Труды ВИАМ. 2017. № 8 (56). Ст. 04. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 09.08.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-8-4-4.
6. Евгенов А.Г., Щербаков С.И., Рогалев А.М. Опробование порошков жаропрочных сплавов ЭП718 и ЭП648 производства ФГУП «ВИАМ» для ремонта деталей ГТД методом лазерной газопорошковой наплавки // Авиационные материалы и технологии. 2016. № S1 (43). С. 16–23. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-S1-16-23.

7. Евгенов А.Г., Неруш С.В., Василенко С.А. Получение и опробование мелкодисперсного металлического порошка высокохромистого сплава на никелевой основе применительно к лазерной LMD-наплавке // Труды ВИАМ. 2014. № 5. Ст. 04. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 09.08.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-5-4-4.
8. Евгенов А.Г., Рогалев А.М., Неруш С.В., Мазалов И.С. Исследование свойств сплава ЭП648, полученного методом селективного лазерного сплавления металлических порошков // Труды ВИАМ. 2015. № 2. Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 06.06.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-2-2-2.
9. Бурковская Н.П., Ефимочкин И.Ю., Базылева О.А., Туренко Е.Ю., Севостьянов Н.В., Каравчевцев Ф.Н., Колышев С.Г. Исследование структурных особенностей, прочностных свойств и жаростойкости дисперсионпрочненного композиционного материала на основе интерметаллида никеля // Материаловедение. 2016. № 3. С. 8–15.
10. Jia Q., Gu D. Selective laser melting additive manufacturing of Inconel 718 superalloy parts: Densification, microstructure and properties // Journal of Alloys and Compounds. 2014. Vol. 585. P. 713–721.
11. Gu D. Laser Additive Manufacturing of High-Performance Materials. Springer, 2015. 311 p.
12. Cooper D.E., Blundell N., Maggs S., Gibbons G.J. Additive layer manufacture of Inconel 625 metal matrix composites, reinforcement material evaluation // Journal of Materials Processing Technology. 2013. Vol. 213. P. 2191–2200.
13. Additive manufacturing / ed. by A. Bandyopadhyay, S. Bose. Taylor & Francis Group, 2016. 414 p.
14. Manfredi D., Calignano F., Krishnan M. et al. Additive Manufacturing of Al Alloys and Aluminium Matrix Composites (AMCs) // Light Metal Alloys Application. London: In Technics, 2014. P. 3–34.
15. Gao R., Zeng L., Ding H. et al. Characterization of oxide dispersion strengthened ferritic steel fabricated by electron beam selective melting // Materials and Design. 2016. Vol. 89. P. 1171–1180.
16. Zhang D., Cai Q., Liu J. et al. Microstructural evolution and formation of selective laser melting W–Ni–Cu composite powder // The International Journal of Advanced Manufacturing Technology. 2013. Vol. 67. P. 2233–2242.
17. Song B., Dong S., Coddet C. Rapid in-situ fabrication of Fe/SiC bulk nanocomposites by selective laser melting directly from a mixed powder of micro-sized Fe and micro-sized SiC // Scripta Materialia. 2014. Vol. 75. P. 90–93.
18. Biedunkiewicz A., Biedunkiewicz W., Figiel P., Grzesiak D. Preparation of stainless steel-TiC composite by selective laser melting // Chemike Listy. 2011. Vol. 105. P. 773–774.
19. Gu D., Wang Z., Shen Y. et al. In-situ TiC particle reinforced Ti–Al matrix composites: Powder preparation by mechanical alloying and Selective Laser Melting behavior // Applied Surface Science. 2009. Vol. 255. No. 22. P. 9230–9240.
20. Gu D., Shen Y., Lu Z. Preparation of TiN–Ti₃Si₃ in-situ composites by Selective Laser Melting // Materials Letters. 2009. Vol. 63. No. 18–19. P. 1577–1579.
21. Simchi A., Godlinski D. Effect of SiC particles on the laser sintering of Al–7Si–0,3Mg alloy // Scripta Materialia. 2008. Vol. 59. No. 2. P. 199–202.
22. Kumar S., Kruth J.P. Composites by rapid prototyping technology // Materials and Design. 2010. Vol. 31. P. 850–856.
23. Viswanathan V., Laha T., Balani K. et al. Challenges and advances in nanocomposite processing techniques // Materials Science and Engineering: R. 2006. Vol. 54 (5). P. 121–285.
24. Casati R., Vedani M. Metal Matrix Composites Reinforced by Nano-Particles: A Review // Metals. 2014. Vol. 4. P. 65–83.
25. Tjong S.C. Novel nanoparticle-reinforced metal matrix composites with enhanced mechanical properties // Advanced Engineering Materials. 2007. Vol. 9. P. 639–652.
26. Sanaty-Zadeh A. Comparison between current models for the strength of particulate-reinforced metal matrix nanocomposites with emphasis on consideration of Hall–Petch effect // Materials Science and Engineering. 2012. Vol. 531. P. 112–118.
27. Wojewoda-Budka J., Sobczak N., Morgiel J. Interactions between molten aluminum and Y₂O₃ studied with TEM techniques // Journal of Microscopy. 2010. Vol. 237. Is. 3. P. 253–257.

УДК 666.3

B.A. Воронов¹, A.C. Чайникова¹, Д.М. Ткаленко¹

ОСОБЕННОСТИ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ ИЛИ ВОДНЫХ СВЯЗУЮЩИХ НА ОСНОВЕ ОКСИДОВ ЭЛЕМЕНТОВ III ИЛИ IV ГРУПП ПРИ ИЗГОТОВЛЕНИИ КЕРАМИЧЕСКИХ ФОРМ ДЛЯ ЛИТЬЯ ОТЛИВОК ИЗ ХИМИЧЕСКИ АКТИВНЫХ СПЛАВОВ (обзор)

DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-73-84

Рассмотрен опыт использования органических и водных связующих на основе оксидов кремния или алюминия при изготовлении литейных керамических форм и установлены тенденции мировых производителей в данной отрасли к повышению качества, точности и эксплуатационной надежности литьих изделий, особенно деталей ответственного назначения из титановых, интерметаллических и жаропрочных сплавов, получаемых методом литья по выплавляемым моделям. Приведена информация о результатах исследования физико-механических свойств керамических форм и дефектной зоны внешней поверхности отливок из различных сплавов.

Ключевые слова: оксид кремния, оксид алюминия, органическое связующее для изготовления литейных керамических форм, водное связующее для изготовления литейных керамических форм.

V.A. Voronov¹, A.S. Chaynikova¹, D.M. Tkachenko¹

ASPECTS OF USAGE OF ORGANIC OR AQUEOUS BINDERS BASED ON III OR IV GROUP ELEMENTS OXIDES IN THE PRODUCTION OF CERAMIC MOLDS FOR CHEMICALLY ACTIVE ALLOYS CASTING (review)

The article considers the experience of using organic and aqueous binders based on silicon or aluminum oxides in the manufacturing of ceramic casting molds, and tendencies of world manufacturers in this industry to improve the quality, accuracy and operational reliability of cast products, especially critical parts made of titanium, intermetallic and heat-resistant alloys obtained by investment casting. The paper gives information on the results of studying physical and mechanical properties of ceramic molds and defect zone of the outer surface of castings made of various alloys.

Keywords: silicon oxide, aluminum oxide, organic binder for making ceramic casting molds, water binder for manufacturing of casting ceramic molds.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

В настоящее время при изготовлении керамических форм для литья отливок из химически активных сплавов для деталей авиационных двигателей по выплавляемым восковым моделям используется технология, основанная на принципе: окурение—обсыпание—послойная сушка. Данная технология позволяет достичь необходимых значений физико-механических свойств керамических форм, а также соблюсти высокие требования точности геометрических размеров и шероховатости поверхности отливок при изготовлении большого количества одинаковых сложнопрофильных изделий. При выборе материалов и технологии изготовления керамических форм необходимо

учитывать сложные условия, в которых они находятся на различных этапах эксплуатации, а также специфику отливки в них химически активных сплавов: высокую химическую активность легирующих элементов (Ti, Al, Cr, Mo, W, Co, Nb) и углерода, высокую температуру плавления сплавов; низкое остаточное давление воздуха при плавке и формировании отливки [1–5]. Отливки, полученные литьем по выплавляемым моделям, характеризуются высокой размерной точностью (до 4–5 класса) и чистотой поверхности (шероховатость по R_z – до 10 мкм и R_a – до 1,25 мкм), что по точности геометрических размеров максимально приближено к готовой детали и в некоторых случаях не требуется механическая обработка. Такой способ изготовления отливок включает несколько операций с использованием различных материалов. Это определяет повышенную себестоимость готовой продукции [6–8].

Для изготовления отливок с высоким уровнем воспроизводимости и стабильности свойств к литейным керамическим формам предъявляются следующие требования.

– Точность воспроизведения конфигурации моделей – высокие требования к реологическим свойствам (вязкость, смачиваемость, адгезия и др.) керамической суспензии и к морфологии распределения частиц по размерам материала обсыпки. В частности, наиболее прочное прилипание суспензии и воспроизведение конфигурации восковой модели формой получается при условии достижения угла смачивания <45 градусов и вязкости 25–60 с (по В3-4) керамической суспензии для лицевого слоя.

– Прочность керамической формы. При формировании керамической формы образуются внутренние напряжения, при достижении предела прочности которых появляются трещины и расслоения слоев. Этот процесс также обусловлен природой и реологическими свойствами как связующих растворов, так и керамической суспензии – в частности, степенью ее наполненности и условиями сушки покрытия, а также последующего высокотемпературного обжига керамической формы.

– Термическая стойкость. На термическую стойкость керамической формы влияют: температурный коэффициент линейного расширения (ТКЛР); модуль упругости конструкции оболочки и перепад температур в оболочке. При прокаливании керамической формы и при процессе заливки ее сплавом между наружными и внутренними слоями возникает градиент температуры и изменение объема, что вызывает растягивающие и/или сжимающие напряжения, которые могут привести к образованию трещин. В результате несоответствия значений ТКЛР в слоях керамической формы (особенно в контактном слое) также возможно: вслучивание облицовочного слоя, выкрашивание поверхностных зерен по линиям наибольших напряжений, образование трещин в контактном слое, что приводит к образованию дефектов на поверхности отливок.

– Газопроницаемость и газотворность. Керамическая форма представляет собой пористое огнеупорное тело. От газопроницаемости во многом зависит степень удаления газотворных составляющих из формы. Все газотворные составляющие (органические и легколетучие) из состава керамической формы должны быть удалены прокалкой при температуре 950–1000 °С в течение не менее 3–4 ч.

– Химическая стойкость и инертность. При заливке сплава с момента его соприкосновения с лицевым слоем керамической формы и в процессе его кристаллизации происходит взаимодействие расплава с кислородом воздуха и оксидами оболочки – в результате образуется контактная зона (пригар). В связи с тем, что устранение пригара процедура сложная и трудоемкая, разработчики стараются его исключить, подбирая огнеупорные материалы для керамической формы с физико-химическими свойствами, наиболее подходящими для конкретного сплава. При этом керамическая форма должна обладать определенной структурой (рис. 1) [8–11].

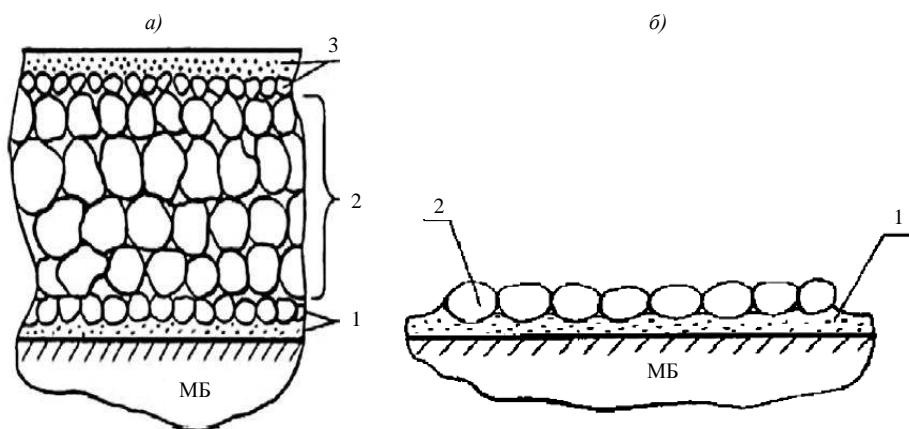


Рис. 1. Структура многослойной керамической формы (а): 1 – лицевой слой; 2 – промежуточный слой; 3 – наружный слой [11]; структура лицевого слоя (б) при нанесении на модельный блок (МБ): 1 – керамическая сuspензия; 2 – термостойкие частицы материала обсыпки [11]

В большинстве случаев в качестве исходного материала применяют кварц (SiO_2) – как кристаллический, так и аморфный, отличающиеся строением и значениями ТКЛР. При обжиге кристаллический кварц претерпевает четыре полиморфных превращения с изменением плотности с 2650 до 2200 $\text{кг}/\text{м}^3$ (рис. 2). При заливке сплавов контактный слой оболочки нагревается до 1500 °С, что приводит к кристобалитизации кварца с увеличением размеров зерен и снижению прочности керамической формы в момент кристаллизации сплава [11, 12].



Рис. 2. Схема полиморфных превращений кристаллического кварца с образованием фаз разной плотности [12]

Корунд ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) является термодинамически устойчивой модификацией оксида алюминия во всем интервале температур и единственной модификацией, представленной в природе. Плотность корунда составляет 3950–4020 $\text{кг}/\text{м}^3$. Остальные модификации оксида алюминия являются синтезированными. Наиболее распространенные прекурсоры оксида алюминия – гидроксиды и оксигидроксиды алюминия, причем все они, кроме диаспора, переходят в фазу корунда через переходные метастабильные модификации оксида алюминия, которые подразделяются на низкотемпературные (γ -, ϵ -, $\chi\text{-Al}_2\text{O}_3$), образующиеся при температурах 500–700 °С, и высокотемпературные (δ -, κ -, $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$), образующиеся при 700–900 °С. Последующий обжиг приводит к образованию корунда при температурах 900–1200 °С (рис. 3) [13].

Однако наличие в оксиде алюминия примесей, таких как соединения натрия и кремния, при использовании его в керамической форме приводит к их размягчению при температуре 1060 °С и резкому падению прочности формы при температуре 1200 °С. Не следует также использовать модификацию $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ в качестве материала обсыпки при изготовлении керамической формы, так как данная модификация вызывает активное химическое взаимодействие со сплавом и уменьшение объема зерен (плотность $d_{\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3} = 3700 \text{ кг}/\text{м}^3 \rightarrow d_{\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3} = 3900 \text{ кг}/\text{м}^3$) [14]. При производстве литейной керамической формы требуется получение точной восковой модели изделия,

применение керамической суспензии, включающей водные или органические связующие на основе оксидов и полидисперсных термостойких частиц оксидов элементов III и IV групп Периодической системы элементов, органические и неорганические добавки, а также термостойкие частицы для обсыпки. Для выполнения всех вышеуказанных критериев керамическая суспензия должна обладать: высокой седimentационной устойчивостью; смачиваемостью как поверхности модельного блока, так и последующих керамических слоев; «живучестью», т. е. сохранением технологической вязкости до начала желатинизации.

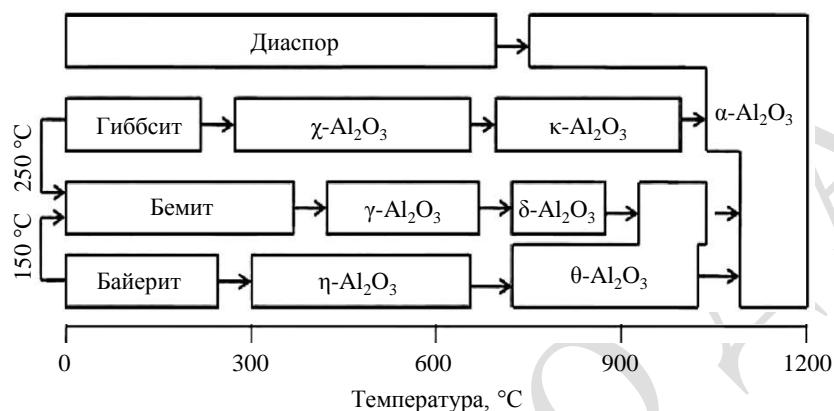


Рис. 3. Схема полиморфных превращений гидроксидов и оксидов алюминия [13]

В настоящее время на литейных предприятиях массово используют органические и водные связующие на основе оксида кремния, при этом ведутся работы по использованию водных связующих на основе алюминия. При изготовлении керамической формы широко используются этилсиликатные связующие, относящиеся к кислым связующим. При этом этилсиликатное связующее в исходном состоянии не может применяться в качестве связующего, так как не придает керамической форме прочности. Для получения связующих растворов исходное этилсиликатное связующее необходимо гидролизовать, чтобы линейное строение молекул исходного этилсиликатного связующего преобразовать в разветвленное и частично сшитое или в коллоидное состояние. При этом «живучесть» гидролизованного этилсиликатного связующего составляет от 2 до 7 сут [15–19].

Другим типом связующего на основе оксида кремния является водорастворимое связующее на основе коллоидного кремнезема, которое представляет собой водную дисперсию сферических наночастиц SiO_2 , связанных друг с другом и способных образовывать связи со всеми огнеупорными частицами оксидов. Кремнезем в водном связующем находится в аморфном состоянии. Вязкость этилсиликатных связующих значительно больше вязкости водно-коллоидных связующих и сравнима со значениями вязкости для воды. При этом наночастиц SiO_2 в этих связующих содержится не менее 25 % (по массе). Частицы в водно-коллоидных связующих не коагулируют и обладают высокой седimentационной устойчивостью. Кроме того, «живучесть» суспензий на основе водно-коллоидного связующего превышает 3 года.

Актуальность данной работы заключается в анализе опыта использования органических и водных связующих на основе оксидов кремния или алюминия при изготовлении литейных керамических форм и установлении механизмов и тенденций современного производства для повышения качества, точности и эксплуатационной надежности литых изделий, особенно деталей ответственного назначения из титановых и жаропрочных сплавов, получаемых методом литья по выплавляемым моделям.

В данной обзорной работе были поставлены следующие задачи: установление влияния природы связующего на реологические свойства (текучесть, седиментационную и смачивающую способность) керамической суспензии и ее «живучесть»; установление влияния химического состава связующего на термические и физико-механические свойства керамической формы – в частности, на изменение геометрических размеров и газотворную способность керамической формы; выявление закономерностей влияния химического состава связующего на поверхностные дефекты отливок из жаропрочных сплавов и на толщину зоны взаимодействия на границе «металл–керамическая форма»; установление критериев выбора связующего для изготовления керамических форм для литья отливок из различных химически активных сплавов.

Материалы и методы

В данной обзорной работе представлены результаты применения связующих на основе оксидов кремния или алюминия, используемых при изготовлении литейных керамических форм. Приведены результаты исследования химического и фазового составов, а также вязкости связующих различных составов. Представлены результаты определения предела прочности при изгибе образцов (в виде керамических пластин) керамической оболочковой формы, а также приведены значения шероховатости поверхности керамической формы и с помощью электронной микроскопии изучена зона взаимодействия на границе «металл–керамическая форма».

Все керамические суспензии подготовлены по единой технологии. В смеситель вводили связующее и наполнитель, перемешивали до получения гомогенной массы, доводя до нужной вязкости, и затем на модельном блоке формировали покрытие методом послойного нанесения. Обсыпку блоков осуществляли термостойкими частицами различных фракций по существующей в серийном производстве технологии. Модельную массу из полученных керамических форм удаляли в бойлерклавах при температуре до 100 °С. Керамические формы подвергали обжигу при температурах от 1000 до 1350 °С в муфельных печах.

Результаты и обсуждение

При литье титановых и интерметаллидных сплавов на поверхности отливки образуется альфированный слой (толщиной до 500–600 мкм), обладающий повышенной твердостью и хрупкостью. При эксплуатации отливки измененные свойства ее поверхности могут стать причиной неисправной работы и привести к ее разрушению. Для удаления данного слоя используют методы травления растворами кислот или механическую обработку [15]. Таким образом, уменьшение толщины альфированного слоя позволит снизить количество выбросов вредных веществ в окружающую среду и положительно скажется на экономике производства за счет снижения расхода металла при выпуске изделий.

Очевидно, что литье по выплавляемым восковым моделям отливок из химически активных сплавов для деталей авиационных двигателей является сложным и многостадийным процессом, требующим решения ряда технических и технологических вопросов на каждой стадии производства для обеспечения качества конечного продукта и снижения процента брака [16].

В авиастроении, как и в других отраслях промышленности, при изготовлении отливок широкое распространение получили литейные керамические формы на основе электрокорунда, получаемые по выплавляемым моделям с применением этилсиликатных связующих – например, марок ЭТС-32 и ЭТС-40. При этом в

большинстве случаев при изготовлении керамических форм используют гидролизованное этилсиликатное связующее, гидролиз которого осуществляют в присутствии органических растворителей – в частности, при добавлении этилового спирта [17]. Однако данный процесс является пожаро- и взрывоопасным, трудно контролируемым и дорогостоящим, так как он связан с использованием органических растворителей. Проведение гидролиза без органических растворителей приводит к тому, что процесс становится нестабильным, как и свойства изготовленных на его основе керамических форм. Кроме того, этилсиликатное связующее является токсичным, а в процессе его отверждения в ряде случаев требуется применение газообразного аммиака, а также установка необходимого оборудования для улавливания и снижения вредных выбросов [18]. В связи с этим в настоящее время широкое применение находит готовое этилсиликатное связующее марки ГС (производство ООО «Пента-91»), которое не требует проведения операции гидролиза и предусматривает возможность послойной сушки без воздействия газообразного аммиака [17]. Однако при использовании данной технологии на поверхности отливок образуется насыщенный примесями и отрицательно влияющий на характеристики изделия поверхностный дефектный слой, вызванный химическим взаимодействием на границе «металл–керамическая форма». Существенными недостатками данных связующих являются также их низкая экологичность и ощутимые затраты на производство отливок, вызванные непродолжительной «живучестью» керамической суспензии и конечным качеством отливок в связи с их последующей механической обработкой [19]. С целью возможной замены этилсиликатных связующих проведены исследования влияния различных кремнийсодержащих связующих на водной основе («Армосил» разной модификации (Россия), Remasol (Великобритания), EHT Binder (США)) на физико-механические свойства оболочковых форм и качество поверхности отливок – в частности, на толщину альфированного слоя и уровень шероховатости поверхности отливки.

