

№5
(135)
2024

ISSN 2307-6046



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР «КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ»

Всероссийский научно-исследовательский институт
авиационных материалов



ТРУДЫ ВИАМ



ТРУДЫ ВИАМ

ЕЖЕМЕСЯЧНЫЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЭЛЕКТРОННЫЙ ЖУРНАЛ

ИЗДАЕТСЯ С 2013 ГОДА

№ 5 (135) май 2024

Учредитель периодического издания:

НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ

Редакционный совет

Председатель совета – главный редактор:

Каблов Е.Н. академик РАН, профессор

Заместитель председателя совета – заместитель главного редактора:

Антипов В.В. докт. техн. наук (НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ)

Члены совета:

Демонис И.М.	канд. техн. наук
Кокорин В.Н.	докт. техн. наук, профессор (Ульяновский государственный технический университет)
Кондрашов С.В.	докт. техн. наук
Лаптев А.Б.	докт. техн. наук (НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ)
Леонтьев Л.И.	академик РАН, профессор (РАН)
Ночовная Н.А.	докт. техн. наук (НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ)
Пенязьков О.Г.	академик НАН Беларуси, профессор (Институт тепло- и массообмена им. А.В. Лыкова, Беларусь)
Райтер Г.	докт. наук (ALD Vacuum Technologies GmbH, Германия)
Старцев В.О.	докт. техн. наук (НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ)
Стороженко П.А.	академик РАН, профессор (АО «ГНИИХТЭОС»)
Тимофеев А.Н.	докт. техн. наук (ОАО «Композит»)
Аграфенина Е.А.	ответственный секретарь (НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ)

Издатель: НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ

Редакция:

редакторы – Е.А. Аграфенина, Н.В. Ананьева;
корректор – И.С. Туманова; верстка – М.С. Закржевская

Адрес редакции:

Россия, 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 17
Тел.: +7 (499) 263-89-50, +7 (499) 263-87-37; факс: +7 (499) 267-86-09;
e-mail: admin@viam.ru; сайт: <http://viam-works.ru>

Свидетельство о регистрации средства массовой информации Эл № ФС77-82678 от 27.01.2022

Распространяется бесплатно посредством информационно-телекоммуникационной сети Интернет.

Журнал включен в перечень рецензируемых научных изданий, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание ученой степени кандидата и доктора наук.

Журнал входит в Российский индекс научного цитирования (РИНЦ),
реферативно-информационную базу данных RSCI (Russian Science Index на платформе Web of Science)
Журнал входит в Международную ассоциацию издателей (PILA – Publishers International Linking Association).
Всем статьям, публикуемым в журнале, присваиваются индексы DOI (Digital Object Identifier).

В сведениях об авторах указываются данные, актуальные на момент предоставления рукописи в редакцию.

ТРУДЫ ВИАМ

TRUDY VIAM

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ

SCIENTIFIC AND TECHNICAL JOURNAL

СОДЕРЖАНИЕ

CONTENTS

Легкие сплавы

Light-metal alloys

Афанасьев-Ходыкин А.Н., Галушка И.А., Свиридов А.В., Наприенко С.А. Исследование влияния технологических параметров термической обработки на микроструктуру паяных соединений сплава ВТ20, выполненных припоем ВПр16

3

Afansiyevev-Khodykin A.N., Galushka I.A., Sviridov A.V., Naprienko S.A. Investigation of the influence of technological parameters of heat treatment on microstructure of brazing joints of VT20 alloy with VPr16 solder

Композиционные материалы

Composite materials

Железина Г.Ф., Кулагина Г.С., Кан А.Ч., Старцев В.О. Стойкость арамидных органико-пластиков к воздействию факторов природной среды

13

Zhelezina G.F., Kulagina G.S., Kan A.Ch., Startsev V.O. Resistance of aramid organic plastics to the effects of natural environment factors

Защитные и функциональные покрытия

Protective and functional coatings

Александров Д.А., Бенклян А.С. Эрозионно-стойкие и коррозионно-стойкие покрытия для защиты деталей компрессора газотурбинных двигателей

25

Aleksandrov D.A., Benklyan A.S. Erosion-resistant and corrosion-resistant coatings to protect compressor parts of gas turbine engines

Испытания материалов

Material tests

Краснов И.С., Далин М.А., Зародова А.А., Яковлева С.И., Верходанова А.А. Автоматизированный ультразвуковой контроль титановых заготовок дисков компрессора газотурбинных двигателей с применением конического акустического зеркала

37

Krasnov I.S., Dalin M.A., Zarodova A.A., Yakovleva S.I., Verhodanova A.A. Automated ultrasonic inspection of titanium alloy gas turbine disc forgings using conical acoustic mirror

Кочубей А.Я., Медведев П.Н., Журавлева П.Л. Применение рентгеновской дифрактометрии в исследованиях процессов структурообразования при горячей обработке давлением и термической обработке деформированных металлов и сплавов

50

Kochubey A.Ya., Medvedev P.N., Zhuravleva P.L. Application of X-ray diffractometry for researching structural formation processes during the hot pressure working and heat treatment of deformed metals and alloys

-
- | | | |
|--|----|--|
| Севостьянов Н.В., Буданова Е.С. Закономерности трения графита и нитрида бора с материалами разных типов в условиях низких скоростей | 61 | Sevostyanov N.V., Budanova E.S. Patterns of friction of graphite and boron nitride with materials of different types at low speeds |
| Лаптев А.Б., Павлов М.Р., Зеленева Т.О. Источники светового излучения для имитации старения полимерных материалов под воздействием солнечной радиации | 71 | Laptev A.B., Pavlov M.R., Zeleneva T.O. Light sources for simulating the aging of polymer materials under the influence of solar radiation |
| Прокопова Л.А., Головина Е.Ю., Пономаренко С.А. Методы определения массовой доли уротропина в катализаторе ФУ | 83 | Prokopova L.A., Golovina E.Yu., Ponomarenko S.A. Methods for determining the mass fraction of hexamine in the catalyst FU |
| Бузенков А.В., Бурканов М.В., Валеев Р.А., Пискорский В.П. Свойства спеченных магнитов Pr–Dy–Fe–Co–B в зависимости от состава и технологических параметров изготовления | 91 | Buzenkov A.V., Burkanov M.V., Valeev R.A., Piskorsky V.P. Properties of sintered magnets Pr–Dy–Fe–Co–B depending on the composition and technological parameters of manufacture |
-

Научная статья

УДК 621.791

DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-5-3-12

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА МИКРОСТРУКТУРУ ПАЯНЫХ СОЕДИНЕНИЙ СПЛАВА VT20, ВЫПОЛНЕННЫХ ПРИПОЕМ ВПр16

А.Н. Афанасьев-Ходыкин¹, И.А. Галушка¹, А.В. Свиридов¹, С.А. Наприенко¹

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», Москва, Россия; admin@viam.ru

Аннотация. Представлены результаты исследования влияния ширины сборочного зазора на микроструктуру паяных соединений псевдо- α -сплава VT20 с припоем ВПр16. Проведен анализ паяных образцов после пайки и последующей гомогенизационной термической обработки (ГТО). Выявлены основные типы микроструктур, формирующиеся в паяном шве, и построены регрессионные уравнения влияния величины зазора и длительности ГТО на основные точки перехода микроструктуры паяного шва. Исследована динамика изменения легирующих элементов (алюминия, циркония, меди и никеля) в паяном шве и диффузионной зоне. Выбрана оптимальная микроструктура, не имеющая границы в центре шва и границ стыка кристаллов.

Ключевые слова: пайка, высокотемпературная пайка, титановые припои, титановые сплавы, высоколегированные припои, микроструктура паяного шва

Для цитирования: Афанасьев-Ходыкин А.Н., Галушка И.А., Свиридов А.В., Наприенко С.А. Исследование влияния технологических параметров термической обработки на микроструктуру паяных соединений сплава VT20, выполненных припоем ВПр16 // Труды ВИАМ. 2024. № 5 (135). Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-5-3-12.

Scientific article

INVESTIGATION OF THE INFLUENCE OF TECHNOLOGICAL PARAMETERS OF HEAT TREATMENT ON MICROSTRUCTURE OF BRAZING JOINTS OF VT20 ALLOY WITH VPr16 SOLDER

A.N. Afansiyev-Khodykin¹, I.A. Galushka¹, A.V. Sviridov¹, S.A. Naprienko¹

¹Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific-Research Institute of Aviation Materials» of National Research Center «Kurchatov Institute», Moscow, Russia; admin@viam.ru

Abstract. The results of investigation of the influence of the assembly gap width on the microstructure of brazing joints of pseudo- α -alloy VT20 with VPr16 solder are presented. The soldered samples after brazing and subsequent homogenization heat treatment (HHT) are analyzed. The main types of microstructures formed in the solder joint are identified and regression equations of the influence of the gap width and duration of the HHT on the main transition points of the solder joint microstructure are constructed. The dynamics of change of alloying elements (aluminum, zirconium, copper and nickel) in the solder joint and diffusion zone has been studied. The optimum microstructure is selected, which does not have a boundary in the center of the seam and boundaries of the junction of crystals.

Keywords: brazing, high-temperature brazing, titanium based brazing alloy, titanium alloys, high-alloy solders, microstructure of a brazing seam

For citation: Afansiyev-Khodykin A.N., Galushka I.A., Sviridov A.V., Naprienko S.A. Investigation of the influence of technological parameters of heat treatment on microstructure of brazing joints of VT20 alloy with VPr16 solder. *Trudy VIAM*, 2024, no. 5 (135), paper no. 01. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-5-3-12.

Введение

К современным газотурбинным двигателям (ГТД) для военной и специальной техники предъявляются повышенные требования по удельным эксплуатационным характеристикам, таким как тяга, расход топлива и т. д. Перспективные направления повышения удельных характеристик ГТД – снижение массы деталей и повышение рабочей температуры двигателя. Для этих целей наиболее подходит деформируемый титановый сплав марки VT20 системы Ti–Al–Mo–V, принадлежащий к категории однофазных псевдо- α -сплавов.

Титановый сплав VT20 системы Ti–Al–Zr–Mo–V обладает высокой прочностью и жаропрочностью благодаря содержанию в составе алюминия. Этот сплав обладает также хорошей пластичностью при обработке давлением и может поставляться в различных формах – включая поковки, штамповки, прутки, плиты и листы. В связи с этим сплав VT20 – востребованный материал для производства сварных колец, компонентов турбин, компрессоров и других элементов воздушных и космических двигателей, работающих в условиях высоких температур и давлений [1–5]. Поэтому процесс соединения титановых компонентов (особенно с помощью пайки при температуре ниже температуры $\alpha \leftrightarrow \beta$ -превращения) имеет первостепенное значение. Такой подход обеспечивает сохранение исходной микроструктуры сплава и свойств основного материала. Низкотемпературная пайка, необходимая для тонкостенных аэрокосмических конструкций и теплообменников, снижает риск чрезмерного образования интерметаллидных соединений на границе соединения. Однако сродство титана к кислороду создает значительные трудности в достижении качественного соединения основных материалов друг с другом, что требует принятия защитных мер против окисления при температурах >650 °C.

Два основных типа припоев – сложнолегированные на основе систем Ti–Cu–Ni и Ti–Zr–Cu–Ni, а также припой на основе серебра, позволяют подобрать основу под требуемые свойства конечного изделия. Так, в работе [6] показано, что цирконий, входящий в состав припоя, оказывает значительное влияние на характеристики пайки – например, температуру, смачиваемость и прочность. Авторами исследовано различное содержание циркония в составе припоя и установлено, что его небольшое содержание приводит к ухудшению смачиваемости припоя, а высокое содержание – к снижению прочности из-за образования хрупких интерметаллидных соединений (Ti_2Cu , Ti_2Ni , $TiNi_3$ и Zr_2Cu), которые являются нежелательной фазой, снижающей прочность соединения. Определили, что содержание циркония ~18 % (по массе) позволило достичь требуемой прочности при сохранении высокой смачиваемости и необходимой температуры плавления припоя.

Сложнолегированные припои выделяются высокой прочностью при повышенных температурах, что делает их предпочтительными в условиях интенсивных нагрузок, в то время как припои на основе серебра обеспечивают отличную смачиваемость и растекаемость.

Сложнолегированные припои на основе титана обеспечивают высокую жаростойкость и коррозионную стойкость паяных соединений на уровне соединяемых материалов. Припои на основе серебра имеют значительно более низкую жаростойкость паяных соединений и рабочую температуру паяных соединений <400 °C [7, 8]. Паяные соединения титановых сплавов, выполненные серебряными припоями, имеют невысокую коррозионную стойкость, особенно при воздействии ионов хлора.

При разработке и оптимизации режимов пайки особое внимание уделяют выбору последующей гомогенизационной термической обработки (ГТО), поскольку она имеет существенное значение для формирования конечной микроструктуры неразъемного соединения и определяет его механические свойства и долговечность изделия при эксплуатации. Эта стадия позволяет достичь равномерного распределения элементов сплава в зоне соединения, улучшая его прочностные характеристики и устойчивость к коррозии за счет происходящих диффузионных процессов на границе раздела «припой–основной материал». Согласно проведенным в работах [9–12] исследованиям, длительность процесса диффузионной пайки с использованием эвтектики систем Ti–Ni или Cu–Ti существенно зависит от толщины прослойки жидкого припоя. Этот фактор может существенно варьироваться и оказывает прямое влияние на качество и прочность паяного соединения. Например, при оптимальной температуре пайки время, необходимое для образования качественного соединения, может колебаться от нескольких минут (при условии, что толщина слоя припоя составляет всего несколько микрометров) до нескольких часов, когда толщина прослойки увеличивается до сотен микрометров. Это обусловлено тем, что при увеличении толщины слоя припоя увеличивается время, необходимое для диффузии элементов припоя в соединяемые материалы, что требует более длительного воздействия для достижения равномерного распределения этих элементов в зоне соединения. Подбор оптимальной толщины прослойки припоя и соответствующих режимов термической обработки имеет важное значение при формировании микроструктуры соединения, влияет на механические свойства, а также на общую надежность и долговечность изделия.

Однако подбор режима пайки для разных конструкций может занимать продолжительное время, поскольку ширина сборочного зазора может варьироваться в зависимости от допусков при изготовлении конструкции или качества сборки, поэтому возможность подбирать режим пайки под изготавливаемый сборочный зазор существенно упрощает задачу при создании новых конструкций.

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП «Климатические испытания» НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ в рамках реализации комплексной научной проблемы 10.9. «Припой и технологии высокотемпературной диффузионной пайки с компьютерным управлением технологическими параметрами для формирования оптимальной структуры паяного соединения» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [13].

Материалы и методы

Для исследования в качестве основного материала выбран сплав ВТ20, в качестве припоя – припой системы Ti–Zr–Cu–Ni марки ВПр16 с рекомендуемой температурой пайки от 930 до 960 °С и выдержкой при заданной температуре.

С целью оценки влияния режимов ГТО на динамику изменения микроструктуры паяного шва и для более глубокого понимания процессов, происходящих во время пайки, изготовили клиновые образцы с переменным зазором. Это позволило осуществить детальное изучение изменений в структуре паяного шва в зависимости от зазора между соединяемыми элементами. С применением оптического микроскопа (с возможностью увеличения от $\times 50$ до $\times 500$) проведена тщательная оценка величины зазора, при которой наблюдаются ключевые изменения в структуре паяного соединения.

Проведены также исследования с использованием растровой электронной микроскопии, позволившие выявить особенности формирования различных фаз в паяном шве, а также детально исследовать микроструктуру. Применение метода микрорентгеноспектрального анализа, позволило определить изменение содержания основных

химических элементов, таких как титан (Ti), цирконий (Zr), алюминий (Al), никель (Ni) и медь (Cu), в составе отдельных фаз и участков микроструктуры паяных соединений, а также в диффузионной зоне основного материала – сплава BT20.

Результаты и обсуждение

Анализ паяных образцов из сплава BT20 с применением припоя ВПр16 после пайки и с последующим применением ГТО выявил идентичные места перехода от одного типа наблюдаемой микроструктуры к другому. Различие наблюдалось только в ширине сборочного зазора между основным материалом. К таким зонам относятся: начало появления в паяном шве ячеистой структуры при кристаллизации, возникновение эвтектической прослойки припоя ВПр16 и явное развитие направленных дендритных форм роста (рис. 1).

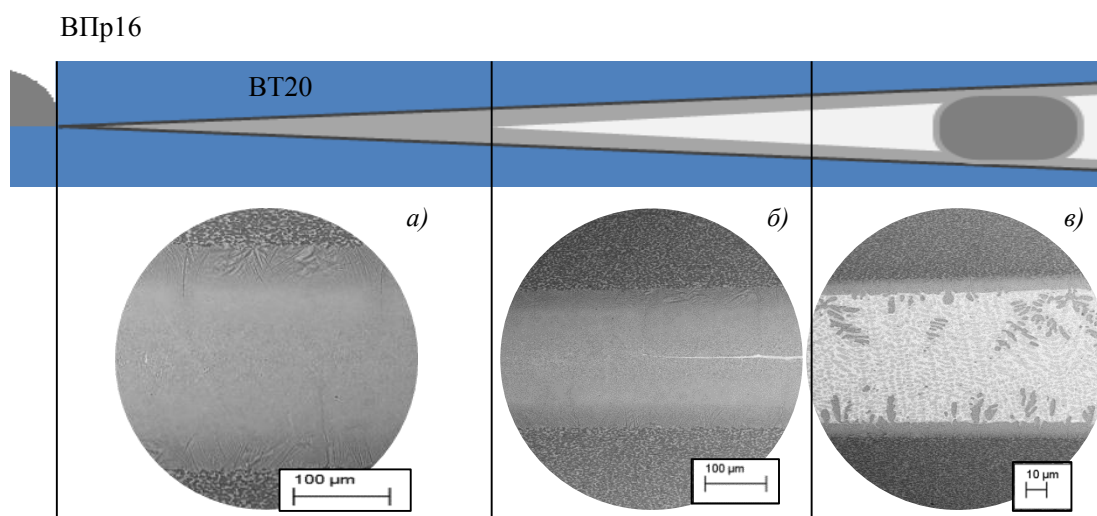


Рис. 1. Микроструктуры паяного образца из сплава BT20 с припоем ВПр16 после пайки: а – проявление ячеистой кристаллизации; б – возникновение эвтектической прослойки; в – развитие дендритных форм роста

Построение панорамных снимков паяных клиновых образцов из сплава BT20 с припоем ВПр16 позволило измерить ширину наблюдаемого зазора в местах изменения микроструктуры паяного шва (рис. 2).



Рис. 2. Панорамный снимок паяного образца из сплава BT20 с припоем ВПр16, выполненного по режиму 2

Полученные измерения точек перехода микроструктуры в паяном шве представлены в таблице. Первый образец исследовали без применения ГТО, остальные образцы упорядочены в соответствии с увеличением продолжительности проведения последующей ГТО при температуре на 50 °C ниже температуры пайки, длительностью от 30 до 360 мин.

Для выявления закономерностей и построения уравнений линейной регрессии выбраны средние значения в полученных измерениях ширины зазора. Полученные уравнения ширины паяного шва (Y , мкм) при изменении микроструктуры в паяном шве

в зависимости от продолжительности выдержки при ГТО (t , мин) принимают следующий вид:

– уравнение расчета предельной ширины зазора – до проявления ячеистой структуры припоя (Y_1) – от продолжительности ГТО:

$$Y_1 = 0,64t + 141,67;$$

– уравнение появления эвтектической структуры в паяном шве (Y_2) – от продолжительности ГТО:

$$Y_2 = 0,84t + 176,03;$$

– уравнение начала развития дендритных форм роста эвтектических структур в паяном шве (Y_3) – от продолжительности ГТО:

$$Y_3 = 1,78t + 241,86.$$

Основные точки перехода микроструктуры паяного образца из сплава ВТ20 при разной гомогенизационной термической обработке (ГТО)

Условный номер режима ГТО	Ширина паяного шва, мкм		
	при проявлении ячеистой структуры (Y_1)	при появлении эвтектической структуры (Y_2)	при развитии дендритных форм роста эвтектических структур (Y_3)
Без ГТО	135–138	149–153	230–235
1	146–148	181–185	280–284
2	188–191	242–257	359–367
3	223–230	304–310	456–462
4	309–314	380–386	683–694
5	355–365	459–463	860–871

Достоверность аппроксимации для полученных уравнений $R^2 > 0,95$, что позволяет сделать вывод об их надежности, а также о продолжительности выдержки при ГТО. Так, наиболее распространенная величина зазора при сборке изделий под пайку составляет от 50 до 150 мкм, в редких случаях превышает 200 мкм. Исходя из проведенных измерений, моменту появления эвтектических структур, способных привести к резкому разупрочнению соединяемых материалов при величине зазора, близкой к 200 мкм, соответствует продолжительности выдержки по режиму 2.

Исследование динамики формирования основных фаз в паяном шве проводили на образце, изготовленном по режиму 2 (рис. 3).

При величине сборочного зазора от 0 до 188–191 мкм происходит изотермическая кристаллизация, в результате которой во всем объеме паяного шва формируется однородная структура твердого раствора без явных границ в центральной части и на стыках кристаллов (рис. 3, а). Тонкая прослойка жидкого припоя и обширная контактная поверхность с паяемым металлом способствуют глубокому взаимодействию с соединяемыми материалами. Содержание алюминия в паяном шве варьируется от 2,73 в центре до 6,22 % (по массе) на границе с основным материалом. Содержание меди и циркония равномерно распределено, но с увеличением к краям шва содержание меняется. Никель, проникающий из основного материала, образует локальные зоны с концентрацией от 1,5 до 2,5 % (по массе) вблизи основного материала.

По мере увеличения зазора (при ширине зазора от 191 до 240 мкм) происходит дробление зерен и наблюдается начало формирования ячеистой структуры на границе с основным материалом (рис. 3, б). Алюминий равномерно распределен и его присутствие наблюдается по всему паяному шву при содержании от 2,53 (преимущественно в центре паяного шва) до 7,67 % (по массе) на границе с основным материалом. Элементы,

входящие в состав припоя, такие как медь – от 3,31 до 14,32 % (по массе), распределились по всему паяному шву, в то время как цирконий при содержании от 5,88 до 9,76 % (по массе) располагается преимущественно в центре паяного шва, а по границам с основным материалом его содержание практически минимально. Никель также локально формирует зоны с содержанием от 2,76 до 5,2 % (по массе).

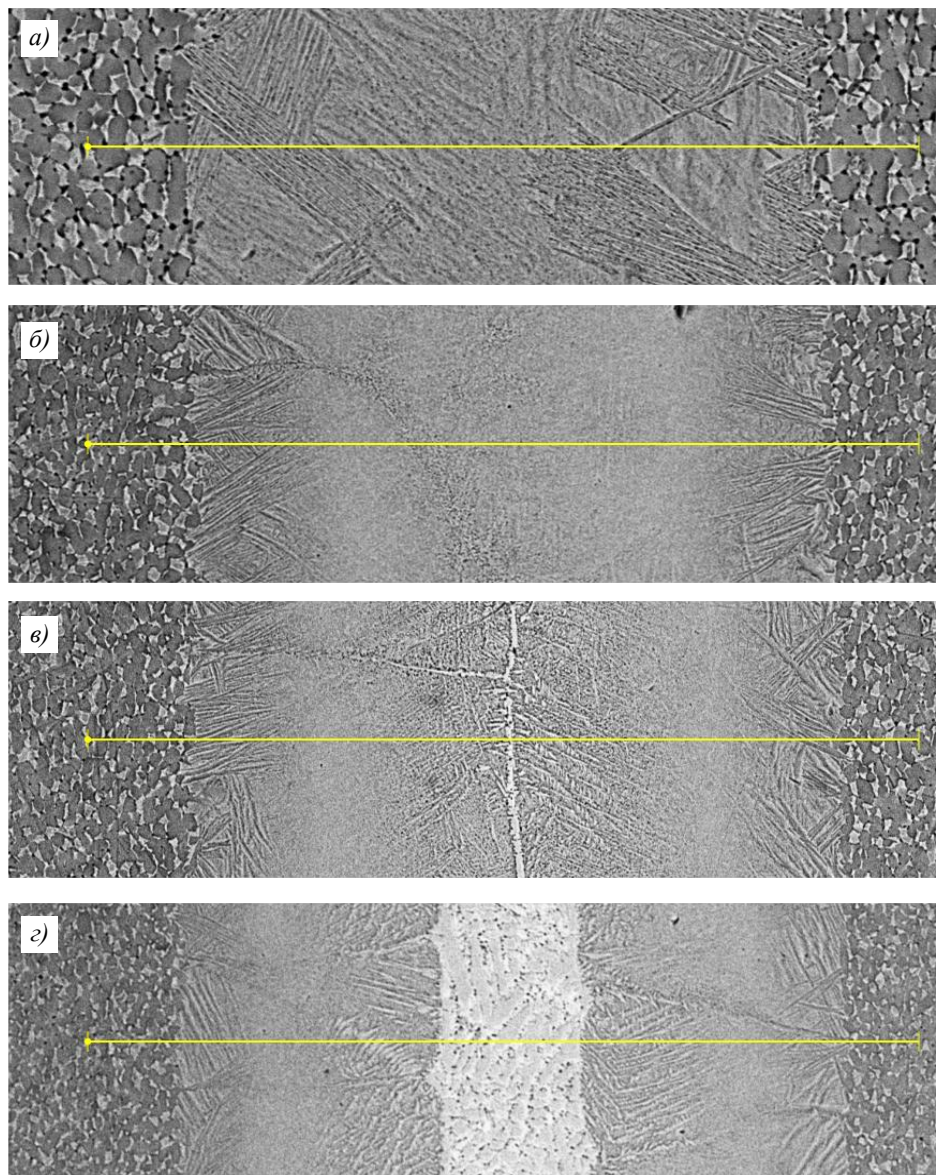


Рис. 3. Динамика формирования паяного шва при гомогенизационной термической обработке по режиму 3: *а* – структура твердого раствора, не имеющая границ в центре шва; *б* – начало формирования ячеистой структуры на границе с основным материалом; *в* – появление эвтектической прослойки; *г* – структура с эвтектикой

При увеличении зазора до 242 мкм в центральной части шва начинает формироваться эвтектическая прослойка, четко проявляющаяся при величине зазора 255 мкм. Химический анализ показывает, что элементы припоя формируют пики в центре шва, что соответствует ширине эвтектической прослойки. Это расширение, пропорциональное увеличению зазора до 380 мкм, приводит к образованию хрупкой структуры, что негативно влияет на прочностные характеристики соединения.

В зоне паяного шва изменение величины зазора оказывает влияние на диффузионную зону основного материала сплава ВТ20. Наиболее характерно это отражается на содержании меди и циркония, входящих в состав припоя. При большой величине зазора первой в диффузионной зоне наблюдается медь – от 0,35 до 0,45 % (по массе), в зоне с началом появления эвтектики ее содержание незначительно увеличивается – с 0,45 до 0,55 % (по массе). При малой величине сборочного зазора, когда твердый раствор не имеет границы в центре шва и границ стыка кристаллов, содержание меди составляет от 0,9 до 1,1 % (по массе), точно наблюдается цирконий – от 0,6 до 0,7 % (по массе). Подобное изменение в составе основного материала сплава ВТ20 должно незначительно сказываться на прочностных свойствах основного материала при протекании диффузионного взаимодействия.

В процессе формирования микроструктуры паяного соединения особого внимания заслуживает зона между припоем и основным материалом. Именно в этой области – при взаимодействии расплавленного припоя с твердым раствором основного материала – формируется прослойка, состоящая из титана, алюминия и меди (Ti–Al–Cu) [14–27]. Обнаружено, что содержание алюминия и меди в этой прослойке составляет ~4,8 % (по массе), при этом толщина прослойки остается стабильной в диапазоне 35–45 мкм независимо от увеличения зазора между соединяемыми элементами. Появление подобной прослойки свидетельствует о важности контроля зазора и распределения компонентов припоя для формирования оптимальных физико-механических свойств соединения.

Заключения

В данном исследовании идентифицированы основные зоны изменения микроструктуры: начало формирования ячеистой структуры в процессе кристаллизации, появление эвтектической прослойки припоя ВПр16 и развитие направленных дендритных форм роста.

Для анализа изменений микроструктуры построены панорамные снимки паяных клиновых образцов из сплава ВТ20 с припоем ВПр16, что позволило точно измерить ширину зазора в местах изменения микроструктуры. Изучение динамики формирования фаз в паяном соединении показало, что с увеличением ширины зазора наблюдается изменение распределения химических элементов, входящих в состав припоя и основного материала.

Установлено, что наиболее значимым в микроструктуре паяного шва является отсутствие явных границ зерен, что указывает на эффективное протекание диффузионных процессов, способствующих улучшению связи между припоем и основным материалом. Следует подчеркнуть важность тщательного подбора режимов ГТО, особенно в контексте оптимизации продолжительности выдержки, для достижения идеального баланса между прочностью и устойчивостью паяного соединения к деформациям. Последующее сравнение прочности паяных соединений позволит дать численную оценку при сравнении образцов с микроструктурой твердого раствора и микроструктурой, при которой начинает формироваться ячеистая структура на границе с основным материалом.

Исходя из проведенного анализа, можно утверждать, что формирование паяного соединения с оптимальной микроструктурой требует не только выбора соответствующего состава припоя, но и точного соблюдения технологических параметров пайки и последующей термообработки. Разработанное уравнение для расчета оптимальной продолжительности выдержки при ГТО, ограничивающей начало формирования ячеистой структуры припоя, открывает новые возможности для улучшения качества и надежности паяных соединений титановых сплавов, что особенно актуально для изделий авиационной и космической отраслей.