В работе [20] отмечено, что основой кремнийсодержащих связующих являются синтетические кремнезоли импортного и российского производства под различными торговыми марками: Syton P и Syton 2x (Monsanto Chemicals Co Ltd); Ludox SM40 (фирма Du Pont); кремнезольное связующее «Сиалит-20» (ЗАО «Силикат»); водная дисперсия выращенных сферических частиц оксида кремния «СИЛАРМ» (ООО «СИТЕК»), «Армосил» различных марок, микрокремнеземистая пыль (АО «Кузнецкие ферросплавы») и др. Поскольку сырье для производства кремнезольных связующих представляет собой синтезированный аморфный кремнезем, оно обладает повышенной стоимостью по отношению к природному сырью, что особенно характерно для импортной продукции.

В работе [21] для изготовления оболочковых форм использовали керамическую суспензию с условной вязкостью 27–75 с, состоящую из связующего и микропорошка электрокорунда фракции F1200 (с добавлением мелкодисперсного порошка алюминия марки АСД-4); обсыпным материалом являлся электрокорунд номеров 20 и 50, с последующим послойным нанесением керамических слоев и сушкой на воздухе в течение 60–90 мин и последующим прокаливанием сформированной керамической формы в муфельных печах в температурном диапазоне от 1000 до 1200 °C. Анализ результатов проведенных испытаний образцов керамических форм показал, что наиболее подходящими физико-механическими свойствами обладали литейные формы после обжига при температуре 1200 °C. Добавление в водное связующее до 7,5 % от массы керамической суспензии мелкодисперсного порошка алюминия марки АСД-4 способствовало увеличению физико-механических характеристик керамических

образцов, предел прочности при изгибе которых при комнатной температуре превышал 25 МПа. Добавление такого же количества порошка марки АСД-4 в кремнезольное связующее отечественного производства («Армосил» различных марок) приводило к значительному увеличению продолжительности сушки керамической формы (более чем в 3 раза относительно импортных аналогов), поэтому рекомендовано применять связующее марки Remasol с добавлением порошка марки АСД-4 в количестве 5 % ($\sigma_{\text{в.и}}^{20^\circ} = 38,35 \text{ МПа}$) и 7,5 % от массы керамической суспензии ($\sigma_{\text{в.и}}^{20^\circ} = 42,47 \text{ МПа}$) (рис. 4). Результаты исследования поверхности отливок показали, что при взаимодействии титановых отливок с формами на основе гидролизованного этилсиликатного связующего марки ЭТС-40 наблюдался альфированный слой толщиной от 210 до 239 мкм. На отливках, контактировавших с керамической формой на основе связующих ЕНТ Binder, «Армосил АМ» и «Армосил для титановых сплавов», также наблюдался альфированный слой, толщина которого составляла: 181–222; 219 и 315 мкм соответственно, что сопоставимо с значениями, полученными при использовании этилсиликатного связующего. На керамических формах и отливках, контактировавших с керамической формой на основе чистого связующего марки Remasol и связующего с добавками порошка АСД-4, альфированный слой практически не наблюдался (максимальная толщина слоя – от 15 до 20 мкм) (рис. 5).

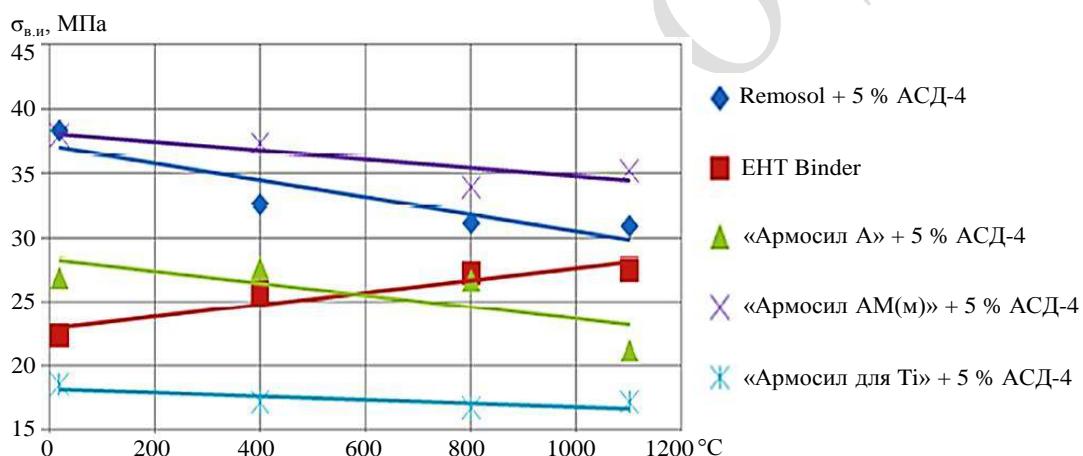


Рис. 4. Температурные зависимости предела прочности при изгибе образцов форм с добавлением 5 % от массы керамической суспензии порошка марки АСД-4 (температура прокалки формы 1200°C) [21]

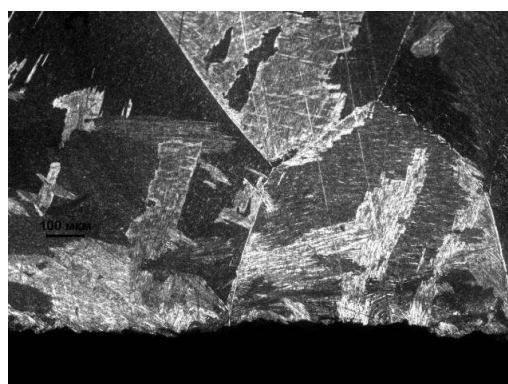


Рис. 5. Микроструктура поверхности контакта сплава с керамической формой на основе связующего марки Remasol с добавлением 5 % от массы керамической суспензии порошка марки АСД-4 [21]

В работе [22] отмечается, что в ПАО «ОДК-УМПО» изготавлили отливки лопаток компрессора высокого давления из титановых интерметаллидных сплавов на базе сплава TNM с использованием водного связующего ЕНТ Binder и микропорошка оксида иттрия зернистостью 125–300 меш (первый (лицевой) слой) для обеспечения минимального взаимодействия металла с формой. Последующие керамические слои оболочки изготавливали из керамической суспензии на основе гидролизованного раствора ЭТС-40, материалом обсыпки и наполнителя являлся электрокорунд. Отмечено, что технологическая сложность процесса и наличие санкций со стороны европейских государств на поставку в Россию водных связующих значительно ограничивают серийное изготовление фасонных отливок из гамма-сплавов на российских предприятиях с использованием импортных материалов.

В работе [23] с целью замены импортных материалов для изготовления керамических форм в отечественной промышленности разработаны кремнезольные связующие на водной основе марки ВТ. Эти связующие являются экологически чистыми материалами, технология их использования при литье по восковым моделям не требует применения вредных веществ. Суспензии на основе таких связующих отличаются высокой «живучестью», срок их службы составляет не менее 8 мес без потери свойств. Кремнезолями являются устойчивые коллоидные растворы наночастиц диоксида аморфного кремния SiO_2 в водной среде. Находящиеся в воде аморфные частицы SiO_2 имеют сферическую форму и отрицательный заряд поверхности частиц. При этом частицы в растворе обладают повышенной седиментационной устойчивостью и практически не склонны к осаждению или гелеобразованию. Концентрация частиц SiO_2 в связующих составляет от 22 до 30 %, а размер частиц – от 7 до 16 нм.

В работе [24] специалисты ГНИИХТЭОС совместно с МАТИ-РГТУ им. К.Э. Циолковского разработали бескремнеземное связующее для производства отливок ответственного назначения. Бескремнеземное связующее получали по методике, описанной в патенте [25]. Проведены также сравнительные дилатометрические исследования керамических образцов корундовых форм, полученных с использованием бескремнеземного и этилсиликатного связующих, которые характеризовались близкими кривыми усадки в диапазоне температур от комнатной до 1500 °C. Вследствие этого для повышения прочностных характеристик керамических форм, улучшения качества отливок и снижения себестоимости литья изготавливали комбинированные керамические формы, у которых два первых слоя выполнены на бескремнеземном связующем, а последующие слои – на гидролизованном этилсиликатном растворе. К сожалению, не была определена толщина зоны взаимодействия на поверхности отливок, а проведены лишь исследования по определению содержания кремния на лицевом слое керамической формы после заливки жаропрочным сплавом при температуре 1650 °C, что не дает возможности полноценно оценить преимущество использования разработанного связующего относительно аналогов. В итоге установлено, что на лицевой поверхности комбинированной керамической формы после контакта с металлом кремний и кремнийсодержащие соединения отсутствуют.

В работах [26, 27] проведены исследования по применению литья по восковым моделям бескремнеземных связующих на основе алюмоборфосфатного концентрата (АБФК). В результате установлено, что применение бескремнеземных связующих на основе АБФК ускоряло стадию формообразования и улучшало физико-механические свойства керамических форм по сравнению с формами на основе этилсиликатных связующих.

В работах [28–31] установлено, что использование органических и водных связующих на основе кремния и его соединений при изготовлении первого (лицевого) и

последующих слоев литейной керамической формы приводит: к образованию на рабочей поверхности оксида кремния SiO_2 в свободном виде (кварц, тридимит, кристобалит) и нестехиометричного муллита, что вызывает активное взаимодействие на границе «металл–керамическая форма» и приводит к появлению поверхностных дефектов при формировании точных отливок ответственного назначения, требующих дополнительных технологических операций по их удалению. Полученные данные свидетельствуют о том, что в вакууме уже при температуре формы не более 1400 °С происходит разложение кремнезема на монооксид кремния и кислород, при этом давление паров над ним достигает 0,0032 Па, при повышении температуры до 1550–1700 °С давление увеличивается до 0,133–1,03 Па. По сравнению с оксидом кремния оксид алюминия Al_2O_3 более устойчив к разложению в вакууме (суммарное давление паров над оксидом алюминия Al_2O_3 составляет 0,0009 Па при температурах до 1700 °С) [29–31].

В работах [32, 33] проведены эксперименты по установлению влияния связующих на основе Al_2O_3 и SiO_2 при литье отливок по выплавляемым моделям на формирование альфированного слоя на поверхности отливок из титанового сплава ВТ5Л. В результате установлено, что при контакте расплава с керамической формой в течение 12,5 мин оксид алюминия (в отличие от диоксида кремния) является инертным к расплаву титана при температуре до 1800 °С в вакууме, при этом инертность имеет кинетическую природу, поскольку термодинамический расчет указывает на возможность химического взаимодействия Al_2O_3 с расплавом титана при высоких температурах.

Одним из критериев оценки качества керамических суспензий является динамика изменения дзета-потенциала, т. е. изменение дисперсности частиц в течение определенного промежутка времени, которая в свою очередь влияет на агрегативную и седиментационную устойчивость всей системы. Для устранения этой проблемы предусмотрены различные диспергирующие и стабилизирующие добавки и непрерывное перемешивание керамической суспензии. В работе [34] использовали водные связующие: алюмозоль VP Disp W640XC2 (Австрия) и кремнезоль Keusote (США), а также изучали изменение параметров водных керамических суспензий в зависимости от времени. Отмечено, что использование связующих на водно-коллоидной основе вызывает проблемы, связанные со смачиваемостью восковых моделей, но ряд преимуществ подтверждает возможность их использования при выборе оптимального состава керамической суспензии. Проведенные исследования показали, что полученные суспензии отвечают всем техническим требованиям на разных стадиях производства и технологический процесс изготовления литейных форм на автоматизированном комплексе внедрен в производство АО «ОДК-Авиадвигатель» (г. Пермь).

В работе [35] при изготовлении литейных керамических форм использовали водные связующие марок «Алюмокс» и Remal 20 на основе оксида алюминия. Установлено, что применение алюмозолей в производстве отливок весьма затруднительно в связи с обратимым отверждением в керамической форме, что требует определенных условий сушки слоев и удаления модельной массы. Керамические суспензии на основе данного типа связующих рекомендуется применять только для лицевого (контактного) слоя, а обжиг керамических форм целесообразно проводить при температуре >1250 °С, что в свою очередь может привести к удорожанию стоимости изготовления как керамических форм, так и деталей ответственного назначения.

В работе [36] представлен способ изготовления комбинированных корундовых оболочковых форм при литье по выплавляемым моделям для получения отливок из жаропрочных сплавов. Определены основные технические характеристики образцов керамических форм: пористость 26–27 %, предел прочности при изгибе 27–30 МПа, а также установлено, что достигается меньшее взаимодействие лицевого слоя керамической формы на основе связующего марки «Алюмокс» (чем при использовании керамической формы на основе гидролизованного связующего ЭТС-40) с расплавом жаропрочного сплава (толщина дефектного слоя составила 10–20 мкм) в процессе заливки и охлаждения сплава ЖС26-ВИ.

Заключения

Таким образом, в данной обзорной работе установлено, что при изготовлении керамических форм на основе различных связующих и литье по выплавляемым моделям отливок из титановых, интерметаллидных и жаропрочных сплавов, заливаемых в условиях вакуума:

– использование этилсиликатных связующих приводит к образованию поверхностного дефектного слоя, вызванного химическим взаимодействием на границе «металл–керамическая форма». При этом керамическая сuspензия на их основе нестабильна и обладает низкой экологичностью и «живучестью»;

– использование кремнезолей обеспечивает достижение стабильной системы с длительным сроком хранения (>1 года). При этом использование связующих марок EHT Binder и Remasol обеспечивает достижение необходимых физико-механических свойств керамической формы, а при использовании связующего Remasol при заливке титанового сплава альфированный слой практически отсутствует (не более 20 мкм), что в 10 раз пре-восходит результат, полученный с применением этилсиликатных связующих;

– водные связующие на основе оксида алюминия являются наиболее подходящей альтернативой органическим и водным связующим на основе кремния и его соединений при изготовлении первых двух (лицевых) слоев керамической формы для литья по выплавляемым моделям отливок из титановых, интерметаллидных и жаропрочных сплавов, заливаемых в условиях вакуума. Применение водного связующего на основе оксида алюминия позволяет получить необходимые физико-механические свойства керамической формы и достичь отсутствия взаимодействия на границе «металл–керамическая форма», а следовательно, избавиться от образования поверхностных дефектов на отливках и снизить шероховатость их поверхности.

Библиографический список

1. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. № 1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
2. Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Светлов И.Л., Демонис И.М. Никелевые литейные жаропрочные сплавы нового поколения // Авиационные материалы и технологии. 2012. № S. С. 36–52.
3. Каблов Е.Н., Бондаренко Ю.А., Ечин А.Б. Развитие технологии направленной кристаллизации литейных высокожаропрочных сплавов с переменным управляемым температурным градиентом // Авиационные материалы и технологии. 2017. № S. С. 24–38. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-24-38.
4. Каблов Е.Н., Толорайя В.Н. ВИАМ – основоположник отечественной технологии литья монокристаллических турбинных лопаток ГТД и ГТУ // Авиационные материалы и технологии. 2012. № S. С. 105–117.

5. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Вершков А.В. Редкие металлы и редкоземельные элементы – материалы современных и будущих высоких технологий // Труды ВИАМ. 2013. № 2. Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 02.12.2020).
6. Иванов В.Н., Казеннов С.А., Курчман Б.С. Литье по выплавляемым моделям. М.: Машиностроение, 1984. 408 с.
7. Репях С.И. Технологические основы литья по выплавляемым моделям. Днепропетровск: Лира, 2006. 1056 с.
8. Иванов И.Н. Экономика промышленного предприятия. М.: Инфра-М, 2018. 320 с.
9. Гусева М.А., Асланян И.Р. Влияние наполнителей на реологические характеристики модельных композиций для литья по выплавляемым моделям // Труды ВИАМ. 2019. № 5 (77). Ст. 11. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 05.12.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-5-94-102.
10. Гусева М.А., Асланян И.Р., Пономаренко С.А. Исследование реологии модельных композиций для литья по выплавляемым моделям в зависимости от природы и соотношения основных компонентов // Труды ВИАМ. 2020. № 1 (85). Ст. 12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 05.12.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-1-126-134.
11. Оборин Л.А., Чернов Н.М., Медведев К.А., Иванов А.А. Литье по выплавляемым моделям: учеб. пособие. Красноярск: Сибирский федер. ун-т, 2009. 133 с.
12. Максютина Л.Г., Шилов А.В., Звездин В.Л., Коряковцев А.С. Литье по выплавляемым моделям отливок авиационно-космического назначения: учеб. пособие. Пермь: Перм. гос. техн. ун-т, 2005. 140 с.
13. Ptáček P. Strontium Aluminate–Cement Fundamentals, Manufacturing, Hydration, Setting Behavior and Applications. Rijeka: In Tech., 2014. 350 p.
14. Михайлов В.И. Получение и физико-химические свойства материалов на основе нанодисперсных оксидов алюминия и железа (III): дис. ... канд. хим. наук. М., 2016. 129 с.
15. Ламзина И.В., Тарасов А.П., Желтобрюхов В.Ф. Разработка технологии процесса нейтрализации травильных растворов металлургических производств // Вестник БГУ. 2016. № 4. С. 9–15. DOI: 10.22281/2413-9920-2016-02-04-09-15.
16. Пыстогов А.К., Саулин Д.В., Смирнов С.А., Пойлов В.З. Разработка химически стойких составов лицевого слоя форм для литья титановых сплавов // Материалы Всерос. науч.-практ. конф. с междунар. участием. Пермь: Пермск. нац.-иссл. политехн. ун-т, 2019. Т. 2. С. 374–377.
17. Лоханкин А.В. Новые готовые связующие для точного литья // Литейщик России. 2012. № 5. С. 42–44.
18. Гуляева Т.Б., Иоффе М.А., Максимков В.Н., Вечерская Г.И. Этилсиликатные суспензии для керамических форм // Литейное производство. 1992. № 6. С. 18–26.
19. Емельянов В.О., Мартынов К.В., Мутилов В.Н. и др. Водный раствор кремнезоля как альтернатива этилсиликату в ЛВМ // Литейное производство. 2012. № 3. С. 30–31.
20. Гладких И.В. Связующее на основе техногенного сырья для изготовления форм при литье по выплавляемым моделям // Междунар. науч.-техн. конф. «Инновационные технологии в литейном производстве» (Москва, 22–23 апр. 2019 г.). М.: МГТУ, 2019. С. 244–248.
21. Мухамадеев И.Р., Деменок О.Б., Ганеев А.А. и др. Выбор связующих на водной основе для оболочковых форм литья по выплавляемым моделям титановых сплавов // Вестник ЮУрГУ. Сер.: Металлургия. 2015. Т. 15. № 3. С. 95–104.
22. Дашкевич Н.И. Исследование фазового состава и разработка новой технологии приготовления многокомпонентных сплавов на основе алюминидов титана с целью получения фасонных отливок с заданным комплексом служебных свойств: дис. ... канд. техн. наук. М., 2018. 255 с.
23. Вдовин К.Н., Феоктистов Н.А., Овчинникова М.В. Технология формообразования с применением связующих на водной основе в литье по выплавляемым моделям // Актуальные проблемы науки, техники и образования. 2020. Т. 11. № 1. С. 29–31.
24. Варфоломеев М.С., Моисеев В.С., Щербакова Г.И., Стороженко П.А., Шатунов В.В. Высокоогнеупорные корундовые формы на основе бескремнеземного связующего // Неорганические материалы. 2015. Т. 51. № 1. С. 86–92. DOI: 10.7868/S0002337X15010200.

25. Способ получения полиалкоксиалюмоксанов, бескремнеземное связующее на их основе: пат. 2276155 Рос. Федерация; заявл. 21.10.04; опубл. 10.05.06.
26. Знаменский Л.Г., Ивочкина О.В., Верцюх С.С., Варламов А.С. Применение алюмоборфосфатного концентрата в литье по выплавляемым моделям // Литейное производство. 2012. № 3. С. 29–32.
27. Способ приготовления бескремнеземного связующего для литья по выплавляемым моделям химически активных сплавов: пат. 2499650 Рос. Федерация; заявл. 11.10.12; опубл. 27.11.13.
28. Рассохина Л.И., Битюцкая О.Н., Гамазина М.В., Кочетков А.С. Особенности технологии изготовления высокоогнеупорных керамических форм для получения отливок из γ -TiAl сплавов // Труды ВИАМ. 2020. № 2 (86). Ст. 04. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 04.12.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-2-31-40.
29. Кулаков Б.А., Дубровин В.К., Карпинский А.В., Чесноков А.А. Технологические особенности получения отливок из титановых сплавов // Литейщик России. 2014. № 1. С. 18–20.
30. Братухин А.Г., Бибиков Е.Л., Глазунов С.Г. и др. Производство фасонных отливок из титановых сплавов. М.: ВИЛС, 1998. 292 с.
31. Кулаков Б.А., Дубровин В.К., Павлинич С.П., Гойхенберг Ю.Н., Карпинский А.В. Отливки из интерметаллидных титановых сплавов // Литейное производство. 2012. № 7. С. 6–9.
32. Углев Н.П., Пойлов В.З., Каримов Р.А., Саулин Д.В., Селиванов А.М. Анализ особенностей образования α -слоя при литье сплавов титана // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Химическая технология и биотехнология. 2018. № 2. С. 82–98. DOI: 10.15593/2224-9400/2018.2.07.
33. Никитченко М.Н., Семуков А.С., Саулин Д.В., Ябуров А.Ю. Изучение термодинамической возможности взаимодействия материалов литьевой формы с металлом при литье титановых сплавов // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Химическая технология и биотехнология. 2017. № 4. С. 249–263. DOI: 10.15593/2224-9400/2017.4.17.
34. Ордин Д.А., Новокрещеных Е.Н., Пойлов В.З., Углев Н.П. Перевод технологии литья по выплавляемым моделям в авиастроении на керамику, полученную с использованием связующих на водной основе. Обзор выполненных исследований // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Химическая технология и биотехнология. 2016. № 3. С. 59–74. DOI: 10.15593/2224-9400/2016.3.05.
35. Моисеев В.С., Варфоломеев М.С., Муркина А.С., Щербакова Г.И. Повышение качества литых лопаток ГТД // Литейщик России. 2012. № 5. С. 36–38.
36. Баранова Т.Ф., Валиахметов С.А., Гоголев Г.В. и др. Опыт использования бескремнеземного связующего АЛЮМОКС в технологии изготовления комбинированных керамических форм по выплавляемым моделям для литья жаропрочных сплавов направленной кристаллизацией // Новые огнеупоры. 2016. № 8. С. 1–9.

УДК 620.197

С.А. Будиновский¹, О.Н. Доронин¹, А.А. Косьмин¹, А.С. Бенклян¹

ВЛИЯНИЕ СОСТОЯНИЯ МИШЕНИ СИСТЕМЫ Zr–Y–РЗМ НА СКОРОСТЬ ЕЕ РАСПЫЛЕНИЯ ПРИ НАНЕСЕНИИ КЕРАМИЧЕСКОГО СЛОЯ ТЗП С ПОМОЩЬЮ УСТАНОВКИ УОКС-3

DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-85-92

Рассматриваются особенности работы магнетронной распылительной системы установки типа УОКС-3. Экспериментально полученные данные свидетельствуют о том, что скорость распыления подложки зависит от большого количества факторов, таких как парциальное давление рабочего и реакционного газов, расстояния между мишенью и обрабатываемым изделием и от глубины выработанной на рабочей поверхности мишени канавки. При комплексном изучении влияния каждого из этих факторов возможно более точное прогнозирование скорости осаждения керамического слоя теплозащитного покрытия на поверхности обрабатываемых изделий.

Ключевые слова: газотурбинный двигатель, теплозащитное покрытие, керамическое покрытие, магнетронное распыление, УОКС-3, мишень системы Zr–Y.

S.A. Budinovskiy¹, O.N. Doronin¹, A.A. Kosmin¹, A.S. Benklyan¹

INFLUENCE OF THE STATE OF THE YSZ TARGET ON ITS SPUTTERING RATE DURING DEPOSITION OF A TBC CERAMIC LAYER BY THE UOKS-3 UNIT

The paper considers the operational features of the UOKS-3 magnetron sputtering system. The experimentally obtained data indicate that the sputtering rate of the substrate depends on a large number of factors, such as partial pressure of the working and reaction gases, distance between the target and the workpieces, and depth of the groove made on the working surface of the target. Using a comprehensive study of the influence of each of these factors, it is possible to more accurately predict the deposition rate of a ceramic layer of a thermal barrier coating on the surface of the processed products.

Keywords: gas turbine engine, thermal barrier coating, ceramic layer, magnetron sputtering, UOKS-3, Zr–Y target.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

В настоящее время для современной авиационной промышленности требуется разработка новых жаропрочных материалов, так как широко используемые в газотурбинных двигателях (ГТД) жаропрочные материалы на никелевой основе эксплуатируются при температурах, близких к предельно допустимым [1–4]. Альтернативным вариантом для решения данной проблемы является совершенствование систем охлаждения деталей горячего тракта ГТД и применение систем теплозащитных (ТЗП) и жаростойких покрытий [5, 6].

Применение ТЗП позволяет повысить рабочую температуру изделий на 50–100 °C, что крайне существенно для современных высокоеффективных двигателей.

Самый эффективный и наиболее широко применяемый состав керамического слоя ТЗП – система ZrO₂–8 % (по массе) Y₂O₃ (YSZ), обладающая следующими

свойствами: низким коэффициентом удельной теплопроводности при повышенной температуре – менее $2,3 \text{ Вт}/(\text{м}\cdot\text{К})$ при температуре $\sim 1000^\circ\text{C}$, и достаточно высоким (для керамики) температурным коэффициентом линейного расширения, что дает возможным наносить керамические слои толщиной 30–100 мкм [7–9].

Ведется также активный поиск дополнительных компонентов состава керамики на основе YSZ. Перспективными являются составы на основе цирконатов редкоземельных металлов (РЗМ), таких как La, Sm, Gd и Nd, с теплопроводностью $\sim(1\text{--}1,5) \text{ Вт}/(\text{м}\cdot\text{К})$ [10].

В настоящее время широко применяются два метода нанесения керамического слоя на металлическую подложку – атмосферное плазменное напыление (APS) и метод электронно-лучевого осаждения из паровой фазы (EB-PVD). Полученная методом EB-PVD керамика имеет столбчатую структуру, хорошую термостойкость на поверхности металлической подложки, необходимую в условиях эксплуатации ГТД. Промышленные электронно-лучевые установки крайне громоздки и сложны в исполнении – ввиду сложности конструкции электронной пушки, входящей в состав установки, и высоковольтного источника ее электропитания. Технология APS, наоборот, значительно проще в техническом исполнении, а полученные этим методом керамические покрытия имеют более низкую теплопроводность. Тем не менее получаемая методом APS керамика уступает по свойствам керамике, получаемой методом EB-PVD: она не имеет столбчатой структуры и у нее более короткие сроки эксплуатации вследствие пониженной термостойкости [11, 12].

Существует альтернативный способ нанесения столбчатого керамического покрытия – метод магнетронного плазмохимического осаждения. Суть метода заключается в магнетронном (поатомном) распылении металлической подложки в аргонокислородной среде с последующей химической реакцией образования оксида материала подложки на поверхности обрабатываемого изделия. Данный способ позволяет получать керамические покрытия сложного состава (за счет состава распыляемой мишени), но с меньшими, по сравнению с методом EB-PVD, скоростями осаждения покрытия.

Материалы и методы

Для нанесения керамических покрытий системы Zr–Y–РЗМ плазмохимическим среднечастотным магнетронным методом во ФГУП «ВИАМ» разработаны две магнетронные распылительные системы – опытная ионно-плазменная установка УОКС-2 (установка для осаждения керамических слоев) и на ее основе опытно-промышленная ионно-плазменная установка УОКС-3. На рис. 1, *а* представлен внешний вид установки УОКС-2, на рис. 1, *б* – установки УОКС-3, а на рис. 2 – принципиальные схемы этих установок соответственно.

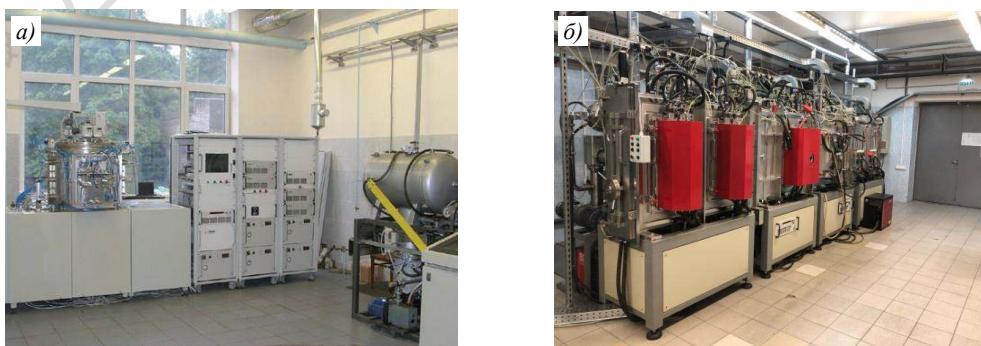


Рис. 1. Опытная ионно-плазменная установка УОКС-2 (*а*) и опытно-промышленная ионно-плазменная установка УОКС-3 (*б*)

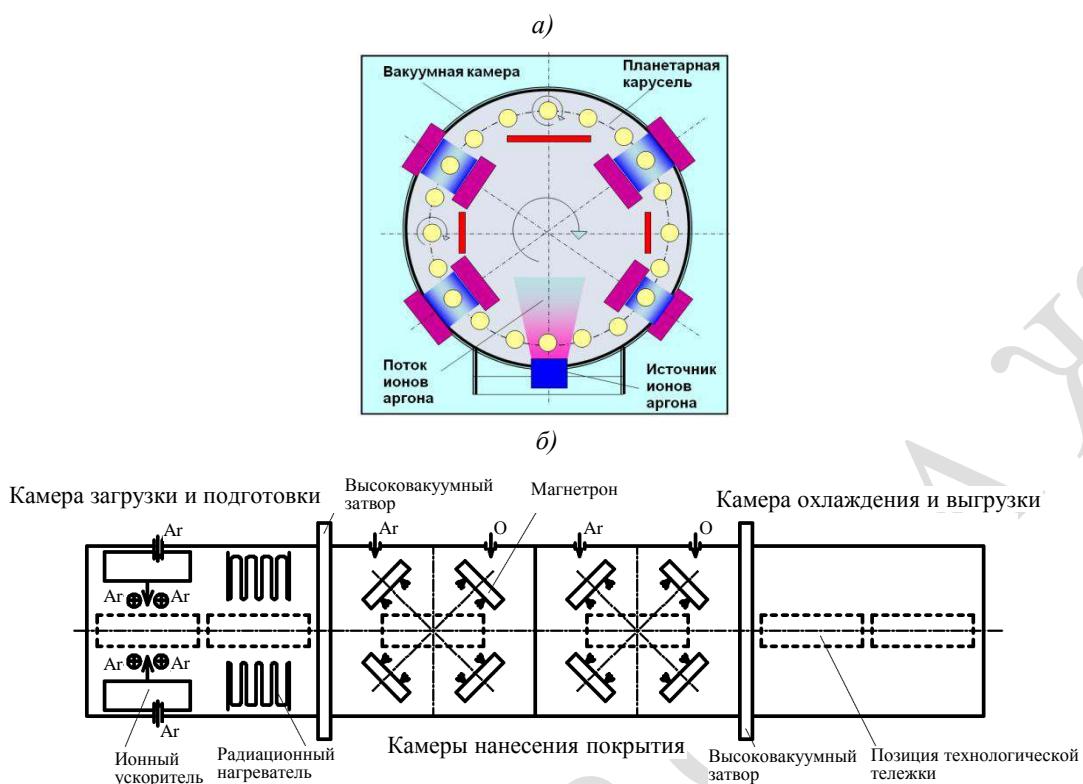


Рис. 2. Принципиальные схемы опытной ионно-плазменной установки УОКС-2 (а) и опытно-промышленной ионно-плазменной установки УОКС-3 (б)

Установки УОКС-2 и УОКС-3 содержат устройства подготовки поверхности изделий – газоразрядные ионные ускорители холловского типа (бомбардировка ускоренными в скрещенных электрическом и магнитном полях ионами аргона) и радиационные нагреватели (для термоактивации поверхности изделия). В установке УОКС-2 реализована планетарная схема перемещения и вращения обрабатываемых изделий. Изделие (или группа изделий) высотой до 250 мм движется, совершая вращательное движение вокруг своей оси и вокруг оси камеры установки. Привод установки УОКС-2 имеет две степени свободы, что позволяет дополнительно вращать изделия только вокруг своей оси без вращения вокруг оси камеры. Установка УОКС-2 укомплектована четырьмя парами дуальных среднечастотных магнетронов.

В установке УОКС-3 реализована конвейерная схема обработки изделий: имеются три независимые вакуумные камеры, отделенные друг от друга высоковакуумными затворами [13]. Каждая камера оборудована своей системой откачки вакуума (высокий вакуум – для первой и второй камер, форвакуум – для третьей). Первая камера является камерой загрузки для предварительной вакуумной подготовки изделий (бомбардировка высокогенеративными ионами и термоактивация поверхности изделия). Во второй камере располагаются две квадрупольные распылительные среднечастотные магнетронные системы. Третья камера предназначена для охлаждения и выгрузки изделий. Все камеры оснащены устройствами контроля температуры изделий – термопарами и ИК-пирометрами. Изделия перемещаются между камерами посредством технологической тележки. Одновременно могут обрабатываться изделия, расположенные на двух технологических тележках – все камеры двухпозиционные. Каждая позиция имеет свой независимый подвод вращения к технологической тележке. На одной технологической тележке возможно размещение до двух изделий (или группы изделий) высотой до 400 мм.

Установки УОКС-2 и УОКС-3 оборудованы современными инверторами питания магнетронных систем с устройствами активного дугогашения (дуальный электрический ключ, предназначенный для переключения полярности напряжения между магнетронами с частотой до 40 кГц), что позволяет магнетронам работать в смеси «аргон+кислород».

Магнитная система обеих установок реализована на постоянных магнитах. Система охлаждения мишней косвенная (мишени охлаждаются от водоохлаждаемого корпуса магнетрона), что позволяет быстро сменять мишени.

Для работы установки УОКС-2 используются плоские мишени размером 400×100×8 мм, а для УОКС-3 – плоские мишени размером 500×100×8 мм.

Результаты и обсуждение

Одной из важнейших характеристик процесса нанесения керамического слоя ТЗП является скорость осаждения покрытия, которая влияет на структуру покрытия. На установке УОКС-3 получены скорости осаждения ТЗП – до 15 мкм/ч. Отметим, что с ростом скорости осаждения ТЗП структура менялась от более пористой и мелкостолбчатой к монолитной и крупностолбчатой. Сама скорость осаждения керамического покрытия складывается из целого ряда факторов. В первую очередь на скорость осаждения керамического слоя ТЗП влияет скорость магнетронного распыления мишени (подложки) системы Zr–Y–P3M. Скорость осаждения керамического слоя ТЗП составляет 40–80 % от скорости распыления подложки системы Zr–Y–P3M. Существенное влияние на скорость осаждения ТЗП оказывает парциальное давление кислорода в камере при нанесении покрытия. Очевидно также, что скорость осаждения керамического слоя ТЗП на поверхности изделий будет зависеть от расстояния между мишенью и напыляемым изделием. Еще одним важным фактором, влияющим на скорость осаждения покрытия, является остаточное давление аргона в камере при нанесении покрытия [14].

Применяемый на установке УОКС-3 метод плазмохимического магнетронного осаждения керамики требует периодической «очистки» мишени. Заключается данная очистка в удалении образовавшегося на поверхности мишени тонкого оксидного слоя, так как химическое образование оксида протекает не только на поверхности детали, но и на поверхности распыляемой мишени. Во время нанесения покрытия протекают процессы как образования оксида на поверхности мишени, так и его распыления ускоренными ионами аргона. При этом вольтамперная характеристика разряда описывается N-образной кривой [15]. Экспериментально установлено, что, при работе магнетрона в режиме стабилизации напряжения разряда, рост значений тока (и, соответственно, мощности разряда), связанный с образованием оксидной пленки на поверхности мишени, является естественной и неотъемлемой частью нанесения покрытия – отсутствие роста значений тока свидетельствует о недостатке кислорода для образования оксида на поверхности изделия. Отмечено также, что при сильном росте значений тока ($>(400\text{--}500)$ мА/ч) происходит резкое снижение скорости нанесения керамического слоя ТЗП. Процесс образования и разрушения оксидной пленки на поверхности мишени имеет квазистационарный характер на определенном временном участке, в дальнейшем происходит лавинообразный рост значений тока и мощности разряда, что приводит к необходимости очистки мишени.

В зависимости от необходимой толщины покрытия процесс нанесения керамического слоя ТЗП может занимать как несколько, так и десятки часов, поэтому процесс очистки мишени проводится без развакуумирования вакуумного объема. Процесс очистки мишени заключается в следующем: рамка с изделиями перемещается

в камеру подготовки изделий, отключается подача кислорода и вручную устанавливается максимально допустимая для мишени мощность магнетронного разряда. Наблюдается большое количество пробоев на поверхности мишени. Прекращение образования пробоев свидетельствует о завершении процесса очистки мишени, который занимает от 5 до 15 мин.

Распыление мишени протекает преимущественно в определенной области, определяемой геометрической конфигурацией магнитного поля магнетронной распылительной системы. На рис. 3, а приведен характерный вид «наработанной» мишени. Условно мишень можно разделить на рабочую и «паразитную» области. На рис. 3, б показан внешний вид «наработанной» мишени.

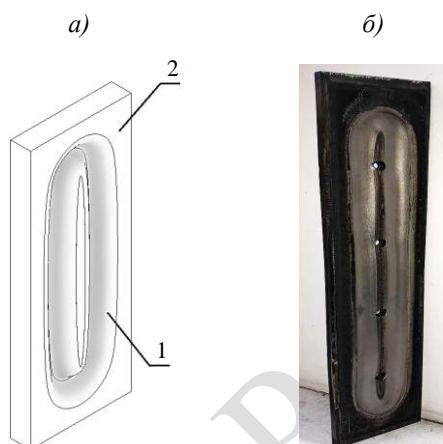


Рис. 3. Характерный вид «наработанной» мишени (а): 1 – рабочая область; 2 – «паразитная» область; внешний вид «наработанной» мишени из материала системы Zr–Y (б)

Ускоренные ионы практически не распыляют материал «паразитной» области мишени, поэтому она быстро покрывается оксидным слоем и в процессе распыления этот материал не участвует.

Рабочая зона мишени представляет собой канавку, имеющую профиль нормального распределения (рис. 4, а). Важно отметить, что канавки несимметричны – одна из канавок каждой мишени квадрупольной магнетронной системы имеет на ~(10–15) % большую глубину. На рис. 4, б изображена условная схема расположения мишеней установки УОКС-3 относительно друг друга (буквами а и б обозначены канавки каждой мишени).

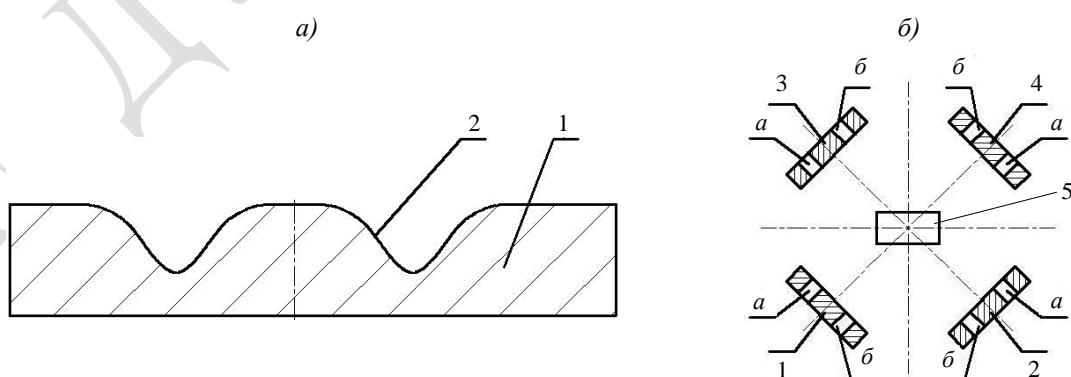


Рис. 4. Профиль канавки мишени (а; 1 – мишень; 2 – линия профиля) и схема расположения мишеней установки УОКС-3 относительно друг друга (б; 1–4 – мишени; 5 – позиция технологической тележки с обрабатываемыми изделиями; а и б – канавки)

Отметим, что для всех мишеней глубина канавки a больше глубины канавки b . Считается, что данное явление связано с локально более высокой концентрацией плазмы вблизи канавок a , что обусловлено, вероятно, взаимным влиянием электромагнитных полей соседних мишеней и, соответственно, большей скоростью распыления этих канавок.

С «наработкой» мишени наблюдается влияние глубины канавки как на скорость распыления мишени, так и на продолжительность квазистационарной работы мишени без очистки.

Предполагается, что рост скорости распыления подложки связан с тем, что в образовавшейся канавке величина магнитного поля больше, чем у поверхности мишени, а это приводит к локальному повышению концентрации заряженных частиц непосредственно в канавке и более интенсивной ионной бомбардировке поверхности канавки распыляемой мишени (рис. 5, где n_i – концентрация ионов аргона).

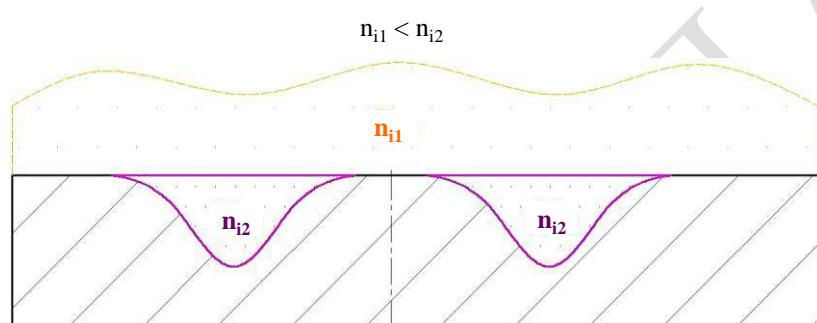


Рис. 5. Распределение концентрации заряженных частиц

При постоянных значениях вольтамперной характеристики магнетронного разряда и расходах аргона и кислорода, подаваемых в камеру, с увеличением глубины канавки скорость возрастила в 1,5–2 раза.

Уменьшение продолжительности работы мишени без очистки с ростом глубины канавки объясняется увеличением площади поверхности канавки по мере ее углубления. На рис. 6, *a* обозначен профиль канавки новой мишени, а на рис. 6, *б* – «наработанной» мишени.



Рис. 6. Профиль распыления канавки новой (*а*) и «наработанной» (*б*) мишени и сравнение профилообразующих линий канавок (*в*) новой и «наработанной» мишеней

Очевидно, что площадь поверхности распыления для новой мишени меньше, чем для «наработанной» (рис. 6, *в*: длина профилообразующей линии L_1 канавки новой мишени меньше длины профилообразующей линии L_2 канавки «наработанной» мишени). Таким образом, площадь распыления возрастает с выработкой мишени, и вследствие этого возрастает площадь, на которой идет образование оксидной пленки, что приводит к менее эффективному распылению оксидной пленки в процессе нанесения покрытия и к уменьшению продолжительности работы мишени без очистки.

При постоянных значениях вольтамперной характеристики магнетронного разряда и расходах аргона и кислорода, подаваемых в камеру, с увеличением глубины канавки продолжительность работы без очистки уменьшалась в 2–4 раза.

Заключения

В настоящее время технология нанесения ТЗП является одной из основных для повышения рабочей температуры ГТД. Исследования по поиску оптимального состава керамического слоя ТЗП позволяют получить существенные результаты и открывают возможности для совершенствования в дальнейшем состава керамики.

В современной науке существует всего несколько методов, позволяющих наносить керамику с необходимыми для ТЗП свойствами. Освоенный во ФГУП «ВИАМ» метод среднечастотного плазмохимического осаждения, применяемый на установках типа УОКС-2 и УОКС-3, позволяет не только наносить керамический слой ТЗП, но и является базой для исследования различных вариантов состава такой керамики.

Главными отличительными особенностями плазмохимического среднечастотного магнетронного осаждения керамики являются относительная простота установки, существенно меньшие энергозатраты по сравнению с методом электронно-лучевого распыления, возможность наносить различные составы керамики даже при проведении одного процесса. Основным недостатком метода является сложность сочетания протекающего физического процесса распыления мишени системы Zr–Y–P3M с химическим процессом формирования оксида материала мишени на поверхности обрабатываемого изделия.