Список источников

1. Илларионов А.Г. Технологические и эксплуатационные свойства титановых сплавов: учеб. пособие. Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2014. 137 с.
2. Каблов Е.Н., Путырский С.В., Яковлев А.Л., Крохина В.А., Наприенко С.А. Исследование сопротивления усталостному разрушению штамповок из высокопрочного титанового сплава ВТ22М, изготовленных с заключительной деформацией в $(\alpha+\beta)$ - и β -областях // Титан. 2021. № 1 (70). С. 26–33.
3. Ночовная Н.А., Базылева О.А., Каблов Д.Е., Панин П.В. Интерметаллидные сплавы на основе титана и никеля / под общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: ВИАМ, 2018. 308 с.
4. Макушина М.А., Кочетков А.С., Ночовная Н.А. Литейные титановые сплавы для авиационной техники (обзор) // Труды ВИАМ. 2021. № 7 (101). Ст. 05. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 26.02.2024). DOI: 2307-6046-2021-0-7-39-47.
5. Дуюнова В.А., Оглодков М.С., Путырский С.В., Кочетков А.С., Зуева О.В. Современные технологии выплавки слитков титановых сплавов (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2022. № 1 (66). Ст. 03. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 26.02.2024). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-1-30-40.
6. Yongjuan J., Xishan Y., Xingqiang G. et al. The influence of Zr content on the performance of TiZrCuNi brazing filler. Materials science and engineering A. 2016. Vol. 678. P. 190–196. DOI: 10.1016/J.MSEA.2016.09.115.
7. Свиридов А.В., Афанасьев-Ходыкин А.Н., Галушка И.А. Влияние технологий изготовления порошка припоя ВПр28 на основе титана на особенности полученных порошков (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2022. № 4 (69). Ст. 02. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 26.02.2024). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-4-16-24.
8. Скупов А.А., Свиридов А.В., Ходакова Е.А., Афанасьев-Ходыкин А.Н. Создание неразъемных соединений из интерметаллидных титановых сплавов (обзор) // Труды ВИАМ. 2021. № 7 (101). Ст. 04. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 26.02.2024). DOI: 2307-6046-2021-0-7-31-38.
9. Петрунин И.Е., Березников Ю.И., Бунькина Р.Р. и др. Справочник по пайке. 3-е изд. перераб. и доп. М.: Машиностроение-1, 2003. 480 с.
10. Петрунин И.Е., Маркова И.Ю., Екатова А.С. Металловедение пайки. М.: Металлургия, 1976. 264 с.
11. Лашко Н.Ф., Лашко С.В. Пайка металлов. М.: Машиностроение, 1977. 328 с.
12. Хорунов В.Ф., Максимова С.В. Пайка жаропрочных сплавов на современном этапе // Сварочное производство. 2010. № 10. С. 24–27.
13. 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.
14. Клопотов В.Д., Потекаев А.И., Клопотов А.А. и др. Тройные диаграммы на основе алюминид-а титана. Анализ и построение // Известия ТПУ. 2013. № 2. С. 96–100.
15. Корнилов И.И., Будберг П.Б. Химическое взаимодействие титана с другими элементами // Успехи химии. 1955. Т. 25. Вып. 1. С. 1474–1501.
16. Kogachi M., Minamigawa S., Kakahigashi K. Long Range Order in L1₂ ternary intermetallic compound Al₃Ti-X (X=Fe, Ni, Cu, Ag) // Scripta metallurgica et materiala. 1992. Vol. 27. P. 407–412.
17. Диаграммы состояния металлических систем / под ред. Н.В. Агеева. М.: ВИНТИ, 1966. Вып. 12. 352 с.
18. Grytsiv A., Chen X-Q., Witusiewicz V.T. et al. Atom order and thermodynamic properties of the ternary Laves phase Ti (Ti_yNi_xAl_{1-x-y})₂ // Zeitschrift fur Kristallographie. 2006. Vol. 221. P. 334–348.
19. Schuster J.C. Critical data evaluation of the aluminium–nickel–titanium system // Intermetallics. 2006. Vol. 14. P. 1304–1311.

20. Schuster J.C., Pan Z., Liu S., Weitzer F., Du Y. On the constitution of the ternary system Al–Ni–Ti // *Intermetallics*. 2007. Vol. 15. P. 1257–126.
21. Milman Yu.V., Miracle D.B., Chugunova S.I. et al. Mechanical behavior of Al₃Ti intermetallic and L12 phases on its basis // *Intermetallics*. 2001. Vol. 9. P. 839–845.
22. Nakayama Y., Mabuchi H. Formation of Ternary L12 compounds in Al₃Ti-base alloys // *Intermetallics*. 1993. Vol. 1. P. 41–48.
23. Анташев В.Г., Ночовная Н.А., Павлова Т.В., Иванов В.И. Жаропрочные титановые сплавы // Все материалы. Энциклопедический справочник. 2007. № 3. С. 7–8.
24. Cao J., Qi J., Song X., Feng J. Welding and Joining of Titanium Aluminides // *Materials*. 2014. No. 7. P. 4930–4962.
25. Shapiro A., Rabinkin A. State of the art of titanium-based brazing filler metals // *Welding journal*. 2003. Vol. 82. No. 10. P. 36–43.
26. TiNiNbZr high-temperature brazing filler metal for TiAl alloy, preparation method and brazing method thereof: pat. CN 110605498A; appl. 14.05.19; publ. 24.12.19.
27. Brazing filler metal for brazing titanium-containing material, preparation method and brazing method: pat. CN 110666395A; appl. 21.10.19; publ. 10.01.20.

References

1. Illarionov A.G. *Technological and operational properties of titanium alloys*: textbook. Ekaterinburg: Ural Univ. Publ. House, 2014, 137 p.
2. Kablov E.N., Putyrsky S.V., Yakovlev A.L., Krokhina V.A., Naprienko S.A. Study of resistance to fatigue fracture of forgings made of high-strength titanium alloy VT22M, manufactured with final deformation in the (α+β)- and β-regions. *Titan*, 2021, no. 1 (70), pp. 26–33.
3. Nochovnaya N.A., Bazyleva O.A., Kablov D.E., Panin P.V. *Intermetallic alloys based on titanium and nickel*. Ed. E.N. Kablov. Moscow: VIAM, 2018, 308 p.
4. Makushina M.A., Kochetkov A.S., Nochovnaya N.A. Cast titanium alloys for aviation equipment (review). *Trudy VIAM*, 2021, no. 7 (101), paper no. 05. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: February 26, 2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-7-39-47.
5. Duyunova V.A., Oglodkov M.S., Putyrskiy S.V., Kochetkov A.S., Zueva O.V. Modern technologies for melting titanium alloy ingots (review). *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 1 (66), paper no. 03. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: February 26, 2024). DOI: 10.18577/2071-9140-2022-0-1-30-40.
6. Yongjuan J., Xishan Y., Xingqiang G. et al. The influence of Zr content on the performance of TiZrCuNi brazing filler. *Materials science and engineering A*, 2016, vol. 678, pp. 190–196. DOI: 10.1016/J.MSEA.2016.09.115.
7. Sviridov A.V., Afansiev-Khodykin A.N., Galushka I.A. Influence of manufacturing technologies of brazing alloy powder VPr28 on powder features (review). *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 1 (69), paper no. 02. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: February 26, 2024). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-4-16-24.
8. Skupov A.A., Sviridov A.V., Khodakova E.A., Afanasev-Khodykin A.N. Creation of joints from intermetallic titanium alloys (review). *Trudy VIAM*, 2021, no. 7 (101), paper no. 04. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: February 26, 2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-7-31-38.
9. Petrunin I.E., Bereznikov Yu.I., Bunkina R.R. et al. *Handbook on soldering*. 3rd ed. rev. and add. Moscow: Mashinostroenie-1, 2003, 480 p.
10. Petrunin I.E., Markova I.Yu., Ekato A.S. *Metallurgy soldering*. Moscow: Metallurgiya, 1976, 264 p.
11. Lashko N.F., Lashko S.V. *Soldering of metals*. Moscow: Mashinostroenie, 1977, 328 p.
12. Khorunov V.F., Maksimova S.V. Brazing of heat-resistant alloys at the present stage. *Svarochnoe proizvodstvo*, 2010, no. 10, pp. 24–27.
13. Kablov E.N. Innovative developments of FSUE «VIAM» SSC of RF on realization of «Strategic directions of the development of materials and technologies of their processing for the period until 2030». *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2015, no. 1 (34), pp. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.

14. Klopotov V.D., Potekaev A.I., Klopotov A.A. et al. Triple diagrams based on titanium aluminide. Analysis and construction. *Izvestia TPU*, 2013, no. 2, pp. 96–100.
15. Kornilov I.I., Budberg P.B. Chemical interaction of titanium with other elements. *Uspekhi khimii*, 1955, vol. 25, is.1, pp. 1474–1501.
16. Kogachi M., Minamigawa S., Kakahigashi K. Long Range Order in L12 ternary intermetallic compound Al_3Ti-X ($X=Fe, Ni, Cu, Ag$). *Scripta metallurgica et materiala*, 1992, vol. 27, pp. 407–412.
17. *State diagrams of metallic systems*. Ed. N.V. Ageev. Moscow: VINITI, 1966, is. 12, 352 p.
18. Grytsiv A., Chen X-Q., Witusiewicz V.T. et al. Atom order and thermodynamic properties of the ternary Laves phase $Ti (Ti_yNi_xAl_{1-x-y})_2$. *Zeitschrift für Kristallographie*, 2006, vol. 221, pp. 334–348.
19. Schuster J.C. Critical data evaluation of the aluminium–nickel–titanium system. *Intermetallics*, 2006, vol. 14, pp. 1304–1311.
20. Schuster J.C., Pan Z., Liu S., Weitzer F., Du Y. On the constitution of the ternary system $Al-Ni-Ti$. *Intermetallics*, 2007, vol. 15, pp. 1257–126.
21. Milman Yu.V., Miracle D.B., Chugunova S.I. et al. Mechanical behavior of Al_3Ti intermetallic and L12 phases on its basis. *Intermetallics*, 2001, vol. 9, pp. 839–845.
22. Nakayama Y., Mabuchi H. Formation of Ternary L12 compounds in Al_3Ti -base alloys. *Intermetallics*, 1993, vol. 1, pp. 41–48.
23. Antashev V.G., Nochovnaya N.A., Pavlova T.V., Ivanov V.I. Heat-resistant titanium alloys. *Vse materialy. Entsiklopedicheskiy spravochnik*, 2007, no. 3, pp. 7–8.
24. Cao J., Qi J., Song X., Feng J. Welding and Joining of Titanium Aluminides. *Materials*, 2014, no. 7, pp. 4930–4962.
25. Shapiro A., Rabinkin A. State of the art of titanium-based brazing filler metals. *Welding journal*, 2003, vol. 82, no. 10, pp. 36–43.
26. *TiNiNbZr high-temperature brazing filler metal for TiAl alloy, preparation method and brazing method thereof*: pat. CN 110605498A; appl. 14.05.19; publ. 24.12.19.
27. *Brazing filler metal for brazing titanium-containing material, preparation method and brazing method*: pat. CN 110666395A; appl. 21.10.19; publ. 10.01.20.

Информация об авторах

Афанасьев-Ходыкин Александр Николаевич, начальник сектора, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Галушка Игорь Александрович, ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Свиридов Александр Владимирович, заместитель начальника НИО, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Наприенко Сергей Александрович, заместитель начальника лаборатории по науке, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Aleksander N. Afansiyev-Khodykin, Head of Sector, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Igor A. Galushka, Leading Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Aleksander V. Sviridov, Deputy Head of Scientific-Research Bureau, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Sergey A. Naprienko, Deputy Head of Laboratory of Science, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 28.03.2024; одобрена и принята к публикации после рецензирования 12.04.2024.

The article was submitted 28.03.2024; approved and accepted for publication after reviewing 12.04.2024.

Научная статья

УДК 678.83

DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-5-13-24

СТОЙКОСТЬ АРАМИДНЫХ ОРГАНОПЛАСТИКОВ К ВОЗДЕЙСТВИЮ ФАКТОРОВ ПРИРОДНОЙ СРЕДЫ

Г.Ф. Железина¹, Г.С. Кулагина¹, А.Ч. Кан¹, В.О. Старцев¹

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», Москва, Россия; admin@viam.ru

Аннотация. Исследовано климатическое старение арамидных органических пластиков в различных природных условиях. Показано, что климатическая стойкость органических пластиков находится на уровне стойкости угле- и стеклопластиков, несмотря на более высокое водопоглощение. Сохранение прочности при растяжении органического пластика Органит 10Т после 18 лет климатического старения составляет 71 %. Органические пластики способны восстанавливать свойства после удаления сорбированной влаги. Наибольшую стойкость к климатическому старению проявляют органические пластики на основе новых арамидных волокон Русар-НТ и эпоксидных расплавных связующих.

Ключевые слова: арамидные волокна, полимерное связующее, органический пластик, полимерные композиты, климатическое старение, водопоглощение

Для цитирования: Железина Г.Ф., Кулагина Г.С., Кан А.Ч., Старцев В.О. Стойкость арамидных органических пластиков к воздействию факторов природной среды // Труды ВИАМ. 2024. № 5 (135). Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-5-13-24.

Scientific article

RESISTANCE OF ARAMID ORGANIC PLASTICS TO THE EFFECTS OF NATURAL ENVIRONMENT FACTORS

G.F. Zhelezina¹, G.S. Kulagina¹, A.Ch. Kan¹, V.O. Startsev¹

¹Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific-Research Institute of Aviation Materials» of National Research Center «Kurchatov Institute», Moscow, Russia; admin@viam.ru

Abstract. The climatic aging of aramid organic plastics in various natural environments is investigated. It is shown that the climatic stability of organic plastics is at the level of resistance of polymeric composite materials reinforced by carbon fibers and fiber glasses, despite the higher water absorption. Organic plastic Organit 10T has 71 % of tensile strength properties after 18 years of climatic aging. Organic plastics can recover their properties after removal (drying) of the sorbed moisture. Organic plastics from new Rusar-NT fiber and epoxy melt binders have the biggest resistance to climatic aging.

Keywords: aramid fibers, polymeric binding, organoplastics, polymeric composites, climatic aging, moisture absorption

For citation: Zhelezina G.F., Kulagina G.S., Kan A.Ch., Startsev V.O. Resistance of aramid organic plastics to the effects of natural environment factors. *Trudy VIAM*, 2024, no. 5 (135), paper no. 02. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-5-13-24.

Введение

Обеспечение заданного срока службы – главное требование, предъявляемое к авиационной технике. Срок службы изделий зависит от интенсивности физико-химических процессов, протекающих в материалах под воздействием природной среды и приводящих к снижению уровня их характеристик. Полимерные композиционные материалы (ПКМ), в отличие от металлов, не подвержены коррозии, поэтому устойчивость к старению является ключевой проблемой, от решения которой зависит надежность и продолжительность эксплуатации выполненных из них конструктивных элементов [1]. Существуют различные способы обеспечения срока службы изделий из полимерных материалов: применение лакокрасочных покрытий, защитных пленок, герметиков и т. д. При этом важным направлением является совершенствование состава и структуры ПКМ с позиций повышения устойчивости к воздействию факторов природной среды.

Проблема старения особенно актуальна для арамидных органопластиков, которые благодаря своему составу (полимер, армированный полимером) имеют ряд особенностей взаимодействия с внешней средой [2]. По сравнению с композитами, армированными стеклянными и углеродными волокнами, органопластики менее устойчивы к поглощению воды, поскольку в процессе сорбции участвует не только матрица, но и арамидные волокна [3–5]. Под воздействием влаги изменяется надмолекулярная структура и снижается уровень механических свойств органических волокон [6, 7]. В то же время органопластикам свойственны такие свойства, как сродство химической природы компонентов, отсутствие градиента плотностей между матрицей и армирующим волокном, способность к релаксации внутренних напряжений как в матрице, так и в полимерных волокнах. Эти качества положительно влияют на стойкость арамидных органопластиков к климатическому старению, способствуют восстановлению свойств влагонасыщенных органопластиков после высушивания [8, 9].

В своем развитии органопластики прошли несколько этапов. На первом этапе созданы материалы на основе высокопрочных арамидных волокон СВМ. Отечественное арамидное волокно СВМ разработано в 1969 г. во Всесоюзном научно-исследовательском институте полимерных волокон (г. Мытищи) коллективом ученых под руководством профессора Г.И. Кудрявцева. Одновременно в США фирма «Дюпон» разработала и выпустила на рынок арамидные волокна под торговой маркой Kevlar.

Волокна СВМ имеют более высокое водопоглощение (до 4 %), чем разработанные впоследствии арамидные волокна второго и третьего поколения (Руслан, Русар-С и Русар-НТ).

В табл. 1 представлены сведения о стойкости органопластиков на основе волокон СВМ и Kevlar к воздействию различного климата [5, 8, 10–12] и воды [4, 13, 14]. В качестве критерия оценки стойкости материалов к действию внешних факторов использован коэффициент сохранения прочности при соответствующем виде нагружения. Данный коэффициент является величиной относительной и равен отношению предела прочности материала после старения к его исходному значению. Как показывает анализ научно-технической литературы, существенных различий климатической стойкости отечественных и зарубежных арамидных пластиков не наблюдается.

К 2005 г. разработано несколько марок органопластиков (Органит 7Т, Органит 7ТЛ, Органит 11ТЛ, Органит 18Т и др.), армированных тканью из волокна СВМ, которые внедрены в авиационные конструкции (самолеты Ту-204, Ту-214, Ту-334, Ан-140 и др.) и успешно эксплуатировались в их составе [15].

Второй этап совершенствования авиационных органопластиков – это использование арамидных волокон второго поколения типа Руслан (ООО «Каменскволокно»). Разработаны органотекстолиты Органит 12Т(М)-Рус, Органит 18Т-Рус, Органит 16Т-Рус с водопоглощением, не превышающим 2,0 % [16].

Таблица 1

Стойкость органопластиков на основе российского волокна СВМ и зарубежного волокна Kevlar к воздействию различного климата и воды [4, 5, 8, 10–14]

Состав (волокно/связующее)	Условия экспозиции	Вид испытаний	Коэффициент сохранения прочности
СВМ/эпоксидно-изоцианатное	3 года в условиях теплого влажного климата (г. Батуми)	Изгиб	0,82
		Растяжение	0,91
СВМ/эпоксидно-полисульфоновое	4 года в условиях теплого влажного климата (г. Батуми)	Изгиб	0,73
		Растяжение	0,70
СВМ/эпоксидно-фенолформальдегидное	5 лет в условиях теплого влажного климата (г. Батуми)	Изгиб	0,61
		Растяжение	0,79
Kevlar-49/эпоксидное LFR-277	10 лет в условиях умеренно теплого климата (г. Хэмптон)	Сжатие	0,93
		Изгиб	0,96
Kevlar-49/эпоксидное F155	10 лет в условиях тропического климата (г. Веллингтон)	Сжатие	0,78
		Изгиб	0,81
СВМ/эпоксидное	30 сут увлажнения при комнатной температуре	Сдвиг	0,83
Kevlar-49/эпоксидное Sycom 985	3 мес в дистиллированной воде	Изгиб	0,75

В настоящее время работы по дальнейшему совершенствованию авиационных органопластиков ведутся за счет использования армирующих наполнителей из новых влагостойких арамидных волокон типа Русар-НТ (АО НПО «Термотекс»). По сравнению с волокнами СВМ и Руслан арамидные волокна Русар-НТ имеют более совершенную химическую и надмолекулярную структуру с точки зрения устойчивости к поглощению влаги [17].

В данной работе исследовали закономерности старения арамидных органопластиков в зависимости от условий внешней среды и состава материала: типа арамидных волокон и полимерного связующего. Цель исследований – поиск путей повышения устойчивости арамидных органопластиков к атмосферным воздействиям и увеличения срока службы изделий авиационного назначения.

Материалы и методы

Объектами исследования являются конструкционные органопластики плотностью 1310–1350 кг/м³ на основе типовых полимерных связующих и армирующих тканей. Характеристики исследуемых органопластиков представлены в табл. 2. Армирующие ткани выполнены сатиновым переплетением из арамидных нитей линейной плотности 14,3 текс и имеют поверхностную плотность ≤90 г/м².

Исследовали старение органопластиков под влиянием естественной природной среды и в лабораторных условиях. Натурные климатические испытания органопластиков (листы толщиной до 1,5 мм без лакокрасочного покрытия) проводили в следующих климатических зонах:

- умеренно холодный климат (г. Москва);
- умеренно теплый климат (г. Геленджик);
- теплый влажный климат (г. Сочи, г. Батуми);
- холодный климат (г. Якутск).

Проведены испытания на водопоглощение (ГОСТ 4650–80), тепловлажностное старение (ГОСТ 9.707–81) и тропическую стойкость (циклический режим согласно СТП 1-595-20-100–2002).

Таблица 2

Физико-механические характеристики органопластиков

Материал	Состав органопластика		Предел прочности при растяжении, МПа	Рабочая температура, °С
	Волокно	Связующее		
Органит 7Т	СВМ	Эпоксидно-фенол-формальдегидное	700	От -60 до 80
Органит 7ТЛ			780	От -60 до 80
Органит 10Т		Эпоксидное	740	От -60 до 150
Органит 11ТЛ		Эпоксидно-полисульфоновое	680	От -60 до 80
Органит 12Т		Эпоксидное	670	От -60 до 80
Органит 16Т			720	От -60 до 180
Органит 18Т			660	От -60 до 80
Органит 12Т(М)-Рус	Руслан	Эпоксидное	850	От -60 до 80
Органит 16Т-Рус			855	От -60 до 150
Органит 18Т-Рус			820	От -60 до 80
ВКО-19		Эпоксидно-полисульфоновое	820	От -60 до 80
Опытный I	Русар-НТ	Эпоксидно-полисульфоновое	880	От -60 до 150
Опытный II			890	От -60 до 150

Результаты и обсуждение

Влияние природной среды на стойкость арамидных органопластиков

К основным природным факторам, провоцирующим старение полимерных материалов, относят влагу, повышенную температуру и солнечную радиацию [18].

На рис. 1 показано, как изменяется прочность при изгибе серийного органопластика Органит 12Т на основе арамидных волокон первого поколения в различных условиях природной среды. Экспонировали листы органопластика на открытом стенде без защитного лакокрасочного покрытия. Экспериментальные данные аппроксимировали полиномом первой степени с коэффициентом детерминации $R^2 > 0,9$. Как видно из представленных данных, при увеличении продолжительности выдержки наблюдается монотонное снижение прочности при изгибе. После 5 лет экспозиции коэффициент сохранения прочности составил 0,55. Наибольшее снижение прочности наблюдается в зоне теплого влажного климата, наименьшее – в зоне умеренно холодного климата.

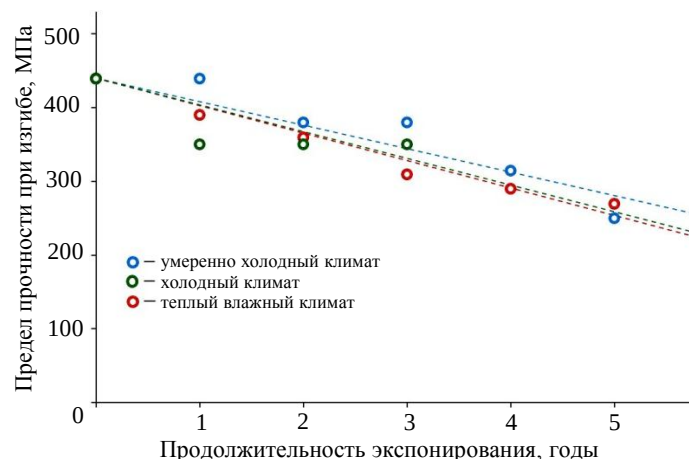


Рис. 1. Изменение прочности при изгибе органопластика Органит 12Т после экспозиции в различном климате (точки – экспериментальные значения, линии – аппроксимация полиномом первой степени)

На рис. 2 показано изменение прочности при растяжении органопластиков Органит 10Т и Органит 12Т в зоне теплого влажного климата г. Батуми. Коэффициент сохранения прочности при растяжении образцов органопластика Органит 10Т после 18 лет экспозиции на открытом стенде без защиты лакокрасочным покрытием составил 0,71; органопластика Органит 12Т после 12 лет экспозиции в незащищенном виде: 0,51. Это свидетельствует о достаточно высокой климатической стойкости арамидных органопластиков. В процессе старения органопластиков наблюдаются типичные для полимерных композитов изменения поверхности листов, влияющие на прочность материала. Следует отметить, что в изделиях эти явления минимизированы благодаря наличию лакокрасочных защитных покрытий.

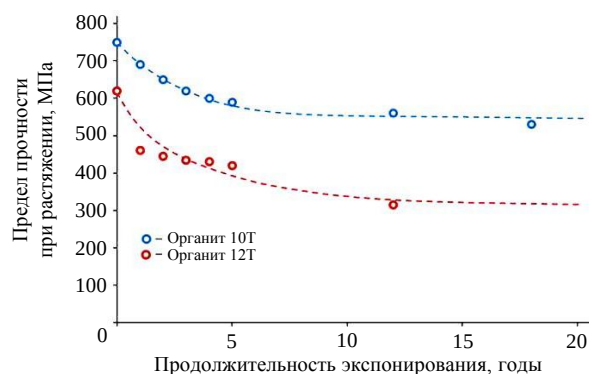


Рис. 2. Изменение прочности при растяжении органопластиков первого поколения после экспозиции в условиях теплого влажного климата (точки – экспериментальные значения, линии – аппроксимация полиномом первой степени)

В табл. 3 приведены результаты лабораторных испытаний тропической стойкости арамидных органопластиков. Показано, что коэффициент сохранения прочностных свойств органопластиков составляет $\geq 0,74$. Органопластик Органит 16Т-Рус второго поколения на основе арамидного волокна Руслан по сравнению с органопластиками первого поколения на основе арамидного волокна СВМ имеет повышенную стойкость к поглощению влаги в условиях тропической камеры. Известно, что коэффициент сохранения прочности стекло- и углепластиков в аналогичных условиях составляет 0,70–0,85 [19]. Таким образом, по устойчивости к тропическим условиям изученные органопластики не уступают другим ПКМ, несмотря на более высокое водопоглощение по сравнению со стекло- и углепластиками.

Таблица 3

Тропическая стойкость органопластиков по результатам лабораторных испытаний

Материал	Характеристика	Значение прочности при продолжительности экспозиции, мес				Коэффициент сохранения прочности	Водопоглощение за 120 сут, %
		0	1	2	3		
Органит 10Т	Прочность при изгибе, МПа	470	420	450	450	0,96	2,0
Органит 11Т	Прочность, МПа: при изгибе при растяжении при сжатии	445	450	400	–	0,89	2,0
		640	590	565	560	0,87	
		195	185	180	145	0,74	
Органит 12Т	Прочность при изгибе, МПа	440	390	365	–	0,83	2,4
Органит 16Т-Рус		520	525	515	520	1,00	1,1

Для обеспечения эксплуатационной надежности ПКМ важно, чтобы поглощенная атмосферная влага не приводила к необратимым изменениям их структуры и свойств. При эксплуатации авиационной техники материалы могут подвергаться действию высоких отрицательных и положительных температур, в том числе после влагонасыщения в природной среде. На примере органопластика Органит 7ТЛ, подвергнутого тепловлажностному старению, оценили влияние последующей сушки и замораживания при температуре $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 1 мес на механические свойства материалов. Результаты испытаний представлены в табл. 4.

Таблица 4

Влияние тепловлажностного старения с последующей сушкой или замораживанием на прочность органопластика Органит 7ТЛ

Механические испытания до и после воздействия	Воздействующий фактор	Пределы прочности, МПа, при продолжительности старения, мес			
		0	2	4	10
Растяжение	Тепловлажностное старение	820	770	703	522
	Сушка после старения		890	840	755
	Замораживание после старения		790	704	544
Изгиб	Тепловлажностное старение	510	525	423	383
	Сушка после старения		572	—	567
	Замораживание после старения		476	416	358
Сжатие	Тепловлажностное старение	300	293	275	225
	Сушка после старения		368	328	314
	Замораживание после старения		290	270	223

Примечание. Условия тепловлажностного старения: относительная влажность $98\pm 2\%$, температура $60\text{ }^{\circ}\text{C}$.

После удаления сорбированной влаги предел прочности при растяжении органопластика Органит 7ТЛ восстанавливается до уровня, составляющего 92 % от исходного значения, а предел прочности при изгибе и сжатии соответствует исходным значениям. Способность к восстановлению свойств после удаления сорбированной влаги – важное качество арамидных органопластиков, положительно влияющее на их устойчивость к воздействию внешней среды. Из приведенных в табл. 4 данных также следует, что при замораживании влагонасыщенных органопластиков не происходит дополнительного снижения их прочности. Таким образом, на основе проведенных исследований установлено, что при десорбции поглощенной влаги в органопластиках наблюдается практически полное восстановление механических свойств.

Значимым фактором, влияющим на изменение свойств ПКМ в природной среде, является действие механических нагрузок. На рис. 3 показано, как изменяется прочность при растяжении органопластика Органит 7Т в условиях теплого влажного климата в свободном состоянии и в случае приложения растягивающей нагрузки (136 и 272 МПа). Экспериментальные данные аппроксимированы полиномом первой степени с коэффициентом детерминации $R^2 > 0,9$.

Снижение прочности при растяжении для органопластика, экспонированного в нагруженном виде, проявляется в большей степени, чем в ненагруженном материале. Уровень сохранения прочности при растяжении органопластика Органит 7Т после экспонирования в течение 5 лет в теплом влажном климате под нагрузкой составляет 70–75 % от значений предела прочности органопластика, экспонированного в свободном состоянии. Следует отметить, что предел прочности органопластика после 5 лет климатического старения под растягивающей нагрузкой остается достаточно высоким. По стойкости к одновременному воздействию климата и механических нагрузок арамидные органопластики не уступают композитам на основе стеклянных и углеродных волокон [19, 20].

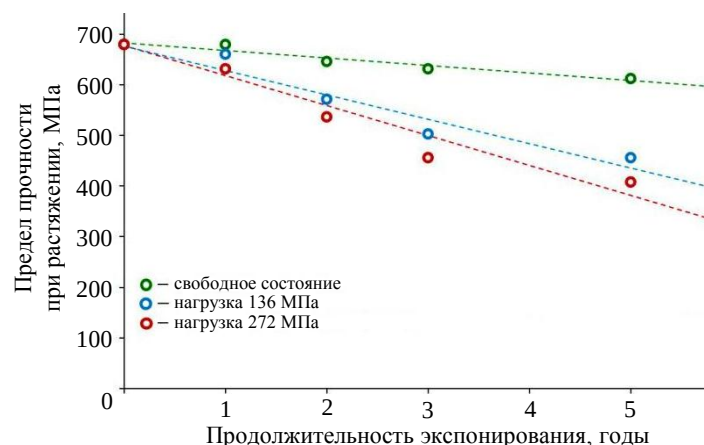


Рис. 3. Изменение прочности при растяжении органопластика Органит 7Т после экспонирования в теплом влажном климате в свободном и нагруженном состояниях (точки – экспериментальные значения, линии – аппроксимация полиномом первой степени)

Влияние состава арамидных органопластиков на стойкость к старению

Одним из преимуществ ПКМ является возможность широкого варьирования их состава и структуры для достижения в конструкции требуемого уровня свойств и реализации тем самым современной концепции единства разработки «материал–технология–конструкция» [21–23]. При разработке стойких к старению ПКМ важным является выбор армирующего наполнителя и полимерной матрицы – компонентов, ответственных за уровень водопоглощения, а также стабильность свойств в условиях тепла и влаги.

На рис. 4 показано влияние типа армирующего арамидного волокна (СВМ и Руслан) на устойчивость к старению органопластиков в условиях умеренно холодного климата. Коэффициент сохранения прочности при изгибе органопластика Органит 18Т-Рус на основе ткани из нити Руслан после 5 лет экспонирования составляет 0,9, что выше, чем у органопластика Органит 18Т на основе волокна СВМ. Использование волокна Руслан взамен менее устойчивого к поглощению влаги волокна СВМ позволило существенно повысить стойкость органопластика к старению.