При комплексном опытно-теоретическом исследовании результатов работ, проведенных на установке типа УОКС-3, обнаружены факторы, влияющие на скорость осаждения ТЗП. Продолжительность «наработки» мишени оказывает существенное влияние на скорость распыления мишени. С ростом глубины канавки мишени на скорость распыления начинают влиять такие факторы, как локальное увеличение концентрации заряженных частиц вблизи распыляемой поверхности и рост ее площади.

Полученные представления об изменении скорости нанесения керамического слоя ТЗП с выработкой мишени позволяют проводить более точную предварительную оценку продолжительности нанесения покрытия на перспективной опытно-промышленной установке типа УОКС-3.

Но основе проанализированных явлений можно сделать вывод о целесообразности перехода к магнетронной распылительной системе с вращающейся трубной мишенью, имеющей равномерную выработку по всей рабочей поверхности. Возможно также применять системы с регулируемой конфигурацией магнитного поля для расширения зоны испарения плоской мишени и, соответственно, более равномерной выработкой рабочей зоны.

Библиографический список

1. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. № 1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
2. Каблов Е.Н., Ечин А.Б., Бондаренко Ю.А. История развития технологии направленной кристаллизации и оборудования для литья лопаток газотурбинных двигателей // Труды ВИАМ. 2020. № 3 (87). Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 11.11.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-3-3-12.

3. Каблов Е.Н. ВИАМ: материалы нового поколения для ПД-14 // Крылья Родины. 2019. № 7–8. С. 54–58.
4. Каблов Е.Н. Тенденции и ориентиры инновационного развития России: сб. науч.-информ. материалов. 3-е изд. М.: ВИАМ, 2015. 720 с.
5. Каблов Е.Н., Онищенко Г.Г., Иванов В.В. Научно-технологическое развитие России в контексте достижения национальных целей: проблемы и решения // Инновации. 2020. № 6 (260). С. 3–16.
6. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Вершков А.В. Редкие металлы и редкоземельные элементы – материалы современных и будущих высоких технологий // Труды ВИАМ. 2013. № 2. Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 11.11.2020).
7. Кашин Д.С., Стехов П.А. Современные теплозащитные покрытия, полученные методом электронно-лучевого напыления (обзор) // Труды ВИАМ. 2018. № 2 (62). Ст. 10. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 11.11.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-2-10-10.
8. Каблов Е.Н., Мубояджян С.А. Теплозащитные покрытия для лопаток турбин высокого давления перспективных ГТД // Металлы. 2012. № 1. С. 5–13.
9. Александров Д.А., Артеменко Н.И. Износостойкие покрытия для защиты деталей трения современных ГТД // Труды ВИАМ. 2016. № 10 (46). Ст. 06. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 11.11.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-10-6-6.
10. Чубаров Д.А., Будиновский С.А. Выбор керамического материала для теплозащитных покрытий лопаток авиационных турбин на рабочие температуры до 1400 °C // Труды ВИАМ. 2015. № 4. Ст. 07. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 11.11.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-4-7-7.
11. Будиновский С.А., Чубаров Д.А., Матвеев П.В. Современные способы нанесения теплозащитных покрытий на лопатки газотурбинных двигателей (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2014. № S5. С. 38–44. DOI: 10.18577/2071-9140-2 014-0-S5-38-44.
12. Мубояджян С.А., Будиновский С.А., Гаямов А.М., Смирнов А.А. Получение керамических теплозащитных покрытий для рабочих лопаток турбин авиационных ГТД магнетронным методом // Авиационные материалы и технологии. 2012. № 4. С. 3–8.
13. Александров Д.А., Мубояджян С.А., Журавлева П.Л., Горлов Д.С. Исследование влияния подготовки поверхности и ассирированного осаждения на структуру и свойства эрозионностойкого ионно-плазменного покрытия // Труды ВИАМ. 2018. № 10 (70). Ст. 08. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 20.04.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-10-62-73.
14. Рогов А.В., Капустин Ю.В., Мартыненко Ю.В. Факторы, определяющие эффективность магнетронного распыления. Критерии оптимизации // Журнал технической физики. 2015. Т. 85. № 2. С. 126–134.
15. Духопельников Д.В. Магнетронные распылительные системы. М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2014. Ч. 1: Устройство, принципы работы, применение. 55 с.

УДК 629.7.018.4:629.7.023

В.А. Кузнецова¹, В.Г. Железняк¹, Е.В. Куршев¹, В.В. Емельянов¹

ИССЛЕДОВАНИЕ ТОПЛИВО- И ВОДОСТОЙКОСТИ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ НАПОЛНЕННЫХ ЭПОКСИДНО-ТИОКОЛОВЫХ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИЙ

DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-93-102

Исследованы топливо- и водостойкость грунтовочных покрытий на основе наполненных топливостойких композиций на основе эпоксидной смолы Э-41, модифицированной жидким thiokolом марки 1 и отверждаемой кремнийорганическим амином ACOT-2. Рассмотрена микроструктура поверхности покрытия на основе топливостойкой грунтовки 1 с применением методов оптической и сканирующей электронной микроскопии после испытаний в топливе ТС-1 и дистиллированной воде. Установлено, что наличие наполнителя пластинчатой структуры в составе топливостойкой грунтовки способствует снижению топливонабухаемости и влагопоглощения покрытия, что может быть связано с проявлением барьера эффекта.

Ключевые слова: эпоксидно-thiokolовое пленкообразующее, наполнитель, адгезия, топливонабухаемость, водопоглощение, структура, электронная микроскопия.

V.A. Kuznetsova¹, V.G. Zheleznyak¹, E.V. Kurshev¹, V.V. Yemelyanov¹

RESEARCH OF FUEL- AND WATER RESISTANCE OF COATINGS BASED ON THE FILLED EPOXY-THIOKOL POLYMERIC COMPOSITIONS

The article provides the results of studies of fuel- and water resistant priming coatings based on the filled fuel-resistant compositions based on the E-41 epoxy modified with liquid Thiokol 1 brand and cured with ASOT-2 organic-silicon amine. There was examined the microstructure of coating surface of fuel resistant primer 1 by means of optical and scanning electron microscopy after tests in TS-1 fuel and distilled water. It has been determined that availability of a filler with lamellar structure as a part of fuel-resistant primer promotes the decrease in fuel-swelling and moisture absorption that can be connected with manifestation of a barrier effect.

Keywords: epoxy-thiokol film-forming agent, filler, adhesion, fuel-swelling, water absorption, structure, electron microscopy.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

Для создания перспективной авиационной техники существует необходимость в разработке и применении новых отечественных материалов, которые позволят обеспечить работоспособность летательных аппаратов, а также повысить их летные характеристики [1–5].

Перспективным направлением в области создания авиационной техники нового поколения является применение композиционных материалов, в частности углепластиков, в конструкциях самолета. Применение высокомодульных композиционных материалов позволяет уменьшить массу конструкции без снижения эксплуатационных характеристик. Технически сложной задачей является обеспечение защиты от воздействия влаги, топлива, а также микроорганизмов на внутренней поверхности топливных кессон-баков, недоступной для проведения ремонта лакокрасочного покрытия на

протяжении всего ресурса эксплуатации самолета. Следует отметить чрезвычайно экстремальные условия эксплуатации летательных аппаратов. Это связано с пребыванием в различных климатических районах, воздействием резкого перепада температур в течение 20–30 мин – от +(50–100) до -60 °C, воздействием водного конденсата в результате охлаждения конструкции, а также агрессивных жидкостей и др. [6–11].

Разработка технологии защиты топливных кессон-баков из ПКМ позволит снизить массу конструкции в сравнении с металлическими аналогами. Однако длительное воздействие агрессивных сред (топливо, конденсат) в процессе эксплуатации изделий при контакте с углепластиком снижает его прочностные характеристики, что приводит к уменьшению срока эксплуатации конструкции. Поэтому для защиты панелей топливных кессон-баков из ПКМ необходимо использование топливостойких лакокрасочных покрытий [12–15].

Известно, что реактивные топлива состоят на 96–99 % из углеводородов, однако в топливах могут содержаться и образовываться различные неуглеводородные примеси, такие как эмульсионная вода и минеральные загрязнения, микроорганизмы и продукты их жизнедеятельности, а также другие низкомолекулярные примеси, растворимые в воде. При быстром понижении температуры водяные пары, проникающие в топливо с воздухом, особенно при большой его влажности, обводняют топливо. При конденсации в топливе водяных паров после достижения насыщения образуется мелкодисперсная топливно-водяная эмульсия. Постепенно капли воды укрупняются и начинают оседать, образуя водный подтопливный слой. Углеводороды топлива гидрофобны, и поэтому при умеренных температурах отстой воды происходит достаточно быстро [16, 17].

Ранее проведенными работами показана высокая эффективность применения топливостойких грунтовочных покрытий, содержащих ингибирующие пигменты, для защиты от коррозии внутренней и внешней поверхностей топливных кессон-баков, изготовленных из алюминиевых сплавов. Топливостойкие грунтовки на протяжении многих лет успешно применяются в отечественном самолетостроении [18, 19].

Наиболее важными требованиями к покрытиям, используемым для защиты топливных кессон-баков, являются их адгезия, длительная топливо- и водостойкость при температурах эксплуатации и сохранение защитных свойств на весь период эксплуатации изделия.

Данная работа посвящена изучению топливо- и водостойкости покрытий на основе наполненных эпоксидно-тиоколовых полимерных композиций. В ней уделено особое внимание использованию наполнителя пластинчатой формы, его влиянию на свойства топливостойкого покрытия.

В настоящее время используются микронизированные наполнители на основе слюды мусковит. При производстве микронизированной слюды сохраняется природная высокопластичная структура, которая способствует проявлению барьерного слоя при формировании покрытия [20, 21].

Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 17. «Комплексная анткоррозионная защита, упрочняющие, износостойкие защитные и теплозащитные покрытия» комплексной научной проблемы 17.7. «Лакокрасочные материалы и покрытия на полимерной основе» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [22].

Материалы и методы

Известно, что наиболее перспективным способом получения лакокрасочных материалов с требуемым комплексом свойств является модификация уже известных и широко выпускаемых промышленностью олигомеров. Так, для получения топливостойких покрытий используются эпоксидный олигомер марки Э-41, а также эластомерные модификаторы: полисульфидные и карбоксилатные бутадиенакрилонитрильные

каучуки. Исследовано влияние эластомерных модификаторов на свойства топливостойких покрытий, их адгезионные характеристики, топливо- и водостойкость. Показана высокая эффективность применения полисульфидного каучука (тиокола марки 1) в качестве модификатора эпоксидного пленкообразующего при разработке топливостойких грунтовок [23–28].

В качестве объекта исследований выбраны наполненные топливостойкие композиции на основе эпоксидной смолы Э-41, модифицированной жидким тиоколом марки 1 и отверждаемые кремнийорганическим амином АСОТ-2.

С целью определения влияния наполнителя пластинчатой структуры на топливостойкость покрытий исследованы две топливостойкие композиции, в одну из которых введен наполнитель пластинчатой структуры – измельченная слюда мусковит. Характерной особенностью такой слюды является ярко выраженная анизотропия свойств. Это обусловлено своеобразием кристаллической структуры слюды мусковит: большой энергией связи частиц в пакете и значительно меньшей – между пакетами по плоскости совершенной спайности. Следствием анизотропии является способность кристаллов слюды расщепляться на тонкие плоскопараллельные пластинки (рис. 1 и 2).

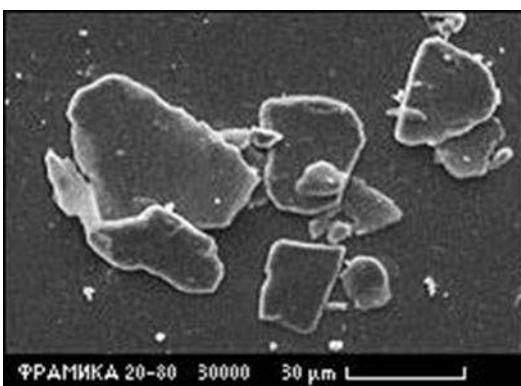


Рис. 1. Внешний вид наполнителя пластинчатой структуры (слюды мусковит)

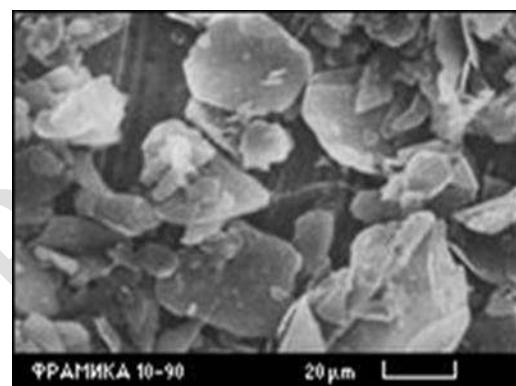


Рис. 2. Структура кристалла слюды мусковит

При производстве микронизированной слюды сохраняется природная высоко-пластинчатая структура, которая способствует проявлению барьера слоя.

В данной работе использована молотая слюда мусковит. Топливостойкие грунтовки 1 и 2 изготовлены на лабораторном оборудовании с применением диспергатора РЕ-214.

Технологические свойства изготовленных грунтовок, а также свойства полученных лакокрасочных покрытий на их основе определяли по стандартным методикам: условную вязкость – по ГОСТ 8420–74, массовую долю нелетучих веществ – по ГОСТ 31939–2012, степень перетира (дисперсность) – по ГОСТ 31973–2013, продолжительность высыхания по ГОСТ 19007–73, жизнеспособность – по ГОСТ 27271–2014, адгезию покрытий к поверхности углепластика – по ГОСТ 31149–2014 методом решетчатых надрезов в исходном состоянии и после увлажнения в течение 10 сут, прочность при ударе – по ГОСТ 4765–84, прочность пленки покрытия при растяжении (эластичность) – по ГОСТ 29309–92. Поскольку существующие методы определения физико-механических свойств лакокрасочных покрытий разработаны для металлических подложек, вышеуказанные характеристики покрытий определяли на образцах из сплава Д16-АТ Ан.Окс.нхр.

Водопоглощение и топливонабухаемость покрытий определяли гравиметрическим методом по изменению весовых характеристик образцов в течение 30 сут испытаний в дистиллированной воде и топливе ТС-1. Топливо- и водостойкость покрытий

после длительных испытаний в течение 2000 ч определяли по изменению адгезии и физико-механических свойств после испытаний в указанных средах.

Микроструктурный анализ поверхности покрытия на основе топливостойкой грунтовки 1 проводили методами оптической и сканирующей электронной микроскопии по МИ 1.2.042–2011 после испытаний в топливе ТС-1 при температурах 20 и 80 °С в течение 2000 ч, а также после испытаний в дистиллированной воде. Для проведения испытаний на подготовленные образцы наносили два слоя грунтовки, толщина двухслойного покрытия составляла от 40 до 50 мкм.

Результаты и обсуждение

Для проведения исследований изготовлены два образца топливостойкой грунтовки на основе эпоксидного пленкообразующего, модифицированного полисульфидным каучуком, которые отличались составом наполнителей. В одной из рецептур алюмосиликат магния (тальк) частично заменен на алюмосиликат калия (измельченную слюду мусковит), технологические свойства изготовленных грунтовок приведены в табл. 1.

Таблица 1

Технологические свойства топливостойких грунтовок

Свойства	Значения свойств для грунтовки	
	1*	2
Условная вязкость по вискозиметру В3-246 с диаметром сопла 4 мм при температуре 20±0,5 °С, с	27,42	23,8
Степень перетира (дисперсность) грунтовки, мкм	20	20
Массовая доля нелетучих веществ грунтовки, %	52,4	51,7
Время высыхания пленки покрытия до степени 3 при температуре 20±2 °С, ч	6,0	6,0
Жизнеспособность (срок годности после смешения с отвердителем), ч	24	24

*Содержит наполнитель пластинчатой структуры.

Из полученных результатов видно, что по массовой доле нелетучих веществ, степени дисперсности, времени высыхания и жизнеспособности изготовленные грунтовки идентичны. По условной вязкости имеется незначительное различие, которое может быть связано с наличием в одной из них наполнителя пластинчатой структуры.

Исследовано влияние наполнителя пластинчатой структуры (измельченной слюды мусковит) на топливонабухаемость и водопоглощение покрытий на основе топливостойких грунтовок 1 и 2.

На рис. 3 приведены результаты определения топливонабухаемости покрытий на основе топливостойких грунтовок 1 и 2 (кинетические кривые сорбции) при испытании в топливе ТС-1 при температуре 20 °С в течение 30 сут. Из полученных результатов видно, что для обоих покрытий происходит увеличение массы. При этом достижение равновесной сорбции происходит в течение первых 6 сут. Из анализа кривых равновесной сорбции грунтовочных покрытий 1 и 2 следует, что набухание в топливе ТС-1 покрытия на основе грунтовки 2 существенно превышает набухание для аналогичного покрытия на основе грунтовки 1. Максимальное значение топливонабухаемости покрытия на основе грунтовки 2 составляет 0,32 %, что на ~30 % больше, чем у покрытия на основе грунтовки 1, содержащей в своем составе наполнитель пластинчатой структуры, максимальное значение топливонабухаемости для этого покрытия составляет 0,22 %.

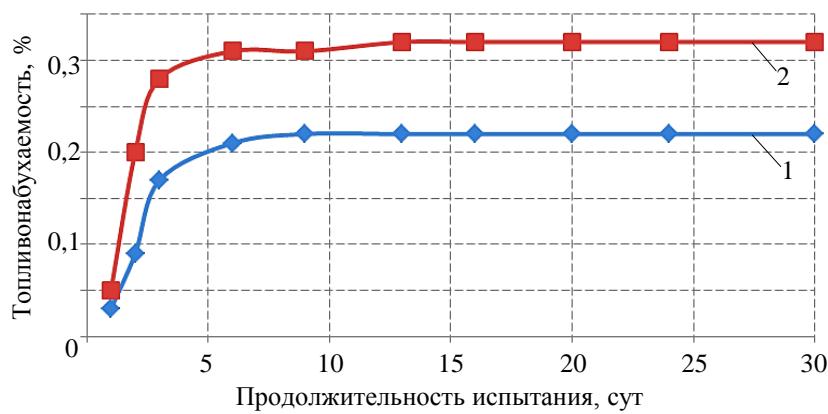


Рис. 3. Кинетика топливонабухаемости покрытий на основе топливостойких грунтовок 1 и 2 при испытании в топливе ТС-1 при температуре 20 °С в течение 30 сут

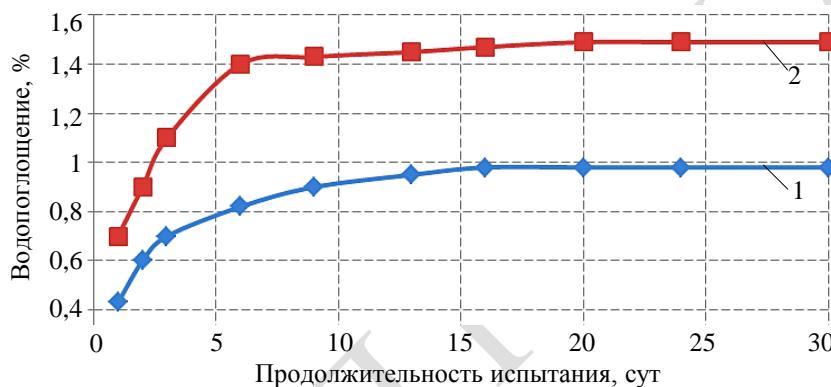


Рис. 4. Кинетика водопоглощения покрытий на основе топливостойких грунтовок 1 и 2 при испытании в дистиллированной воде при температуре 20 °С в течение 30 сут

На рис. 4 приведены результаты определения водопоглощения покрытий на основе топливостойких грунтовок 1 и 2 при испытании в дистиллированной воде при температуре 20 °С в течение 30 сут. Как видно из полученных результатов, при испытании образцов в дистиллированной воде происходит увеличение массы грунтовочного покрытия. Ход сорбционных кривых водопоглощения аналогичен ходу сорбционных кривых топливонабухаемости – достижение равновесной сорбции также происходит в течение первых 6 сут. Набухание в дистиллированной воде покрытия на основе грунтовки 2 существенно превышает аналогичную характеристику для покрытия на основе грунтовки 1. Максимальное значение водопоглощения покрытия на основе грунтовки 2 составляет 1,49 %, у покрытия на основе грунтовки 1, содержащей в своем составе наполнитель пластинчатой структуры, максимальное значение водопоглощения составляет 1 %, что на ~35 % больше, чем у покрытия 1. Анализ полученных результатов показал, что наличие наполнителя пластинчатой структуры в составе топливостойкой грунтовки способствует снижению топливонабухаемости и влагопоглощения покрытия, что может быть связано с проявлением барьера эффекта.

Исследованы адгезия, прочность при ударе, эластичность при растяжении топливостойкого покрытия на основе грунтовки 1, содержащей в своем составе наполнитель пластинчатой структуры, при его длительных испытаниях в топливе ТС-1 при температурах 20 и 80 °С и в дистиллированной воде при температуре 20 °С (табл. 2).

Таблица 2

Адгезия и физико-механические свойства покрытия на основе топливостойкой грунтовки 1 после испытаний в топливе и дистиллированной воде

Условия испытания	Адгезия к углепластику, балл	Прочность при ударе, Дж	Эластичность при растяжении, мм	Внешний вид
В исходном состоянии	0	5,0	6,3	—
После выдержки в топливе ТС-1 в течение 2000 ч при температуре, °С: 20 80	1 1	4,5 4,0	6,6 5,8	Без изменений Потемнение покрытия
После выдержки в воде в течение 2000 ч при температуре 20 °С	1	4,5	6,0	Едва заметное изменение цвета

Как видно из представленных результатов исследования топливостойкого покрытия на основе грунтовки 1, содержащей наполнитель пластинчатой структуры, после испытаний при температуре 20 °С в топливе ТС-1 в течение 2000 ч наблюдается незначительное снижение адгезии к углепластику до уровня 1 балла, внешний вид покрытия не изменился. При этом прочность при ударе снизилась до 4,5 Дж, а эластичность при растяжении незначительно увеличилась до 6,6 мм, что может быть связано с проявлением пластифицирующего эффекта за счет незначительной диффузии топлива в покрытие.

После длительной экспозиции в топливе ТС-1 при температуре 80 °С в течение 2000 ч происходит потемнение покрытия на основе грунтовки 1. Однако адгезия покрытия на основе грунтовки к углепластику сохраняется на уровне 1 балла. После испытаний происходит вполне закономерное изменение физико-механических свойств. Прочность при ударе снижается с 5,0 до 4,0 Дж, а эластичность при растяжении – до 5,8 мм, что может быть связано с проявлением процесса термического старения в полимерной пленке при температуре 80 °С в течение 2000 ч.