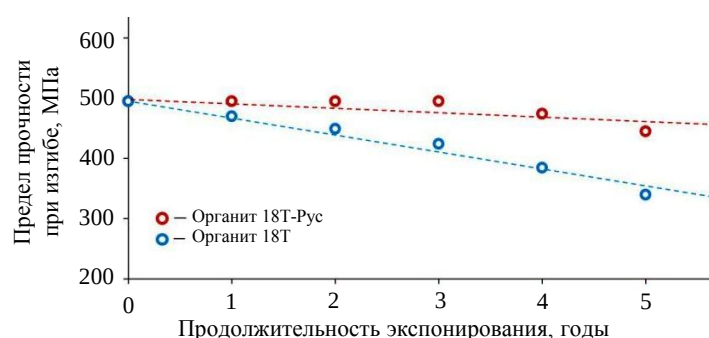


Рис. 4. Изменение прочности при изгибе органопластиков после экспонирования в умеренно холодном климате

В табл. 5 показано, как тип полимерной матрицы влияет на стойкость органопластика к тепловлажностному старению. Для изготовления органопластика использовали ткань из нитей Руслан, эпоксидные растворные (ЭДТ-69Н(М), ЭНФБ-2М) и расплавные (ВК-36, ВСК-14-3) связующие. Установлено, что органопластики на основе

расплавных эпоксидно-полисульфоновых связующих более стойки к старению. Полимерная матрица на основе расплавных эпоксидно-полисульфоновых связующих отличается повышенной герметичностью и монолитностью благодаря наличию высокомолекулярного модификатора – полисульфона, и применению безрастворной технологии получения препрега, исключающей использование растворителя и образование микропор при его удалении.

Таблица 5

Влияние типа связующего на тепловлажностное старение органопластиков

Материал	Связующее	Предел прочности при изгибе, МПа, после тепловлажностного старения, мес					
		0	0,5	1	1,5	2	3
Органит 12Т(М)-Рус	Эпоксидное растворное	455	–	445	445	450	440
Органит 18Т-Рус		500	505	500	–	500	485
ВКО-19	Эпоксидно-посульфоновое пленочное	510	–	500	–	520	500
Опытный I	Эпоксидно-посульфоновое расплавное	500	–	475	–	530	510

Примечание. Условия тепловлажностного старения: относительная влажность 98 %, температура 70 °С.

Устойчивость авиационных органопластиков к поглощению влаги зависит от вида армирующих волокон и матрицы. На рис. 5 показаны сорбционные кривые органопластиков на основе российских арамидных волокон трех поколений (СВМ, Руслан и Русар-НТ) и различных связующих.

Водопоглощение органопластиков первого поколения на основе волокон СВМ и растворных связующих составляет 2,0–2,1 %. Органопластики второго поколения на основе волокон Руслан и растворных связующих имеют уровень водопоглощения 1,6–1,8 %. Наибольшей стойкостью к поглощению влаги обладают органопластики третьего поколения на основе волокна Русар-НТ и эпоксидных модифицированных связующих расплавного типа: водопоглощение составило 1,1 %. Для определения уровней обратимого пластифицирующего воздействия влаги на свойства органопластиков можно использовать традиционные подходы [24].

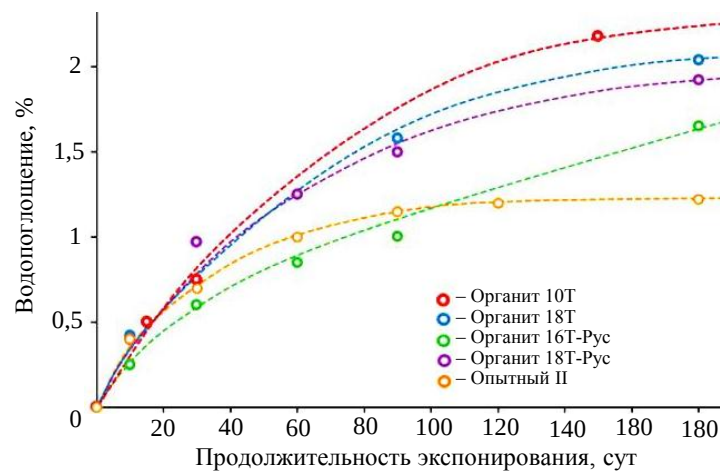


Рис. 5. Кинетика водопоглощения органопластиков на основе арамидных волокон трех поколений

Таким образом, климатическая стойкость органопластиков в значительной мере зависит от типа арамидных волокон и связующего. Перспективными являются органо-пластики из новых арамидных волокон Русар-НТ и эпоксидных модифицированных связующих расплавленного типа. Представляет интерес использование органопластиков третьего поколения в сочетании с угле- и стеклопластиковыми конструкциями в соответствии с известными подходами к созданию гибридных конструкций [25–27] с повышенными эксплуатационными и упруго-прочностными характеристиками.

Заключения

Исследовано старение арамидных органопластиков в различных природно-климатических условиях. Установлено, что климатическая стойкость органопластиков находится на уровне стойкости угле- и стеклопластиков, несмотря на повышенную способность к сорбции влаги по сравнению с ними.

Коэффициент сохранения прочности при растяжении органопластика Органит 10Т после 18 лет экспонирования на открытом стенде составляет 0,71. Отличительной особенностью органопластиков является способность к восстановлению свойств после удаления влаги (сушки), сорбированной материалом при длительной экспозиции в условиях тепловлажностной среды. Показано, что арамидные органопластики не уступают стекло- и углепластикам по уровню устойчивости к одновременному воздействию природной среды и механических нагрузок.

Установлено, что климатическая стойкость органопластиков зависит от типа арамидных волокон и связующего. Наибольшую стойкость имеют материалы на основе новых арамидных волокон типа Русар-НТ и эпоксидных модифицированных связующих расплавленного типа. Применение новых климатически стойких органопластиков позволит повысить надежность работы авиационной техники при ее базировании в различных районах земного шара.

Работа выполнена при поддержке ЦКП «Климатические испытания» НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.

Список источников

1. Каблов Е.Н., Старцев О.В. Фундаментальные и прикладные исследования коррозии и старения материалов в климатических условиях (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2015. № 4 (37). С. 38–52. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-4-38-52.
2. Mashinskaya G.P., Perov B.V. Principles of developing organic fibre-reinforced plastics for aircraft engineering // Polymer Matrix Composites: Soviet Advanced Composites Technology. London: Chapman & Hall, 1995. P. 305–425.
3. Каблов Е.Н., Старцев О.В., Кротов А.С., Кириллов В.Н. Климатическое старение композиционных материалов авиационного назначения. I. Механизмы старения // Деформация и разрушение материалов. 2010. № 11. С. 19–27.
4. Garanina S.D., Shul G.S., Lebedev L.B. et al. Effect of water on the properties of organic plastics // Mechanics of Composite Materials. 1985. Vol. 20. P. 454–457.
5. Startsev O.V., Krotov A.S., Mashinskaya G.P. Climatic ageing of organic fiber reinforced plastics: water effect // International Journal of Polymeric Materials. 1997. Vol. 37. P. 161–171.
6. Kurzemnieks A.K. Structural deformation properties of organic fibers based on para-polyamides // Mechanics of Composite Materials. 1979. Vol. 15. P. 7–10.
7. Vijayan K. Effect of environmental exposure on the aramid fibre Kevlar // Metals Materials and Processes. 2000. Vol. 12. P. 259–268.
8. Startseva L.T. Climatic ageing of organic fiber reinforced plastics // Mechanics of Composite Materials. 1984. Vol. 29. P. 620–626.

9. Bulmanis V.N., Popov N.S., Starzhenetskaya T.A. et al. Effect of alternating thermocycling and humidity on the strength of wound glass-fiber and organic-fiber plastics // *Mechanics of Composite Materials*. 1989. Vol. 24. P. 782–789.
10. Булманис В.Н., Старцев О.В. Прогнозирование изменения прочности полимерных волокнистых композитов в результате климатического воздействия. Якутск, 1988. 32 с.
11. Baker D.J. Ten-year ground exposure of composite materials used on the Bell model 206L helicopter flight service program: NASA Technical Paper 3468, ARL Technical Report 480. Hampton, VA, 1994. 54 p.
12. Dexter H.B. Long-term environmental effects and flight service evaluation of composite materials: NASA TM-89067. Hampton, VA, 1987. 188 p.
13. Haque A., Copeland C.W., Zadoo D.P., Jeelani S. Hygrothermal influence on the flexural properties of kevlar-graphite/epoxy hybrid composites // *Journal of Reinforced Plastics and Composites*. 1990. Vol. 9. P. 602–613.
14. Ramesh C., Arumugam V., Stanley J., Kumar V. Effects of hydrolytic aging on glass/epoxy, kevlar/epoxy, and hybrid (glass/kevlar/epoxy) composites // *International Journal of Engineering Research & Technology (IJERT)*. 2013. Vol. 2. P. 1589–1596.
15. Железина Г.Ф., Войнов С.И., Плетинь П.И., Вешкин Е.А., Сатдинов Р.А. Разработка и производство конструкционных органопластиков для авиационной техники // *Известия Самарского научного центра РАН*. 2012. Т. 14. № 4. С. 411–416.
16. Железина Г.Ф., Гуляев И.Н., Соловьева Н.А. Арамидные органопластики нового поколения для авиационных конструкций // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. № 5. С. 368–378. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-368-378.
17. Железина Г.Ф., Тихонов И.В., Черных Т.Е., Бова В.Г., Войнов С.И. Арамидные волокна третьего поколения Русар НТ для армирования органотекстолитов авиационного назначения // *Пластические массы*. 2019. № 3–4. С. 43–47.
18. Чайкун А.М., Венедиктова М.А., Смирнов Д.Н., Герасимов Д.М. Исследование влияния атмосферных факторов на основные характеристики герметизирующих материалов авиационного назначения // *Труды ВИАМ*. 2019. № 2 (74). Ст. 06. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 15.12.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-2-58-67.
19. Андреева Н.П., Павлов М.Р., Николаев Е.В., Курносов А.О. Исследование влияния воздействия атмосферных факторов на свойства полимерного конструкционного стеклопластика на цианэфирной основе в естественных условиях холодного, умеренного и тропического климата // *Труды ВИАМ*. 2019. № 3 (75). Ст. 12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 15.11.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-3-105-114.
20. Каблов Е.Н., Лаптев А.Б., Прокопенко А.Н., Гуляев А.И. Релаксация полимерных композиционных материалов под длительным действием статической нагрузки и климата (обзор). Часть 1. Связующие // *Авиационные материалы и технологии*. 2021. № 4 (65). Ст. 08. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 15.12.2023). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-70-80.
21. Велигодский И.М., Коваль Т.В., Курносов А.О., Мараховский П.С. Исследование климатической стойкости образцов стеклопластика после натурной экспозиции в различных климатических зонах // *Труды ВИАМ*. 2022. № 11 (117). Ст. 12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 24.11.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-11-134-148.
22. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения – основа инноваций, технологического лидерства и национальной безопасности России // *Интеллект и технологии*. 2016. № 14. С. 16–21.
23. 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.
24. Васильева Е.Д., Васильева А.А., Кычкин А.К. К вопросу о методах исследования воздействия влаги на полимерные композиционные материалы // *Материаловедение. Энергетика*. 2022. Т. 28. № 1. С. 21–31. DOI: 10.18721/JEST.28102.
25. Zhang S., Karbhari V.M., Reynaud D. NOL-ring based evaluation of freeze and freeze-thaw exposure effects on FRP composite column wrap systems // *Composites. Part B*. 2001. Vol. 32. P. 589–598.

26. Muralidharan M., Sathishkumar T.P., Rajini N. et al. Evaluation of tensile strength retention and service life prediction of hydrothermal aged balanced orthotropic carbon/glass and kevlar/glass fabric reinforced polymer hybrid composites // *Journal of Applied Polymer Science*. 2022. Vol. 139. No. 6. P. 51602.
27. Agarwal S., Pai Y., Pai D., Mahesha G.T. Assessment of ageing effect on the mechanical and damping characteristics of thin quasi-isotropic hybrid carbon-Kevlar/epoxy intraply composites // *Cogent Engineering*. 2023. Vol. 10. Art. 223511.

References

1. Kablov E.N., Startsev O.V. The basic and applied research in the field of corrosion and ageing of materials in natural environments (review). *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2015, no. 4 (37), pp. 38–52. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-4-38-52.
2. Mashinskaya G.P., Perov B.V. Principles of developing organic fibre-reinforced plastics for aircraft engineering. *Polymer Matrix Composites: Soviet Advanced Composites Technology*. London: Chapman & Hall, 1995, pp. 305–425.
3. Kablov E.N., Startsev O.V., Krotov A.S., Kirillov V.N. Climatic aging of composite materials for aviation purposes. I. Aging mechanisms. *Deformation and destruction of materials*, 2010, no. 11, pp. 19–27.
4. Garanina S.D., Shul G.S., Lebedev L.B. et al. Effect of water on the properties of organic plastics. *Mechanics of Composite Materials*, 1985, vol. 20, pp. 454–457.
5. Startsev O.V., Krotov A.S., Mashinskaya G.P. Climatic ageing of organic fiber reinforced plastics: water effect. *International Journal of Polymeric Materials*, 1997, vol. 37, pp. 161–171.
6. Kurzemnieks A.K. Structural deformation properties of organic fibers based on para-polyamides. *Mechanics of Composite Materials*, 1979, vol. 15, pp. 7–10.
7. Vijayan K. Effect of environmental exposure on the aramid fibre Kevlar. *Metals Materials and Processes*, 2000, vol. 12, pp. 259–268.
8. Startseva L.T. Climatic ageing of organic fiber reinforced plastics. *Mechanics of Composite Materials*, 1984, vol. 29, pp. 620–626.
9. Bulmanis V.N., Popov N.S., Starzhenetskaya T.A. et al. Effect of alternating thermocycling and humidity on the strength of wound glass-fiber and organic-fiber plastics. *Mechanics of Composite Materials*, 1989, vol. 24, pp. 782–789.
10. Bulmanis V.N., Startsev O.V. *Prediction of changes in the strength of polymer fiber composites as a result of climatic influences*. Yakutsk, 1988, 32 p.
11. Baker D.J. *Ten-year ground exposure of composite materials used on the Bell model 206L helicopter flight service program*: NASA Technical Paper 3468; ARL Technical Report 480. Hampton, VA, 1994, 54 p.
12. Dexter H.B. *Long-term environmental effects and flight service evaluation of composite materials*: NASA TM-89067. Hampton, VA, 1987, 188 p.
13. Haque A., Copeland C.W., Zadoo D.P., Jeelani S. Hygrothermal influence on the flexural properties of kevlar-graphite/epoxy hybrid composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 1990, vol. 9, pp. 602–613.
14. Ramesh C., Arumugam V., Stanley J., Kumar V. Effects of hydrolytic aging on glass/epoxy, kevlar/epoxy, and hybrid (glass/kevlar/epoxy) composites. *International Journal of Engineering Research & Technology (IJERT)*, 2013, vol. 2, pp. 1589–1596.
15. Zhelezina G.F., Voinov S.I., Pletin P.I., Veshkin E.A., Satdinov R.A. Development and production of structural organoplastics for aviation technology. *Izvestiya Samarskogo nauchnogo tsentra RAN*, 2012, vol. 14, no. 4, pp. 411–416.
16. Zhelezina G.F., Gulyaev I.N., Soloveva N.A. Aramide organic plastics of new generation for aviation designs. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2017, no. S, pp. 368–378. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-368-378.
17. Zhelezina G.F., Tikhonov I.V., Chernykh T.E., Bova V.G., Voinov S.I. Third generation aramid fibers Rusar NT for reinforcing organotextolites for aviation purposes. *Plasticheskiye massy*, 2019, no. 3–4, pp. 43–47.

18. Chaykun A.M., Venediktova M.A., Smirnov D.N., Gerasimov D.M. Features of the influence of atmospheric factors on the main technical characteristics of sealing materials of various types of aviation purposes. *Trudy VIAM*, 2019, no. 2 (74), paper no. 06. Available at: <http://viam-works.ru> (accessed: December 15, 2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-2-58-67.
19. Andreeva N.P., Pavlov M.R., Nikolaev E.V., Kurnosov A.O. Research of climatic factors influence of cold, temperate (moderate) and tropical climates on properties of construction fibreglass. *Trudy VIAM*, 2019, no. 3 (75), paper no. 12. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 15, 2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-3-105-114.
20. Kablov E.N., Laptev A.B., Prokopenko A.N., Gulyaev A.I. Relaxation of polymeric composite materials under the prolonged action of static load and climate (review). Part 1. Binders. *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 4 (65), paper no. 08. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: December 15, 2023). DOI: 10.18577/2071-9140-2021-0-4-70-80.
21. Veligodskiy I.M., Koval T.V., Kurnosov A.O., Marakhovskiy P.S. Study of resistance of glass fiber reinforced plastic to natural weathering in different climatic conditions. *Trudy VIAM*, 2022, no. 11 (117), paper no. 12. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 24, 2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-11-134-148.
22. Kablov E.N. New generation materials – the basis of innovation, technological leadership and national security of Russia. *Intellekt i tekhnologii*, 2016, no. 14, pp. 16–21.
23. Kablov E.N. Innovative developments of FSUE «VIAM» SSC of RF on realization of «Strategic directions of the development of materials and technologies of their processing for the period until 2030». *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2015, no. 1 (34), pp. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
24. Vasilyeva E.D., Vasilyeva A.A., Kychkin A.K. On the question of methods for studying the effects of moisture on polymer composite materials. *Materialovedenie. Energetika*, 2022, vol. 28, no. 1, pp. 21–31. DOI: 10.18721/JEST.28102.
25. Zhang S., Karbhari V.M., Reynaud D. NOL-ring based evaluation of freeze and freeze-thaw exposure effects on FRP composite column wrap systems. *Composites. Part B*, 2001, vol. 32, pp. 589–598.
26. Muralidharan M., Sathishkumar T.P., Rajini N. et al. Evaluation of tensile strength retention and service life prediction of hydrothermal aged balanced orthotropic carbon/glass and kevlar/glass fabric reinforced polymer hybrid composites. *Journal of Applied Polymer Science*, 2022, vol. 139, no. 6, p. 51602.
27. Agarwal S., Pai Y., Pai D., Mahesha G.T. Assessment of ageing effect on the mechanical and damping characteristics of thin quasi-isotropic hybrid carbon-Kevlar/epoxy intraply composites. *Cogent Engineering*, 2023, vol. 10, art. 223511.

Информация об авторах

Железина Галина Федоровна, ведущий инженер, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Кулагина Галина Серафимовна, начальник сектора, к.х.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Кан Алексей Чангирович, ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Старцев Валерий Олегович, начальник лаборатории, д.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Galina F. Zhelezina, Leading Engineer, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Galina S. Kulagina, Head of Sector, Candidate of Sciences (Chem.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Aleksey Ch. Kan, Leading Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Valeriy O. Startsev, Head of Laboratory, Doctor of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 05.04.2024; одобрена и принята к публикации после рецензирования 19.04.2024.
The article was submitted 05.04.2024; approved and accepted for publication after reviewing 19.04.2024.

Научная статья

УДК 669.058

DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-5-25-36

ЭРОЗИОННОСТОЙКИЕ И КОРРОЗИОННОСТОЙКИЕ ПОКРЫТИЯ ДЛЯ ЗАЩИТЫ ДЕТАЛЕЙ КОМПРЕССОРА ГАЗОТУРБИННЫХ ДВИГАТЕЛЕЙ

Д.А. Александров¹, А.С. Бенклян¹

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», Москва, Россия; admin@viam.ru

Аннотация. Приведена общая информация о наиболее часто используемых и перспективных эрозионностойких и коррозионностойких ионно-плазменных покрытиях для защиты деталей газотурбинных двигателей. Проанализированы основные методы нанесения защитных покрытий. Показаны преимущества и недостатки, а также некоторые свойства используемых покрытий, такие как эрозионная и коррозионная стойкость, рабочая температура. Рассмотрены основные тенденции в области эрозионно-коррозионностойких ионно-плазменных покрытий. Приведены особенности нанесения защитных покрытий на крупногабаритные детали компрессора газотурбинного двигателя.

Ключевые слова: газотурбинный двигатель, эрозионностойкие покрытия, эрозионно-коррозионностойкие покрытия, ионно-плазменные покрытия, лопатки газотурбинного двигателя, импеллер

Для цитирования: Александров Д.А., Бенклян А.С. Эрозионностойкие и коррозионностойкие покрытия для защиты деталей компрессора газотурбинных двигателей // Труды ВИАМ. 2024. № 5 (135). Ст. 03. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-5-25-36.

Scientific article

EROSION-RESISTANT AND CORROSION-RESISTANT COATINGS TO PROTECT COMPRESSOR PARTS OF GAS TURBINE ENGINES

D.A. Aleksandrov¹, A.S. Benklyan¹

¹Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific-Research Institute of Aviation Materials» of National Research Center «Kurchatov Institute», Moscow, Russia; admin@viam.ru

Abstract. General information is provided on the most commonly used and promising erosion-resistant and corrosion-resistant ion-plasma coatings for the protection of gas turbine engine parts. A brief analysis of the main methods of applying protective coatings to parts of the gas turbine engine compressor is carried out. The strengths and weaknesses of the coatings used are shown, as well as some properties such as erosion and corrosion resistance and operating temperature. The main development trends in the field of erosion-corrosion-resistant ion-plasma coatings are considered. The issues of the peculiarities of applying protective coatings to large-sized parts of the gas turbine engine compressor are discussed.

Keywords: gas turbine engine, erosion-resistant coatings, erosion-corrosion-resistant coatings, ion-plasma coatings, gas turbine engine blades, impeller

For citation: Aleksandrov D.A., Benklyan A.S. Erosion-resistant and corrosion-resistant coatings to protect compressor parts of gas turbine engines. *Trudy VIAM*, 2024, no. 5 (135), paper no. 03. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-5-25-36.

Введение

Высокий спрос на эффективную энергетику в разных отраслях промышленности вызван ростом мировой экономики и населения. Одной из важных областей является авиационное газотурбостроение, а именно современная и экономичная эксплуатация газотурбинных двигателей (ГТД) для самолетов и вертолетов [1, 2]. Увеличить ресурс ГТД можно за счет нескольких составляющих, в том числе повышения стойкости деталей горячего тракта, особенно компрессора, к действию факторов окружающей среды, таких как пылевоздушная и солевая коррозия. Рабочие лопатки компрессора обычно изготавливают из сталей и титановых сплавов. Результатом эрозионного воздействия пылевоздушного потока на лопатки компрессора является главным образом изнашивание кромок и верхней части пера со стороны корыта, что может привести к снижению производительности компрессора или поломке двигателя.

На стальные и титановые лопатки компрессора ГТД при эксплуатации в условиях морского, влажного и тропического климата коррозионное воздействие оказывают ионы хлора, которые содержатся во влажном воздухе и отложениях NaCl, образующихся при полетах или посадках летательного аппарата непосредственно вблизи морской поверхности (посадка на палубу авианосца, противолодочного корабля или приводнение гидросамолета) [3]. Коррозионное повреждение сталей и титановых сплавов характеризуется образованием на поверхности лопаток компрессора оксидов, появлением питтингов и каверн, что может привести к возникновению усталостных трещин и даже разрушению лопаток.

Титановые сплавы, имеющие преимущество перед сталями по плотности, менее подвержены коррозии, что является причиной их активного использования [4]. Однако у данного материала есть и недостатки – ресурс лопаток из титановых сплавов значительно снижается из-за возникновения усталостных трещин в процессе эксплуатации. Вместе с тем стальные лопатки имеют большую плотность, менее чувствительны к усталостным трещинам и более устойчивы к воздействию пылевой эрозии, но нуждаются в защите от коррозии при повышенных температурах [5, 6].

Помимо рабочих лопаток применяются более крупные детали компрессора, а именно: рабочие моноколеса (блиск, импеллер), статорные кольца (или полукольца) – блинги. Для защиты лопаток и других деталей компрессора ГТД от воздействия негативных факторов применяют различные эрозионностойкие и коррозионностойкие защитные покрытия. Существуют разные методы нанесения защитных покрытий, применяемых для деталей компрессора, среди которых можно выделить детонационные [7], газопламенные [8], ионно-плазменные вакуумно-дуговые и магнетронные [9, 10]. К основным используемым системам покрытий относятся эрозионностойкие (ZrN, TiN, CrC), коррозионностойкие (на основе (Ti,Cr)N, MeCrAlY, где Me: Ni, Fe или Co) и эрозионно-коррозионностойкие (типа Ti/TiN, TiN/CrN, TiCrAlY + TiN).

Данная работа представляет собой обзор, посвященный основным видам покрытий для защиты деталей компрессора ГТД от эрозии и коррозии, особенностям используемого оборудования и составов покрытий, а также тенденциям и направлениям исследований в области их применения. Работа выполнена при поддержке ЦКП «Климатические испытания» НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.

Методы нанесения эрозионностойких и коррозионностойких защитных покрытий

В табл. 1 приведены преимущества и недостатки различных методов нанесения покрытий на детали горячего тракта ГТД, в том числе компрессора.

Таблица 1

Методы нанесения эрозионностойких и коррозионностойких защитных покрытий

Методы нанесения эрозионностойких и коррозионностойких защитных покрытий				
Методы нанесения	Преимущества	Недостатки	Область применения	Источники литературы
Детонационное напыление (D-Gun)	Высокая скорость осаждения покрытий и адгезия. Широкая вариативность наносимых составов за счет использования порошков	Высокая шероховатость поверхности (необходима финишная обработка). Узкий диапазон регулирования толщины покрытия. Невозможность нанесения на детали сложной формы	Нанесение эрозионностойких и износостойких покрытий на детали компрессора газотурбинного двигателя, лопасти винтов	[7]
Газопламенное напыление (APS, HVOF, LPPS)		Высокая шероховатость поверхности (необходима финишная обработка). Узкий диапазон регулирования толщины покрытия		[8]
Химическое осаждение (CVD)	Низкая скорость осаждения. Возможность нанесения покрытия на детали сложной формы	Высокая температура процесса (~1000 °C)	Нанесение жаростойких и коррозионностойких покрытий на детали газотурбинного двигателя	[11]
Магнетронное распыление (MS)	Высокая адгезия. Низкая шероховатость поверхности. Широкий диапазон параметров процесса осаждения	Низкая скорость осаждения покрытий	Нанесение эрозионностойких, износостойких и коррозионностойких покрытий на детали компрессора газотурбинного двигателя	[9, 10, 12]
Ионно-плазменное вакуумно-дуговое осаждение (PVD)	Высокая скорость осаждения покрытий и адгезия. Низкая шероховатость поверхности. Возможность нанесения покрытия на детали сложной формы. Широкий диапазон параметров процесса осаждения	Наличие капельной фазы в структуре покрытия		[13]
D-Gun – detonation gun (осаждение детонацией); APS – atmosphere plasma deposition (атмосферное плазменное осаждение); HVOF – high velocity oxygen fuel (высокоскоростное распыление топливом с кислородом); LPPS – low pressure plasma spray (плазменное распыление при низком давлении); CVD – chemical vapor deposition; MS – magnetron sputtering (магнетронное распыление); PVD – physical vapor deposition (вакуумно-дуговое осаждение).				

По совокупности особенностей технологического процесса, таких как высокая воспроизводимость, экологичность, широкий диапазон регулирования технологических параметров, включая скорость осаждения и температуру подложки, возможность нанесения на детали сложной формы, выделяют ионно-плазменное вакуумно-дуговое осаждение как наиболее часто используемый для деталей ГТД метод.

Эрозионностойкие покрытия

Для защиты от эрозионного воздействия применяются твердые покрытия на основе нитридов или карбидов металлов. В табл. 2 приведены часто используемые эрозионностойкие ионно-плазменные покрытия, характеристики которых обобщены на основе анализа данных из открытых источников.

Таблица 2

Основные эрозионностойкие ионно-плазменные покрытия

Покрyтия	Преимущества	Недостатки	Источники литературы
CrC	Хорошая адгезионная прочность на сталях и никелевых сплавах. Рабочая температура до 650 °С. Высокая эрозионная стойкость во всем диапазоне углов атаки (от 20 до 90 градусов)	Низкая адгезионная прочность на титановых сплавах. Низкая коррозионная стойкость в условиях морского и приморского климата	[14]
ZrN	Хорошая адгезионная прочность на титановых сплавах. Рабочая температура до 450 °С. Высокая эрозионная стойкость во всем диапазоне углов атаки (от 20 до 90 градусов)	Низкая адгезионная прочность на сталях и никелевых сплавах. Низкая коррозионная стойкость в условиях морского и приморского климата	[14]
TiN	Хорошая адгезионная прочность на титановых сплавах и сталях. Рабочая температура до 500 °С. Высокая эрозионная стойкость во всем диапазоне углов атаки (от 20 до 90 градусов)	Низкая коррозионная стойкость в условиях морского и приморского климата	[14, 15]
TiN/Ti	Хорошая адгезионная прочность на титановых сплавах и сталях. Рабочая температура до 450 °С. Высокая эрозионная стойкость при использовании касательных углов атаки и фракций абразивных частиц размером до 100 мкм. Минимальное влияние на выносливость титановых сплавов	Низкая коррозионная стойкость в условиях морского и приморского климата. Низкая эрозионная стойкость в диапазоне углов атаки от 30 до 90 градусов при использовании смешанной фракции абразивных частиц размером от 100 до 700 мкм	[16, 17]
(TiAl)N/TiN	Хорошая адгезионная прочность на титановых сплавах и сталях. Рабочая температура до 650–700 °С. Высокая микротвердость (до 34 ГПа). Высокая эрозионная стойкость при использовании касательных углов атаки и фракций абразивных частиц размером до 100 мкм		[18]
V + (Ti–V)N + (Ti–V)/(Ti–V)N	Высокая эрозионная стойкость во всем диапазоне углов атаки (от 15 до 60 градусов)	Низкая коррозионная стойкость в условиях морского и приморского климата	[19]

Монослойные покрытия, такие как карбид хрома, нитрид титана и нитрид циркония, имеют высокую эрозионную стойкость (увеличивая стойкость защищаемого сплава в 5–10 раз) при эксплуатации в общеклиматических условиях. Особый интерес представляют покрытия типа TiN/Ti и (TiAl)N/TiN. За счет слоистой структуры, в том числе нанослойной, покрытия являются более универсальным при нанесении на различные подложки (никель, титан, сталь). На рис. 1 приведена стандартная структура биметаллического керметного многослойного покрытия типа (TiAl)N/TiN [18], на рис. 2 – микроструктура покрытия TiN/Ti (ER-7) (фирма MDS-Prad, Канада) [20].

За счет подбора толщины слоев покрытия можно уменьшить остаточные напряжения и улучшить выносливость системы «основа–покрытие».