После испытаний в дистиллированной воде при температуре 20 °С адгезия к углепластику незначительно снижается до уровня 1 балла. Внешний вид покрытия практически не изменяется, наблюдается едва заметное изменение цвета; прочность при ударе снижается до 4,5 Дж, эластичность при растяжении – до 6,0 мм. Следует отметить, что длительный контакт с топливом и дистиллированной водой в течение 2000 ч не приводит к существенному снижению адгезии и физико-механических свойств. Адгезия после испытаний снижается до 1 балла. Прочность при ударе после испытаний в топливе ТС-1 и дистиллированной воде при температуре 20 °С снижается до 4,5 Дж, что составляет 10 % от исходного значения, а при температуре испытаний 80 °С – до 4,0 Дж, что составляет 20 % от исходного значения. При этом максимальное значение снижения эластичности при растяжении после испытаний в топливе при температуре 80 °С в течение 2000 ч составляет 8,0 %.

На рис. 5 и 6 приведены результаты микроструктурного анализа поверхности покрытия на основе топливостойкой грунтовки 1 методами оптической и сканирующей электронной микроскопии по МИ 1.2.042–2011 после испытаний в топливе ТС-1 и дистиллированной воде при температурах 20 и 80 °С в течение 2000 ч.

Из результатов, представленных на рис. 5 и 6, можно сделать вывод, что в исходном состоянии на поверхности грунтовки находится сплошная тонкая полимерная пленка с однородной структурой и небольшой шероховатостью (рис. 5, а).

После выдержки покрытия на основе грунтовки 1 в дистиллированной воде при температуре 20 °С в течение 2000 ч ее микроструктура несколько меняется (рис. 5, б), о чем свидетельствует появление небольшого количества очень мелких пор с размерами от 40 до 160 нм.

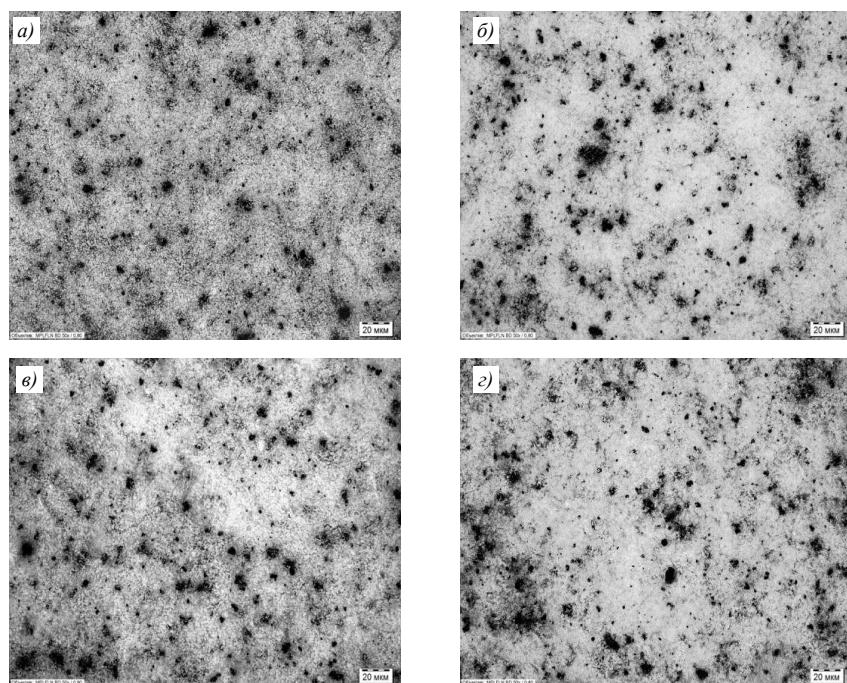


Рис. 5. Оптические микрофотографии микроструктуры ($\times 500$) поверхности покрытия на основе топливостойкой грунтовки в исходном состоянии (а), после выдержки в дистиллированной воде в течение 2000 ч при температуре 20 °C (б) и в топливе ТС-1 в течение 2000 ч при температуре 20 (в) и 80 °C (г)

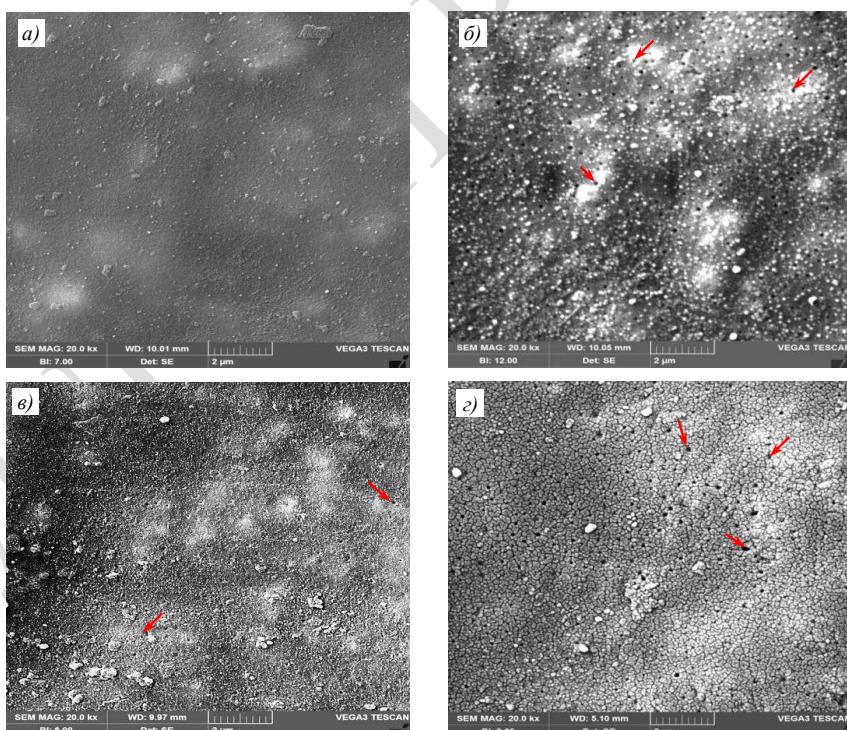


Рис. 6. Сканирующие электронные микрофотографии ($\times 20000$) поверхности покрытия на основе топливостойкой грунтовки в исходном состоянии (а), после выдержки в дистиллированной воде в течение 2000 ч при температуре 20 °C (б) и в топливе ТС-1 в течение 2000 ч при температуре 20 (в) и 80 °C (г)

После выдержки в топливе ТС-1 при температуре 20 °C в течение 2000 ч также наблюдается незначительное изменение структуры (рис. 5, в), в покрытии имеются

очень мелкие поры, размеры которых находятся в диапазоне от 25 до 118 нм, что несколько меньше, чем в образце после выдержки в дистиллированной воде.

Микроструктурные исследования поверхности покрытия грунтовки 1 после выдержки в топливе при температуре 80 °С в течение 2000 ч показали, что в микрофазовой структуре покрытия обнаружены очень мелкие поры (рис. 5, 2), размеры которых находятся в диапазоне от 45 до 160 нм.

На рис. 7 приведены гистограммы распределения пор по размерам (диаметру) в покрытии после испытаний в дистиллированной воде и топливе ТС-1 в течение 2000 ч. Видно, что микроструктура поверхности покрытия на основе топливостойкой грунтовки 1 незначительно изменяется после испытаний в дистиллированной воде и топливе при различных температурах, что подтверждает результаты, полученные при определении топливонабухаемости и влагопоглощения.

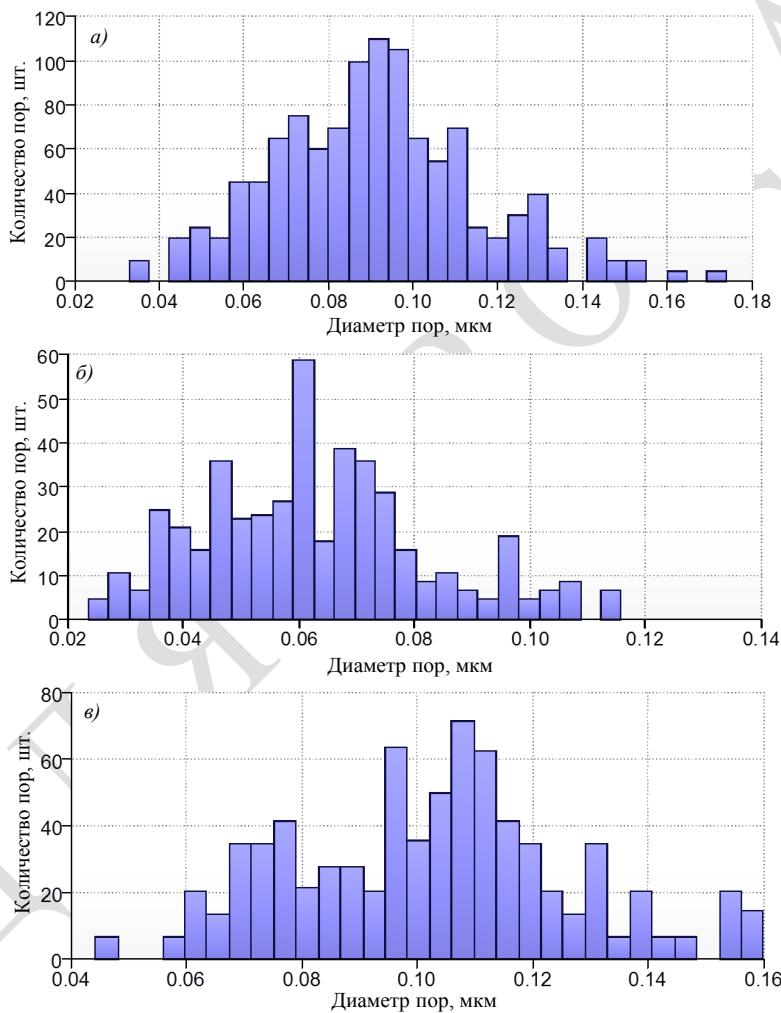


Рис. 7. Гистограммы распределения пор по размерам (диаметру) топливостойкой грунтовки после выдержки в течение 2000 ч в дистиллированной воде при температуре 20 °С (а) и в топливе ТС-1 при температуре 20 °С (б) и 80 °С (в)

Заключения

Исследовано влияние наполнителя пластинчатой структуры (измельченной слюды мусковит) на топливонабухаемость и водопоглощение покрытий на основе топливостойких грунтовок 1 и 2. Установлено, что наличие наполнителя пластинчатой структуры в составе топливостойкой грунтовки 1 способствует снижению топливонабухаемости и водопоглощения покрытия, что может быть связано с проявлением барьерного эффекта.

Исследованы адгезия и физико-механические свойства (прочность при ударе, эластичность при растяжении) топливостойкого покрытия на основе топливостойкой грунтовки 1 при длительных испытаниях покрытия в топливе ТС-1 и дистиллированной воде при температурах 20 и 80 °С. Показано, что длительный контакт с топливом и дистиллированной водой в течение 2000 ч не приводит к существенному снижению адгезии и физико-механических свойств. Адгезия после испытаний снижается до 1 балла. Прочность при ударе после испытаний в топливе ТС-1 и дистиллированной воде при температуре 20 °С снижается до 4,5 Дж, что составляет 10 % от исходного значения, а при температуре испытаний 80 °С – до 4,0 Дж, что составляет 20 % от исходного значения. При этом максимальное значение снижения эластичности при растяжении после испытаний в топливе при температуре 80 °С в течение 2000 ч составляет 8,0 %.

Проведен микроструктурный анализ поверхности покрытия на основе топливостойкой грунтовки методами оптической и сканирующей электронной микроскопии по МИ 1.2.042–2011 после испытаний в топливе ТС-1 и дистиллированной воде при температурах 20 и 80 °С в течение 2000 ч.

Показано, что микроструктура поверхности покрытия на основе топливостойкой грунтовки незначительно изменяется после испытаний в дистиллированной воде и топливе при различных температурах, что подтверждает результаты, полученные при определении топливонабухаемости и влагопоглощения.

Благодарности

Авторы выражают благодарность сотрудникам ФГУП «ВИАМ» С.Л. Лонскому и Н.А. Коврижкиной за помощь в проведении экспериментальных работ, а также обсуждении результатов исследований и объективную критику при написании данной статьи.

Библиографический список

1. Каблов Е.Н. Роль химии в создании материалов нового поколения для сложных технических систем // Тезисы докладов ХХ Менделеевского съезда по общей и прикладной химии. Екатеринбург: УрО РАН, 2016. С. 25–26.
2. Каблов Е.Н. Авиационное материаловедение: итоги и перспективы // Вестник Российской академии наук. 2002. Т. 72. № 1. С. 3–12.
3. Раскутин А.Е. Стратегия развития полимерных композиционных материалов // Авиационные материалы и технологии. 2017. № S. С. 344–348. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-344-348.
4. Перов Н.С. Конструирование полимерных материалов на молекулярных принципах. II. Молекулярная подвижность в сложных сшитых системах // Авиационные материалы и технологии. 2017. № 4 (49). С. 30–36. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-4-30-36.
5. Раскутин А.Е., Хрульков А.В., Гирш Р.И. Технологические особенности механообработки композиционных материалов при изготовлении деталей конструкций (обзор) // Труды ВИАМ. 2016. № 9 (45). Ст. 12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 25.01.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-9-12-12.
6. Постнова М.В., Постнов В.И. Роль структур МПКМ и их влияние на виброусталостные характеристики конструктивных элементов ГТД // Труды ВИАМ. 2017. № 1 (49). Ст. 07. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 25.01.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-1-7-7.
7. Мельников Д.А., Громова А.А., Раскутин А.Е., Курносов А.О. Теоретический расчет и экспериментальное определение модуля упругости и прочности стеклопластика ВПС-53/120 // Труды ВИАМ. 2017. № 1 (49). Ст. 08. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 25.01.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-1-8-8.
8. Мищуров К.С., Файзрахманов Н.Г., Иванов Н.В. Влияние внешней среды на свойства углепластика ВКУ-29 // Труды ВИАМ. 2017. № 8 (56). Ст. 08. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 25.01.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-8-8-8.
9. Николаев Е.В., Павлов М.Р., Лаптев А.Б., Пономаренко С.А. К вопросу определения сорбированной влаги в полимерных композиционных материалах // Труды ВИАМ. 2017. № 8 (56). Ст. 07. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 25.01.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-8-7-7.

10. Кривушина А.А., Горяшник Ю.С. Способы защиты материалов и изделий от микробиологического поражения (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2017. № 2 (47). С. 80–86. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-2-80-86.
11. Павлюк Б.Ф. Основные направления в области разработки полимерных функциональных материалов // Авиационные материалы и технологии. 2017. № S. С. 388–392. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-388-392.
12. Железняк В.Г. Современные лакокрасочные материалы для применения в изделиях авиационной техники // Труды ВИАМ. 2019. № 5 (77). Ст. 07. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 18.01.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-5-62-67.
13. Кондрашов Э.К., Кузнецова В.А., Семенова Л.В., Лебедева Т.А., Малова Н.Е. Развитие авиационных лакокрасочных материалов // Все материалы. Энциклопедический справочник. 2012. № 5. С. 49–54.
14. Чертков Я.Б., Спиркин В.Г. Применение реактивных топлив в авиации. М.: Транспорт, 1974. 160 с.
15. Шитова Э.М., Батраков В.П. Коррозионная агрессивность водных отстоев из донной части топливных емкостей // Химия и технология топлива и масел. 1976. № 3. С. 22–24.
16. Воробьева Г.Я. Химическая стойкость полимерных материалов. М.: Химия, 1981. 296 с.
17. Кузнецова В.А., Кузнецов Г.В. Тенденции развития в области топливостойких лакокрасочных покрытий для защиты топливных кессон-баков летательных аппаратов (обзор) // Труды ВИАМ. 2014. № 11. Ст. 08. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 25.01.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-11-8-8.
18. Кузнецова В.А., Силаева А.А., Шаповалов Г.Г., Марченко С.А. Исследование влияния режима пластикации карбоксилатного бутадиен-нитрильного каучука и его содержания в полимерной матрице на свойства топливостойкого покрытия // Труды ВИАМ. 2019. № 6 (78). Ст. 07. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 25.01.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-6-65-74.
19. Семенова Л.В., Нефедов Н.И. Применение эпоксидных модифицированных грунтовок в системах ЛКП // Авиационные материалы и технологии. 2014. № 3 (32). С. 38–44. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-3-38-44.
20. Шишлова Т.И., Житов В.Г. Современное состояние слюдяной области. Проблемы и перспективы // Успехи современного естествознания. 2018. № 3. С. 133–139. URL: <http://natural-sciences.ru/ru/article/view?id=36715> (дата обращения: 09.12.2020).
21. Бразовская Н.В., Бразовский В.Е., Троицкий В.С. Модель кристалла слюды – мукс covit // Горизонты образования. 2002. Вып. 4. С. 3–22. URL: <http://e.secna.ru/main/revier> (дата обращения: 09.12.2020).
22. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. № 1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
23. Мошинский Л.Я. Эпоксидные смолы и отвердители (структура, свойства, химия и топология отверждения). Тель-Авив: Аркадия пресс Лтд, 1995. 370 с.
24. Лундин А.Е., Остапкович А.М., Юшкова Е.Ю. Кинетика отверждения эпоксидных смол аминами // Известия высших учебных заведений. Сер.: Химия и химическая технология. 2005. Т. 48. № 1. С. 73–75.
25. Катнов В.Е., Степин С.Н. Исследование влияния отвердителя на химическую стойкость и защитные свойства эпоксидных покрытий // Аннотация сообщений научной сессии КГТУ (5–9 февр. 2008 г.). Казань, 2008. С. 34–35.
26. Еселеев А.Д., Бобылев В.А. Эпоксидные смолы: вчера, сегодня, завтра // Лакокрасочная промышленность. 2009. № 9. С. 15–17.
27. Шляхтер Р.А., Новоселок Ф.Б. Синтетический каучук / под ред. И.В. Гармонова. Л.: Химия, 1978. 752 с.
28. Смирнов Д.Н., Зайцева Е.И., Елисеев О.А. Маслобензостойкий герметик со специальными свойствами на основе полисульфидного олигомера // Труды ВИАМ. 2014. № 11. Ст. 07. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 25.01.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-11-7-7.

УДК 620.1:669.018.29

Н.Ю. Подживотов¹

МИНИМАЛЬНЫЕ ОБЪЕМЫ ВЫБОРОК ДЛЯ ОЦЕНКИ НАЧАЛЬНЫХ МОМЕНТОВ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ПРЕДЕЛА ПРОЧНОСТИ ПРИ РАСТЯЖЕНИИ ОБРАЗЦОВ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-103-114

Представлено обоснование минимальных объемов выборок (количество образцов испытаний), необходимых для оценки с заданной вероятностью начальных моментов распределения предела прочности при растяжении стандартных образцов основных типов конструкционных материалов: алюминиевых и титановых сплавов и ряда сталей. Показано, что минимальные объемы выборок для оценки начальных моментов распределения – математического ожидания и среднего квадратического отклонения предела прочности при растяжении – существенно зависят от коэффициента вариации экспериментальных данных, а также от требований, предъявляемых к точности получаемых оценок. Сформулирована гипотеза существования «условной генеральной совокупности».

Ключевые слова: малые выборки, оценка свойств материалов, экспериментальные данные, уровни свойств характеристик материалов, анализ данных, авиационные конструкционные металлические материалы.

N.Yu. Podzhivotov¹

THE MINIMUM SAMPLES AMOUNTS FOR AN ASSESSMENT OF THE INITIAL MOMENTS OF DISTRIBUTION OF TENSILE ULTIMATE STRENGTH FOR THE SAMPLES OF STRUCTURAL METALLIC MATERIALS

The paper considers a justification of the minimum samples amounts (quantity samples of tests) necessary for an assessment with the pre-set probability of the initial moments of distribution of tensile ultimate strength for the standard samples of the main types of structural metallic materials: aluminum and titanium alloys and some steels. It has been demonstrated that the minimum amount of samples for the assessment of the initial moments of distribution – expected value and standard deviation of tensile strength – significantly depends on factors of variation of experimental data, as well as on the requirements imposed to the accuracy of the received estimates. There has also been formulated a hypothesis of «conditional general sample».

Keywords: small samples, assessment of properties of the materials, experimental data, properties levels of the materials' characteristics, data analysis, aircraft structural metallic materials.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

Экспериментальное определение и подтверждение уровней свойств конструкционных материалов является неотъемлемой частью моделирования и проектирования авиационных конструкций. Очевидно, что чем точнее и надежнее при

испытаниях определены уровни свойств конструкционного материала, тем эффективнее будет его использование в конструкции воздушного судна.

Объем выборок экспериментальных данных (или объем испытаний) существенно влияет на достоверность и точность оцениваемых уровней свойств конструкционных материалов. Повышение точности и статистической надежности выборочных оценок напрямую связывают с увеличением объема выборок, т. е. считается, что чем больше объем экспериментальных данных, тем больше надежность получаемых оценок. Необходимо отметить, что для получения корректных, статистически надежных и обоснованных оценок уровней свойств авиационных материалов в случае серийного производства полуфабрикатов и однотипных конструкций при формировании выборок важным является не только объем испытаний, но и в первую очередь представительность экспериментальных данных (количество плавок, партий и т. д.).

Поскольку процесс изготовления плавок, партий полуфабрикатов, образцов для испытаний и проведение самих испытаний в большинстве случаев носит длительный и периодический характер, то и накопление статистических данных, формирование выборок экспериментальных данных большого объема представляет собой весьма продолжительный процесс, который подразумевает последовательное, ступенчатое объединение предыдущих результатов испытаний, полученных, как правило, на выборках небольшого объема. Поэтому чем точнее и эффективнее проведена оценка уровней свойств в условиях малых выборок, тем надежнее и эффективнее в дальнейшем будут оценки уровней свойств объединенных выборок экспериментальных данных.

В связи с этим в условиях конкурентного проектирования авиационных конструкций, растущих требований по оперативному внедрению новых и эффективных (по уровням свойств) марок материалов [1–5], задача надежной статистической оценки уровней свойств конструкционных материалов в условиях ограниченного объема экспериментальных данных является актуальной. Известно, что в зависимости от характеристики материала (например, модуль упругости, предел прочности при растяжении), от его марки, вида полуфабриката и т. д., экспериментальные данные имеют различные разбросы значений – дисперсии выборочных значений [6–13]. В общем случае (особенно при больших объемах данных) разброс экспериментальных значений для различных характеристик, марок материалов и т. д. может быть отнесен к одному из известных параметрических законов распределения. При этом уровни гарантированных (для заданной вероятности) значений характеристик материалов определяются через параметры закона распределения или, другими словами, через начальные моменты выборочных значений [14–17].

Минимальные объемы выборок должны определяться для конкретной характеристики, марки материала и вида полуфабриката, чтобы в условиях ограниченного объема испытаний оценить с заданной вероятностью параметры закона распределения и затем получить на их основе максимально точные для данного объема значения оценок уровней свойств конструкционных материалов. При этом, очевидно, что если для одной марки материала или полуфабриката, в рамках проведения одного вида испытаний одновременно определяется несколько характеристик, то в качестве минимального объема испытаний должен выбираться наибольший из минимальных объемов выборок для определяемых характеристик.

Материалы и методы

Оценка минимального, т. е. необходимого и достаточного, объема выборок экспериментальных данных проводилась на примере количественной оценки уровня

свойств одной из основных характеристик статической прочности авиационных конструкционных материалов – предела прочности при растяжении.

Необходимым и достаточным объемом выборок экспериментальных данных будет считаться такой минимальный объем выборки, который, во-первых, является достаточным для корректного применения используемого статистического метода или подхода, т. е. достаточным для обеспечения точности результатов анализа не ниже заданной, и, во-вторых, такой объем, который является необходимым для достоверной, статистически надежной (с вероятностью не менее 95 %) оценки уровня значений начальных моментов заданной характеристики в рамках применяемого статистического метода.

Минимальный объем выборок экспериментальных данных определялся для основных авиационных металлических конструкционных материалов – сталей, алюминиевых и титановых сплавов – по результатам испытаний на растяжение стандартных образцов, проводимых во ФГУП «ВИАМ» в разные годы.

Объединенные выборки экспериментальных значений предела прочности были сформированы по каждому типу материала для основных марок материалов и полуфабрикатов вне зависимости от фактического (экспериментального) уровня свойств предела прочности.

В статье [18] для рассматриваемых объединенных выборок значений предела прочности при растяжении автором определены основные статистики и показано, что данные выборки не противоречат гипотезе об их принадлежности к нормальному закону распределения.

Определение минимальных объемов выборок для предела прочности при растяжении всех рассматриваемых типов материалов проводилось по оценке начальных моментов случайной величины: математического ожидания и среднего квадратического отклонения (СКО), основываясь на методике, указанной в работе [19].

Пусть n_a – минимальный объем выборки для получения оценки математического ожидания, а n_b – минимальный объем выборки для получения оценки СКО. Если определены значения n_a и n_b , то для получения достоверных (с заданной точностью результата или, другими словами, с ошибкой, не превышающей заданную) оценок математического ожидания и СКО выборок экспериментальных данных в качестве минимального объема выборок (n_{min}) из двух значений n_a и n_b должно быть выбрано наибольшее значение.

Минимальный объем выборки n_a для оценки математического ожидания характеристики, распределение которой подчинено нормальному закону распределения, определялся по формуле

$$n_a = \frac{\gamma^2}{\Delta_a^2} z_{1-\alpha/2}^2, \quad (1)$$

где γ – коэффициент вариации предела прочности при растяжении для генеральной совокупности; Δ_a – максимальная относительная ошибка при оценке математического ожидания в долях среднего значения определяемой характеристики; $z_{1-\alpha/2}$ – квантиль уровня вероятности P нормированной нормально распределенной случайной величины; $P = 1 - \alpha/2$ – статистическая надежность или вероятность непревышения фактической ошибкой при оценке среднего значения характеристики максимальной ошибки Δ_a (по модулю) уровня значимости α ; a – математическое ожидание определяемой характеристики.

Необходимо отметить, что если рассматривать малые выборки (в данном случае – до 30 значений), то вместо нормального распределения и выражения (1) справедливо использовать распределение Стьюдента:

$$n_a = \frac{v^2}{\Delta_a^2} t_{a,k}^2, \quad (2)$$

где v – выборочный коэффициент вариации определяемой характеристики механических свойств; $t_{a,k}$ – квантиль распределения Стьюдента уровня зависимости a для числа степеней свободы $k = n-1$.

Минимальный объем выборки n_σ для оценки СКО предела прочности при растяжении для рассматриваемых типов материалов определялся как $n_\sigma = k+1$ при условии выполнения равенства

$$(1 + \Delta_\sigma)^2 = \frac{\chi_{\alpha/2}^2}{\chi_{0,5}^2}, \quad (3)$$

где Δ_σ – допустимая максимальная относительная ошибка при оценке СКО случайной величины при нормальном распределении; $\chi_{\alpha/2}^2$ и $\chi_{0,5}^2$ – квантили распределения Пирсона (χ^2) уровня $P = \alpha/2$ и $P = 0,5$ соответственно.

Распределение χ^2 , или распределение Пирсона, так же как и распределение Стьюдента, справедливо для оценки характеристик при малых по объему выборках, а при увеличении объема данных также сходится к нормальному распределению, но медленнее, чем распределение Стьюдента.

Из выражений (1)–(3) следует, что для определения минимального объема выборки n_{min} необходимо иметь численные значения максимально допустимых относительных ошибок Δ_a и Δ_σ . Максимально допустимые ошибки определяют необходимую точность получаемых результатов и могут быть либо заданы, либо вычислены через доверительные интервалы, соответствующие доверительной вероятности, принимаемой для оценок характеристик механических свойств полуфабрикатов. Численные значения относительной ошибки Δ_a также могут быть определены через коэффициенты вариации генеральной (условной генеральной) совокупности γ или через коэффициент вариации ограниченной по объему выборки v . В случае нормального закона распределения значения Δ_a определяются как $\Delta_a = 0,45\gamma$ – для средней точности и как $\Delta_a = 0,25\gamma$ – для высокой точности [19].

В общем случае независимо от типа материала γ является неизвестной величиной, но можно предположить, что для конкретной характеристики одной марки материала и одного вида полуфабриката значение γ является величиной неизменной. В отличие от γ , коэффициент вариации ограниченных по объему выборок v будет постоянно меняться по мере накопления статистических данных и формирования условной генеральной совокупности.

В качестве гипотезы при переходе от термина «ограниченная выборка» к термину «условная генеральная совокупность» можно утверждать, что совокупность значений не является «условной генеральной совокупностью» до тех пор, пока увеличение объема данной выборки приводит к значимому изменению ее коэффициента вариации. Другими словами, совокупность данных, для которой любое ее дополнение новыми однородными экспериментальными данными не влияет на величину или на значимое изменение коэффициента вариации, можно считать условной генеральной совокупностью, т. е. если $v(n) \rightarrow \text{const}$, то $v \equiv \gamma$.

Под термином «условная генеральная совокупность» в данном случае понимается не гипотетическая генеральная совокупность в ее классическом определении, состоящая из бесконечного числа случайных событий, а совокупность значений конечного (хотя и достаточно большого) числа случайных событий ($>>100$).

Такое допущение при использовании термина «условная генеральная совокупность» вполне справедливо для механических характеристик прочности, подчиненных, как правило, нормальному закону распределения, поскольку выборки экспериментальных значений объемом >100 в большинстве случаев (особенно для металлических конструкционных материалов) при постепенном увеличении экспериментальных данных, а также при условии соблюдения технологий производства полуфабрикатов, изготовления образцов и т. д. позволяют утверждать об уменьшении дисперсии экспериментальных значений и их схождению к медиане.

При этом, как отмечалось ранее, а также в статье [20], важно, как именно формируется объединенная выборка или условная генеральная совокупность.

В первом случае такая совокупность (объединенная выборка) может формироваться только по результатам испытаний образцов из одного вида полуфабриката и одной марки материала.

Во втором случае объединенная выборка может быть сформирована по результатам испытаний одного вида полуфабриката, но по нескольким (в общем случае по n) маркам материала одного типа – например, для листов высокопрочных алюминиевых сплавов, плит из титана или стальных стержней.

В третьем, самом общем случае объединенная выборка может быть сформирована вне зависимости от вида полуфабриката и марки материала и будет содержать экспериментальные значения только по одному типу конструкционного материала. Примеры формирования объединенных совокупностей для первого, второго и третьего случаев с определением основных статистических параметров таких выборок выполнены автором для некоторых типов материалов в работе [18].

Можно предположить, что для любых конструкционных материалов коэффициент вариации объединенной выборки третьего типа будет значительно больше, чем коэффициент вариации для объединенной выборки второго типа, а коэффициент вариации объединенной выборки второго типа в свою очередь будет больше коэффициента вариации для объединенной выборки первого типа при условии стабильно высокого качества производства полуфабрикатов, изготовления образцов, проведения испытаний и т. д.

Для рассматриваемого примера типовые зависимости коэффициента вариации выборок экспериментальных значений предела прочности при растяжении образцов из алюминиевых и титановых сплавов и сталей, объединенных по указанным типам, представлены на рис. 1.

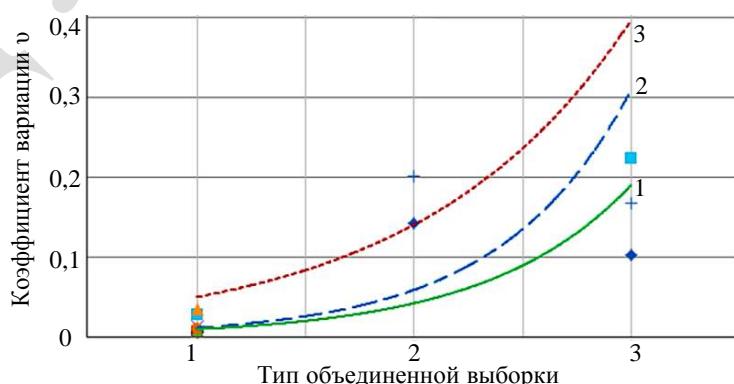


Рис. 1. Зависимость коэффициента вариации для трех типов объединенных выборок экспериментальных значений предела прочности при растяжении образцов для алюминиевых (1), титановых (2) сплавов и сталей (3)

Из выражений (1) и (2) следует, что чем больше коэффициент вариации условной генеральной совокупности γ или ν для объединенной выборки, тем больше будет и минимальный объем выборки для оценки среднего значения.

Для определения объема минимальной выборки (выборки, необходимой и достаточной для обоснованной оценки уровня свойств заданной характеристики) предпочтительно иметь достаточно статистических данных, объединяющих экспериментальные данные по первому типу, но, как правило, объем экспериментальных данных таких выборок (по каждому виду полуфабриката отдельной марки материала) весьма ограничен, в то время как объем выборок, объединенных по второму и/или третьему типу будет значительным и может быть получен простым объединением достаточно большого количества экспериментальных данных для одного типа материала.

С одной стороны, второй и тем более третий тип объединения данных (по сравнению с первым типом) из-за более высоких значений коэффициента вариации дадут заведомо завышенные объемы минимальных выборок, но, с другой стороны, увеличение объемов выборок позволит более точно оценить параметры распределений, а соответственно, и уровни значений заданных характеристик. Более высокие объемы минимальных выборок также будут способствовать более быстрому формированию условной генеральной совокупности для того или иного материала по первому типу, что в дальнейшем должно способствовать уменьшению коэффициента вариации и объема минимальных выборок без потери точности и надежности при определении статистических оценок уровней значений характеристик материала.

В данном случае минимальные объемы выборок для оценки начальных моментов распределения значений предела прочности при растяжении определены по ранее полученным автором в работе [18] коэффициентам вариации:

- для выборок, сформированных по первому типу, т. е. по каждой марке материала (тип полуфабриката – лист), для алюминиевых сплавов Д16, АК4-1ч., 1163-РДТВ, В-1480; сталей ВНС72-Ш, 03Х11Н10М2Т, а также ряда титановых сплавов ВТ6, ВТ8, ВТ23 и ВТ43 (табл. 1);
- для выборок, сформированных по второму типу для разных марок материалов одного типа (для алюминиевых и титановых сплавов, сталей), но для одного типа полуфабриката – лист (табл. 2);
- для объединенных выборок, сформированных по третьему типу, для основных конструкционных материалов – алюминиевых сплавов, сталей и титановых сплавов (табл. 3).

Таблица 1

Коэффициенты вариации предела прочности при растяжении для различных марок материалов (полуфабрикат – лист)

Тип материала	Марка материала	Направление вырезки образцов	Коэффициент вариации ν (тип I)
Алюминиевые сплавы	Д16	Д	0,005
	АК4-1ч.	Д	0,005
	1163-РДТВ	Д	0,008
		П	0,012
	В-1480	Д	0,007
		П	0,009
Стали	ВНС72-Ш	Д	0,028
	03Х11Н10М2Т	Д	0,034
Титановые сплавы	ВТ6	Д	0,006
	ВТ8	Д	0,008
	ВТ23	Д	0,007
	ВТ43	Д	0,005

Таблица 2

Коэффициенты вариации предела прочности при растяжении различных типов материалов (полуфабрикат – лист)

Тип материала	Количество марок материала	Объем выборки	Коэффициент вариации υ (тип II)
Алюминиевые сплавы	7	529	0,143
Стали	4	44	0,442
Титановые сплавы	9	110	0,202

Таблица 3

Коэффициенты вариации предела прочности при растяжении различных видов полуфабрикатов и конструкционных материалов

Тип материала	Количество марок материала	Объем выборки	Коэффициент вариации υ (тип III)
Алюминиевые сплавы	8	799	0,103
Стали	26	310	0,224
Титановые сплавы	18	555	0,167

При определении в соответствии с выражением (2) минимального объема выборок n_a для оценки первого начального момента распределения значений предела прочности при растяжении в качестве коэффициента вариации объединенных выборок использованы приближенные значения коэффициента вариации для третьего типа в соответствии с зависимостями, представленными на рис. 1: 0,2 – для алюминиевых сплавов; 0,3 – для титановых сплавов; 0,4 – для сталей.

Значения максимальных относительных ошибок Δ_a определяли для высокой точности как $0,25\upsilon$. Значения квантилей распределения Стьюдента ($t_{\alpha, k}$) для уровня значимости $\alpha = 0,1$ ($P = 95\%$) и числа степеней свободы $k = n-1$ определяли из справочных таблиц.

При оценке минимального объема выборки важным является количество образцов или объем выборки, на основе которой проведен предварительный статистический анализ данных, т. е. важно, на каком начальном объеме выборки экспериментальных данных получен коэффициент вариации.

Большинство экспериментальных данных для предварительной оценки предела прочности при растяжении формируется, как правило, по результатам испытаний от 5 до 10 стандартных образцов одной партии.

При увеличении количества испытаний образцов одной партии (полуфабриката) точность (уменьшение ошибки Δ_a) оценок начальных моментов распределения значений характеристик должна увеличиваться за счет уменьшения коэффициента вариации. Следовательно, будет сокращаться и минимальный объем выборок, необходимый для оценки начальных моментов. Но необходимо иметь в виду, что при увеличении объема испытаний различных партий, наоборот, будет происходить увеличение коэффициента вариации и, соответственно, увеличение необходимого минимального объема выборок.

В качестве примера на рис. 2 приведены зависимости минимального объема выборок для оценки математического ожидания предела прочности при растяжении алюминиевых сплавов от коэффициента вариации υ , относительной ошибки Δ_a и уровня значимости α . Для примера, показанного на рис. 2, коэффициенты вариации υ определены по результатам испытаний выборок из 5 стандартных образцов.

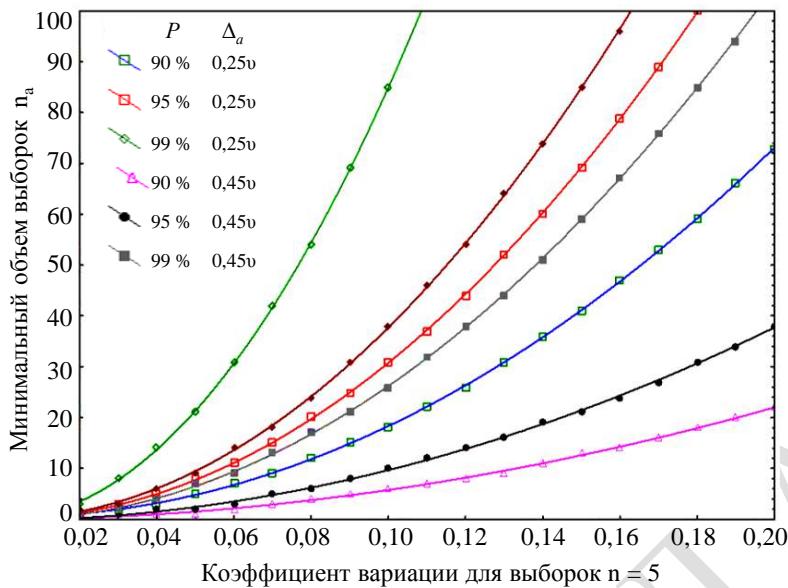


Рис. 2. Пример зависимости минимального объема выборок для оценки математического ожидания от коэффициента вариации v , относительной ошибки Δ_a и уровня значимости α

Для обеспечения заданной точности оценки первого начального момента распределения выборки – математического ожидания при заданных: коэффициенте вариации (табл. 3), максимальной ошибке Δ_a и уровне значимости $\alpha = 0,1$ (квантиль $Z_{0,95} = 1,645$), согласно выражениям (1) и (2), определяем минимальные объемы выборок n_a :

- для алюминиевых сплавов

$$\text{для } \Delta_a = 0,05, n_a = \left(\frac{0,103 \cdot 1,645}{0,05} \right)^2 = 11;$$

– для титановых сплавов

$$\text{для } \Delta_a = 0,075, n_a = \left(\frac{0,167 \cdot 1,645}{0,075} \right)^2 = 13;$$

– для сталей

$$\text{для } \Delta_a = 0,1, n_a = \left(\frac{0,224 \cdot 1,645}{0,1} \right)^2 = 14.$$

В качестве примера для определения минимальных объемов выборок по объединенным выборкам второго типа (рис. 1) для уровня значимости $\alpha = 0,1$ итерационно подбираем значение n по заданным значениям Δ_a и в соответствии с уравнением (2) получаем n_a :

– для алюминиевых сплавов

$$\Delta_a = \frac{0,045}{\sqrt{5}} 2,132 = 0,043 < 0,05 \rightarrow n_a = 5;$$

– для титановых сплавов

$$\Delta_a = \frac{0,06}{\sqrt{4}} 2,353 = 0,049 < 0,075 \rightarrow n_a = 4;$$

– для сталей

$$\Delta_a = \frac{0,14}{\sqrt{8}} 1,895 = 0,094 < 0,1 \rightarrow n_a = 8.$$

Для определения минимального объема выборки n_σ , необходимого для оценки второго начального момента распределения выборки рассматриваемой случайной величины, задаваясь величиной максимальной относительной ошибки $\Delta_\sigma = 0,15$ (высокая точность), в первую очередь определяем левую часть равенства (3), а затем для различных степеней свободы $k = n-1$ вычисляем отношения $\frac{\chi_{a/2}^2}{\chi_{0,5}^2}$, из которых выбираем такое минимальное значение k , при котором выполняется условие

$$\left[(1 + \Delta_\sigma)^2 - \frac{\chi_{a/2}^2}{\chi_{0,5}^2} \right] \rightarrow |min|.$$

Приближенные значения распределения Пирсона (χ^2) определяем через квантили нормального распределения $z_{1-\alpha}$

$$\chi_{a/2}^2 \approx k \left(1 - \frac{2}{9k} + z_{1-\alpha/2} \sqrt{\frac{2}{9k}} \right)^3. \quad (4)$$

Для уровня значимости $\alpha = 0,1$ (квантиль $z_{0,95} = 1,645$), согласно выражению (4), получаем

$$\chi_{0,05}^2 = k \left(1 - \frac{2}{9k} + 1,645 \sqrt{\frac{2}{9k}} \right)^3 \text{ и } \chi_{0,5}^2 = k \left(1 - \frac{2}{9k} \right)^3,$$

принимая $\lambda = 1 - \frac{2}{9k}$, имеем условие

$$(1 + \Delta_\sigma)^2 - \left(\frac{\lambda + 1,645 \sqrt{1-\lambda}}{\lambda} \right)^3 \rightarrow |min|. \quad (5)$$

В соответствии с выражением (5) минимальный объем выборки для оценки СКО в зависимости от величины допустимой максимальной относительной ошибки Δ_σ представлен в табл. 4 и на рис. 3.

Таблица 4

Минимальные объемы выборок (n_σ) для оценки среднего квадратического отклонения в зависимости от заданной точности и уровня вероятности P

Δ_σ	n_σ		Точность оценки
	$P = 95\%, \alpha = 0,1$ (квантиль $z_{1-\alpha/2} = 1,645$)	$P = 99\%, \alpha = 0,01$ (квантиль $z_{1-\alpha/2} = 3,09$)	
0,10	141	494	Высокая
0,15	65	224	
0,20	37	128	
0,25	25	84	
0,30	18	60	Средняя
0,35	14	45	
0,40	11	35	
0,45	9	28	
0,50	8	23	Низкая

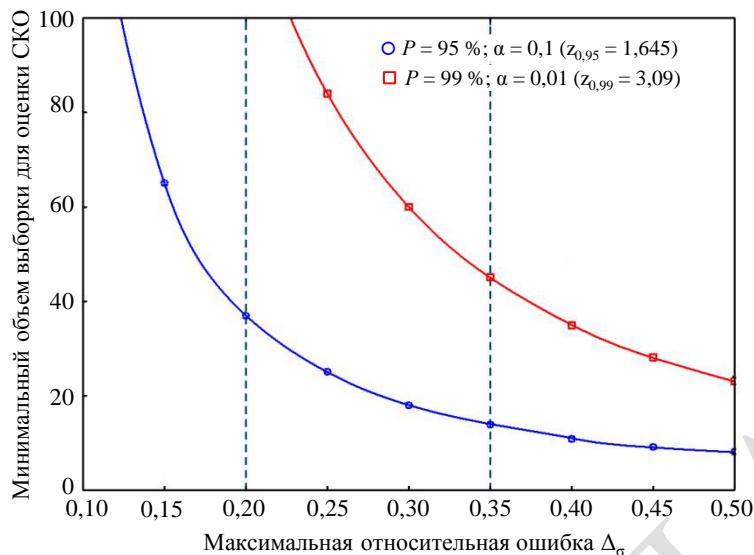


Рис. 3. Зависимости минимальных объемов выборки для оценки среднего квадратического отклонения (СКО) для заданной точности и уровней вероятности P

Таблица 5

Минимальный объем выборки для оценки начальных моментов распределения значений предела прочности при растяжении для различных материалов

Тип материала	Минимальный объем выборки, шт. ($P = 95\%$, $\Delta_a = 0,25$, $\Delta_\sigma = 0,15$)	
	n_a	n_σ
Алюминиевые сплавы	11	
Стали	13	65
Титановые сплавы	14	

Минимальные объемы выборок для одновременной оценки начальных моментов распределения значений математического ожидания и СКО для предела прочности при растяжении при температуре 20 °C для рассматриваемых конструкционных материалов представлены для высокой точности оценок Δ_a и Δ_σ в табл. 5. Как указано ранее, для одновременного получения оценок математического ожидания и СКО из двух объемов выборок n_a и n_σ следует выбрать наибольшее значение.