Рис. 1. Стандартная структура биметаллического покрытия типа (TiAl)N/TiN

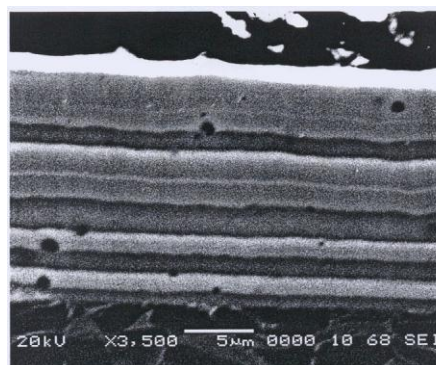


Рис. 2. Микроструктура покрытия ER-7, содержащего слои титана и нитрида титана

В работе [19] описано ионно-плазменное покрытие $V + (Ti-V)N + (Ti-V)/(Ti-V)N$ толщиной 15–16 мкм, наносимое на титановый сплав ВТЗ-1. Достигнуто повышение эрозионной стойкости в 3 раза по сравнению с основой без покрытия. Испытания на эрозионную стойкость проводили в диапазоне углов атаки пылевоздушного потока от 15 до 60 градусов с использованием фракций кварцевого песка размером от 180 до 400 мкм. Показано, что выбор эрозионностойких покрытий зависит от конкретных условий эксплуатации. Например, наличие плеззащитного устройства снижает требования к толщине и микротвердости покрытия.

Коррозионностойкие покрытия

Для повышения коррозионной стойкости материалов, в особенности сталей, применяются различные металлические покрытия. В табл. 3 приведены наиболее часто используемые коррозионностойкие ионно-плазменные покрытия.

Таблица 3

Основные коррозионностойкие ионно-плазменные покрытия

Покрытия	Преимущества	Недостатки	Источники литературы
(Ti–Cr)N	Удовлетворительная коррозионная стойкость. Рабочая температура до 550 °С. Хорошая адгезия	Необходимость использования двухкатодной схемы нанесения. Низкая коррозионная стойкость в условиях морского и приморского климата	[21]
MeCrAlY, где Me: Fe, Ni или Co	Рабочая температура до 650 °С. Удовлетворительная коррозионная стойкость в общеклиматических условиях. Высокая адгезионная прочность на сталях и никелевых сплавах	Недостаточная коррозионная стойкость в условиях морского и приморского климата	[22]
NiCoCrAlY + AlCoSiY	Высокая адгезионная прочность на никелевых сплавах и сталях. Рабочая температура до 700 °С. Высокая коррозионная стойкость во всеклиматических условиях эксплуатации. Защита от сульфидно-оксидной коррозии	Необходимость двухстадийного процесса нанесения покрытий (при использовании однокатодной установки)	[23]

В настоящее время в научно-технической литературе в качестве коррозионностойких ионно-плазменных покрытий представлены покрытия на основе нитридов

титана, легированных высоким содержанием хрома. Кроме того, исследована возможность использования для этих целей слоистого покрытия TiN/Ti [15]. Промышленное применение для защиты от коррозии лопаток компрессора ГТД и газотурбинных установок получили покрытия CoCrAlY и NiCoCrAlY + AlCoSiY, изготовленные одностадийным и двухстадийным методом ионно-плазменного осаждения соответственно.

Эрозионно-коррозионностойкие покрытия

При эксплуатации летательных аппаратов в различных климатических условиях для защиты стальных и титановых деталей компрессора ГТД применяют эрозионно-коррозионностойкие покрытия. В табл. 4 приведены некоторые варианты эрозионно-коррозионностойких ионно-плазменных покрытий.

Таблица 4

Варианты эрозионно-коррозионностойких ионно-плазменных покрытий

Покрyтия	Преимущества	Недостатки	Источники литературы
Ni + TiN/Ti (ЭК-7)	Хорошая адгезионная прочность на титановых сплавах и сталях. Рабочая температура до 450 °С. Высокая эрозионная стойкость при использовании касательных углов атаки и фракций абразивных частиц размером до 100 мкм. Минимальное влияние на выносливость титановых сплавов. Удовлетворительная коррозионная стойкость в общеклиматических условиях	Низкая коррозионная стойкость в условиях морского и приморского климата. Низкая эрозионная стойкость в диапазоне углов атаки от 30 до 90 градусов при использовании смешанной фракции абразивных частиц размером от 100 до 700 мкм	[14]
TiN/CrN	Хорошая адгезионная прочность на титановых сплавах и сталях. Рабочая температура до 700 °С. Высокая эрозионная стойкость во всем диапазоне углов атаки (от 20 до 70 градусов). Высокая коррозионная стойкость во всеклиматических условиях эксплуатации	Нет	[24]
TiAlCrN/CrN	Высокая адгезионная прочность на титановых сплавах и сталях. Рабочая температура до 800 °С. Удовлетворительная эрозионная стойкость во всем диапазоне углов атаки (от 20 до 70 градусов)	Нет	[25]
TiAlCrN/CrN + TiN	Хорошая адгезионная прочность на титановых сплавах. Рабочая температура до 500 °С. Высокая эрозионная стойкость в широком диапазоне углов атаки (от 20 до 55 градусов). Удовлетворительная коррозионная стойкость в условиях горячесолевой коррозии	Низкая эрозионная стойкость при больших углах атаки (от 70 до 90 градусов)	[26]

В работах [14, 24] описано покрытие TiN/CrN, которое многократно (от 6 до 15 раз) повышает эрозионную стойкость сталей и титановых сплавов, а также коррозионную стойкость сталей при эксплуатации во всеклиматических условиях. Данное покрытие можно использовать для увеличения эрозионной и коррозионной стойкости лопаток компрессора ГТД при температуре эксплуатации до 650–700 °С.

В работе [17] приведено нанослойное покрытие системы TiAlCrN/CrN, отличающееся наличием сложного нитрида титана с высоким содержанием алюминия и хрома. За счет такого состава рабочая температура покрытия достигает 800 °С, при этом эрозионная стойкость сталей и сплавов увеличивается в 2 раза при угле атаки пылевоздушного потока 70 градусов. На рис. 3 приведены микроструктуры покрытий TiN/CrN и TiAlCrN/CrN.

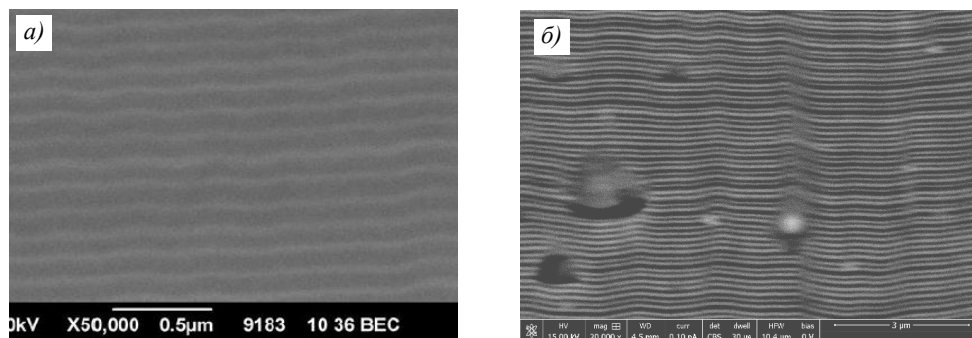


Рис. 3. Микроструктуры покрытий TiN/CrN (а) и TiAlCrN/CrN (б)

Разработано эрозионно-коррозионностойкое покрытие для защиты титановых сплавов [26]. Помимо многократного повышения эрозионной стойкости достигнуто повышение коррозионной стойкости в условиях горячесолевого коррозии при температуре до 500 °С. Покрытие наносится за один технологический цикл и может применяться для защиты деталей сложной формы типа «моноколесо импеллера» (центробежный компрессор).

Особенности нанесения эрозионностойких и коррозионностойких ионно-плазменных покрытий на крупногабаритные детали компрессора газотурбинного двигателя

Для нанесения эрозионностойких и коррозионностойких покрытий используются многокатодные установки, которые за счет большого количества испарителей обеспечивают высокую скорость осаждения на крупногабаритную деталь в большом объеме камеры. На рис. 4 приведена принципиальная схема установки роторного типа для нанесения ионно-плазменных покрытий [27]. За счет использования большого количества протяженных испарителей достигается высокая производительность процесса и равномерное осаждение покрытия на крупногабаритную деталь.

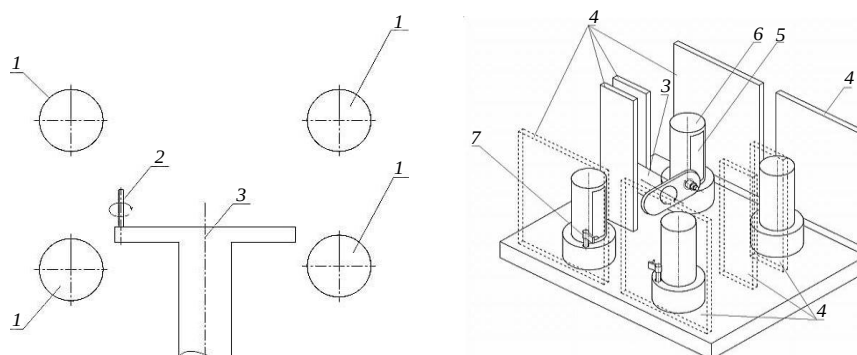


Рис. 4. Принципиальная схема установки роторного типа для нанесения ионно-плазменных покрытий: 1 – катодный испаритель; 2 – шток крепления деталей; 3 – ротор привода деталей; 4 – анод; 5 – катод; 6 – катодный экран; 7 – механизм поджига

Для деталей более сложной формы типа «импеллер» используется специальная оснастка с многовариантным вращением в разных плоскостях [28] либо механизм поворота испарителей [26]. На рис. 5 приведена схема оснастки с вращением детали в разных плоскостях.

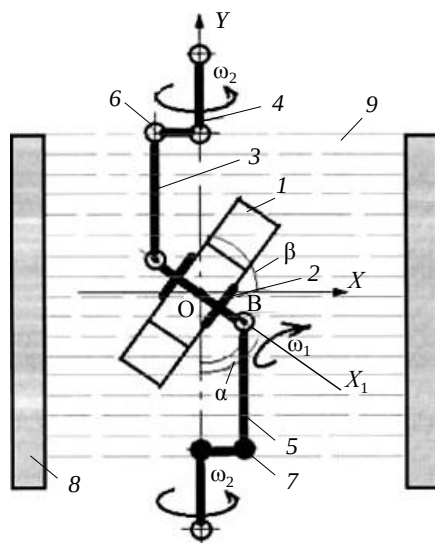


Рис. 5. Схема оснастки с вращением детали в разных плоскостях [28]: 1 – деталь; 2 – вращающаяся ось крепления детали; 3 – верхний шток крепления механизма наклона детали; 4 – вращающийся шток привода; 5 – нижний шток крепления механизма наклона детали; 6, 7 – верхний и нижний поворотный кулачок привода; 8 – катодный испаритель; 9 – поток плазмы

Существенными недостатками такой конструкции являются сложность и дороговизна ее изготовления, учитывая, что оснастка в ионно-плазменных установках является расходоуемой деталью.

Заключения

Установлено, что в качестве эрозионностойких, коррозионностойких и эрозионно-коррозионностойких высокотемпературных покрытий для деталей компрессора газотурбинных двигателей используются ионно-плазменные монослойные и многослойные системы на основе жаропрочных сплавов, нитридов и карбидов металлов, в том числе TiAlN, TiAlCrN, Ti/TiN и др.

Основными технологиями получения систем эрозионно-коррозионностойких, эрозионностойких и коррозионностойких покрытий для защиты деталей компрессора ГТД в зарубежной и отечественной промышленности являются PVD-процессы. В области развития данного направления выявлены следующие тенденции:

- совершенствование технологии нанесения покрытий применительно к крупногабаритным деталям ГТД (блиски, импеллеры, блинги) за счет усовершенствования планетарных приводов деталей и использования нескольких испарителей с разных сторон;
- повышение эрозионной и коррозионной стойкости покрытия за счет использования усовершенствованного состава (сложные нитриды с добавлением металлов (Al, Cr, V)), ассистированного осаждения (ионами аргона, азота) и слоистой конструкции с чередующимися твердым эрозионностойким и мягким коррозионностойким подслоями;
- улучшение адгезии покрытия и снижение уровня остаточных напряжений в покрытии за счет применения нанослоев с различной твердостью, а также сочетания внутри одного покрытия слоев как металлов и сплавов, так и их нитридов различной толщины.

Список источников

1. Каблов Е.Н., Антипов В.В. Роль материалов нового поколения в обеспечении технологического суверенитета Российской Федерации // Вестник Российской академии наук. 2023. Т. 93. № 10. С. 907–916.
2. Каблов Е.Н., Бакрадзе 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. Закирова Л.И., Афанасьев-Ходыкин А.Н., Мовенко Д.А., Лаптев А.Б. Особенности формирования диффузионного слоя Sn–Zn–Fe на границе гальванотермического покрытия системы цинк–олово и стали 30ХГСА с высокой защитной способностью // Авиационные материалы и технологии. 2022. № 4 (69). Ст. 06. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 10.03.2024). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-4-61-71.
4. Каблов Е.Н., Кашапов О.С., Медведев П.Н., Павлова Т.В. Исследование двухфазного титанового сплава системы Ti–Al–Sn–Zr–Si–β-стабилизаторы // Авиационные материалы и технологии. 2020. № 1 (58). С. 30–37. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-1-30-37.
5. Якушева Н.А. Высокопрочные конструкционные стали для деталей шасси перспективных изделий авиационной техники // Авиационные материалы и технологии. 2020. № 2 (59). С. 3–9. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-2-3-9.
6. 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.
7. Батраев И.С., Рыбин Д.К., Иванюк К.В., Ульяницкий В.Ю., Штерцер А.А. Износостойкие детонационные покрытия на основе карбида вольфрама для авиационной техники // Авиационные материалы и технологии. 2022. № 1 (66). Ст. 08. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 10.03.2024). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-1-92-109.
8. Drexler J.M., Shinoda K., Ortiz A.L. et al. Air-plasma-sprayed thermal barrier coatings that are resistant to high-temperature attack by glassy deposits // Acta Materialia. 2010. Vol. 58. P. 6835–6844.
9. Pessoa R.S., Fraga M.A., Santos L. et al. Plasma-assisted techniques for growing hard nanostructured coatings. An overview // Anti-Abrasive Nanocoatings / Ed. M. Aliofkhazraei. Cambridge: Woodhead Publishing, 2015. P. 455–479.
10. Kim K.H., Sung-Ryong C., Soon-Young Y. Superhard Ti–Si–N coatings by a hybrid system of arc ion plating and sputtering techniques // Surface and Coatings Technology. 2002. Vol. 161. P. 243–248.
11. Carlsson J.-O., Martin P.M., Martin P. Chemical Vapor Deposition // Handbook of deposition technologies for films and coatings. Science, Applications and Technology. Oxford: Elsevier Inc., 2010. P. 406.
12. Depla D., Mahieu S., Greene J. Sputter deposition processes // Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings. Science application and technology. Oxford: Elsevier Inc., 2010. P. 253–296.
13. Mehran Q.M., Fazal M.A., Razak B.A., Rubaiee S.A. Critical Review on Physical Vapor Deposition Coatings Applied on Deferent Engine Components // Critical Reviews in Solid State and Material Sciences. 2018. Vol. 43. No. 2. P. 158–175.
14. Kablov E.N., Muboyadzhyan S.A. Erosion-resistant coatings for gas turbine engine compressor blades // Russian metallurgy (Metally). 2017. Vol. 2017. P. 494–504.
15. Bonu V., Jeevitha M., Kumar V.P. et al. Solid particle erosion and corrosion resistance performance of nanolayered multilayered Ti/TiN and TiAl/TiAlN coatings deposited on Ti₆Al₄V substrates // Surface and Coating Technology. 2020. Vol. 387. P. 125531. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2020.125531.
16. Sun Z., He G., Meng Q. et al. Corrosion mechanism investigation of TiN/Ti coating and TC4 alloy for aircraft compressor application // Chinese Journal of Aeronautics. 2019. Vol. 33 (6). P. 1–12.

17. Александров Д.А., Горлов Д.С., Будиновский С.А. Применение комплекса ионно-плазменных технологий для защиты лопаток компрессора вертолетного газотурбинного двигателя от эрозионного износа и фреттинга // Труды ВИАМ. 2021. № 2 (96). Ст. 08. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 10.03.2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-2-71-80.
18. Sagalovych A., Popov V., Kononyhin A. et al. Vacuum plasma erosion resistant 2D nanocomposite coating Avinit for compressor blades of gas turbine engines of aircraft engines // Mechanical Advantage Technologies. 2023. Vol. 7. No. 1. P. 7–15. DOI: 10.20535/2521-1943.2023.7.1.264788.
19. Смыслов А.М., Дыбленко Ю.М., Прокопчук К.А. Оценка влияния угла атаки и фракционной зернистости песка на эрозионную стойкость поверхности титановых сплавов с ионно-плазменными защитными покрытиями // Вопросы науки и образования. 2012. № 18 (143). С. 4–10.
20. Di W., Zhen Y. Solid Particle Erosion // Advances in Turbomachinery. London: IntechOpen, 2023. P. 1–19. DOI: 10.5772/intechopen.109383.
21. Reedy M.W., Eden T.J., Potter J.K., Wolfe U.E. Erosion performance and characterization of nanolayer (Ti, Cr)N hard coatings for gas turbine engine compressor blade applications // Surface and Coatings Technology. 2011. Vol. 206 (2). P. 464–472.
22. Balitskii A.I., Kvasnytska Y.H., Ivaskevych L.M. et al. Hydrogen and corrosion resistance of nickel superalloys for gas turbines, engines cooled blades // Energies. 2023. Vol. 16. P. 1154.
23. Плотников Н.В., Гонтюрев В.А., Селиванов К.С. и др. Особенности микроструктуры и свойств комбинированного покрытия СДП-1 + ВСДП-20, нанесенного в едином вакуумном объеме. URL: <http://www.nppuast.com> (дата обращения: 10.03.2024). DOI: 10/53454/9785986206257_167.
24. Мубояджян С.А., Александров Д.А., Горлов Д.С., Коннова В.И. Повышение эрозионной и коррозионной стойкости стальных лопаток компрессора ГТД с помощью нанослойного покрытия // Проблемы черной металлургии и материаловедения. 2013. № 4. С. 1–7.
25. Physical vapour deposition process for depositing erosion resistant coatings on a substrate: pat. CA2600097; appl. 31.08.07; publ. 28.02.09.
26. Александров Д.А., Доронин О.Н., Журавлева П.Л., Бенклян А.С. Исследование эрозионно-коррозионностойких покрытий для защиты титановых моноколес вертолетных газотурбинных двигателей // Труды ВИАМ. 2023. № 9 (127). Ст. 08. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 10.03.2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-9-90-100.
27. Будиновский С.А., Ляпин А.А., Горлов Д.С., Бенклян А.С., Татарников С.В. Нанесение многослойного антифреттингового покрытия на крупногабаритные изделия // Авиационные материалы и технологии. 2022. № 3 (68). Ст. 09. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 10.03.2024). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-3-98-107.
28. Способ нанесения защитного покрытия на лопатки блиска из титанового сплава: пат. 2692356 Рос. Федерация; заявл. 20.06.18; опубл. 24.06.19.

References

1. Kablov E.N., Antipov V.V. The role of new generation materials in ensuring the technological sovereignty of the Russian Federation. *Vestnik Rossiyskoy akademii nauk*, 2023, vol. 93, no. 10, pp. 907–916.
2. Kablov E.N., Bakradze M.M., Gromov V.I., Voznesenskaya N.M., Yakusheva N.A. New high strength structural and corrosion-resistant steels for aerospace equipment developed by FSUE «VIAM» (review). *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2020, no. 1 (58), pp. 3–11. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-1-3-11.
3. Zakirova L.I., Afanasyev-Khodykin A.N., Movenko D.A., Laptev A.B. Features of the formation of the Sn–Zn–Fe diffusion layer at the boundary of galvanothermal coating of systems zinc–tin and 30HGSA steel with high protective capability. *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 4 (69), paper no. 06. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: March 10, 2024). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-4-61-71.

4. Kablov E.N., Kashapov O.S., Medvedev P.N., Pavlova T.V. Study of a $\alpha + \beta$ -titanium alloy based on a system of Ti–Al–Sn–Zr–Si– β -stabilizing alloying elements. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2020, no. 1 (58), pp. 30–37. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-1-30-37.
5. Yakusheva N.A. High-strength constructional steels for landing gears of perspective products of aircraft equipment. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2020, no. 2 (59), pp. 3–9. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-2-3-9.
6. Sevalnev G.S., Antsyferova M.V., Dulnev K.V., Sevalneva T.G., Vlasov I.I. Influence of nitrogen concentration on the structure and properties of sparingly alloyed structural steel. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2020, no. 2 (59), pp. 10–16. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-2-10-16.
7. Batraev I.S., Rybin D.K., Ivanyuk K.V., Ulianitsky V.Yu., Shtertser A.A. Wear resistant detonation coatings based on tungsten carbide for aviation products. *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 1 (66), paper no. 08. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: March 10, 2024). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-1-92-109.
8. Drexler J.M., Shinoda K., Ortiz A.L. et al. Air-plasma-sprayed thermal barrier coatings that are resistant to high-temperature attack by glassy deposits. *Acta Materialia*, 2010, vol. 58, pp. 6835–6844.
9. Pessoa R.S., Fraga M.A., Santos L. et al. Plasma-assisted techniques for growing hard nanostructured coatings. An overview. *Anti-Abrasive Nanocoatings*. Ed. M. Aliofkhazraei. Cambridge: Woodhead Publishing, 2015, pp. 455–479.
10. Kim K.H., Sung-Ryong C., Soon-Young Y. Superhard Ti–Si–N coatings by a hybrid system of arc ion plating and sputtering techniques. *Surface and Coatings Technology*, 2002, vol. 161, pp. 243–248.
11. Carlsson J.-O., Martin P.M., Martin P. Chemical Vapor Deposition. *Handbook of deposition technologies for films and coatings. Science, Applications and Technology*. Oxford: Elsevier Inc., 2010, p. 406.
12. Depla D., Mahieu S., Greene J. Sputter deposition processes. *Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings. Science application and technology*. Oxford: Elsevier Inc., 2010, pp. 253–296.
13. Mehran Q.M., Fazal M.A., Razak B.A., Rubaiee S.A. Critical Review on Physical Vapor Deposition Coatings Applied on Deferent Engine Components. *Critical Reviews in Solid State and Material Sciences*, 2018, vol. 43, no. 2, pp. 158–175.
14. Kablov E.N., Muboyadzhyan S.A. Erosion-resistant coatings for gas turbine engine compressor blades. *Russian metallurgy (Metally)*, 2017, vol. 2017, pp. 494–504.
15. Bonu V., Jeevitha M., Kumar V.P. et al. Solid particle erosion and corrosion resistance performance of nanolayered multilayered Ti/TiN and TiAl/TiAlN coatings deposited on Ti₆Al₄V substrates. *Surface and Coating Technology*, 2020, vol. 387, p. 125531. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2020.125531.
16. Sun Z., He G., Meng Q. et al. Corrosion mechanism investigation of TiN/Ti coating and TC4 alloy for aircraft compressor application. *Chinese Journal of Aeronautics*, 2019, vol. 33 (6), pp. 1–12.
17. Alexandrov D.A., Gorlov D.S., Budinovskii S.A. Application of a complex of ion-plasma technologies to protect the compressor blades of a helicopter gas-turbine engine from erosion wear and fretting. *Trudy VIAM*, 2021, no. 2 (96), paper no. 08. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: March 10, 2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-2-71-80.
18. Sagalovych A., Popov V., Kononyhin A. et al. Vacuum plasma erosion resistant 2D nanocomposite coating Avinit for compressor blades of gas turbine engines of aircraft engines. *Mechanical Advantage Technologies*, 2023, vol. 7, no. 1, pp. 7–15. DOI: 10.20535/2521-1943.2023.7.1.264788.
19. Smyslov A.M., Dyblenko Yu.M., Prokopchuk K.A. Assessing the influence of the angle of attack and fractional grain size of sand on the erosion resistance of the surface of titanium alloys with ion-plasma protective coatings. *Voprosy nauki i obrazovaniya*, 2012, no. 18 (143), pp. 4–10.
20. Di W., Zhen Y. Solid Particle Erosion. *Advances in Turbomachinery*. London: IntechOpen, 2023, pp. 1–19. DOI: 10.5772/intechopen.109383.

21. Reedy M.W., Eden T.J., Potter J.K., Wolfe U.E. Erosion performance and characterization of nanolayer (Ti, Cr)N hard coatings for gas turbine engine compressor blade applications. *Surface and Coatings Technology*, 2011, vol. 206 (2), pp. 464–472.
22. Balitskii A.I., Kvasnytska Y.H., Ivaskeviych L.M. et al. Hydrogen and corrosion resistance of nickel superalloys for gas turbines, engines cooled blades. *Energies*, 2023, vol. 16, p. 1154.
23. Plotnikov N.V., Gontyurev V.A., Selivanov K.S. et al. *Features of the microstructure and properties of the combined coating SDP-1 + VSDP-20 applied in a single vacuum volume*. Available at: <http://www.nppuast.com> (accessed: March 10, 2024). DOI: 10/53454/9785986206257_167.
24. Muboyadzhyan S.A., Aleksandrov D.A., Gorlov D.S., Konnova V.I. Increasing the erosion and corrosion resistance of steel blades of a gas turbine engine compressor using a nanolayer coating. *Problemy chernoy metallurgii i materialovedeniya*, 2013, no. 4, pp. 1–7.
25. *Physical vapour deposition process for depositing erosion resistant coatings on a substrate*: pat. CA2600097; appl. 31.08.07; publ. 28.02.09.
26. Aleksandrov D.A., Doronin O.N., Zhuravleva P.L., Benklyan A.S. The research of erosion-corrosion-resistant coatings for protection of titanium impellers for helicopter gas-turbine engine. *Trudy VIAM*, 2023, no. 8 (126), paper no. 08. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: March 10, 2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-9-90-100.
27. Budinovskiy S.A., Lyapin A.A., Gorlov D.S., Benklyan A.S., Tatarnikov S.V. Multilayer antifretting coating on large-sized manufactures. *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 3 (68), paper no. 09. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: March 10, 2024). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-3-98-107.
28. *Method of applying a protective coating to blisk blades made of titanium alloy*: pat. 2692356 Rus Federation; appl. 20.06.18; publ. 24.06.19.

Информация об авторах

Александров Денис Александрович, ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Бенклян Артем Сергеевич, инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Denis A. Aleksandrov, Leading Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Artem S. Benklyan, Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 27.03.2024; одобрена и принята к публикации после рецензирования 04.04.2024.
The article was submitted 27.03.2024; approved and accepted for publication after reviewing 04.04.2024.

Научная статья

УДК 620.179

DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-5-37-49

**АВТОМАТИЗИРОВАННЫЙ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ
КОНТРОЛЬ ТИТАНОВЫХ ЗАГОТОВОК ДИСКОВ КОМПРЕССОРА
ГАЗОТУРБИННЫХ ДВИГАТЕЛЕЙ С ПРИМЕНЕНИЕМ КОНИЧЕСКОГО
АКУСТИЧЕСКОГО ЗЕРКАЛА***И.С. Краснов¹, М.А. Далин¹, А.А. Зародова¹, С.И. Яковлева¹, А.А. Верходанова²*

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», Москва, Россия; admin@viam.ru

²Акционерное общество «ОДК-Авиадвигатель», Пермь, Россия; office@avid.ru

Аннотация. Для обеспечения высокой чувствительности ультразвукового контроля заготовки сложной формы из титанового сплава предложено и изготовлено коническое акустическое зеркало, геометрические параметры которого рассчитаны методами математического моделирования. Определены корректировочные коэффициенты, необходимые для компенсации влияния криволинейной поверхности ввода. Подтверждена высокая точность проведенных расчетов. Применение зеркала позволило повысить чувствительность контроля более чем на 12 дБ (в 4 раза).

Ключевые слова: акустическое зеркало, чувствительность, ультразвуковой контроль, криволинейная поверхность, титановый сплав, заготовки

Для цитирования: Краснов И.С., Далин М.А., Зародова А.А., Яковлева С.И., Верходанова А.А. Автоматизированный ультразвуковой контроль титановых заготовок дисков компрессора газотурбинных двигателей с применением конического акустического зеркала // Труды ВИАМ. 2024. № 5 (135). Ст. 04. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-5-37-49.

Scientific article

**A AUTOMATED ULTRASONIC INSPECTION OF TITANIUM ALLOY
GAS TURBINE DISC FORGINGS USING CONICAL ACOUSTIC MIRROR***I.S. Krasnov¹, M.A. Dalin¹, A.A. Zarodova¹, S.I. Yakovleva¹, A.A. Verhodanova²*

¹Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific-Research Institute of Aviation Materials» of National Research Center «Kurchatov Institute», Moscow, Russia; admin@viam.ru

²Joint-stock company UEC-Aviadvigatel, Perm, Russia; office@avid.ru

Abstract. Acoustic conical mirror for high sensitivity ultrasonic inspection of titanium alloy complex shape forging was offered and developed. Its geometrical parameters were calculated using mathematical modelling. The correction coefficients which are needed for compensation of the curved input surface influence were calculated. The high accuracy of the calculation was confirmed. The use of an acoustic mirror allowed increasing the sensitivity of inspection by more than 12 dB (4 times).

Keywords: acoustic mirror, sensitivity, ultrasonic inspection, curved surface, titanium alloy, forgings

For citation: Krasnov I.S., Dalin M.A., Zarodova A.A., Yakovleva S.I., Verhodanova A.A. Automated ultrasonic inspection of titanium alloy gas turbine disc forgings using conical acoustic mirror. *Trudy VIAM*, 2024, no. 5 (135), paper no. 04. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-5-37-49.

Введение

Материал роторных деталей газотурбинных двигателей, в частности дисков компрессора высокого давления, изготавливаемых из титановых сплавов [1–5], на различных стадиях технологического передела подвергается ультразвуковому контролю (УЗК). Это позволяет обнаружить металлургические дефекты, такие как газонасыщенные включения, которые являются наиболее опасными и трудновыявляемыми в силу своей морфологии. Под воздействием эксплуатационных нагрузок в условиях циклического нагружения данный дефект становится очагом роста усталостной трещины [6].

В настоящее время, согласно параграфу 33.70 Авиационных правил [7], для обоснования заявленного значения ресурса двигателя необходимо оценить риск разрушения его основных деталей [8], в том числе из-за производственного дефекта, пропущенного при неразрушающем контроле [9]. Для расчета этого риска используются методики, которые формируют однозначную взаимосвязь между чувствительностью УЗК той или иной зоны сечения детали в заготовке с ресурсом этой детали [10].