Заключения

Уровень и точность получаемых оценок характеристик конструкционных материалов во многом зависят от объема анализируемых выборок экспериментальных данных. Но кроме объема выборок экспериментальных данных для корректной и обоснованной оценки уровней значений характеристик конструкционных материалов необходимо учитывать то, как именно формируются условные генеральные совокупности (объединенные выборки) экспериментальных данных.

Минимальные объемы выборок для оценки начальных моментов распределения математического ожидания и СКО для предела прочности при растяжении рассматриваемых типов конструкционных материалов существенно зависят от требований к точности и от надежности (уровня значимости) получаемых оценок. Минимальные объемы выборок должны определяться для конкретной характеристики, марки материала и вида полуфабриката, для того чтобы в условиях ограниченного объема испытаний более точно (с заданной вероятностью) и с минимальными

затратами оценить параметры закона распределения, а затем на их основе получить максимальные гарантированные значения оценок уровней свойств конструкционных материалов.

При оценке математического ожидания или первого начального момента распределения (кроме точности и надежности) минимальный объем выборки будет существенно зависеть как от коэффициента вариации объединенной выборки (условной генеральной совокупности), так и от коэффициента вариации выборки, по которой проводился предварительный статистический анализ экспериментальных данных для заданной характеристики. Минимальный объем выборки для оценки начальных моментов или параметров распределения характеристик прочности также будет зависеть и от того, какой из начальных моментов требуется оценить – математическое ожидание или СКО. Для одновременного получения оценок математического ожидания и СКО из двух объемов выборок n_a и n_σ следует выбрать наибольший из них.

В данной статье сформулирована гипотеза существования условной генеральной совокупности, т. е. для характеристики любого конструкционного материала и вида полуфабриката существует такая совокупность экспериментальных данных (объем выборки), для которой любое ее дополнение новыми однородными экспериментальными данными не влияет на изменение коэффициента вариации данной выборки, а соответственно, и на уровень оценок параметров распределений, получаемых по данной выборке.

Библиографический список

1. Каблов Е.Н. Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года // Авиационные материалы и технологии. 2012. № S. С. 7–17.
2. Каблов Е.Н., Подживотов Н.Ю., Луценко А.Н. О необходимости создания единого информационно-аналитического центра авиационных материалов РФ // Проблемы машиностроения и автоматизации. 2019. № 3. С. 28–34.
3. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. № 1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
4. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения – основа инноваций, технологического лидерства и национальной безопасности России // Интеллект и технологии. 2016. № 2 (14). С. 16–21.
5. Каблов Е.Н. Маркетинг материаловедения, авиастроения и промышленности: настоящее и будущее // Директор по маркетингу и сбыту. 2017. № 5–6. С. 40–44.
6. Гриневич А.В., Луценко А.Н., Каримова С.А. Расчетные характеристики металлических материалов с учетом влажности // Труды ВИАМ. 2014. № 7. Ст. 10. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 07.12.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-7-10-10.
7. Подживотов Н.Ю., Ерасов В.С., Орешко Е.И. О методах оценки статической прочности материалов, полученных с помощью аддитивных технологических процессов // Комментарии к стандартам, ТУ, сертификатам: приложение к журналу «Все материалы. Энциклопедический справочник». 2017. № 10. С. 54–60.
8. Каблов Е.Н., Гриневич А.В., Ерасов В.С. Характеристики прочности металлических авиационных материалов и их расчетные значения // 75 лет. Авиационные материалы. Избранные труды «ВИАМ» 1932–2007. М.: ВИАМ, 2007. С. 370–379.
9. Коновалов В.В., Дубинский С.В., Макаров А.Д., Доценко А.М. Исследование корреляционных зависимостей между механическими свойствами авиационных материалов // Авиационные материалы и технологии. 2018. № 2 (51). С. 40–46. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-2-40-46.

10. Яковлев Н.О., Гриневич Д.В., Мазалов П.Б. Математическое моделирование напряженно-деформированного состояния при сжатии сетчатой конструкции, синтезированной методом селективного лазерного сплавления // Вестник Московского государственного технического университета им. Н.Э. Баумана. Сер.: Естественные науки. 2018. № 6 (81). С. 113–127.
11. Махсидов В.В., Яковлев Н.О., Ильичев А.В., Шиёнок А.М., Фирсов Л.Л. Определение деформации материала конструкции из ПКМ с помощью интегрированных оптоволоконных сенсоров // Механика композиционных материалов и конструкций. 2016. Т. 22. № 3. С. 402–413.
12. Яковлев Н.О., Гуляев А.И., Крылов В.Д., Шуртаков С.В. Микроструктура и свойства конструкционных композиционных материалов при испытании на статическую межслоевую трещиностойкость // Новости материаловедения. Наука и техника. 2016. № 1 (19). Ст. 09. URL: <http://www.materialsnews.ru> (дата обращения: 07.12.2020).
13. Дмитриенко Ю.И., Губарева Е.А., Сборщиков С.В., Ерасов В.С., Яковлев Н.О. Численное моделирование и экспериментальное исследование деформирования упругопластических пластин при смятии // Математическое моделирование и численные методы. 2015. № 1 (5). С. 67–82.
14. Орешко Е.И., Ерасов В.С., Гриневич Д.В., Шершак П.В. Обзор критериев прочности материалов // Труды ВИАМ. 2019. № 9 (81). Ст. 12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 07.12.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-9-108-126.
15. Орешко Е.И., Ерасов В.С., Ястребов А.С. Прогнозирование прочностных и деформационных характеристик материалов при испытаниях на растяжение и ползучесть // Материаловедение. 2019. № 2. С. 3–8.
16. Яковлев Н.О., Ерасов В.С., Петрова А.П. Сравнение нормативных баз различных стран по испытанию клеевых соединений материалов // Все материалы. Энциклопедический справочник. 2014. № 7. С. 2–8.
17. Яковлев Н.О., Ерасов В.С., Сентюрин Е.Г., Харитонов Г.М. Комплекс методик оценки физико-механических характеристик органических стекол с учетом влияния высокоэластической деформации // Все материалы. Энциклопедический справочник. 2013. № 10. С. 6–11.
18. Подживотов Н.Ю. Об оптимизации подхода к обоснованию минимального объема испытаний авиационных конструкционных материалов // Все материалы. Энциклопедический справочник. 2021. № 1. С. 28–35.
19. Степнов М.Н. Статистические методы обработки результатов механических испытаний: справочник. М.: Машиностроение, 1985. 232 с.
20. Подживотов Н.Ю. Экспресс-метод сравнительной оценки уровней свойств материалов // Труды ВИАМ. 2019. № 10 (82). Ст. 11. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 07.12.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-10-111-124.

УДК 620.179.

И.С. Краснов¹, Д.С. Ложкова¹, М.А. Далин¹

ОЦЕНКА ДЕФЕКТНОСТИ ЗАГОТОВОК ИЗ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ ДЛЯ ВЕРОЯТНОСТНОГО РАСЧЕТА РИСКА РАЗРУШЕНИЯ ДИСКОВ ГАЗОТУРБИННЫХ ДВИГАТЕЛЕЙ В ЭКСПЛУАТАЦИИ

DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-115-122

Рассмотрены вопросы построения распределения частот и размеров дефектов в полуфабрикатах и заготовках дисков ГТД из титановых сплавов для случая отсутствия статистической информации о выявленных при неразрушающем контроле дефектах. Предложен способ проведения оценки дефектности материала, учитывающий индивидуальные схемы сканирования при ультразвуковом контроле. Приведен математический аппарат, позволяющий провести численную оценку дефектности для заготовок и полуфабрикатов деталей из титановых сплавов.

Ключевые слова: дефектность, допустимые повреждения, ГТД, титановый сплав, основные детали двигателя.

I.S. Krasnov¹, D.S. Lozhkova¹, M.A. Dalin¹

EVALUATION OF DEFICIENCY OF TITANIUM ALLOY FORGINGS FOR PROBABILISTIC CALCULATION OF GAS TURBINE ENGINE DISKS FRACTURE RISK

The paper observes the issues of calculation of anomalous distribution of frequencies and sizes of defects in titanium alloy billets and forgings for gas turbine engine disks, for the case of absence of statistical information of defects detected during non-destructive testing. Deficiency evaluation method is proposed, taking into account individual scanning schemes at ultrasonic testing. A mathematical apparatus is given, which makes it possible to numerically evaluate deficiency for titanium alloy billets and disks for gas turbine engine.

Keywords: deficiency, damage tolerance, gas turbine engine, titanium alloy, engine critical parts.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

Раздел современных авиационных правил «Рекомендательный циркуляр. Авиационные правила» РЦ АП-33.70-1 [1], содержащий требования к установлению ресурса основных деталей авиационных двигателей, предписывает, в дополнение к традиционному методу, также подтверждать назначенный ресурс с использованием метода, основанного на модели допустимости повреждений. Этот метод учитывает вероятность разрушения детали из-за дефектов, в том числе внутренних металлургических дефектов материала, образовавшихся в процессе изготовления заготовки. Для вероятностного расчета безопасного ресурса основных деталей газотурбинных двигателей (ГТД) по критерию допустимости повреждений, Юго-западным исследовательским институтом (Southwest Research Institute, США) разработано специализированное программное

обеспечение DARWIN. Дефектность материала детали (в виде графика распределения размеров и частот появления дефектов) является входным параметром при расчете безопасного ресурса в программе DARWIN наряду с данными о физических и механических свойствах материала во всем диапазоне рабочих температур, 3D-моделью детали, режимами ее нагружения в полетном цикле [2].

Дефектность – ожидаемое количество дефектов, в том числе металлургического происхождения, в единице массы материала, как функция размеров этих дефектов. В настоящее время графики распределения получены только для зарубежных титановых сплавов, изготавливаемых по технологиям тройного вакуумно-дугового переплава или плавки с холодным подом, что учтено в РЦ АП-33.70-1. Из-за отсутствия информации о дефектности материала применение вероятностного подхода к установлению ресурса с использованием программы DARWIN для основных деталей ГТД из других материалов невозможно, а промежуточные подходы, допустимые в РЦ АП-33.70-1, дают заведомо заниженные значения ресурса. Таким образом, получение статистически обоснованной численной оценки дефектности материалов основных деталей ГТД, изготавливаемых из титановых, жаропрочных никелевых сплавов и сталей [3–10], является крайне важной задачей, способной повысить конкурентоспособность новых отечественных ГТД, предназначенных для гражданской авиации.

Во ФГУП «ВИАМ» ранее разработаны подходы [11,12], которые выбраны в качестве основных при проведении оценки дефектности. Приведенные в работе [11] алгоритмы оценки дефектности заготовок дисков ГТД из титановых сплавов также предусматривают порядок действий для случая отсутствия выявленных дефектов в известном количестве проконтролированных заготовок, что является наиболее распространенным случаем в условиях отечественного производства полуфабрикатов основных деталей ГТД из титанового сплава. Так, предложено рассчитывать вероятность появления дефекта в единице массы материала как параметр генеральной совокупности P биномиального распределения, поэтому дальнейший расчет по построению графика дефектности проводился дискретно, с разбиением области размеров дефектов на участки, каждый из которых характеризовался определенным значением вероятности обнаружения дефекта. Недостатком такого подхода является некоторая зависимость получаемого результата от выбранного количества участков разбиения и диапазона области размеров дефектов (в работе [11] диапазон выбирался аналогично графикам, приведенным в FAA-AC 33.14-1 [13]), что является источником погрешности получаемых результатов.

В данной работе предложен алгоритм, позволяющий строить графики дефектности для титановых сплавов с большей точностью, без разбиения на участки.

Подходы к определению дефектности

Рассматривая вероятность наличия дефекта в единице массы материала как бинарное событие, в алгоритм вносится допущение: в одной единице массы материала может быть несколько дефектов, вероятность чего должна быть учтена. Поэтому для более точной оценки необходимо выбирать как можно меньшую единицу массы материала таким образом, чтобы полученное число P получалось значительно меньше единицы. Таким образом, если вероятность появления одного дефекта в единице массы материала будет иметь порядок 10^{-5} – 10^{-6} , вероятность появления второго дефекта будет, соответственно, на 5 и более порядков ниже, что не внесет существенной ошибки в итоговый результат.

В процессе контроля могут применяться различные методы, охарактеризованные своими графиками вероятности обнаружения, каждый единичный объем материала

детали может быть проконтролирован одним или несколькими методами контроля или же не проконтролирован вовсе (например, «мертвые» зоны при ультразвуковом контроле). В связи с этим следующим этапом разработанного алгоритма является определение средневзвешенной функции вероятности обнаружения $POD(a)$, которая характеризует вероятность обнаружения дефекта размера a в материале, проконтролированном всеми методами и способами, предусмотренными технологией неразрушающего контроля (НК).

Весь объем материала можно условно разделить на n зон, каждая из которых контролируется по индивидуальной схеме сканирования, с собственными показателями вероятности обнаружения $POD_n(a)$. Так, на рис. 1 приведен эскиз детали, на котором показаны зоны, проконтролированные по различным схемам. Вследствие проведения контроля по различным схемам, основные параметры выявляемости дефектов, установленные по графикам $POD(a)$ в различных зонах заготовки, существенно отличаются. Под основными параметрами выявляемости рассматриваются параметры, указанные в ГОСТ Р 58989–2020 [14]: вероятности обнаружения дефектов заданного размера и/или размера дефекта, выявляемого с вероятностью 50 % (a_{50}), 90 % (a_{90}), 95 % (a_{95}) при доверительной вероятности 50 %, а также размера дефекта, выявляемого с вероятностью 90 % при доверительной вероятности 95 % ($a_{90/95}$).

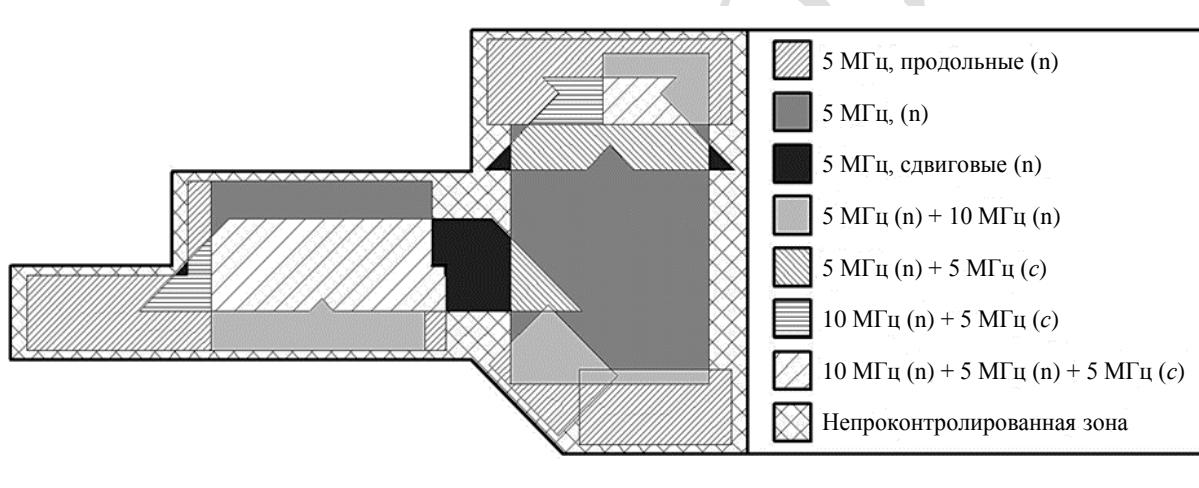


Рис. 1. Схематичное изображение сечения полуфабриката с наложенными индивидуальными зонами контроля

Отличие в показателях, с одной стороны, может быть объяснено тем, что в различных зонах контролируемого полуфабриката направление линий течений зерна, вдоль которых в большинстве случаев ориентирован наибольший размер дефекта, может существенно отличаться и тем самым влиять на общую картину выявляемости. С другой стороны, в различных зонах объекта контроля из-за геометрических особенностей, а также из-за требований к полноте контроля могут быть использованы различные схемы сканирования. Например, одна область может быть проконтролирована только с использованием преобразователя (ПЭП) с центральной частотой 10 МГц с вводом в объект контроля продольных ультразвуковых колебаний, а другая – с использованием ПЭП на 5 МГц с вводом продольных и сдвиговых волн, а также ПЭП на 10 МГц с вводом продольных волн. Поэтому при определении средневзвешенной функции вероятности обнаружения $POD_n(a)$ необходимо учитывать вклад в итоговый параметр каждой зависимости $POD(a)$ с учетом индивидуальных схем контроля.

Определение $POD_n(a)$ для каждой зоны с индивидуальной схемой сканирования подробно рассмотрено в работе [15].

Принимая вероятность обнаружения дефекта в непроконтролированном объеме материала равной нулю, средневзвешенная функция $POD(a)$ определяется как

$$POD(a) = \frac{M_1 \cdot POD_1(a) + M_2 \cdot POD_2(a) + \dots + M_n \cdot POD_n(a)}{M_1 + M_2 + \dots + M_n + M_0}, \quad (1)$$

где $POD_1(a) \dots POD_n(a)$ – вероятность обнаружения дефекта размера a в зонах 1...n; $M_1 \dots M_n$ – количество единиц материала, проконтролированного по схеме контроля с вероятностью обнаружения $POD_1(a) \dots POD_n(a)$; M_0 – количество единиц непроконтролированного материала.

Дефектность материала для целей оценки допустимой повреждаемости, в том числе и для расчета в программе DARWIN, принято представлять в виде графика кумулятивной функции $E(a)$, характеризующего ожидаемое количество дефектов с размером больше a в единице массы материала детали, оставшихся после НК. После того как будет рассчитана средневзвешенная функция вероятности обнаружения, дефектность материала $E(a)$ можно определить на основе изначальной дефектности $E_{изн}(a)$, которая представляет собой график, характеризующий ожидаемое количество дефектов с размером больше a в единице массы материала заготовки, которые содержатся в ней до того, как она попадет на НК. Определив изначальную дефектность, т. е. содержание дефектов до проведения НК, и вероятность обнаружения дефектов при НК, можно найти дефектность материала детали (количество пропущенных дефектов) и количество выявленных дефектов. Однако в большинстве случаев график $E_{изн}(a)$ отсутствует.

В работе [16] сделано предположение, что график $E_{изн}(a)$ в двойных логарифмических координатах представляет собой прямую, которая может быть задана однозначно двумя параметрами – наклоном Slope и положением по вертикали scale factor (SF):

$$E_{изн}(a) = SF \cdot 10^{-Slope \log(a)} = SF \cdot a^{-Slope}. \quad (2)$$

Эти параметры определены на основе анализа данных о выявленных газонасыщенных включениях за продолжительное время, приведенных в базах данных JETQC и DPD-3D. Следует отметить, что в США за несколько лет на заводах даже в биллетах и дисках тройного переплава и плавки с холодным подом при ультразвуковом контроле выявлено несколько десятков дефектов, так что определение параметров графика $E_{изн}(a)$ проводилось на пригодных для обработки статистических данных. Анализируя графики дефектности титановых сплавов, приведенные в работе [16], отмечено, что в зависимости от года производства и применяемой технологии получения слитка, у графика изначальной дефектности меняется только параметр SF, а наклон Slope остается приблизительно одинаковым. Пример графиков изначальной дефектности из работы [16], построенных для различных способов изготовления и состояний деформации, приведен на рис. 2.

Следует отметить, что параметр SF, полученный изначально по результатам анализа баз данных о выявленных при ультразвуковом контроле дефектах, откорректирован с учетом данных по имевшейся статистике событий, связанных с металлургическими дефектами в титановых дисках при коммерческой эксплуатации двигателей, в то время как параметр Slope признан правильным и не изменялся, в связи с чем отсутствуют основания предполагать, что он не подходит для российских титановых сплавов.

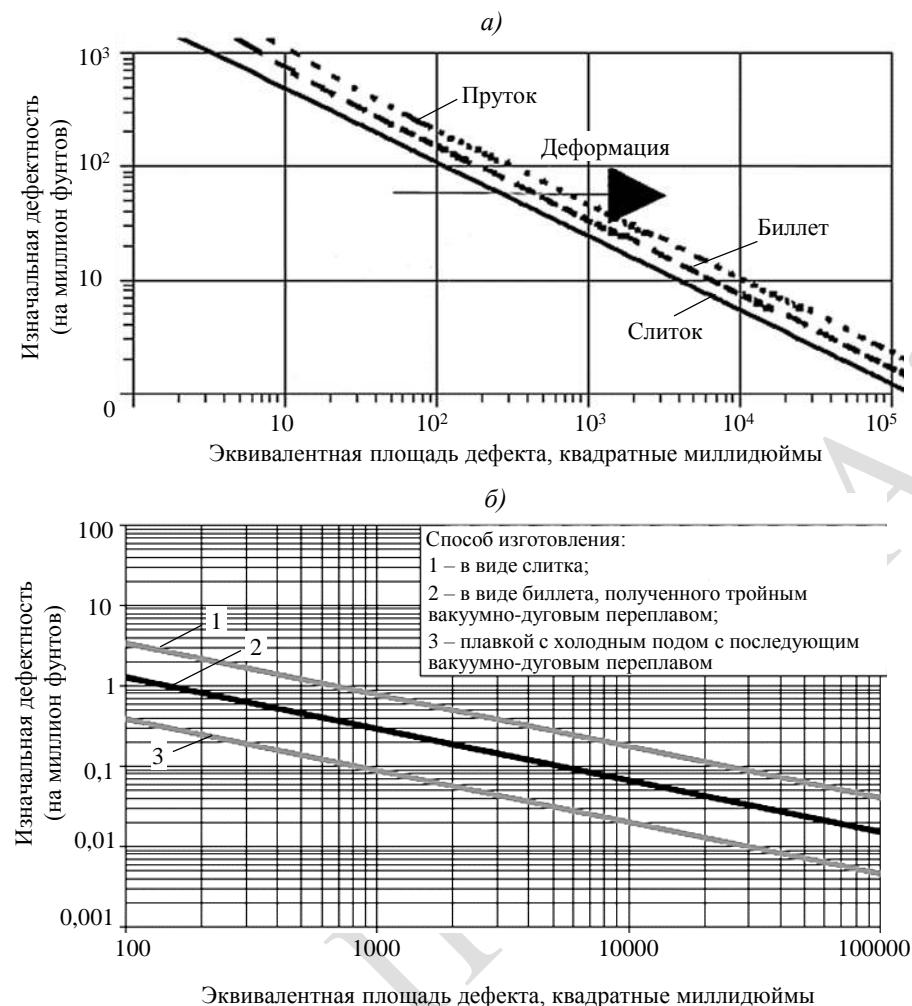


Рис. 2. Сравнительные графики изначальной дефектности из работы [16] для различных состояний деформации (*а*) и разных способов изготовления заготовок (*б*)

На основании этого сделано допущение, что параметр Slope известен и равен соответствующему параметру у зарубежных сплавов. Дальнейший расчет был направлен на определение величины SF при известном объеме проконтролированного материала и количества выявленных дефектов в нем.