Для достижения требуемых показателей ресурса и надежности двигателя ПД-14 разработчик (АО «ОДК-Авиадвигатель») предъявляет беспрецедентно высокие требования к эффективности и чувствительности УЗК заготовок основных деталей – поковок штампованных, изготавливаемых из титановых сплавов. Цель работ, проводимых с 2021 г. совместно со специалистами отрасли, – разработка технологии автоматизированного УЗК таких заготовок, обеспечивающей оценку всего объема чистой детали в заготовке с чувствительностью, соответствующей выявлению плоскодонного отражателя $\varnothing 0,4$ мм.

Достижение таких высоких показателей чувствительности и полноты контроля потребовало применения прогрессивных приемов УЗК, в частности мультizonного сканирования с использованием фокусированных ультразвуковых преобразователей. Однако для некоторых типоразмеров заготовок обеспечить необходимую чувствительность оказалось затруднительно по следующим причинам:

- высокий уровень структурных шумов материала и сильное затухание ультразвуковых волн;
- большие глубины прозвучивания, необходимые для контроля некоторых зон сечения заготовки;
- необходимость ввода ультразвуковых колебаний с цилиндрических поверхностей, приводящая к дефокусировке ультразвуковых пучков и снижению отношения сигнал/структурный шум.

Вопрос обеспечения УЗК с высокой чувствительностью в объеме 100 % чистового контура детали в некоторых заготовках дисков компрессора был настолько актуальным, что для повышения контролепригодности одной из заготовок рассматривали возможность изменения ее формы и технологии термомеханической обработки. Это повлекло бы за собой необходимость изготовления новой штамповой оснастки и выполнения большого объема испытаний механических свойств материала таких заготовок. В данной статье описан подход, который позволил решить поставленную задачу для заготовки сложной формы из титанового сплава BT25У без изменения ее формы и технологии получения.

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП «Климатические испытания» НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ [11] в рамках реализации комплексной научной проблемы 2.3. «Методы неразрушающих исследований и контроля» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [12].

Материалы и методы

Рассматриваемая в данной статье заготовка, так же как большинство заготовок дисков турбины и компрессора газотурбинного двигателя, представляет собой тело вращения с центральным отверстием $\varnothing 120$ мм. Ультразвуковой контроль заготовки осуществляется автоматизированным иммерсионным методом с применением набора фокусированных ультразвуковых преобразователей с центральной рабочей частотой 10 МГц. На момент начала данных исследований большую часть объема чистовой детали в этой заготовке контролировали с чувствительностью 0,4 мм. Однако из-за развитой ступицы и наличия уступов на торцевых поверхностях заготовки существовала прилегающая к центральному отверстию область, чувствительность контроля которой при вводе ультразвуковых колебаний с плоских торцевых поверхностей не удалось поднять выше уровня, соответствующего выявлению плоскодонного отражателя $\varnothing 0,8$ мм. Результаты проведенного опробования показали, что эту зону можно контролировать с высокой чувствительностью только со стороны центрального отверстия, при этом глубина прозвучивания должна составлять ≥ 28 мм.

При иммерсионном контроле заготовок дисков обычным способом ввода ультразвуковых колебаний с поверхности центрального отверстия небольшого диаметра является установка преобразователя на угловом переходнике, что позволяет не размещать весь манипулятор автоматизированной установки в отверстие. Для отверстий меньшего диаметра можно применять акустические зеркала, преломляющие акустическую ось ультразвукового преобразователя на 90 градусов. Важно отметить, что все серийно выпускаемые акустические зеркала имеют плоскую отражающую поверхность и не вносят никаких изменений в формируемый преобразователем ультразвуковой пучок, кроме разворота на 90 градусов.

Однако при контроле заготовок с вводом ультразвуковых колебаний с криволинейных поверхностей абсолютная и предельная чувствительность контроля снижаются. Причиной снижения чувствительности при преломлении сферически сфокусированных пучков вогнутой цилиндрической поверхностью заготовки является несоответствие глубин, на которых расположен акустический фокус пучка в осевом сечении и в сечении, поперечном к оси вращения заготовки. Это несоответствие приводит к снижению положительного влияния фокусировки. Аналогией этого эффекта в оптике является астигматизм. С целью минимизации этого эффекта ультразвуковой пучок, как правило, фокусируют на поверхности ввода ультразвуковых колебаний. Это связано с тем, что при такой фокусировке искажение ультразвукового пучка и, соответственно, снижение чувствительности будут минимальными. Однако, как показали расчеты, выполненные методами численного математического моделирования с использованием специализированного программного обеспечения, для контроля рассматриваемой заготовки с фокусировкой пьезоэлектрических преобразователей (ПЭП) на вогнутой поверхности абсолютная чувствительность и отношение сигнал/структурный шум все равно снизятся на 3–4 дБ по сравнению с вводом ультразвуковых колебаний с плоской поверхности. Установлено, что для титанового сплава BT25U на глубинах до 28 мм при фокусировке ультразвукового пучка на поверхности ввода контроль с чувствительностью 0,4 мм невозможен даже на плоских поверхностях большинства заготовок из-за превышения амплитуды сигналов от структурных шумов уровня браковки. Таким образом, проведение контроля с внутренней цилиндрической поверхности центрального отверстия с такой фокусировкой на глубинах до 28 мм тем более невозможно.

Проблема недостаточной чувствительности к дефектам, расположенным на таких глубинах, могла бы быть решена с применением послойного (мультизонного)

контроля фокусированными преобразователями, который требует ввода ультразвуковых колебаний с заглубленным фокусом, т. е. с величинами пути по воде меньшими, чем значение фокусного расстояния преобразователя. Однако в этом случае на вогнутой поверхности ввода происходит более сильное искажение сферически сфокусированного пучка, приводящее к такому снижению абсолютной и предельной чувствительности, что полностью нивелируется положительный эффект от мультizonного контроля. Так, согласно проведенным расчетам, даже при оптимальном заглублении фокуса в материал на вогнутой поверхности с радиусом кривизны 60 мм снижение чувствительности на глубине 27,5 мм составит 12 дБ, что позволит выявить дефекты, эквивалентные плоскодонному отражателю $\varnothing 0,4$ мм.

Известным техническим решением, позволяющим скомпенсировать негативное влияние цилиндрической поверхности на фокусировку ультразвуковых пучков при мультizonном иммерсионном УЗК, является применение бифокальных ультразвуковых преобразователей. Бифокальный ультразвуковой преобразователь имеет на поверхности выхода линзу, радиусы кривизны в продольном и поперечном сечении которой отличаются. Соответственно, такой преобразователь характеризуется двумя фокусными путями по воде, измеренными в двух перпендикулярных плоскостях. При определенном сочетании используемого пути по воде (расстояния от точки выхода преобразователя до поверхности объекта контроля) и радиуса цилиндрической поверхности ввода такой преобразователь будет формировать волновой фронт тороидальной формы, который после преломления в объекте контроля преобразуется в сферически сфокусированный пучок с фокальной зоной, расположенной на требуемой глубине.

В настоящее время бифокальные преобразователи используются только в составе автоматизированных установок для УЗК биллетов – прутковых заготовок круглого сечения из титановых и никелевых жаропрочных сплавов, предназначенных для изготовления особо ответственных нагруженных деталей авиационной техники. Примером применения бифокальных преобразователей является разработанный SAE стандарт AMS2628 [13].

Из-за ограниченной протяженности фокальной зоны (12–25 мм) для контроля изделия на всю глубину обычно используется набор, включающий не менее шести преобразователей, что, впрочем, является обычной практикой при мультizonном контроле. Однако, в отличие от цилиндрически или сферически сфокусированных ультразвуковых преобразователей, бифокальные имеют крайне высокую стоимость [14] и не выпускаются в РФ. Кроме того, такие преобразователи предназначены для ввода ультразвуковых колебаний с выпуклых поверхностей и не подходят для контроля заготовок дисков газотурбинного двигателя со стороны центрального отверстия. Для контроля с вогнутых цилиндрических поверхностей необходимо, чтобы сформированный преобразователем ультразвуковой пучок был сходящимся в одной плоскости и расходящимся в другой.

Таким образом, эффективным способом компенсации негативного влияния кривизны поверхности ввода может быть использование акустического зеркала с криволинейной поверхностью (рис. 1) [15].

Хотя в работе [15] предлагается использовать зеркало с цилиндрической поверхностью, несложные геометрические построения показывают следующее. Для того чтобы в различных по высоте поперечных сечениях преломленный луч фокусировался на одной глубине, форма поверхности зеркала должна быть конической, с вертикальной осью конуса. Предположим, что преобразователь несфокусированный. Тогда в каждом поперечном (сагиттальном) сечении волновой фронт отраженного от

цилиндрического зеркала ультразвукового излучения будет представлять собой дугу эллипса. Ось цилиндра наклонена, поэтому нижние (рис. 1, а) лучи апертуры пучка упадут на поверхность центрального отверстия заготовки с большей кривизной волнового фронта, чем верхние. Вогнутая цилиндрическая поверхность заготовки сфокусирует эти лучи в линию, но она будет наклонна к оси заготовки. В случае сферически сфокусированного пучка это приведет к искажению сферической фокусировки (верхние и нижние сагиттальные пучки лучей сфокусируются на разной глубине) и, как следствие, снижению чувствительности. Безусловно, цилиндрическое зеркало позволит снизить негативное влияние криволинейной поверхности по сравнению с плоским зеркалом, но не так эффективно, как коническое.

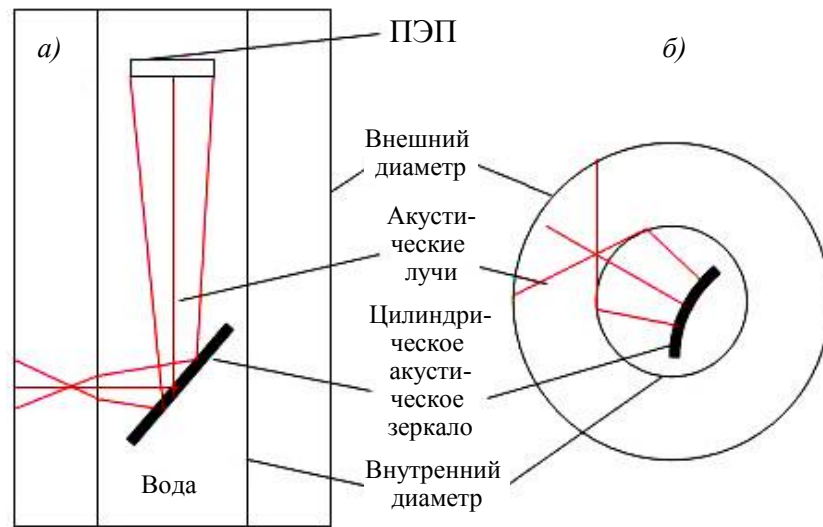


Рис. 1. Схема длиннофокусного аксиально расположенного пьезоэлектрического преобразователя (ПЭП) с цилиндрическим выпуклым зеркалом: а – осевое сечение; б – сечение, перпендикулярное к оси вращения заготовки [15]

Коническое зеркало с вертикальной осью, независимо от расстояния между осью вращения детали и осью конуса, для несфокусированного датчика будет во всех перпендикулярных оси заготовки сечениях формировать волновые фронты в виде дуг окружности с центром на оси конуса, т. е. сформируется пучок с цилиндрическим волновым фронтом с вертикальной осью, совпадающей с осью конуса. Соответственно, внутренняя цилиндрическая поверхность будет фокусировать этот пучок в линию, параллельную поверхности. В случае сферически сфокусированного пучка лучи соберутся в фокальную область минимально возможного сечения, что обеспечит максимальную чувствительность контроля. Данные выводы подтверждают результаты геометрических построений в специализированном программном обеспечении, которое позволяет строить ход ультразвуковых лучей в приближении геометрической оптики до начала моделирования (показаны зеленым цветом на рис. 2).

Для проведения мультizonного контроля с применением акустического зеркала выбран сферически сфокусированный ультразвуковой ПЭП с центральной рабочей частотой 10 МГц, диаметром пьезопластины 25,4 мм и номинальным фокусным путем по воде 152,4 мм. Выбор обусловлен тем, что ПЭП данного типа используется для контроля заготовок из титановых сплавов согласно стандарту SAE AMS2636 и является наиболее острофокусным, что потенциально позволяет добиться максимально возможной чувствительности.

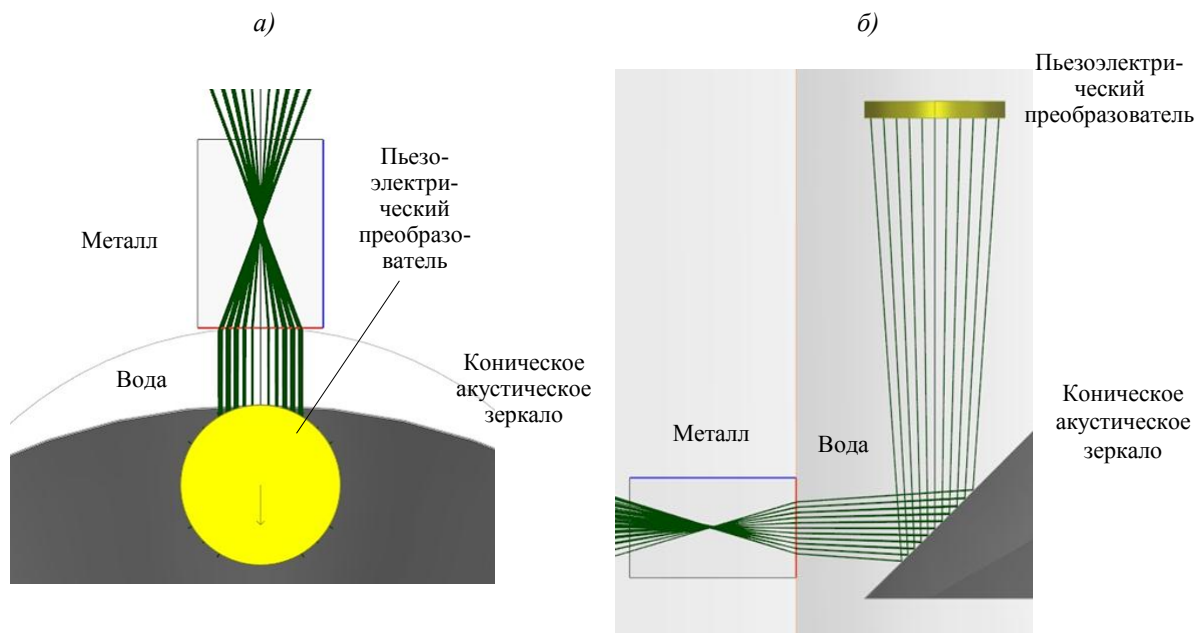


Рис. 2. Ход лучей в приближении геометрической оптики: *а* – сечение, перпендикулярное к оси вращения заготовки; *б* – осевое сечение

Для определения оптимальных геометрических параметров конического акустического зеркала в специализированном программном обеспечении проведено математическое моделирование процесса распространения ультразвуковых колебаний. В качестве объекта контроля построена 3D-модель заготовки из сплава ВТ25У с центральным отверстием $\varnothing 120$ мм, внутри которого располагался датчик с акустическим зеркалом. Модель ультразвукового преобразователя задана путем установки его соответствующих параметров и характеристик, включая замеренный на реальном ПЭП импульсный отклик системы «ПЭП–электрический тракт дефектоскопа». Акустическое зеркало было задано как конус с углом раствора 90 градусов. Путь по воде задан как сумма расстояний от датчика до зеркала и от зеркала до поверхности детали ($a + b$) (рис. 3). Положение акустической оси датчика относительно края зеркала выбрано таким образом, чтобы поток лучей полностью отражался от зеркала, а габариты зеркала и ПЭП исключали их касание поверхности заготовки с учетом допусков на диаметр центрального отверстия.

Для реализации мультizonного контроля диапазон глубин от 2,4 до 28 мм разбит на пять зон. При моделировании путем подбора величин a , b , расстояний между осями ПЭП, конической поверхности зеркала и вращения заготовки добивались фокусировки ультразвукового пучка в середину глубины каждой зоны контроля как в осевом, так и в поперечном сечении. После подбора параметров для одной (самой глубокой) зоны контроля с помощью моделирования проверили возможность применения этого зеркала для остальных зон контроля. Путем подбора значений a и b удалось добиться перекрытия всех зон контроля с использованием одного зеркала.

Расчетным и экспериментальным путем оценены потери ультразвукового излучения на зеркале. При расчете критических углов установлено, что при отражении продольных волн в воде от зеркала, изготовленного из любого материала, со скоростью распространения сдвиговых волн >3000 м/с ультразвуковые волны испытывают так называемое полное внутреннее отражение, не предусматривающее каких-либо потерь энергии, при углах падения >30 градусов. Таким образом, в качестве материала для изготовления зеркала можно использовать практически любой металл. Для получения стандартных плоских акустических зеркал обычно применяют нержавеющую сталь.

Авторы данной статьи выбрали коррозионностойкий алюминиевый сплав типа АМг6 с целью снижения массы оснастки и облегчения достижения высокой точности механической обработки.

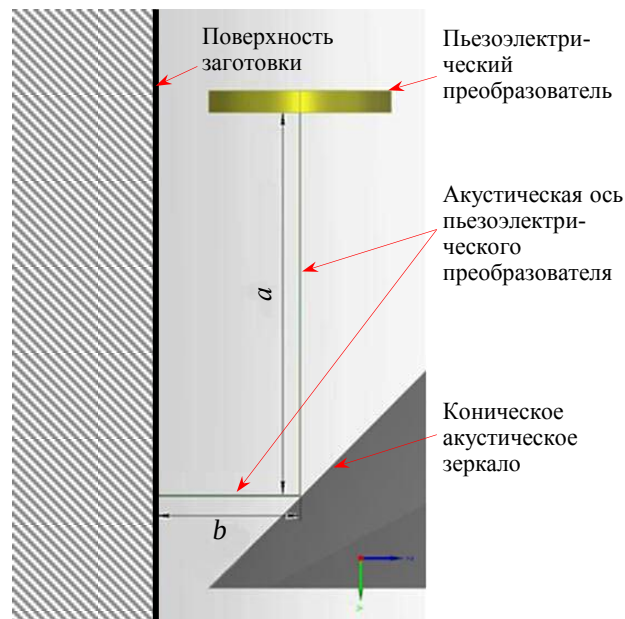


Рис. 3. Путь по воде при использовании акустического зеркала

Отсутствие потерь при отражении от металлического зеркала под углом 45 градусов проверено при натурном эксперименте с использованием в качестве зеркала точно установленной плоской шлифованной пластины и полностью подтверждено.

Для отражения без потерь шероховатость поверхности зеркала должна быть как минимум в 10 раз меньше длины ультразвуковой волны в воде. Поэтому шероховатость поверхности зеркала ограничили величиной $R_a = 1,25$ мкм, так как это самая низкая шероховатость, которую можно получить при чистовом фрезеровании на станке с числовым программным обеспечением.

На основании проведенных расчетов разработана и изготовлена оснастка, обеспечивающая закрепление зеркала на ПЭП при проведении контроля. Поскольку для контроля всех пяти зон с одним зеркалом необходимо изменять расстояние b между ПЭП и зеркалом, в конструкцию оснастки добавили возможность перемещения зеркала в направлении акустической оси. Зеркало перемещается по направляющим в виде трех углепластиковых трубок и фиксируется в нужном положении винтом. Отражающая поверхность зеркала является внецентровой вырезкой из конической поверхности. Конструкция оснастки жесткая, люфты отсутствуют.

Внешний вид изготовленной оснастки с акустическим зеркалом представлен на рис. 4.



Рис. 4. Оснастка с коническим зеркалом, закрепленная на преобразователе

Для настройки усиления и временной регулировки чувствительности (ВРЧ) при контроле с вводом ультразвуковых колебаний с криволинейных поверхностей требуется иметь набор настроечных образцов с цилиндрической поверхностью ввода соответствующей кривизны. Формы кривой ВРЧ, построенные на образцах с плоской и криволинейной поверхностью, будут отличаться. Однако в мировой практике иммерсионного УЗК для исключения необходимости изготовления большого количества образцов часто допускается настройка аппаратуры на плоских образцах с последующим введением корректировок в усиление в каждой опорной точке кривой ВРЧ. Современные автоматизированные установки для УЗК имеют специальную функцию автоматической подгрузки в настройку ВРЧ дефектоскопической аппаратуры корректировочных коэффициентов при переходе к контролю участка с той или иной кривизной поверхности ввода.

Такой подход, предусматривающий настройку на плоских образцах с последующей корректировкой настройки ВРЧ, применен для мультizonного контроля с использованием конического акустического зеркала. Корректировочные коэффициенты для ввода ультразвуковых колебаний с криволинейных поверхностей с использованием нестандартной оснастки после настройки на плоские образцы рассчитаны с помощью математического моделирования процессов автоматизированного иммерсионного УЗК в специализированном программном обеспечении.

Сначала проведен расчет модели плоского образца из сплава ВТ8-1 с плоскодонным отражателем $\varnothing 0,8$ мм, залегающим на минимальной и максимальной глубинах зоны контроля (рис. 5, а). Для каждого отражателя зафиксировано значение амплитуды эхосигнала, измеряемое в относительных единицах.

Затем смоделирован образец с заданной криволинейной поверхностью ввода и центральным отверстием с плоскодонными отражателями на идентичных глубинах (рис. 5, б). Перед расчетом в данную модель вводили калибровочное значение, полученное при определении модели с плоской поверхностью ввода. По результатам расчета для каждого отражателя зафиксировано падение амплитуды эхосигнала относительно контрольного отражателя.

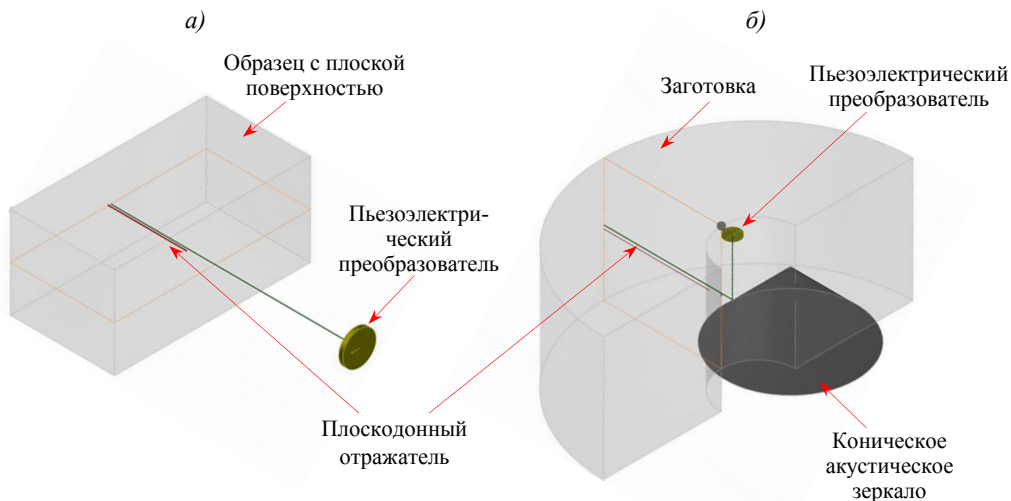


Рис. 5. Расчетные модели плоского (а) и цилиндрического образца с центральным отверстием (б)

Порядок применения корректировочных коэффициентов при использовании акустического зеркала следующий. Настройка на плоских образцах осуществляется с использованием ПЭП со снятым зеркалом. После настройки ВРЧ на плоских образцах

в соответствующие значения усиления в точке ВРЧ вносится поправка. Положительный корректировочный коэффициент означает, что усиление в точке ВРЧ следует увеличить, а отрицательный – уменьшить.

Поскольку применение конического акустического зеркала не имеет прецедентов в практике УЗК заготовок дисков, проведена проверка (верификация) правильности работы специализированного программного обеспечения и применяемой процедуры расчета корректировочных коэффициентов. Для этого изготовлены настроечные образцы с поверхностью ввода, имеющей кривизну, в точности соответствующую центральному отверстию заготовки (цилиндрической вогнутой с радиусом кривизны 60 мм). Получены три образца из титанового сплава ВТ8-1, в каждом из которых выполнено по одному отражателю в виде плоскодонного отверстия $\varnothing 0,8$ мм (рис. 6).

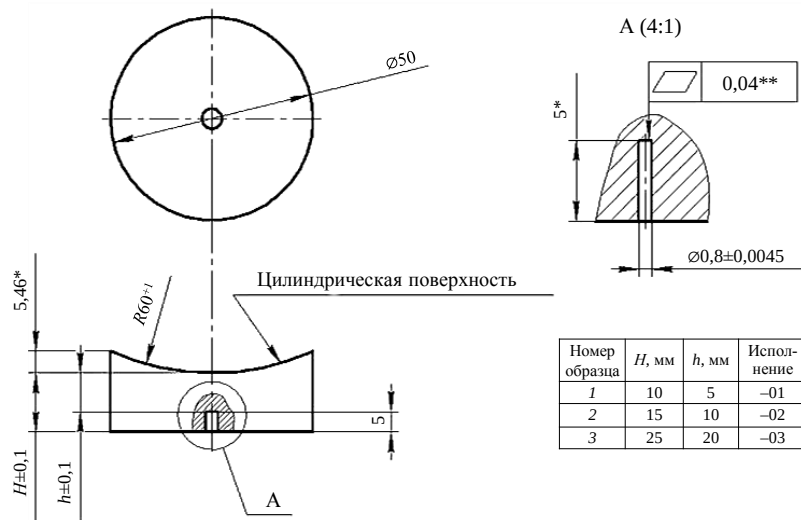


Рис. 6. Модельные образцы из титанового сплава с контрольными отражателями и криволинейной поверхностью ввода (* обеспечивается инструментом; ** размеры для справок)

Глубины залегания отражателей в изготовленных и имеющихся настроечных (из сплава ВТ8-1 с плоской поверхностью ввода и контрольными отражателями $\varnothing 0,8$ мм) образцах равны.

После настройки аппаратуры на имеющихся плоских образцах в полученную кривую ВРЧ введены корректировочные коэффициенты, рассчитанные для указанных глубин отражателей. После установки на ПЭП оснастки с зеркалом замерены амплитуды эхосигналов от контрольных отражателей в образцах с криволинейной поверхностью ввода. Оценено расхождение между амплитудами эхосигналов от трех отражателей в образцах с плоской и криволинейной поверхностью (R60) с учетом введенных корректировочных коэффициентов.

Эксперименты проводили в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ с использованием установки для иммерсионного ультразвукового контроля, а также ПЭП с номинальным фокусным расстоянием 6" (152,4 мм) и центральной частотой 10 МГц.

Первоначально расхождение расчетных и экспериментальных результатов составило >3 дБ, поэтому проведен ряд дополнительных экспериментов с целью поиска источника погрешности. Установлено, что причиной расхождения стало использование при расчете корректировочных коэффициентов номинального фокусного расстояния ПЭП (6") вместо фактического, которое по результатам замеров составило 6,5"

(165,1 мм). В результате процедура расчета корректировочных коэффициентов дополнена замером фактического значения фокусного расстояния ПЭП.

После этого повторно рассчитаны коэффициенты под фактическое фокусное расстояние ПЭП и оценено расхождение между амплитудами эхосигналов от отражателей в образцах с плоской и криволинейной поверхностью. Результаты приведены в таблице.

Разница рассчитанных и экспериментальных значений амплитуд эхосигналов от отражателей в образцах с плоской и криволинейной поверхностью

Путь по воде, мм	Глубина залегания отражателя, мм	Корректировочный коэффициент, дБ	Амплитуда эхосигнала на образце, дБ*		Погрешность расчета, дБ
			плоском	криволинейном	
108	10	+2,4	28,2	31,4	-0,8
	20	-0,8	27,8	27,2	-0,2
135	5	+2,2	30,6	32,8	0
	10	-0,5	28,6	28,2	-0,1

* Амплитуда приведена в отрицательных децибелах в виде значения усиления дефектоскопа, при котором амплитуда эхосигнала составляет 80 % высоты экрана.

Погрешность расчета корректировочных коэффициентов составляет $\leq 0,8$ дБ. Таким образом, эксперимент показал высокую точность расчета корректировочных коэффициентов: обычная погрешность изготовления настроечных образцов допускает разброс в амплитудах эхосигналов от отражателей ± 2 дБ [13, 16].

Эксперимент также показал высокую эффективность зеркала – при настройке на чувствительность, соответствующую выявлению отражателя $\varnothing 0,4$ мм (0,8 мм с увеличением усиления на 12 дБ) на глубине 20 мм в образце с криволинейной поверхностью, амплитуда структурных шумов не превысила 20 % высоты экрана дефектоскопа. Косвенно эффективность подтверждается небольшими значениями корректировочных коэффициентов.

Результаты

Одним из наиболее существенных недостатков применения мультizonного УЗК с использованием конического зеркала является высокая трудоемкость. Это, впрочем, касается всех видов мультizonного контроля, который позволяет добиться высоких значений чувствительности за счет увеличения продолжительности исследования.

При опробовании оснастки замечено, что детали из алюминиевого сплава все-таки подвергаются коррозии в водопроводной воде, которая используется в качестве иммерсионной жидкости при УЗК. Одна из возможных причин этого – использование деталей в контакте с трубками из углепластика. Проблема решена за счет нанесения на зеркало анодно-оксидного покрытия с пропиткой хромпиком. В настоящее время акустические зеркала изготавливаются из титанового сплава. Проблем с коррозионной стойкостью у титановых сплавов нет, но увеличение массы оснастки может привести к износу приводов угловых осей манипулятора установки.

В условиях серийного производства отмечено, что необходимость изменения на оснастке расстояния b при переходе от одной зоны контроля к другой является потенциальным источником ошибки дефектоскописта. В дальнейшем рассматривается переход к изготовлению набора быстросъемных оснасток без движущихся частей с фиксированным расстоянием b вместо одной универсальной оснастки с подвижным зеркалом.

Разработанная оснастка не является универсальной: фактически для каждого радиуса кривизны поверхности необходимо рассчитать и изготовить свое зеркало.

Поэтому применение предложенного технического решения актуально только для контроля заготовок деталей, к которым предъявляются исключительно высокие требования к полноте и чувствительности УЗК.

Одним из возможных направлений продолжения исследований является расширение практики использования конических акустических зеркал на контроль, выполняемый с наружной цилиндрической поверхности заготовок. Применение мультizonного контроля позволяет достичь на заготовках из сплава ВТ8-1 глубины прозвучивания 90 мм при вводе ультразвуковых колебаний с плоских поверхностей с обеспечением чувствительности 0,4 мм. Однако при вводе ультразвуковых колебаний с наружной цилиндрической поверхности заготовки диска диаметром 400–500 мм из-за кривизны поверхности ввода не удастся достичь глубин прозвучивания >60 мм. Предварительные расчеты показывают, что применение набора зеркал с вогнутой конической поверхностью может позволить увеличить глубину прозвучивания со стороны наружной цилиндрической поверхности с 60 до 90 мм.

Обсуждение и заключения

В качестве мероприятия по увеличению чувствительности УЗК заготовок основных деталей газотурбинного двигателя предложен контроль со стороны центрального отверстия с использованием специального акустического зеркала с криволинейной поверхностью. Данное приспособление позволяет скомпенсировать негативное влияние эффектов преломления сферически сфокусированных пучков вогнутой цилиндрической поверхностью заготовки. Параметры акустического зеркала определены с помощью специализированного программного обеспечения. По результатам моделирования выбраны значения путей по воде для мультizonного контроля заготовки и рассчитаны корректировочные коэффициенты для ввода ультразвуковых колебаний с криволинейных поверхностей при настройке на образцах с плоской поверхностью. Применение оснастки с учетом корректировочных коэффициентов опробовано на образцах с криволинейной поверхностью. Расхождение между амплитудами, полученными от плоскодонных отражателей, расположенных в образцах с плоской и криволинейной поверхностью, составило <1 дБ, что доказывает высокую точность проведенных расчетов.

Благодарности

Авторы выражают благодарность начальнику лаборатории ПАО «Корпорация ВСМПО-АВИСМА» С.Ф. Троицкому за ценные замечания и работу по внедрению контроля с использованием акустического зеркала в серийное производство.

Список источников

1. Каблов Е.Н. ВИАМ: материалы нового поколения для ПД-14 // Крылья Родины. 2019. № 7–8. С. 54–58.
2. Каблов Е.Н. Материалы и технологии ВИАМ для «Авиадвигателя» // Пермские авиационные двигатели. 2014. № 31. С. 43–47.
3. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения – основа инноваций, технологического лидерства и национальной безопасности России // Интеллект и технологии. 2016. № 2 (14). С. 16–21.
4. 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.
5. Дуюнова В.А., Павлова Т.В., Кашапов О.С., Чучман О.В. Долговечность поковок и штамповок из сплава ВТ6 для деталей газотурбинных двигателей и авиационной техники // Авиационные материалы и технологии. 2023. № 2 (71). Ст. 02. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 13.11.2023). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-2-23-35.

6. Горбовец М.А., Ходинев И.А., Карашаев М.М., Рыжков П.В. Испытания на малоцикловую усталость с выдержкой в цикле жаропрочных металлических материалов (обзор) // Труды ВИАМ. 2022. № 5 (111). Ст. 11. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 13.11.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-123-137.
7. Нормы летной годности двигателей воздушных судов: АП-33: утв. Постановлением 32-й сессии Совета по авиации и использованию воздушного пространства 17.02.2012. 3-е изд. с поправками 33-1 и 33-2. М.: Авиаиздат, 2012. С. 7–11.
8. Горбовец М.А., Славин А.В. Доказательство соответствия материала требованиям Части 33 Авиационных правил // Авиационные материалы и технологии. 2018. № 3 (52). С. 89–94. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-3-89-94.
9. 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 // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 2 (63). Ст. 12. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 13.11.2023). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-115-122.
10. AC 33.14-1 - Damage Tolerance for High Energy Turbine Engine Rotors. Washington, DC: Department of Transportation, Federal Aviation Administration, 2001. 128 p.
11. Николаев Е.В., Славин А.В., Старцев В.О., Лаптев А.Б. Современные подходы к оценке воздействия внешних факторов на материалы и сложные технические системы (к 120-летию Г.В. Акимова) // Труды ВИАМ. 2021. № 9 (103). Ст. 12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 13.11.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-9-117-130.
12. 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.
13. AMS2628. Ultrasonic Immersion Inspection Titanium and Titanium alloy Billet Premium Grade. New York, NY: SAE, 2019. 26 p.
14. DOT/FAA/AR-05/29. Inspection Development for Nickel Billet–Engine Titanium Consortium Phase II. Washington, DC: Department of Transportation Federal Aviation Administration, 2005. P. 3–21.
15. Karpelson A. Bi-curved Ultrasonic Transducers // The e-Journal of Nondestructive Testing. 2006. Vol. 11. No. 5. URL: <https://www.ndt.net/article/v11n05/karpelson/karpelson.htm> (дата обращения: 13.11.2023).
16. AMS2636 Rev. A. Ultrasonic Immersion Inspection Titanium and Titanium Alloy Forgings Premium Grade. New York, NY: SAE, 2016. 16 p.

References

1. Kablov E.N. VIAM: new generation materials for PD-14. *Krylya Rodiny*, 2019, no. 7–8, pp. 54–58.
2. Kablov E.N. VIAM materials and technologies for Aviadvigatel. *Permskiye aviatsionnyye dvigateli*, 2014, no. 31, pp. 43–47.
3. Kablov E.N. New generation materials – the basis of innovation, technological leadership and national security of Russia. *Intellekt i tekhnologii*, 2016, no. 2 (14), pp. 16–21.
4. Antipov V.V. Prospects for development of aluminium, magnesium and titanium alloys for aerospace engineering. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2017, no. S, pp. 186–194. DOI: 10.18577/2107-9140-2017-0-S-186-194.
5. Duyunova V.A., Pavlova T.V., Kashapov O.S., Chuchman O.V. Fatigue strength of forgings from VT6 alloy for parts of gas turbine engines and aircrafts. *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 2 (71), paper no. 02. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: November 13, 2023). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-2-23-35.
6. Gorbovets M.A., Hodinev I.A., Karashaev M.M., Ryzhkov P.V. Low cycle dwell fatigue testing of heat resistant metallic materials (review). *Trudy VIAM*, 2022, no. 5 (111), paper no. 11. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 13, 2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-123-137.

7. *Airworthiness standards for aircraft engines*: AP-33: approved by Resolution of the 32nd session of the Council on Aviation and Airspace Use on 17.02.2012. 3rd ed. with amendments 33-1 and 33-2. Moscow: Aviaizdat, 2012, pp. 7–11.
8. Gorbovets M.A., Slavin A.V. Proof of material compliance with the requirements to part No. 33 of JARs. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2018, no. 3, pp. 89–94. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-3-89-94.
9. 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. *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 2 (63), paper no. 12. Available at: <https://www.journal.viam.ru> (accessed: November 13, 2023). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-115-122.
10. AC 33.14-1 - *Damage Tolerance for High Energy Turbine Engine Rotors*. Washington, DC: Department of Transportation, Federal Aviation Administration, 2001, 128 p.
11. Nikolaev E.V., Slavin A.V., Startsev V.O., Laptev A.B. Modern approaches to assessing the impact of external factors on materials and complex technical systems (to the 120th anniversary of G.V. Akimov). *Trudy VIAM*, 2021, no. 9 (103), paper no. 12. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 13, 2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-9-117-130.
12. Kablov E.N. Innovative developments of FSUE «VIAM» SSC of RF on realization of «Strategic directions of the development of materials and technologies of their processing for the period until 2030». *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2015, no. 1 (34), pp. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
13. AMS2628. *Ultrasonic Immersion Inspection Titanium and Titanium alloy Billet Premium Grade*. New York, NY: SAE, 2019, 26 p.
14. DOT/FAA/AR-05/29. *Inspection Development for Nickel Billet–Engine Titanium Consortium Phase II*. Washington, DC: Department of Transportation Federal Aviation Administration, 2005, pp. 3–21.
15. Karpelson A. Bi-curved Ultrasonic Transducers. *The e-Journal of Nondestructive Testing*, 2006, vol. 11, no. 5. Available at: <https://www.ndt.net/article/v11n05/karpelson/karpelson.htm> (accessed: November 13, 2023).
16. AMS2636 Rev. A. *Ultrasonic Immersion Inspection Titanium and Titanium Alloy Forgings Premium Grade*. New York, NY: SAE, 2016, 16 p.

Информация об авторах

Краснов Иван Сергеевич, ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Далин Михаил Альбертович, начальник сектора, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Зародова Алина Альбертовна, техник 1 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Яковлева Светлана Ивановна, ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Верходанова Айгуль Анатольевна, начальник бюро, АО «ОДК-Авиадвигатель», office@avid.ru

Information about the authors

Ivan S. Krasnov, Leading Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Michael A. Dalin, Head of Sector, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Allina A. Zarodova, First Category Technician, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Svetlana I. Yakovleva, Leading Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Aigul A. Verhodanova, Head of Bureau, UEC-Aviadvigatel JSC, office@avid.ru

Статья поступила в редакцию 03.04.2024; одобрена и принята к публикации после рецензирования 09.04.2024.
The article was submitted 03.04.2024; approved and accepted for publication after reviewing 09.04.2024.

Научная статья

УДК 620.79

DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-5-50-60

ПРИМЕНЕНИЕ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКТОМЕТРИИ В ИССЛЕДОВАНИЯХ ПРОЦЕССОВ СТРУКТУРООБРАЗОВАНИЯ ПРИ ГОРЯЧЕЙ ОБРАБОТКЕ ДАВЛЕНИЕМ И ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ ДЕФОРМИРОВАННЫХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

А.Я. Кочубей¹, П.Н. Медведев¹, П.Л. Журавлева¹

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», Москва, Россия; admin@viam.ru

Аннотация. Проанализированы возможности применения прямых полюсных фигур (ППФ) для исследования процессов структурообразования при нагреве холоднодеформированных металлов и при высокотемпературной деформации. Показано, что ускорение и автоматизация построения ППФ позволяет существенно повысить эффективность и сократить продолжительность исследований. Применение ППФ результативно не только при изучении процесса перехода металлических материалов в текстурированное состояние, но и обратных процессов. Данный метод опробован для металлических сплавов авиационного назначения.

Ключевые слова: рентгеновская дифрактометрия, полюсные фигуры, холодная деформация, плотность дислокаций, текстура, возврат, рекристаллизация

Для цитирования: Кочубей А.Я., Медведев П.Н., Журавлева П.Л. Применение рентгеновской дифрактометрии в исследованиях процессов структурообразования при горячей обработке давлением и термической обработке деформированных металлов и сплавов // Труды ВИАМ. 2024. № 5 (135). Ст. 05. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-5-50-60.

Scientific article

APPLICATION OF X-RAY DIFFRACTOMETRY FOR RESEARCHING STRUCTURAL FORMATION PROCESSES DURING THE HOT PRESSURE WORKING AND HEAT TREATMENT OF DEFORMED METALS AND ALLOYS

A.Ya. Kochubey¹, P.N. Medvedev¹, P.L. Zhuravleva¹

¹Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific-Research Institute of Aviation Materials» of National Research Center «Kurchatov Institute», Moscow, Russia; admin@viam.ru

Abstract. The possibilities of using direct pole figures (DPF) are analyzed for researching structural formation processes during heating of cold worked metals and also at hot deformation. It is shown that acceleration and automation of DPF plotting allows to significantly increase the efficiency and reduce the duration of research. It is shown that the application of DPF is productive not only for studying the process of transition of metallic materials to deformation texture but also inverse processes. This method is tested for aviation metal alloys.

Keywords: X-ray diffractometry, pole figures, cold working, dislocation density, texture, recovery, recrystallization

For citation: Kochubey A.Ya., Medvedev P.N., Zhuravleva P.L. Application of X-ray diffractometry for researching structural formation processes during the hot pressure working and heat treatment of deformed metals and alloys. *Trudy VIAM*, 2024, no. 5 (135), paper no. 05. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-5-50-60.

Введение

Кристаллические решетки веществ по отношению к рентгеновскому излучению ведут себя как дифракционные решетки. Количественные и качественные изменения дифракционных решеток вызывают изменения дифракционных картин. Поэтому результаты анализа таких изменений можно эффективно применять при изучении структурных превращений в кристаллах [1, 2], в частности, вследствие их деформации и восстановления качественных характеристик кристаллической структуры при последующей термической обработке.

До недавнего времени основными рентгеновскими методами изучения таких превращений (выхода из деформированного и текстурированного состояния) являлись:

- анализ дифракции с применением приборов типа УРС с фотографической регистрацией дифракционной картины. Метод эффективен, но трудоемок и продолжителен;
- рентгеновская дифрактометрия, включающая анализ изменений относительных интенсивностей линий дифрактограмм при $(\theta-2\theta)$ -сканировании с построением обратных полюсных фигур, а также анализ уширения рентгеновских линий.

Современная рентгеновская техника для структурного анализа позволяет существенно ускорить съемку и автоматизировать обработку данных. В частности, с применением современных рентгеновских дифрактометров, оснащенных высокопроизводительными автоматическими приставками для текстурного анализа, можно построить прямые полюсные фигуры (ППФ) в течение 1 ч.

В данной работе проанализированы возможности применения ППФ в исследованиях процессов структурообразования при нагреве холоднодеформированных металлов и при горячей деформации. Применение ППФ эффективно при разработке современных сплавов авиационного назначения [3–10] и определении параметров технологии их обработки. Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП «Климатические испытания» НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.

Материалы и методы

Эксперименты по высокотемпературной деформации осуществлены с применением универсальной испытательной машины, настроенной на сжатие, и установленной на ней печи электросопротивления [11–13].

С применением дифрактометра общего назначения методом $(\theta-2\theta)$ -сканирования проведены рентгеновские съемки и получены дифрактограммы образцов сплавов авиационного назначения на основе алюминия (системы Al–Li–Cu), магния (системы Mg–Al–Zn), а также никеля с содержанием Al, Ti, Cr, V, Mo и др. Методом $(\alpha-\beta)$ -сканирования построены ППФ образцов сплавов, получены соответствующие β -сечения ППФ.

Результаты и обсуждение

Холодная деформация

Холодная деформация применяется при холодной прокатке листов алюминиевых, магниевых и других сплавов.

Помимо изменения формы кристаллитов при холодной деформации поликристаллов происходят следующие структурные превращения:

- разворот кристаллитов, приводящий к формированию преимущественных кристаллографических ориентаций (текстуры);
- увеличение плотности дислокаций.

Исследовательская практика последних лет показала, что эффективным методом изучения таких процессов являются построение и анализ ППФ [11–13]. Данные фигуры [14, 15] представляют собой стереографическую проекцию поликристалла, построенную

для определенного семейства кристаллографических плоскостей $\{hkl\}$ отдельных кристаллитов облученной области.

Полус на ППФ является образом нормали к семейству плоскостей $\{hkl\}$, а его угловые координаты (α_0, β_0) характеризуют ориентацию кристаллита в системе координат стереографической проекции (рис. 1). Изображение полюса в виде точки, а не пятна означает совершенство кристаллической структуры – бездефектность.

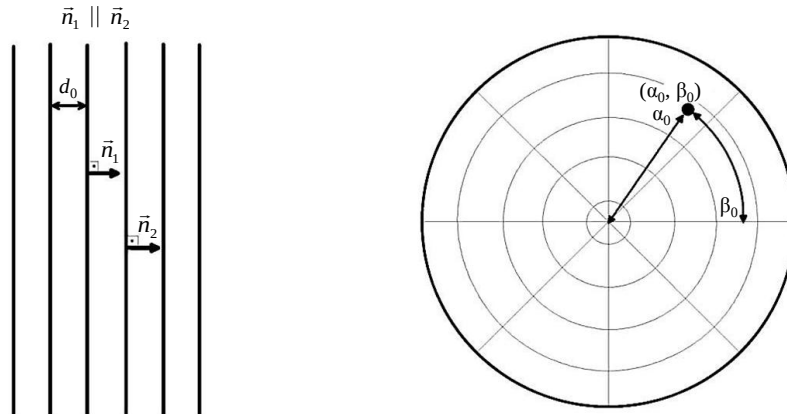


Рис. 1. Координаты полюса (α_0, β_0) на стереографической проекции характеризуют ориентацию нормали к плоскости $\{hkl\}$ в системе координат стереографической проекции

В процессе пластической деформации кристалла полюс подвергается следующим изменениям:

- вследствие увеличения плотности дислокаций кристаллические плоскости вблизи ядра дислокации искривляются, что приводит к вырождению, т. е. размытию точечного полюса в область (пятно) на стереографической проекции (рис. 2). Внутри данной области полюсная плотность неравномерна и в случае однородной деформации имеет непрерывное распределение в виде функции «колокола» с максимумом в центре пятна;
- вследствие изменения ориентации кристалла полюс перемещается из точки с координатами (α_0, β_0) и превращается в область стереографической проекции, охватывающую совокупность координат (α_1, β_1) , с постепенным увеличением площади. По мере увеличения площади пятна полюсная плотность в полюсном пятне уменьшается.

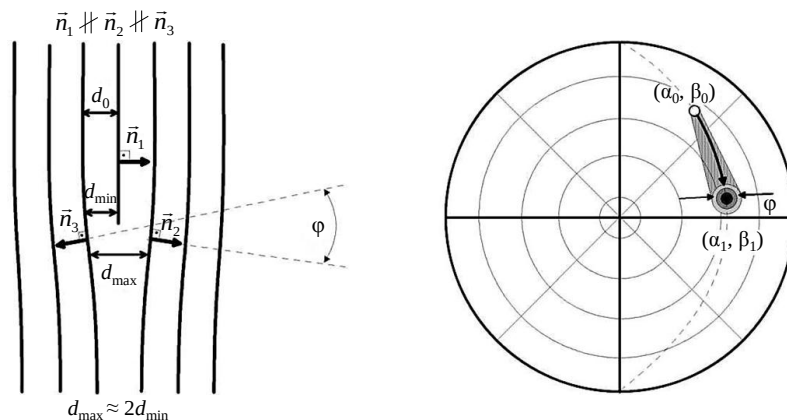


Рис. 2. Распределение полюсной плотности в виде пятна означает разброс ориентаций нормалей внутри некоторого телесного угла, обусловленный дислокационной структурой

В реальных кристаллах, включая рекристаллизованные, всегда присутствуют дислокации, вследствие чего исходный полюс является не точкой, а пятном. Повороты зерен в процессе деформации неоднородны. Поэтому угловые траектории разных

объемов (частей) кристаллита отличаются между собой, а полюса деформированных кристаллитов имеют сложную форму. Полюсная плотность внутри полюса неоднородна и имеет сложное распределение по телесному углу. Распределение полюсной плотности внутри полюсного пятна соответствует объемной доле кристаллита с определенной кристаллографической ориентировкой.

Угловые перемещения размытых полюсов в процессе деформации направлены в определенную (α - β)-область стереографической проекции, в которой формируется текстурный максимум. Размытия полюсов каждого из кристаллитов приводят к их перекрытию (пересечению) в области текстурного максимума. В результате линии уровня текстурных максимумов на ППФ холоднодеформированных материалов гладкие, что является признаком деформированного (наклепанного) состояния материала.

Величина телесного угла размытого полюса может являться мерой энергии упругих искажений деформированного кристаллита, а угловое расстояние между максимумом полюса и его отдельными участками – мерой энергии упругих искажений отдельных областей внутри деформированного кристаллита. Чем больше угловое расстояние, тем значительнее упругие искажения в данной области кристаллита, вызванные деформацией. Ориентировка таких областей может выходить за пределы текстурного максимума, методически ограниченного определенным уровнем полюсной плотности. На практике построение текстурного максимума чаще осуществляется посредством построения линий уровня, т. е. ступенчато с фиксированным угловым шагом по координатам α и β . Интенсивность полюсной плотности наиболее искаженных областей кристаллита вследствие их малого объема и дискретности изменения углов α и β может быть ниже значения интенсивности первой линии уровня текстурного максимума. Поэтому (α - β)-пространство между текстурными максимумами не отображает полюсную плотность, интенсивность которой ниже интенсивности первого уровня изолиний текстурных максимумов.

Нагрев после холодной деформации

При нагреве деформированного кристалла ускоряется процесс перехода в состояние с пониженной свободной энергией, при котором происходят процессы структурообразования, обеспечивающие уменьшение плотности дислокаций, границ зерен и субграниц. Основными процессами при нагреве являются возврат и рекристаллизация.

При возврате не формируются новые зерна и практически не изменяются ориентировки зерен. Основными процессами возврата являются отдых и полигонизация.

При отдыхе уменьшается плотность дислокаций в результате их аннигиляции и выхода на поверхность кристаллита. При этом не происходит перемещения полюса на стереографической проекции как целого, но уменьшается площадь полюсного пятна, которое постепенно вырождается в точку (рис. 3). Таким образом, полюсная плотность в текстурном максимуме фрагментируется. Как следствие, линии уровня текстурных максимумов становятся не гладкими, а волнистыми. Чем меньше средний размер кристаллита, тем чаще волнистость. Текстура поликристаллического материала сохраняется.

При полигонизации зерна делятся на блоки (субзерна) с пониженной плотностью дислокаций, которые разориентированы между собой на малые углы (~ 1 градус). Полюсное пятно на стереографической проекции переходит в совокупность точек, расположенных в пределах (α - β)-области исходного пятна (рис. 4). Угловые расстояния между точками соответствуют разориентировкам субзерен. Таким образом, сохраняется текстура поликристалла и, соответственно, общий вид ППФ, но линии уровня становятся зубчатыми. Полигонизацию с применением ППФ следует изучать с высоким угловым разрешением по координатам α и β (угловой шаг $\sim 0,1$ градуса), что требует много времени. Поэтому целесообразно строить ППФ внутри ограниченного углового сектора.

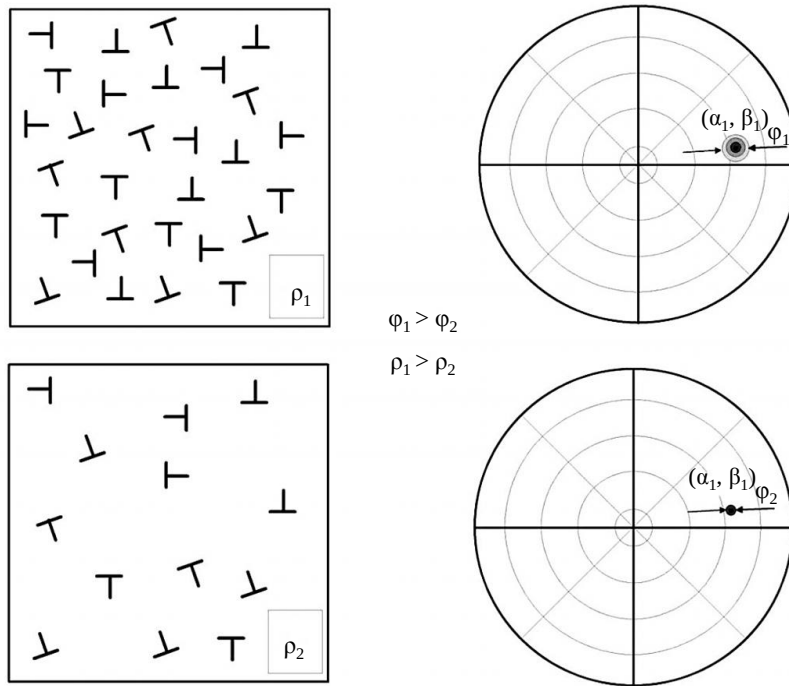


Рис. 3. Уменьшение области размытия полюсной плотности обусловлено уменьшением плотности дислокаций при отдыхе

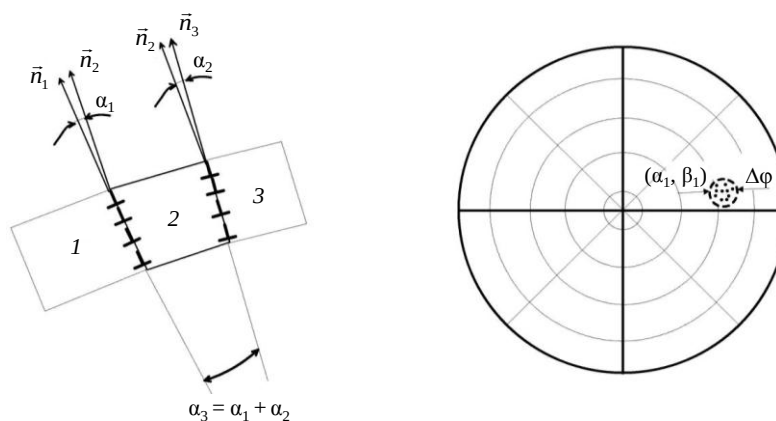


Рис. 4. Распределение полюсной плотности при полигонизации: 1–3 – субзерна

Наиболее интенсивное устранение наклепа при повышенной температуре происходит в результате рекристаллизации – формирования и роста в наклепанной (с повышенной плотностью дислокаций) фазе совершенных кристаллов (с пониженной плотностью дислокаций) той же фазы. Рекристаллизация называется статической, если осуществляется при нагреве после (холодной) деформации, динамической – в процессе высокотемпературной деформации.

Статическая рекристаллизация

При первичной рекристаллизации реализуется один из следующих процессов текстурообразования, которые специфическим образом изменяют вид ППФ:

– формирующаяся текстура рекристаллизации повторяет текстуру деформации, при этом текстурные максимумы не являются совокупностью размытых полюсов, т. е. не являются гладкими. Линии уровня на соответствующих ППФ являются зубчатыми;

– формируется текстура, отличающаяся от текстуры деформации. При этом текстурные максимумы сформированы точечными четкими непересекающимися полюсами. Таким образом, линии уровня на ППФ становятся зубчатыми;

– практически полностью устраняется текстура деформации. В результате на ППФ отсутствуют текстурные максимумы, а полюсы в виде отдельных четких точек равномерно распределены по плоскости стереографической проекции (рис. 5, а).

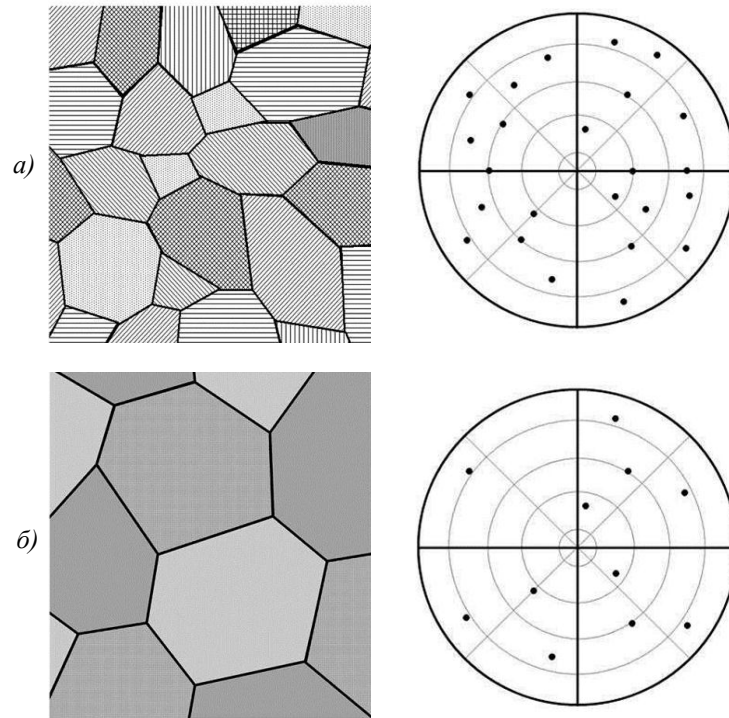


Рис. 5. Окончание первичной и начало собирательной рекристаллизации (а), рост зерен и уменьшение количества полюсов при собирательной рекристаллизации (б)

В случае полного устранения текстуры деформации кинетика первичной рекристаллизации находит следующее отражение в изменении ППФ:

- появление зубчатости на линиях уровня текстурных максимумов;
- появление точечных полюсов в областях ППФ, не занятых текстурными максимумами. Новые полюсы соответствуют новым зернам в рекристаллизованных областях, вследствие чего интенсивность и угловая площадь текстурных максимумов, соответствующих нерекристаллизованным областям, уменьшается;
- чем больше доля рекристаллизованного объема и, соответственно, меньше доля оставшегося нерекристаллизованного объема, тем больше количество и интенсивность точечных полюсов (новых зерен), а также ниже интенсивность и площадь текстурных максимумов оставшегося деформированного металла;
- при полном завершении первичной рекристаллизации текстурные максимумы устраняются полностью.

При собирательной рекристаллизации, когда одни зерна растут за счет других (соседних), количество зерен в единице объема уменьшается, а их средний размер увеличивается (рис. 5, б). В результате часть полюсов на ППФ уменьшают свою интенсивность и в конечном итоге исчезают. Интенсивность другой части полюсов увеличивается. Таким образом, собирательной рекристаллизации соответствует непрерывное уменьшение количества полюсов на ППФ. При изучении кинетики собирательной рекристаллизации необходимо построить ряд ППФ для различных стадий процесса. В частности, на рис. 6

представлена последовательность изменения ППФ сплава системы Al–Cu–Li при первичной и последующей собирательной рекристаллизации [16–19].

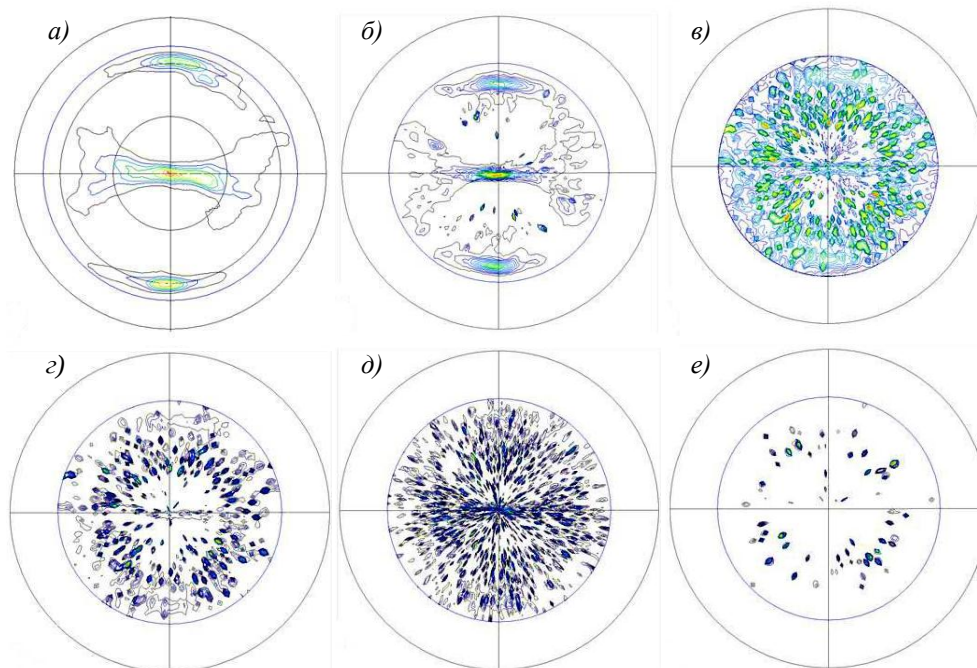


Рис. 6. Последовательные этапы первичной (устранения текстуры деформации) (а, б, в) и собирательной рекристаллизации (г, д, е) в сплаве системы Al–Cu–Li

При деформации объем кристаллитов практически сохраняется (незначительные изменения связаны с увеличением количества дислокаций), но существенно изменяется непрерывным образом их форма и кристаллографическая ориентировка. При собирательной рекристаллизации изменяются форма, объем, положение кристаллитов в поликристалле, в случае отсутствия двойникования практически не меняется их кристаллографическая ориентировка. Следует отметить, что основным механизмом изменения ориентировки в поликристалле при собирательной рекристаллизации является формирование двойников отжига. При этом на ППФ не происходит плавного разделения одного полюса на два с их постепенным удалением друг от друга. Процесс разделения осуществляется одномоментно – угловое расстояние между полюсами на ППФ сохраняется постоянным, изменяется только их относительная интенсивность.