Значения изначальной дефектности $E_{изн}(a)$ и количество дефектов, выявленных при ультразвуковом контроле в единице массы материала заготовки с размером больше a , $N_{выявл}(a)$ связаны между собой через вероятность обнаружения POD(a) – график, характеризующий вероятность обнаружить дефект размером a применяемым методом НК. Вычислить количество выявленных дефектов $N_{выявл}(a)$, перемножив POD(a) и $E_{изн}(a)$, невозможно, так как POD(a) не является такой же обратной кумулятивной функцией. Поэтому для вычислений ввели функцию $\frac{dE_{изн}(a)}{da}$, характеризующую плотность вероятности наличия в единице объема материала дефекта размером a . Плотность вероятности обнаружить дефект размером a , в результате проведения контроля единицы объема материала, будет являться произведением плотности вероятности наличия в единице объема материала дефекта размером a на вероятность обнаружения дефекта размера a , характеризующую данную технологию НК:

$$\frac{dN_{\text{выявл}}(a)}{da} = \text{POD}_{\text{общ}}(a) \cdot \frac{dE_{\text{изн}}(a)}{da}. \quad (3)$$

Подставив $E_{\text{изн}}(a)$ из выражения (2) и взяв производную функции $\frac{dE_{\text{изн}}(a)}{da}$, получаем

$$\frac{dN_{\text{выявл}}(a)}{da} = \text{POD}_{\text{общ}}(a) \cdot (-SF \cdot \text{Slope} \cdot a^{-\text{Slope}-1}). \quad (4)$$

Проинтегрировав обе части выражения (4), получаем

$$N_{\text{выявл}}(a) = SF \cdot \int_{\infty}^a \text{POD}_{\text{общ}}(x) \cdot (-\text{Slope} \cdot x^{-\text{Slope}-1}) dx, \quad (5)$$

$$SF = \frac{N_{\text{выявл}}(a)}{\int_{\infty}^a \text{POD}_{\text{общ}}(x) \cdot (-\text{Slope} \cdot x^{-\text{Slope}-1}) dx}. \quad (6)$$

В работе [10] вероятность появления дефекта Р в единице массы материала детали принималась равной верхней границе доверительного интервала биномиального распределения с доверительной вероятностью $\varepsilon = 0,5$, которая может быть выражена через квантили распределения Фишера:

$$P = \frac{(k+1)}{k+1 + (M-k)F_{2(M-k), 2(k+1), (\frac{\varepsilon}{2})}}, \quad (7)$$

где Р – верхняя граница доверительного интервала; М – объем выборки; k – число благоприятных исходов (выявленных дефектов); $F_{2(M-k), 2(k+1), (\frac{\varepsilon}{2})}$ – квантиль уровня $\alpha = \varepsilon/2$ распределения

Фишера со степенями свободы $f = 2(M - k)$ и $g = 2(k + 1)$; Р является ожидаемым количеством выявленных дефектов всех размеров в расчете на единицу массы материала, что означает $N_{\text{выявл}}(0) = P$, и в свою очередь выражение (6) преобразуется следующим образом:

$$SF = \frac{P}{\int_{\infty}^a \text{POD}_{\text{общ}}(x) \cdot (-\text{Slope} \cdot x^{-\text{Slope}-1}) dx}. \quad (8)$$

С пределами интегрирования, указанными в выражении (8), интеграл в знаменателе, вероятно, не сходится в нуле. Во всяком случае, ни численного, ни аналитического решения получить не удалось. Однако установлено, что при значениях a менее 1 mm^2 значение подынтегральной функции очень мало (выявить такие дефекты практически невозможно), так что существенной разницы в результате при выборе верхнего предела интегрирования равным 1 mm^2 или $0,1 \text{ mm}^2$ нет. Верхний предел интегрирования выбран равным $0,16 \text{ mm}^2$ (100 квадратных миллидюймов), что соответствует минимальному значению размеров дефектов, приведенному на графиках дефектности в работе [13] и используемому в программе DARWIN, – специализированном программном обеспечении для расчета рисков разрушения деталей в эксплуатации. Можно предположить, что влияние дефектов меньшего размера на вероятность разрушения диска в эксплуатации ничтожно мало и может не учитываться. Исходя из этого:

$$SF = \frac{P}{\int_{0,16}^{\infty} POD_{общ}(x) \cdot (-Slope \cdot x^{-Slope-1}) dx}. \quad (9)$$

Таким образом, на основе рассчитанного значения из выражений (7) и (2) однозначным образом определяется значение функции $E_{изн}(a)$.

Дефектность материала заготовки $E(a)$, т. е. количество пропущенных при НК дефектов размера a в одном килограмме материала, может быть определена аналогично выражению (3):

$$\frac{dE(a)}{da} = \frac{dE_{изн}(a)}{da} \cdot (1 - POD(a)). \quad (10)$$

Таким образом, итоговая формула для расчета дефектности материала

$$E(a) = -Slope \cdot SF \cdot \int_{0,16}^a (1 - POD(x)) \cdot x^{-Slope-1} dx. \quad (11)$$

Заключения

Предложен способ построения непрерывных графиков распределения частот и размеров дефектов для заготовок дисков основных деталей ГТД из титановых сплавов для возможности использования метода расчета ресурса, основанного на модели допустимости повреждений. Способ учитывает влияние на итоговую зависимость вероятности обнаружения дефектов, возможности использования индивидуальных схем сканирования в различных областях заготовки, а также отсутствие необходимой статистической информации по выявленным дефектам в производстве заготовок дисков основных деталей ГТД из титановых сплавов. Приведен математический аппарат, позволяющий провести численную оценку дефектности для заготовок и полуфабрикатов деталей из титановых сплавов.

Библиографический список

- Методические материалы для реализации требований к основным деталям двигателя, ресурс которых устанавливается в циклах: РЦ АП-33.70-1 / Межгосударственный авиационный комитет. М.: Авиаиздат, 2012. 31 с.
- An Executive Update on the Turbine Rotor Material Design (TRMD) Program // 6th Annual FAA/Air Force/NASA/Navy Workshop on the Application of Probabilistic Methods to Gas Turbine Engines. 2003. 21 p.
- Kablov E.N. Chemistry in Aviation Materials Science // Russian Journal of General Chemistry. 2011. Vol. 81. No. 5. P. 967–969.
- Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Базылева О.А. Материалы для высокотеплонагруженных деталей газотурбинных двигателей // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер.: Машиностроение. 2011. № SP2. С. 13–19.
- Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. № 1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
- Каблов Е.Н. Материалы нового поколения – основа инноваций, технологического лидерства и национальной безопасности России // Интеллект и технологии. 2016. № 2 (14). С. 16–21.
- Ночевная Н.А. Перспективы и проблемы применения титановых сплавов // Авиационные материалы и технологии. 2007. № 1. С. 4–8.
- Бакрадзе М.М., Ломберг Б.С., Сидоров С.А., Бубнов М.В. Изготовление крупногабаритных штамповок дисков ГТД из слитков промышленного производства Ø320 мм сплава ЭК151-ИД // Труды ВИАМ. 2017. № 6 (54). Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 03.10.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-6-2-2.

9. Волков А.М., Востриков А.В., Бакрадзе М.М. Принципы создания и особенности легирования гранулируемых жаропрочных никелевых сплавов для дисков ГТД // Труды ВИАМ. 2016. № 8 (44). Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 03.10.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-8-2-2.
10. Антипов В.В. Перспективы развития алюминиевых, магниевых и титановых сплавов для изделий авиационно-космической техники // Авиационные материалы и технологии. 2017. № S. С. 186–194. DOI: 10.18577/2107-9140-2017-0-S-186-194.
11. Ложкова Д.С., Краснов И.С., Далин М.А. Оценка дефектности заготовок дисков ГТД из титановых сплавов // Контроль. Диагностика. 2016. № 7. С. 61–67.
12. Ложкова Д.С., Краснов И.С. Экспериментальные исследования по оценке дефектности сварных соединений основных деталей ГТД // Дефектоскопия. 2015. № 2. С. 10–16.
13. Damage Tolerance for High Energy Turbine Engine Rotors: FAA Advisory Circular AC 33.14-1. Washington: Department of Transportation, Federal Aviation Administration, 2001. 128 р.
14. ГОСТ Р 58989–2020. Двигатели газотурбинные авиационные. Неразрушающий контроль основных деталей. Общие требования. М.: Стандартинформ, 2020. 12 с.
15. Ложкова Д.С. Оценка вероятности обнаружения дефектов при автоматизированном иммерсионном ультразвуковом контроле полуфабрикатов из титановых сплавов с использованием математического моделирования: дис. ... канд. техн. наук. М.: МЭИ, 2018. 197 с.
16. The development of anomaly distributions for aircraft engine titanium disk alloys / American Institute of Aeronautics and Astronautics // AIAA Meeting Paper: 38th Structures, Structural Dynamic, and Materials Conference. 1997. URL: <https://arc.aiaa.org/doi/10.2514/6.1997-1068> (дата обращения: 02.03.2021). DOI: <https://doi.org/10.2514/6.1997-1068>.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

Фамилия, имя, отчество	Должность, ученая степень
<i>ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» ГНЦ РФ; e-mail: admin@viam.ru</i>	
Асташкин Александр Игоревич	Инженер 2 категории
Бабанов Виталий Викторович	Ведущий инженер
Белов Евгений Вячеславович	Ведущий инженер
Бенклян Артем Сергеевич	Инженер
Богачев Игорь Александрович	Старший научный сотрудник, к.ф.-м.н.
Будиновский Сергей Александрович	Главный научный сотрудник, д.т.н.
Воронов Всеволод Андреевич	Начальник сектора, к.х.н.
Гончаров Виталий Александрович	Начальник лаборатории
Далин Михаил Альбертович	Начальник сектора
Донецкий Кирилл Игоревич	Заместитель начальника лаборатории, к.х.н.
Доронин Олег Николаевич	Заместитель начальника лаборатории по науке, к.т.н.
Дорошенко Антон Валерьевич	Ведущий инженер
Дружинина Марина Эдуардовна	Техник
Елисеев Эдуард Анатольевич	Начальник лаборатории, к.т.н.
Емельянов Виктор Владимирович	Инженер
Ефимочкин Иван Юрьевич	Заместитель начальника лаборатории
Железняк Вячеслав Геннадьевич	Начальник лаборатории, к.т.н.
Зайцев Денис Владимирович	Ведущий инженер
Каблов Евгений Николаевич	Генеральный директор, академик РАН, профессор
Караваев Роман Юрьевич	Начальник сектора
Карачевцев Федор Николаевич	Начальник лаборатории, к.т.н.
Косьмин Артем Александрович	Начальник сектора
Краснов Иван Сергеевич	Инженер 1 категории
Кузнецова Вера Аркадьевна	Начальник сектора, к.т.н.
Куршев Евгений Васильевич	Инженер 1 категории
Ложкова Дарья Сергеевна	Научный сотрудник
Леонов Александр Андреевич	Начальник лаборатории
Мазалов Иван Сергеевич	Ведущий инженер
Мазалов Павел Борисович	Заместитель начальника Научно-исследовательского отделения
Неруш Святослав Васильевич	Начальник Научно-исследовательского отделения
Подживотов Николай Юрьевич	Старший научный сотрудник, к.т.н.
Севальнев Герман Сергеевич	Ведущий инженер
Селиванов Андрей Аркадьевич	Начальник лаборатории, к.т.н.
Сульянова Елена Александровна	Кандидат физико-математических наук
Сухов Дмитрий Игоревич	Ведущий научный сотрудник, к.т.н.
Терехов Иван Владимирович	Научный сотрудник, к.х.н.
Тимошков Павел Николаевич	Начальник Научно-исследовательского отделения
Ткачук Анатолий Иванович	Начальник сектора, к.х.н.
Ткаленко Дмитрий Михайлович	Техник
Ткаченко Евгения Анатольевна	Старший научный сотрудник
Трапезников Андрей Владимирович	Начальник сектора
Усачева Мария Николаевна	Техник 2 категории
Хрульков Александр Владимирович	Ведущий инженер-технолог
Чайникова Анна Сергеевна	Начальник лаборатории, к.т.н.
<i>АО «Алюминий Металлург Рус»; e-mail: amr@amrbk.ru</i>	
Гусев Дмитрий Васильевич	Директор по технологиям – главный металлург
Царев Михаил Васильевич	Начальник отдела новых технологий

AUTHORS INFORMATION

Authors named	Position, academic degree
FSUE «All-Russian scientific research institute of aviation materials» SSC of RF; e-mail: admin@viam.ru	
Alexander I. Astashkin	Second Category Engineer
Vitaly V. Babanov	Leading Engineer
Evgeny V. Belov	Leading Engineer
Artem S. Benklyan	Engineer
Igor A. Bogachev	Senior Researcher, Candidate of Sciences (Phys. & Math.)
Sergey A. Budinovskiy	Chief Researcher, Doctor of Sciences (Tech.)
Vsevolod A. Voronov	Head of Sector, Candidate of Sciences (Chem.)
Vitaly A. Goncharov	Head of Laboratory
Mikhail A. Dalin	Head of Sector
Kirill I. Donetsky	Deputy Head of Laboratory, Candidate of Sciences (Chem.)
Oleg N. Doronin	Deputy Head of Laboratory of Scientific, Candidate of Sciences (Tech.)
Anton V. Doroshenko	Leading Engineer
Marina E. Druzhinina	Technician
Eduard A. Eliseev	Head of Laboratory, Candidate of Sciences (Tech.)
Viktor V. Emelyanov	Engineer
Ivan Yu. Efimochkin	Deputy Head of Laboratory
Vyacheslav G. Zheleznyak	Head of Laboratory, Candidate of Sciences (Tech.)
Denis V. Zaitsev	Leading Engineer
Evgeny N. Kablov	Director General, Academician of RAS, Professor
Roman Yu. Karavaev	Head of Sector
Fedor N. Karachevchey	Head of Laboratory, Candidate of Sciences (Tech.)
Artem A. Kosmin	Head of Sector
Ivan S. Krasnov	First Category Engineer
Vera A. Kuznetsova	Head of Sector, Candidate of Sciences (Tech.)
Evgeny V. Kurshev	First Category Engineer
Darya S. Lozhkova	Researcher
Aleksandr A. Leonov	Head of Laboratory
Ivan S. Mazalov	Leading Engineer
Pavel B. Mazalov	Deputy Head of Scientific-Research Bureau
Svyatoslav V. Nerush	Head of Scientific-Research Bureau
Nikolay Yu. Podzhivotov	Senior Researcher, Candidate of Sciences (Tech.)
German S. Sevalnev	Leading Engineer
Andrey A. Selivanov	Head of the Laboratory, Candidate of Sciences (Tech.)
Elena A. Sulyanova	Candidate of Sciences (Phys. & Math.)
Dmitry I. Suhov	Leading Researcher, Candidate of Sciences (Tech.)
Ivan V. Terekhov	Researcher, Candidate of Sciences (Chem.)
Pavel N. Timoshkov	Head of Scientific-Research Bureau
Anatoly I. Tkachuk	Head of Sector, Candidate of Sciences (Chem.)
Dmitry M. Tkalenko	Technician
Evgeniya A. Tkachenko	Senior Researcher
Andrey V. Trapeznikov	Head of Sector
Maria N. Usacheva	Second Category Technician
Alexander V. Khrulkov	Leading Engineer-technologist
Anna S. Chaynikova	Head of Laboratory, Candidate of Sciences (Tech.)
<i>Joint Stock Company «Aluminium Metallurg Rus»; e-mail: amr@amrbk.ru</i>	
Dmitry V. Gusev	Technology director – Chief Metallurgist
Mikhail V. Tsarev	Head of the department of new technologies

ТРЕБОВАНИЯ К РУКОПИСИ СТАТЬИ ПРИ ПОДГОТОВКЕ К ИЗДАНИЮ

1. Рукопись предоставляется в Редакционно-издательский отдел ФГУП «ВИАМ» на бумажном и электронном носителях (программное обеспечение не ниже Windows'2003).

2. На рукопись должно быть оформлено Экспертное заключение о возможности опубликования в открытой печати.

3. Рукопись статьи должна быть подписана всеми авторами.

4. К каждой рукописи на отдельной странице на русском и английском языках предоставляется реферат (объемом 500–600 знаков, включая пробелы), в котором кратко излагается основное содержание работы, и ключевые слова.

5. Фамилии авторов и название статьи должны иметь перевод на английский язык.

6. К рукописи должен быть приложен список авторов с указанием фамилии, имени, отчества (полностью), должности, номера телефона и адреса электронной почты.

7. Рекомендуется следующая структура рукописи:

- заголовок статьи;
- сведения об авторах;
- реферат;
- ключевые слова;
- введение;
- материалы и методы;
- результаты;
- обсуждение и заключения;
- благодарности (при необходимости);
- список литературы.

8. Рекомендуемый объем рукописи от – 15 000 до 30 000 знаков, включая пробелы.

9. Основные технические параметры рукописи:

- шрифт – Times New Roman;
- размер шрифта – 12;
- интервал – 1,5;
- поля: верхнее – 2; нижнее – 2,5; левое – 2,5; правое – 2,5;
- автоматическая расстановка переносов;
- набор формул в Microsoft Equation 3.0;

- штриховые рисунки должны быть выполнены в программе Microsoft Power Point или Microsoft Excel. На каждый рисунок должна быть ссылка в тексте;
- микроструктуры, фотографии приборов, оборудования должны быть представлены в электронном виде в программе Photoshop JPEG;
- размер иллюстраций не должен превышать формат А4;
- таблицы должны быть выполнены в программе Microsoft Word, пронумерованы и иметь тематические заголовки. На каждую таблицу должна быть ссылка в тексте;
- единицы измерения физических величин должны быть приведены в системе СИ.

10. Форма подачи рукописи:

- текст на бумажном носителе и в электронном виде отдельным файлом;
- пронумерованные рисунки на бумажном носителе и в электронном виде отдельными файлами;
- пронумерованные подписи к рисункам на бумажном носителе и в электронном виде отдельным файлом.

11. Список литературы, завершающий рукопись, должен быть тщательно выверен и унифицирован в соответствии с ГОСТ 7.0.5–2008.

Список литературы должен включать не менее 15 источников.

Последовательность ссылок в тексте должна строго соответствовать последовательности приведенного списка литературы.

Ссылки на неопубликованные работы (отчеты научно-исследовательских учреждений и заводов, стандарты предприятия и т. п.) не допускаются.

Допускается не более одной ссылки на работы, принятые к печати, с указанием номера издания, в котором планируется публикация.

Соблюдение данных правил облегчает работу научного редактора, рецензента и редактора, ускоряет подготовку статьи к печати.

По рекомендации научного редактора или рецензента статья может быть направлена авторам на доработку. После доработки авторы должны представить в редакцию первоначальный и доработанный варианты статьи с ответами на все вопросы и замечания научного редактора или рецензента.

Статья, находящаяся на доработке у авторов более одного месяца, рассматривается и принимается к публикации как вновь поступившая.



ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
АВИАЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ»
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ ЦЕНТР РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КАЛЕНДАРЬ КОНФЕРЕНЦИЙ 2021

12
февраля

XIII Всероссийская конференция по испытаниям и исследованиям свойств материалов «ТестМат» по тематике:
«Цифровые технологии, моделирование и автоматизация процессов неразрушающего
контроля в аэрокосмической отрасли. Проблемы и перспективы внедрения»

16
апреля

Всероссийская научно-техническая конференция
«Современные достижения в области создания перспективных легких сплавов
и покрытий для авиационной и космической техники»

20–21
мая

VI Всероссийская научно-техническая конференция
«Климат-2021: современные подходы к оценке воздействия внешних факторов
на материалы и сложные технические системы»

28
июня

V Всероссийская научно-техническая конференция
«Роль фундаментальных исследований при реализации Стратегических направлений
развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года»

19
июля

VII Всероссийская научно-техническая конференция
«Материалы и технологии нового поколения для перспективных изделий
авиационной и космической техники»

24
сентября

Всероссийская научно-техническая конференция
«Современные жаропрочные никелевые деформируемые сплавы и технологии
их производства»

7–8
октября

VII Международная конференция
«Аддитивные технологии: настоящее и будущее»

22
октября

Всероссийская научно-техническая конференция
«Проблемы и перспективы развития металломатричных композиционных материалов»

19
ноября

V Всероссийская научно-техническая конференция
«Полимерные композиционные материалы и производственные технологии
нового поколения»

10
декабря

Всероссийская научно-техническая конференция
«Функциональные и полимерные материалы для авиационного остекления»

ОРГАНИЗАЦИОННЫЙ КОМИТЕТ:

+7 (499) 263-89-17

Елена Аркадьевна Пашкова

+7 (499) 263-85-16

Кирилл Николаевич Катаев

+7 (499) 263-87-69

Наталья Владимировна Войтенко



Россия, 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 17

Телефон: +7 (499) 261-86-77, факс: +7 (499) 267-86-09

E-mail: admin@viam.ru

www.viam.ru; www.viam.ru