Таким образом, переход в текстурированное состояние и выход из него по-разному отражаются на изменении ППФ, т. е. не являются взаимобратными процессами. Переход в текстурированное состояние приводит к перемещению полюсов по ППФ, а выход из текстурированного состояния (в результате рекристаллизации) осуществляется без перемещения полюсов на ППФ вследствие сохранения ориентировки соответствующих кристаллитов.

Динамическая рекристаллизация

Динамическая рекристаллизация происходит при горячей деформации, т. е. непосредственно в процессе формоизменения заготовки, спонтанная – сразу после окончания деформации либо в промежутках между деформационными воздействиями при дробной деформации (ковке или горячей прокатке).

Процесс структурообразования на установившейся стадии высокотемпературной деформации зависит от соотношения скоростей двух конкурирующих физических процессов – деформационного упрочнения и термического разупрочнения. На этой стадии

увеличение свободной энергии, связанное с повышением плотности дислокаций (как следствие работы деформации), частично или полностью компенсируется в результате термически активируемых процессов динамического возврата и/или динамической рекристаллизации, что приводит к формированию равновесной структуры определенного типа.

При горячей деформации непрерывно осуществляются процессы наклепа и вызываемой им рекристаллизации. Поэтому на ППФ динамически рекристаллизованного поликристалла присутствуют полюсы, соответствующие разному уровню наклепа – от практически точечных (только что образованных зерен) до размытых, соответствующих критическому уровню наклепа и перемещенных ближе к текстурному максимуму, после которого данное зерно рекристаллизуется.

Качество ППФ и, соответственно, сделанных выводов будет тем выше и надежнее, чем выше угловое разрешение (шаг построения), при котором осуществляется построение ППФ, что, безусловно, увеличивает продолжительность исследования.

Экспресс-анализ структуры и текстуры

В определенных случаях выводы можно сделать на основании усеченной по сравнению с ППФ информации, получаемой гораздо быстрее [20]. В частности, угловые α - и β -сечения ППФ содержат признаки полностью рекристаллизованной, частично рекристаллизованной или нерекристаллизованной структуры.

При дифрактометрическом методе съемка осуществляется в режиме ω -сканирования (при неподвижном счетчике), поэтому кристаллиты непрерывно изменяют кристаллографическую ориентировку по отношению к рентгеновскому лучу. В результате узлы обратной решетки облучаемых кристаллитов полностью пересекают сферу отражений (сферу Эвальда). Таким образом, размер кристаллита влияет на интенсивность (высоту) пика, а совершенство решетки – на ширину пика интенсивности, т. е. информация о размере кристаллитов и степени совершенства их кристаллических решеток разделена.

Экспресс-анализ структуры можно осуществить как с применением специализированной текстурной приставки, так и без нее. Так, кривые качания, которые можно получить без применения текстурной приставки, представляют собой α -сечение ППФ, как это показано, в частности, для сплава системы Al–Cu–Li (рис. 7).

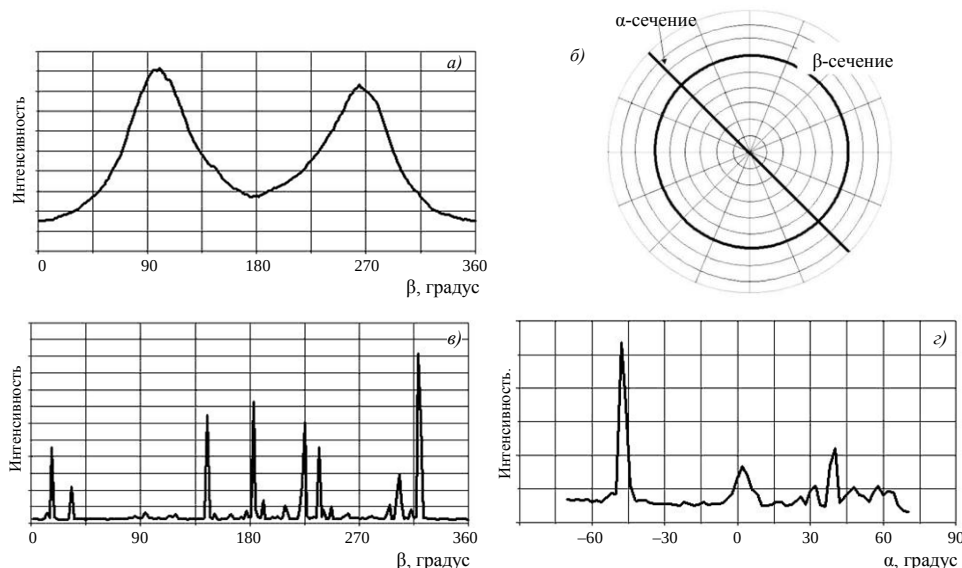


Рис. 7. α - и β -сечения прямых полюсных фигур (ППФ): а – принцип получения угловых α - и β -сечений ППФ; б – β -сечение ППФ сплава с текстурой деформации, содержащее сечения текстурных максимумов; в, г – соответственно α - и β -сечения ППФ рекристаллизованного сплава, содержащие пики отражений от отдельных зерен

Заключения

Совершенствование исследовательского оборудования для рентгеноструктурного анализа позволяет значительно расширить спектр решаемых задач, связанных с разработкой новых конструкционных материалов. В данной работе, в частности, показано, что ускорение и автоматизация построения ППФ существенно увеличивают эффективность исследований процессов структурообразования при нагреве холоднодеформированных металлов и при горячей деформации.

Применение ППФ целесообразно не только при изучении процесса перехода металлических материалов в текстурированное состояние, но и при обратных процессах. Данный метод опробован для металлических сплавов авиационного назначения на основе алюминия, никеля и магния [11–13].

Список источников

1. Бородкина М.М., Спектор Э.Н. Рентгенографический анализ текстуры металлов и сплавов. М.: Металлургия, 1981. 272 с.
2. Горелик С.С., Скаков Ю.А., Расторгуев Л.Н. Рентгенографический и электронно-оптический анализ: учеб. пособие для вузов; 4-е изд. доп. и перераб. М.: МИСИС, 2002. 360 с.
3. Каблов Е.Н., Антипов В.В. Роль материалов нового поколения в обеспечении технологического суверенитета Российской Федерации // Вестник Российской академии наук. 2023. Т. 93. № 10. С. 907–916.
4. Kablov E.N., Antipov V.V., Yakovlev N.O., Kulikov V.V., Avtaeva Ya.V., Avtaev V.V., Medvedev P.N. Effect of the temperature and anisotropy of sheets from Al–Cu–Mg–Li system on the mechanical properties in the range of small plastic strains // Industrial Laboratory. Materials Diagnostics. 2022. Vol. 88. No. 11. P. 55–65.
5. Каблов Е.Н., Нечайкина Т.А., Сомов А.В., Иванов А.Л., Мурзабаева О.Ю. Влияние термической обработки на структуру и свойства прессованных полуфабрикатов из перспективного сверхпрочного алюминиевого сплава В-1977 // Металловедение и термическая обработка металлов. 2023. № 1 (811). С. 28–33.
6. Оглодков М.С., Романенко В.А., Бенариев И., Рудченко А.С., Григорьев М.В. Исследование промышленных полуфабрикатов из перспективных алюминий-литиевых сплавов для авиационной техники // Авиационные материалы и технологии. 2023. № 3 (72). Ст. 05. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 04.03.2024). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-3-62-77.
7. Ечин А.Б., Бондаренко Ю.А., Колодяжный М.Ю., Сурова В.А. Обзор перспективных высокотемпературных жаропрочных сплавов на основе тугоплавких металлических материалов для производства газотурбинных двигателей // Авиационные материалы и технологии. 2023. № 3 (72). Ст. 03. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 04.03.2024). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-3-30-41.
8. Сбитнева С.В., Лукина Е.А., Бенариев И. Некоторые особенности структуры алюминиевых сплавов, полученных методом селективного лазерного сплавления (обзор) // Труды ВИАМ. 2023. № 1 (119). Ст. 06. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 04.03.2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-1-69-83.
9. Лукина Е.А., Наприенко С.А., Горбовец М.А., Зайцев Д.В., Оглодкова Ю.С. Изменения структурно-фазового состояния холоднодеформированных полуфабрикатов из Al–Li-сплавов после различных низкотемпературных воздействий // Труды ВИАМ. 2023. № 1 (119). Ст. 04. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 04.03.2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-1-39-49.
10. Бондаренко Ю.А. Тенденции развития высокотемпературных металлических материалов и технологий при создании современных авиационных газотурбинных двигателей // Авиационные материалы и технологии. 2019. № 2 (55). С. 3–11. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-2-3-11.
11. Кочубей А.Я., Медведев П.Н., Клочков Г.Г., Автаев В.В. Закономерности текстурообразования при плоской осадке сплава системы Al–Cu–Li // Технология легких сплавов. 2016. № 1. С. 78–87.

12. Кочубей А.Я., Журавлева П.Л. Применение рентгеновской дифрактометрии при построении диаграмм структурных состояний деформируемых сплавов авиационного назначения // Труды ВИАМ. 2022. № 2 (108). Ст. 12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 04.03.2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-2-142-152.
13. Кочубей А.Я., Журавлева П.Л. Диаграммы текстурных состояний жаропрочных никелевых и магниевых сплавов при горячей осесимметричной осадке // Новости материаловедения. Наука и техника. 2018. № 1–2. Ст. 03. URL: <http://materialsnews.ru> (дата обращения: 04.03.2024).
14. Уманский Я.С., Скаков Ю.А., Иванов А.Н., Расторгуев Л.Н. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. М.: Металлургия, 1982. 632 с.
15. Вишняков Я.Д., Бабарэко А.А., Владимиров С.А., Эгиз И.В. Теория образования текстур в металлах и сплавах. М.: Наука, 1979. 344 с.
16. Фридляндер И.Н., Грушко О.Е., Антипов В.В., Колобнев Н.И., Хохлатова Л.Б. Алюминий-литиевые сплавы // 75 лет. Авиационные материалы. Избранные труды «ВИАМ» 1932–2007. М.: ВИАМ, 2007. С. 309–314.
17. Милевская Т.В., Рушиц С.В., Ткаченко Е.А., Антонов С.М. Деформационное поведение высокопрочных алюминиевых сплавов в условиях горячей деформации // Авиационные материалы и технологии. 2015. № 2. С. 3–9. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-2-3-9.
18. Антипов В.В., Сенаторова О.Г., Ткаченко Е.А., Вахромов Р.О. Алюминиевые деформируемые сплавы // Авиационные материалы и технологии. 2012. № 5. С. 167–182.
19. Вайнблат Ю.М. Диаграммы структурных состояний и карты структур алюминиевых сплавов // Известия АН СССР. Металлы. 1982. № 2. С. 82–89.
20. Тренингов И.А., Заводов А.В., Петрушин Н.В. Исследование кристаллической структуры и микроструктуры жаропрочного никелевого сплава ЖС32-ВИ, синтезированного методом селективного лазерного сплавления, после высокотемпературных механических испытаний // Авиационные материалы и технологии. 2019. № 1 (54). С. 57–65. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-1-57-65.

References

1. Borodkina M.M., Spektor E.N. *X-ray analysis of the texture of metals and alloys*. Moscow: Metallurgy, 1981, 272 p.
2. Gorelik S.S., Skakov Yu.A., Rastorguev L.N. *X-ray and electron-optical analysis: textbook for universities; 4th ed. add. and proc.* Moscow: MISIS, 2002, 360 p.
3. Kablov E.N., Antipov V.V. The role of new generation materials in ensuring the technological sovereignty of the Russian Federation. *Vestnik Rossiyskoy akademii nauk*, 2023, vol. 93, no. 10, pp. 907–916.
4. Kablov E.N., Antipov V.V., Yakovlev N.O., Kulikov V.V., Avtaeva Ya.V., Avtaev V.V., Medvedev P.N. Effect of the temperature and anisotropy of sheets from Al–Cu–Mg–Li system on the mechanical properties in the range of small plastic strains. *Industrial Laboratory. Materials Diagnostics*, 2022, vol. 88, no. 11, pp. 55–65.
5. Kablov E.N., Nechaikina T.A., Somov A.V., Ivanov A.L., Murzabaeva O.Yu. The influence of heat treatment on the structure and properties of pressed semi-finished products from the promising super-strong aluminum alloy V-1977. *Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov*, 2023, no. 1 (811), pp. 28–33.
6. Oglodkov M.S., Romanenko V.A., Benarieb I., Rudchenko A.S., Grigoryev M.V. Study of industrial semi-finished products from advanced aluminum-lithium alloys for aircraft products. *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 3 (72), paper no. 05. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: March 04, 2024). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-3-62-77.
7. Echin A.B., Bondarenko Yu.A., Kolodyazhny M.Yu., Surova V.A. Review of perspective high-temperature superalloys based on refractory non-metallic materials for production of gas turbine engines. *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 3 (72), paper no. 03. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: March 04, 2024). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-3-30-411.
8. Sbitneva S.V., Lukina E.A., Benarieb I. Some structural features of aluminum alloys obtained by selective laser melting (review). *Trudy VIAM*, 2023, no. 1 (119), paper no. 06. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: March 04, 2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-1-69-83.

9. Lukina E.A., Naprienko S.A., Gorbovets M.A., Zaitsev D.V., Oglodkova Yu.S. Changes in the structural and phase state of cold-formed semi-finished products from Al–Li- alloys after various low-temperature effects. *Trudy VIAM*, 2023, no. 1 (119), paper no. 04. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: March 04, 2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-1-39-49.
10. Bondarenko Yu.A. Trends in the development of high-temperature metal materials and technologies in the production of modern aircraft gas turbine engines. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2019, no. 2 (55), pp. 3–11. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-2-3-11.
11. Kochubey A.Ya., Medvedev P.N., Klochkov G.G., Avtaev V.V. Patterns of texture formation during flat upsetting of an alloy of the Al–Cu–Li system. *Tekhnologiya legkikh splavov*, 2016, no. 1, pp. 78–87.
12. Kochubey A.Ya., Zhuravleva P.L. X-rays diffractometry application at plotting of structure conditions diagrams of deformable alloys of aviation assignment. *Trudy VIAM*, 2022, no. 2 (108), paper no. 12. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: March 04, 2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-2-142-152.
13. Kochubey A.Ya., Zhuravleva P.L. Diagrams of textural states of heat-resistant nickel and magnesium alloys during hot axisymmetric upsetting. *Novosti materialovedeniya. Nauka i tekhnika*, 2018, no. 1–2, art. 03. Available at: <http://materialsnews.ru> (accessed: March 04, 2024).
14. Umansky Ya.S., Skakov Yu.A., Ivanov A.N., Rastorguev L.N. Crystallography, radiography and electron microscopy. Moscow: Metallurgy, 1982, 632 p.
15. Vishnyakov Ya.D., Babareko A.A., Vladimirov S.A., Egiz I.V. *Theory of texture formation in metals and alloys*. Moscow: Nauka, 1979, 344 p.
16. Fridlyander I.N., Grushko O.E., Antipov V.V., Kolobnev N.I., Khokhlatova L.B. Aluminum-lithium alloys. 75 years. *Aviation materials. Selected works of «VIAM» 1932–2007*. Moscow: VIAM, 2007, pp. 309–314.
17. Milevskaya T.V., Ruschits S.V., Tkachenko E.A., Antonov S.M. Deformation behavior of high-strength aluminum alloys in conditions of hot deformation. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2015, no. 2 (35), pp. 3–9. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-2-3-9.
18. Antipov V.V., Senatorova O.G., Tkachenko E.A., Vahromov R.O. Aluminum deformable alloys. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2012, no. S, pp. 167–182.
19. Vainblat Yu.M. Diagrams of structural states and maps of structures of aluminum alloys. *Izvestiya AN SSSR. Metally*, 1982, no. 2, pp. 82–89.
20. Treninkov I.A., Zavodov A.V., Petrushin N.V. Research of crystal structure and microstructure of the ZhS32-VI nickel-base superalloy synthesized by selective laser fusion method, after high-temperature mechanical tests. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2019, no. 1 (54), pp. 57–65. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-1-57-65.

Информация об авторах

Кочубей Александр Яковлевич, ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Медведев Павел Николаевич, начальник сектора, к.ф.-м.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Журавлева Полина Леонидовна, ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Aleksander Ya. Kochubey, Leading Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Pavel N. Medvedev, Head of Sector, Candidate of Sciences (Phys. & Math.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Polina L. Zhuravleva, Leading Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 03.04.2024; одобрена и принята к публикации после рецензирования 09.04.2024.
The article was submitted 03.04.2024; approved and accepted for publication after reviewing 09.04.2024.

Научная статья

УДК 621.891

DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-5-61-70

ЗАКОНОМЕРНОСТИ ТРЕНИЯ ГРАФИТА И НИТРИДА БОРА С МАТЕРИАЛАМИ РАЗНЫХ ТИПОВ В УСЛОВИЯХ НИЗКИХ СКОРОСТЕЙ

Н.В. Севостьянов¹, Е.С. Буданова¹

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», Москва, Россия; admin@viam.ru

Аннотация. Представлены результаты экспериментального определения коэффициента трения, а также линейного износа графита и нитрида бора в паре трения с материалами разных типов (сталь 95X18, бронза БрАЖ9-4, фторопласт Ф-4, полиамид ПА-6, графит МПГ-7 и твердый сплав ВК-8) в условиях низких скоростей. Установлено, что трение фторопласта и полиамида в паре со слоистыми твердосмазочными материалами зависит от триботехнических свойств полимера. Коэффициент трения твердосмазочных слоистых материалов в паре с металлическими материалами определяется качеством формирующегося адгезионного упорядоченного смазочного слоя на поверхности металла.

Ключевые слова: трение, коэффициент трения покоя, износ, коэффициент трения при страгивании, графит, нитрид бора

Для цитирования: Севостьянов Н.В., Буданова Е.С. Закономерности трения графита и нитрида бора с материалами разных типов в условиях низких скоростей // Труды ВИАМ. 2024. № 5 (135). Ст. 06. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-5-61-70.

Scientific article

PATTERNS OF FRICTION OF GRAPHITE AND BORON NITRIDE WITH MATERIALS OF DIFFERENT TYPES AT LOW SPEEDS

N.V. Sevostyanov¹, E.S. Budanova¹

¹Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific-Research Institute of Aviation Materials» of National Research Center «Kurchatov Institute», Moscow, Russia; admin@viam.ru

Abstract. The research presents the results of experimental determination of friction coefficient and linear wear at rubbing of graphite and boron nitride in the friction pair with materials of different types (steel 95X18, bronze BrAZh9-4, fluoroplastic F-4, polyamide PA-6, graphite MPG-7 and hard alloy VK-8) under conditions of low speeds. It was found that the friction of polymers in pairing with layered solid lubricants is determined by tribotechnical properties of the polymer. The friction coefficient of layered solid-lubricating materials paired with metallic materials is determined by the quality of the forming adhesive ordered lubricating layer on the metal surface.

Keywords: friction, quiescent friction coefficient, wear, drag friction coefficient, graphite, boron nitride

For citation: Sevostyanov N.V., Budanova E.S. Patterns of friction of graphite and boron nitride with materials of different types at low speeds. *Trudy VIAM*, 2024, no. 5 (135), paper no. 06. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-5-61-70.

Введение

Развитие материалов триботехнического назначения берет свое начало с таких материалов, как древесина, минералы и т. д. Еще в начале медного века освоены методы литейного дела различных металлов, которые остаются основными триботехническими материалами в настоящее время [1–3]. Современные технологии и методы, например магнетронное напыление, позволяют получать материалы с заданным уровнем триботехнических свойств для разных сфер промышленности.

Эксплуатационная надежность и ресурс работы оборудования во многом определяются физическим износом узлов трения. Обеспечение долговечности композиционных узлов трения, широко применяемых в технологическом оборудовании, неразрывно связано с использованием новых материалов, обладающих соответствующим комплексом физико-механических свойств [4–7]. Графит и нитрид бора занимают одну из лидирующих позиций среди материалов, предназначенных для авиастроения, ракетно-космической техники, атомной энергетики и т. д. Нитрид бора и графит могут использоваться в качестве самостоятельного материала, а также функционального или армирующего компонента.

Графит часто применяют в качестве смазочного материала для различных сплавов. Так, повышение объемной доли элементного или карандашного графита в медных сплавах приводит к увеличению коэффициента трения на $\sim 0,1$, при этом износ уменьшается на 5–10 мкм/км [8]. Порошковый графит часто используется в качестве токопроводящего компонента для композиционных материалов. При содержании графита до 15 % (по массе) удельная электропроводность композиционного материала остается стабильной, что позволяет применять его в картриджах для радиаторов [9].

Нитрид бора, который называют белым графитом, обладает похожими свойствами. Его часто используют как основу для теплозащитных материалов. Кристаллы гексагонального нитрида бора, подобно кристаллам графита, состоят из монослоев, структура которых аналогична структуре слоев графена [10]. Данный материал также используется в авиационных двигателях [11]. Зачастую нитрид бора выполняет функции армирующего элемента в матрице основного материала. Так, модификация политетрафторэтилена нитридом бора позволяет улучшить структуру фторопласта за счет подавления образования связей $-C-H_x$ и дефектных состояний углеродной цепи $(-C-C-)$ [12].

При низких скоростях скольжения проявляется эффект трения покоя. При этом коэффициент трения покоя может превышать коэффициент трения скольжения. Цель данной работы – установить закономерности и механизмы трения в условиях низких скоростей скольжения слоистых самосмазывающихся материалов в паре трения с разными материалами: сталь, твердый сплав, сплав цветных металлов и полимеры.

Применение современных композиционных материалов, как металлических, так и полимерных, определяет уровень развития авиационной и гражданских отраслей промышленности [13–16]. Выявленные в данной работе закономерности можно использовать при подборе и создании композиционных материалов для узлов пар трения с учетом условий эксплуатации.

Материалы и методы

Для исследования выбраны призматические образцы из графита марки МПГ-7 и гексагонального нитрида бора, полученного горячим прессованием. Триботехнические испытания проводили при сухом трении методом возвратно-поступательного движения по схеме торцового трения «палец–поверхность» с применением линейного привода для трибометра [17, 18].

Нагрузку при испытаниях изменяли в диапазоне от 10 до 50 Н, скорость скольжения – от 1 до 20 мм/с.

Контртело представляет собой цилиндр диаметром 6,35 мм, изготовленный из разных материалов: сталь 95X18, бронза БрАЖ9-4, фторопласт Ф-4 (политетрафторэтилен), полиамид ПА-6, графит МПГ-7 и твердый сплав ВК-8. Пластины из графита и нитрида бора устанавливали на подвижной каретке, обеспечивающей возвратно-поступательное движение. Палец закрепляли неподвижно по отношению к датчику силы, регистрирующему нормальную силу сопряжения и горизонтальную силу трения, возникающую при движении. Амплитуда цикла скольжения составила 15 мм. Каждый цикл испытаний проводили по новому пути подготовленной поверхности [19]. Показателями процесса фрикционного взаимодействия в измерительной системе прибора являются коэффициент трения и линейный износ пары трения.

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП «Климатические испытания» НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.

Результаты и обсуждение

На рис. 1 представлены зависимости коэффициентов трения материалов разных типов в паре трения с графитом от скорости скольжения (при постоянной нагрузке 50 Н) и нагрузки (при постоянной скорости скольжения 1 мм/с). Скорость скольжения и нагрузка практически не влияют на коэффициент трения. Во всем исследуемом диапазоне скоростей и нагрузок коэффициент трения стабилен. Для большинства типов материалов контртел (сталь, бронза и твердый сплав) коэффициент трения составляет 0,18–0,27. Такое поведение материалов может быть связано с триботехническими свойствами графита, благодаря которым на поверхности трения контртела образуется адсорбированное графитовое покрытие. Фактически трение происходит в зоне контакта двух поверхностей графит/графит. Данное предположение подтверждается результатами определения коэффициента трения и механизмом процесса в паре трения графит/графит.

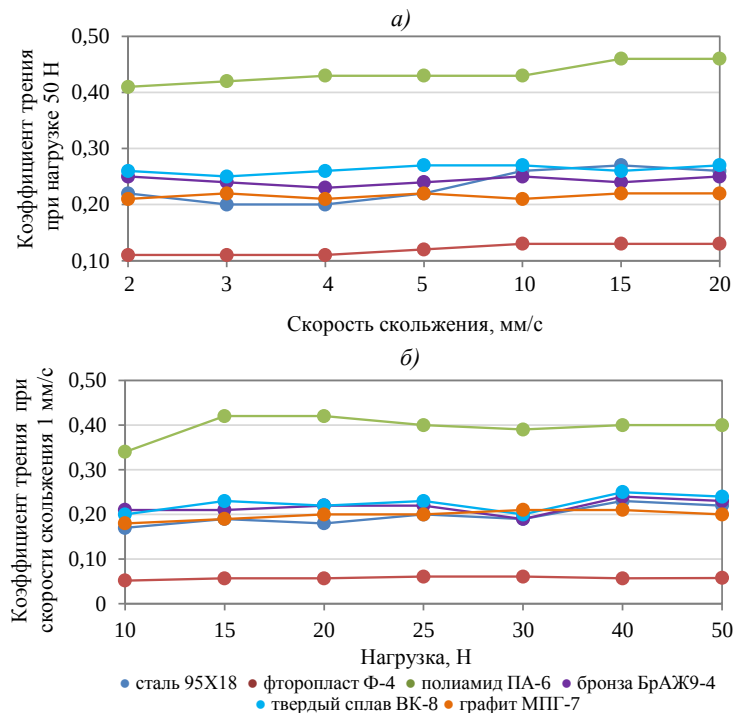


Рис. 1. Зависимости коэффициентов трения графита в паре трения с разными материалами от скорости скольжения (а) и нагрузки (б)

Среди исследуемых пар трения выделяются углеродные полимеры: фторопласт Ф-4 и полиамид ПА-6. Несмотря на принадлежность к одному классу материалов, они

обладают совершенно разными триботехническими свойствами. Существенное различие можно объяснить слабым адгезионным взаимодействием полимерных материалов с графитом. В результате на поверхности полимеров не формируется графитовая пленка, выполняющая функции твердой смазки, и происходит непосредственное трение полимера с графитом. Как следствие, триботехнические характеристики пары трения полимер/графит зависят от физико-механических свойств полимера. Так, более твердый и упругий полиамид проявляет абразивный механизм сухого трения с графитом. Пару трения полиамид/графит можно охарактеризовать как фрикционную, так как коэффициент трения составляет $\sim 0,4$ в диапазоне исследуемых скоростей скольжения и нагрузок.

Диаметрально противоположная картина наблюдается для фторопласта Ф-4. В паре трения с графитом данный материал продемонстрировал самый низкий коэффициент трения, что объясняется особенностями структуры фторполимеров.

Графические зависимости коэффициента трения нитрида бора в паре с разными материалами от скорости скольжения (при постоянной нагрузке 20 Н) и нагрузки (при постоянной скорости 1 мм/с) представлены на рис. 2.

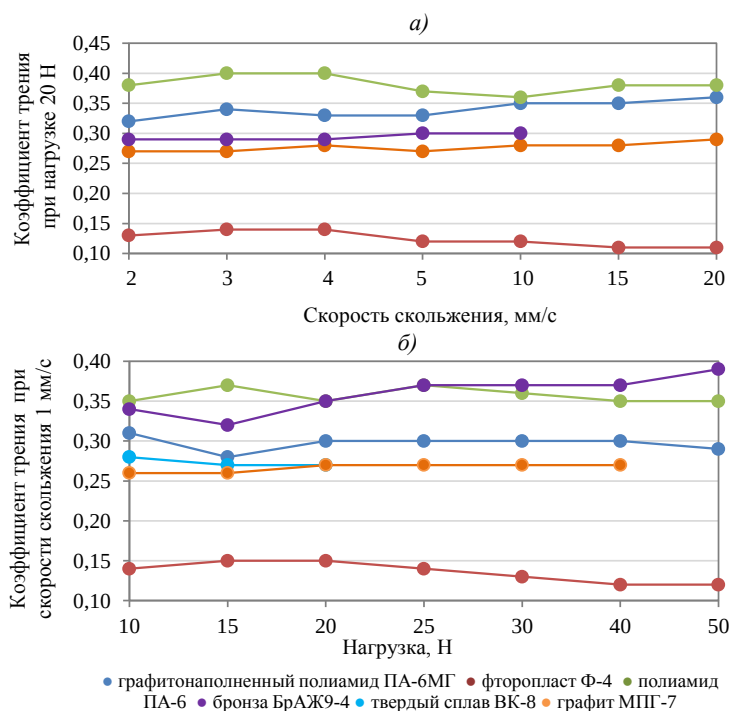


Рис. 2. Зависимости коэффициентов трения нитрида бора в паре трения с разными материалами от скорости скольжения (а) и нагрузки (б)

Фторопласт в паре трения с нитридом бора, как и с графитом, имел наименьшее значение коэффициента трения. Однако для нитрида бора коэффициент трения в 1,5 раза больше и составляет 0,11–0,15. Значительное отличие свидетельствует об отсутствии вклада нитрида бора в процесс скольжения. В этом случае нитрид бора является твердой поверхностью, не проявляющей смазывающих свойств.

Смазочный эффект фторопласта объясняется особенностями химических связей и структуры. Благодаря линейной структуре молекул углеродного каркаса, а также высокой энергии связи атомов фтора и углерода молекулы имеют спиральную форму углеродной цепочки, экранированную атомами фтора [19]. Она представляет собой ориентированные кристаллические плоскости толщиной 10–40 нм, разделенные аморфными областями толщиной до 1 нм [20–22]. Такая структура обеспечивает низкую энергию связи между молекулярными цепочками, что позволяет им во время трения скользить относительно друг друга, обеспечивая низкий коэффициент трения.

Полиамид в паре трения с нитридом бора характеризуется высоким коэффициентом трения ($\geq 0,35$). Как и в случае трения с графитом, полиамид не смазывается нитридом бора с образованием адгезионного покрытия, служащего твердой смазкой. Следует отметить стабильный коэффициент трения при различных нагрузках и скоростях скольжения во всем исследованном диапазоне, что подтверждает единый механизм трения – по-видимому, преимущественно адгезионный.

При включении графита в состав полиамида коэффициент трения снижается незначительно и не достигает уровня для пары трения нитрид бора/графит, поскольку данные материалы слабо взаимодействуют друг с другом. С повышением скорости скольжения коэффициент трения непрерывно увеличивается и при скорости 20 мм/с приближается к значениям показателя для полиамида без графита, что можно расценивать как следствие разрушения графитового адгезионного твердосмазочного покрытия.

Графит МПГ-7, являясь твердосмазочным материалом, имеет один из наиболее низких коэффициентов трения в паре с нитридом бора, значения которого стабильны, практически не зависят от нагрузки и скорости скольжения. Однако следует отметить, что при нагрузке на контакт трения >40 Н на нитриде бора остаются глубокие задиры, в этом случае механизм трения является абразивным.

Твердый сплав в паре трения с нитридом бора имеет сравнительно низкий коэффициент трения, практически как у графита. Однако при нагрузке >20 Н механизм трения становится абразивным, что вызывает образование глубоких задириков. При больших нагрузках твердосмазочное покрытие из нитрида бора не способно обеспечить противозадириный эффект. Кроме того, при скорости скольжения >1 мм/с происходит абразивное изнашивание резанием, что свидетельствует о неработоспособности данной пары трения.

По-видимому, нитрид бора слабо взаимодействует с бронзой адгезионно, образуя непрочное твердосмазочное покрытие, что проявляется в сравнительно высоком значении коэффициента трения: $\sim(0,3-0,4)$. Однако при скорости скольжения >10 мм/с на поверхности нитрида бора образуются глубокие задиры, что подтверждает смену механизма трения и разрушение непрочного твердосмазочного покрытия.

Сталь 95X18 при любых скоростях и нагрузках оставляла глубокие задиры на поверхности нитрида бора, что свидетельствует о преимущественно абразивном механизме трения. Высокий коэффициент трения ($>0,8$) подтверждает полное отсутствие адгезионного взаимодействия нитрида бора со сталью, в результате чего твердосмазочное покрытие на поверхности стали не образуется.

В табл. 1 и 2 приведены значения линейного износа пар трения графита и нитрида бора с материалами разных классов при различных нагрузках.

Пары трения с фторопластом и полиамидом, несмотря на существенное различие коэффициентов трения, характеризуются практически одинаковым износом. Наполнение полиамида графитом позволило уменьшить линейный износ.

Пара трения сталь/графит продемонстрировала самый высокий износ среди испытанных образцов при максимальных нагрузках. Однако пара фторопласт/графит проявляет повышенный износ во всем интервале исследуемых нагрузок. Пара трения сталь/нитрид бора изначально проявила абразивный механизм трения с катастрофическим износом.

Бронза и твердый сплав в паре трения с графитом показали один из самых небольших износов, что может свидетельствовать об образовании прочного графитового покрытия, предотвращающего задиры.

В противоположность графиту, нитрид бора слабо взаимодействует с бронзой и твердым сплавом. Для данных пар трения отмечены высокие значения износа, переходящие в критические при высоких нагрузках.

Таблица 1

**Зависимость линейного износа пары трения графита с различными материалами
от нагрузки при постоянной скорости скольжения 1 мм/с**

Нагрузка, Н	Линейный износ, мм, в паре трения графита с материалом					
	сталь 95X18	фторопласт Ф-4	полиамид ПА-6	бронза БрАЖ9-4	твердый сплав ВК-8	графит МПГ-7
10	0,006	0,011	0,007	0,004	0,005	0,006
15	0,009	0,011	0,006	0,006	0,006	0,008
20	0,009	0,013	0,008	0,010	0,007	0,010
25	0,010	0,014	0,010	0,012	0,010	0,012
30	0,018	0,020	0,010	0,015	0,010	0,012
40	0,027	0,035	0,022	0,024	0,025	0,014
50	0,050	0,040	0,044	0,025	0,025	0,016

Таблица 2

**Зависимость линейного износа пары трения нитрида бора с различными материалами
от нагрузки при постоянной скорости скольжения 1 мм/с**

Нагрузка, Н	Линейный износ, мм, в паре трения нитрида бора с материалом					
	графитонаполненный полиамид ПА-6МГ	фторопласт Ф-4	полиамид ПА-6	бронза БрАЖ9-4	твердый сплав ВК-8	графит МПГ-7
10	0,010	0,013	0,013	0,022	0,016	0,015
15	0,012	0,017	0,014	0,035	0,024	0,018
20	0,015	0,021	0,018	0,050	0,032	0,025
25	0,015	0,024	0,024	0,058	–	0,032
30	0,018	0,028	0,032	0,066	–	0,040
40	0,021	0,030	0,034	0,080	–	0,050
50	0,025	0,032	0,033	0,158	–	–

Пара трения графит/графит демонстрирует низкие значения коэффициента трения и износа. В паре трения графит/нитрид бора эффект твердой смазки хоть и проявляется в низком коэффициенте трения, но износ – на грани катастрофического.

На рис. 3 приведены зависимости коэффициентов трения графита и нитрида бора в паре трения с различными материалами при страгивании.

При страгивании для графита в парах трения со всеми исследуемыми материалами отмечен первоначальный всплеск значений коэффициента трения, обусловленный образованием межатомных связей в зонах контакта сопрягаемых поверхностей [23]. При страгивании требуется большее усилие для разрушения межатомных связей. При дальнейшем движении прежнее количество связей не успевает восстановиться и наблюдается меньший коэффициент трения.

Наклон переднего фронта зависимостей коэффициента трения при страгивании определяется выбором зазоров и жесткостью испытательного оборудования, а также упругостью и пластичностью материалов. На рис. 3, а видно, что более мягкие полимерные материалы, такие как фторопласт и полиамид, имеют меньший угол наклона при страгивании в отличие от металлических контртел.

При страгивании сталь 95X18, бронза БрАЖ9-4, твердый сплав ВК-8 и графит МПГ-7 характеризуются практически одинаковым всплеском значений коэффициента трения с незначительным релаксационным отскоком. Одинаковый уровень коэффициента трения при страгивании свидетельствует о едином механизме процесса для данных пар трения. Наблюдаемый релаксационный отскок связан с высвобождением накопленной упругой деформации. Неизменно одинаковое пиковое значение коэффициента связывается с активацией скольжения базовых плоскостей графита.

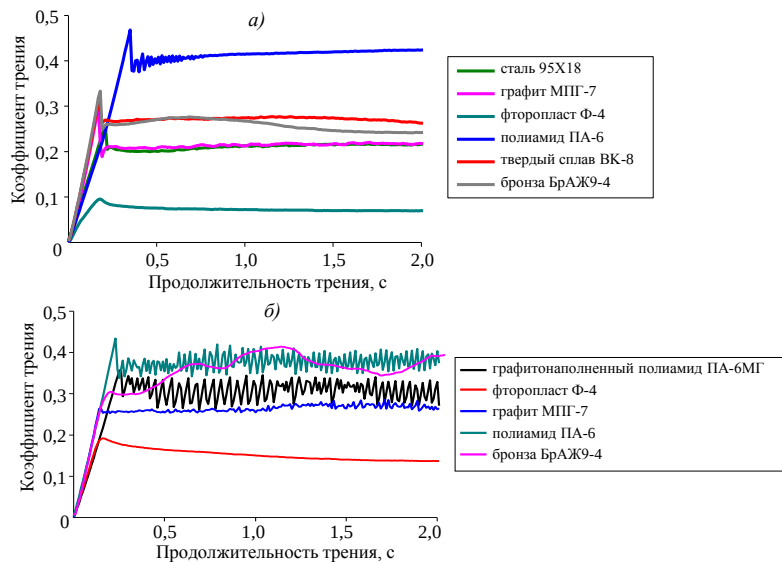


Рис. 3. Зависимости коэффициентов трения графита (а) и нитрида бора (б) в паре трения с разными материалами при страгивании

Полиамид в паре трения с графитом кроме высокого коэффициента трения имеет и высокий коэффициент трения покоя. Кроме того, начало скольжения полиамида по графиту сопровождается затухающими автоколебаниями. Полученные результаты свидетельствуют, что трение полиамида в паре с графитом не связано со скольжением базовых плоскостей графита.

Коэффициент трения для пары трения графит/фторопласт имеет не только самые низкие значения, но и незначительный всплеск при страгивании. Такое поведение пары трения определяется свойствами фторопласта.

Характер трения пары фторопласт/нитрид бора также определяется свойствами полимера (рис. 3, б).

При страгивании пара трения полиамид/нитрид бора характеризуется значительным всплеском значений коэффициента трения, а скольжение сопровождается непрерывными автоколебаниями. Введение графита в структуру полиамида незначительно снижает коэффициент трения, в том числе при страгивании, однако не влияет на автоколебания при трении скольжения.

Коэффициенты трения металлов и графита при страгивании по нитриду бора не имеют всплеска значений, что может свидетельствовать об абразивном механизме трения. Движение контактирующих поверхностей происходит в момент механического разрушения. Поскольку энергия процесса микрорезания на любом этапе скольжения одинаковая, коэффициенты трения при страгивании и скольжении равны.

Заключения

Экспериментальное исследование процесса трения при страгивании и скольжения слоистых твердосмазочных материалов в паре с материалами разного типа показало, что коэффициент трения зависит от адгезионной способности материала контртела. Низкий коэффициент трения скольжения обеспечивается высокой адгезией частиц слоистого материала на трущейся поверхности. В этом случае формируется упорядоченный слой твердой смазки на поверхности трения, обеспечивающий скольжение базовых плоскостей с низкой энергией межатомных связей слоистого материала.

Полимерные материалы при трении с графитом и нитридом бора ведут себя по-разному. Высокий коэффициент трения полиамида ПА-6 (0,34–0,48) объясняется отсутствием склонности к формированию на поверхности материала упорядоченного слоистого твердосмазочного покрытия, в результате чего смазочный эффект отсутствует.

Благодаря особой структуре фторопласт Ф-4 обладает смазочными свойствами. Высокоориентированные области, расположенные в зоне контакта, позволяют легко проскальзывать материалу по аморфным прослойкам при малых сдвиговых напряжениях. Коэффициент трения при этом уменьшается и определяется триботехническими свойствами фторопласта.

Адгезионный твердосмазочный упорядоченный слой лучше всего формируется на материалах с металлической основой.

Сравнение коэффициентов трения показало, что графит имеет более высокую способность к образованию твердосмазочного покрытия при более высоком уровне механических свойств по сравнению с нитридом бора. Несмотря на низкие значения твердости и прочности, нитрид бора по износостойкости не уступает графиту.

Список источников

1. Карабасов Ю.С., Черноусов П.И., Коротченко Н.А., Голубев О.В. Металлургия и время: энциклопедия в 4 т. М.: ИД МИСиС, 2011. Т. 1: Основы профессии. Древний мир и раннее средневековье. 216 с.
2. Севостьянов Н.В., Бурковская Н.П. Современные аспекты развития триботехнического материаловедения тяжело нагруженных узлов сухого трения (обзор) // Труды ВИАМ. 2022. № 10 (116). Ст. 07. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 16.01.2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-10-76-89.
3. Каблов Е.Н., Кулагина Г.С., Железина Г.Ф., Лонский С.Л., Куршев Е.В. Исследование микроструктуры однонаправленного органопластика на основе арамидных волокон Русар-НТ и эпоксидно-полисульфонового связующего // Авиационные материалы и технологии. 2020. № 4 (61). С. 19–26. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-4-19-26.
4. Кобзев Д.Е., Баронин Г.С., Дмитриев В.М. и др. Интенсификация твердофазной плунжерной экструзии наномодифицированного полиэтилена высокой плотности ультразвуковым воздействием // Материаловедение. 2012. № 4. С. 37–40.
5. Shanfu Lu, Ruijie Xiu, Xin Xu et al. Polytetrafluoroethylene (PTFE) reinforced poly (ethersulphone)–poly (vinyl pyrrolidone) composite membrane for high temperature proton exchange membrane fuel cells // Journal of Membrane Science. 2014. Vol. 464. P. 1–7. DOI: 10.1016/j.memsci.2014.03.053.
6. Ghalmi Z., Farzaneh M. Durability of nanostructured coatings based on PTFE nanoparticles deposited on porous aluminum alloy // Applied Surface Science. 2014. Vol. 314. P. 564–569. DOI: 10.1016/j.apsusc.2014.05.194.
7. Бурковская Н.П., Севостьянов Н.В., Болсуновская Т.А., Ефимочкин И.Ю. Совершенствование материалов для подшипников скольжения двигателей внутреннего сгорания (обзор) // Труды ВИАМ. 2020. № 1 (85). Ст. 08. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 16.01.2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-1-78-91.
8. Ильющенко А.Ф., Лешок А.В., Дьячкова Л.Н. и др. Особенности влияния графита карандашного и графита элементного на триботехнические свойства фрикционного материала на основе меди, работающего в условиях граничного трения // Порошковая металлургия. Минск: Изд. дом «Белорусская наука», 2019. С. 65–58.
9. Кальчев Д.Н., Завгородняя Л.В. Композиты на основе графита и карбоната кальция в энергосберегающих системах электрического отопления // Инновационная наука. 2023. № 3–1. С. 45–48.
10. Ряшенцев Д.С., Беленков Е.А. Новые полиморфные разновидности нитрида бора с графеноподобными структурами // Радиоэлектроника. Наносистемы. Информационные технологии. 2021. № 13 (3). С. 349–354. DOI: 10.17725/rensit.2021.13.349.
11. Живушкин А.А., Козлова Е.А., Чубуков И.А., Марова А.Ю. Особенности применения композиционного материала «Алюминий – нитрид бора» в авиационных двигателях // Вестник Самарского государственного аэрокосмического университета им. академика С.П. Королева (НИУ). 2009. № 3 (19). С. 235–240.
12. Негров Д.А., Еремин Е.Н., Корусенко П.М., Несов С.Н. Влияние ультразвуковой активации на структурообразование политетрафторэтилена, модифицированного нитридом бора // Омский научный вестник. Сер.: Авиационно-ракетное и энергетическое машиностроение. 2017. Т. 1. № 2. С. 57–63.

13. 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.
14. Каблов Е.Н. Композиты: сегодня и завтра // *Металлы Евразии*. 2015. № 1. С. 36–39.
15. Раскутин А.Е. Российские полимерные композиционные материалы нового поколения, их освоение и внедрение в перспективных разрабатываемых конструкциях // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. № S. С. 349–367. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-349-367.
16. Бурковская Н.П., Севостьянов Н.В. Металлокерамические композиционные материалы для подшипников скольжения (обзор) // *Труды ВИАМ*. 2023. № 3 (121). Ст. 08. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 16.01.2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-3-84-94.
17. Комбалов В.С. Методы и средства испытаний на трение и износ конструкционных и смазочных материалов: справочник / под ред. К.В. Фролова, Е.А. Марченко. М.: Машиностроение, 2008. 384 с.
18. Куксенова Л.И., Лаптева В.Г., Колмаков А.Г., Рыбакова Л.М. Методы испытания на трение и износ. М.: Интермет Инжиниринг, 2001. 152 с.
19. Браун Э.Д., Буяновский И.А., Воронин Н.А. и др. Современная трибология: итоги и перспективы / отв. ред. К.В. Фролов. М.: Изд-во ЛКИ, 2014. 480 с.
20. Lancaster J.K., Play D., Godet M. et al. Third body formation and the wear of PTFE fibre-based dry bearings // *Journal of Lubrication Technology*. 1980. Vol. 102. No. 2. P. 236–246.
21. Makinson K.R., Tabor D. The friction and transfer of polytetrafluoroethylene // *Proceedings of the Royal Society of London. Series A.: Mathematical and Physical Sciences*. 1964. Vol. 281. No. 1384. P. 49–61.
22. Белый В.А., Свириденко А.И., Петраковец Н.И. Трение и износ материалов на основе полимеров. Минск: Наука и техника, 1976. 431 с.
23. Трение, изнашивание и смазка: справочник в 2 кн. / под ред. И.В. Крагельского, В.В. Алисина. М.: Машиностроение, 1978. Кн. 1. 400 с.

References

1. Karabasov Yu.S., Chernousov P.I., Korotchenko N.A., Golubev O.V. *Metallurgy and time: encyclopedia in 4 vols*. Moscow: MISiS, 2011, vol. 1: Fundamentals of the profession. The ancient world and the early Middle Ages, 216 p.
2. Sevostyanov N.V., Burkovskaya N.P. Modern aspects tribotechnical materials science of heavily-loaded dry friction units the development (review). *Trudy VIAM*, 2022, no. 10 (116), paper no. 07. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: January 16, 2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-10-76-89.
3. Kablov E.N., Kulagina G.S., Zhelezina G.F., Lonskii S.L., Kurshev E.V. Microstructure research of the unidirectional organoplastic based on Rusar-NT aramid fibers and epoxy-polysulfone binder. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2020, no. 4 (61), pp. 19–26. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-4-19-26.
4. Kobzev D.E., Baronin G.S., Dmitriev V.M. et al. Intensification of solid-phase plunger extrusion of nanomodified high-density polyethylene by ultrasonic influence. *Materialovedenie*, 2012, no. 4, pp. 37–40.
5. Shanfu Lu, Ruijie Xiu, Xin Xu et al. Polytetrafluoroethylene (PTFE) reinforced poly (ethersulphone)–poly (vinyl pyrrolidone) composite membrane for high temperature proton exchange membrane fuel cells. *Journal of Membrane Science*, 2014, vol. 464, pp. 1–7. DOI: 10.1016/j.memsci.2014.03.053.
6. Ghalmi Z., Farzaneh M. Durability of nanostructured coatings based on PTFE nanoparticles deposited on porous aluminum alloy. *Applied Surface Science*, 2014, vol. 314, pp. 564–569. DOI: 10.1016/j.apsusc.2014.05.194.
7. Burkovskaya N.P., Sevostyanov N.V., Bolsunovskaya T.A., Efimochkin I.Yu. Improvement of materials for sliding bearings of internal combustion engines (review). *Trudy VIAM*, 2020, no. 1, paper no. 08. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: January 16, 2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-1-78-91.

8. Ilyushchenko A.F., Leshok A.V., Dyachkova L.N. et al. Features of the influence of pencil graphite and elemental graphite on the tribological properties of copper-based friction material operating under boundary friction conditions. *Powder Metallurgy*. Minsk: Publ. House «Belarusian Science», 2019, pp. 65–58.
9. Kalchev D.N., Zavgorodnyaya L.V. Composites based on graphite and calcium carbonate in energy-saving electric heating systems. *Innovatsionnaya nauka*, 2023, no. 3–1, pp. 45–48.
10. Ryashentsev D.S., Belenkov E.A. New polymorphic varieties of boron nitride with graphene-like structures. *Radioelektronika. Nanosistemy. Informatsionnye tekhnologii*, 2021, no. 13 (3), pp. 349–354. DOI: 10.17725/rensit.2021.13.349.
11. Zhivushkin A.A., Kozlova E.A., Chubukov I.A., Marova A.Yu. Features of the use of the composite material «Aluminum – boron nitride» in aircraft engines. *Vestnik Samarskogo gosudarstvennogo aerokosmicheskogo universiteta im. akademika S.P. Koroleva (NIU)*, 2009, no. 3 (19), pp. 235–240.
12. Negrov D.A., Eremin E.N., Korusenko P.M., Nesov S.N. The influence of ultrasonic activation on the structure formation of polytetrafluoroethylene modified with boron nitride. *Omsk Scientific Bulletin. Ser.: Aviation, missile and power engineering*, 2017, vol. 1, no. 2, pp. 57–63.
13. Kablov E.N. Innovative developments of FSUE «VIAM» SSC of RF on realization of «Strategic directions of the development of materials and technologies of their processing for the period until 2030». *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2015, no. 1 (34), pp. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
14. Kablov E.N. Composites: today and tomorrow. *Metally Evrazii*, 2015, no. 1, pp. 36–39.
15. Raskutin A.E. Russian polymer composite materials of new generation, their exploitation and implementation in advanced developed constructions. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2017, no. S, pp. 349–367. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-349-367.
16. Burkovskaya N.P., Sevostyanov N.V. Cermets for plain bearings (review). *Trudy VIAM*, 2023, no. 3 (121), paper no. 08. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: January 16, 2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-3-84-94.
17. Kombalov V.S. *Methods and means of testing friction and wear of structural and lubricating materials*: a reference book. Ed. K.V. Frolov, E.A. Marchenko. Moscow: Mashinostroenie, 2008, 384 p.
18. Kuksenova L.I., Lapteva V.G., Kolmakov A.G., Rybakova L.M. *Friction and wear test methods*. Moscow: Intermet Engineering, 2001, 152 p.
19. Brown E.D., Buyanovsky I.A., Voronin N.A. et al. *Modern tribology: results and prospects*. Ed. K.V. Frolov. Moscow: LKI Publ. house, 2014, 480 p.
20. Lancaster J.K., Play D., Godet M. et al. Third body formation and the wear of PTFE fibre-based dry bearings. *Journal of Lubrication Technology*, 1980, vol. 102, no. 2, pp. 236–246.
21. Makinson K.R., Tabor D. The friction and transfer of polytetrafluoroethylene. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A.: Mathematical and Physical Sciences*, 1964, vol. 281, no. 1384, pp. 49–61.
22. Bely V.A., Sviridenok A.I., Petrakovets N.I. *Friction and wear of polymer-based materials*. Minsk: Nauka i tekhnika, 1976, 431 p.
23. *Friction, wear and lubrication*: a reference book in 2 books. Ed. I.V. Kragelsky, V.V. Alisin. Moscow: Mashinostroenie, 1978, book 1, 400 p.

Информация об авторах

Севостьянов Николай Владимирович, старший научный сотрудник, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru
Буданова Екатерина Сергеевна, техник, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Nikolay V. Sevostyanov, Senior Researcher, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru
Ekaterina S. Budanova, Technician, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 12.04.2024; одобрена и принята к публикации после рецензирования 22.04.2024.
 The article was submitted 12.04.2024; approved and accepted for publication after reviewing 22.04.2024.

Научная статья

УДК 620.1:678.8

DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-5-71-82

ИСТОЧНИКИ СВЕТОВОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ДЛЯ ИМИТАЦИИ СТАРЕНИЯ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ ПОД ВОЗДЕЙСТВИЕМ СОЛНЕЧНОЙ РАДИАЦИИ

А.Б. Лаптев¹, М.Р. Павлов¹, Т.О. Зеленева¹

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», Москва, Россия; admin@viam.ru

Аннотация. Проведен пошаговый анализ спектра ультрафиолетового диапазона. Показано, что излучение диапазонов УФ-В и УФ-С присутствует на поверхности Земли в малых дозах. Излучение диапазона УФ-А достигает поверхности Земли в значительных дозах, что приводит к фотолизу и разрушению гетероорганических полимеров. Для проведения исследований методом имитации светового старения необходимо использовать наборы светодиодных источников излучения, в полной мере соответствующего по спектральному составу и мощности солнечному свету на поверхности Земли, в том числе излучения диапазона УФ-В (от 290 нм).

Ключевые слова: ультрафиолетовое излучение, старение полимеров, частота ультрафиолетового излучения, источник ультрафиолета, фотолиз

Для цитирования: Лаптев А.Б., Павлов М.Р., Зеленева Т.О. Источники светового излучения для имитации старения полимерных материалов под воздействием солнечной радиации // Труды ВИАМ. 2024. № 5 (135). Ст. 07. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-5-71-82.

Scientific article

LIGHT SOURCES FOR SIMULATING THE AGING OF POLYMER MATERIALS UNDER THE INFLUENCE OF SOLAR RADIATION

A.B. Laptev¹, M.R. Pavlov¹, T.O. Zeleneva¹

¹Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific-Research Institute of Aviation Materials» of National Research Center «Kurchatov Institute», Moscow, Russia; admin@viam.ru

Abstract. A step-by-step analysis of the ultraviolet spectrum was carried out. It is shown that UV-B and UV-C light are present on the Earth's surface in small doses. UV-A light on the Earth's surface has significant doses leading to photolysis and destruction of heteroorganic polymers. In order to conduct research by simulating light aging, it is necessary to simulate solar radiation in the range from 290 nm (UV-B) with a set of LED radiation sources that fully correspond to the spectral composition and power of Sunlight on the Earth's surface.

Keywords: ultraviolet radiation, polymer aging, ultraviolet frequency, source of ultraviolet, photolysis

For citation: Laptev A.B., Pavlov M.R., Zeleneva T.O. Light sources for simulating the aging of polymer materials under the influence of solar radiation. *Trudy VIAM*, 2024, no. 5 (135), paper no. 07. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-5-71-82.

Введение

Одной из наиболее важных характеристик полимерных, как конструкционных, так и функциональных, материалов является сохраняемость свойств в процессе естественного старения под действием факторов окружающей среды [1]. Имитация температуры и влажности в лабораторных условиях не представляет особой сложности, однако при имитации солнечного излучения возникает много вопросов и разночтений – многие государственные стандарты рекомендуют использовать различные искусственные источники излучения, создающие свет с разным спектральным распределением [2]. Цель данной статьи – определение условий лабораторных экспериментов по имитации солнечного излучения и воздействия его на полимерные материалы в условиях, соответствующих естественным. Наиболее важным условием является создание спектра искусственного освещения, соответствующего солнечному не только по мощности, но и по длинам волн [3–5].

В работе [6] представлены особенности солнечного ультрафиолетового (УФ) излучения, измеренного на Антарктическом плато на француско-итальянской станции «Конкордия» весной 2008 и 2009 гг. Изучено влияние значительных весенних колебаний озонового столба на долю излучения диапазона УФ-В (~290–315) нм), достигающего поверхности Земли. Значения освещенности, соответствующие фиксированным зенитным углам Солнца (65, 75 и 85 градусов), соотнесены с суточным содержанием озона, которое измеряли с использованием различных приборов. Для зенитных углов Солнца при длине волны 306 нм коэффициент усиления излучения варьировался от 1,58 до 1,94, при 314 нм – от 0,68 до 0,88. Летом УФ-индекс достигал максимального уровня (8 ед.), что соответствует типичному летнему значению для мест, находящихся на средних широтах. Обнаружено, что интенсивность солнечного излучения, относящаяся к спектральному диапазону УФ-А (315–400 нм), зависит от изменений пропускающих характеристик атмосферы. При большей загрязненности атмосферы аэрозолями различного состава до поверхности Земли доходит меньшее количество излучения.

Основная дискуссия разворачивается вокруг излучения диапазона УФ-С. Озоновая дыра максимального размера расположена над Антарктидой, где постоянно проводится мониторинг состояния озонового слоя. Основным критерием оценки толщины озонового слоя является фиксация на земной поверхности излучения диапазона УФ-С [7].

В работе [8] представлены результаты многократных измерений, доказывающие, что излучение всех длин волн в спектральном диапазоне 200–400 нм достигает поверхности Земли. В работе [9] представлены результаты измерения излучения диапазона УФ-С на поверхности Земли.

Оценка уровня ультрафиолетового излучения на поверхности Земли

Жизнь на Земле и сохраняемость свойств большинства искусственных материалов в значительной степени зависят от природных процессов, которые защищают от опасного воздействия солнечной радиации. Первой линией защиты является геомагнитное поле, которое безопасно отклоняет основной удар заряженных частиц солнечного излучения от Земли [10]. Атмосфера Земли – это вторая линия обороны. Растения и животные защищены от УФ-излучения стратосферным озоновым слоем.

Широко распространено мнение, что озон и атмосферный кислород предотвращают попадание на поверхность Земли >90 % излучения диапазона УФ-В и 100 % излучения диапазона УФ-С (100–290 нм) [8, 11]. В течение последних десятилетий научное сообщество сосредоточило внимание на разрушении озонового слоя в связи с так называемой антарктической озоновой дырой и придерживалось теории, принятой

Монреальским протоколом 1987 г. Согласно данной теории, за разрушение озона в первую очередь ответственны хлорфторуглероды, участвующие в реакциях в верхних слоях атмосферы. Известны другие причины разрушения озонового слоя, в частности аэрозольная геоинженерия с использованием угольной летучей золы.

Необходимо отметить, что озон является продуктом взаимодействия УФ-излучения с кислородом, вырабатываемым фотосинтезирующими организмами. Изменение содержания озона свидетельствует о пониженном уровне излучения либо кислорода. Антарктида расположена на полюсе, имеет максимальный угол отклонения солнечного света, на континенте отсутствует растительность, поэтому озоновая дыра образовалась в результате дефицита УФ-излучения и кислорода. Основным фактором увеличения солнечной радиации УФ-спектра на поверхности Земли является отсутствие не озона, а достаточного количества кислорода.

В работах [12–15] опровергнуто утверждение, что излучение диапазона УФ-С и частично диапазона УФ-В не достигает поверхности Земли. На рис. 1 показаны значения спектральной освещенности, полученные с использованием типичного спектрального радиометра (зеленая и розовая кривые) [16] и экспериментального оборудования ILT950UV с фракционным нанометровым разрешением в коротковолновой части УФ-спектра с отклонением рассеянного света $>99,7\%$ (черная и красная кривые) [17].

При использовании спектрального радиометра спектральную освещенность определяли в двух точках поверхности Земли, расположенных на 38 градусах южной (зеленая кривая) и северной широт (розовая кривая) [16]. Измерения с помощью оборудования ILT950UV проводили в местоположении с координатами 37,517783 градуса северной широты и 120,856783 градуса западной долготы на высоте над уровнем моря 56 м 17 июня 2017 г. в 10 ч 49 мин (черная кривая) и 20 января 2018 г. в 12 ч 21 мин (красная кривая) по местному времени. Показано, что мощность солнечной радиации должна измеряться в $[мВт/(см^2 \cdot нм)]$.

На рис. 1 видно, что зеленая кривая охватывает больший диапазон УФ-излучений, чем розовая. Но гораздо важнее, что по сравнению с зеленой кривой красная и черная кривые распространяются на еще более широкий диапазон излучений. Измерения с высоким разрешением позволяют зафиксировать существенные различия данных кривых и подтверждают наличие на поверхности Земли излучения диапазонов УФ-В и УФ-С.

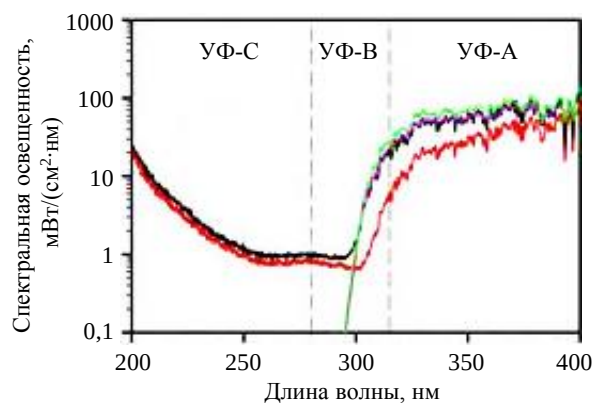


Рис. 1. Сравнение результатов измерения спектральной освещенности поверхности Земли, полученных с использованием спектрального радиометра (зеленая и розовая кривые) [16] и экспериментального оборудования ILT950UV с фракционным нанометровым разрешением в коротковолновой части УФ-спектра с отклонением рассеянного света $>99,7\%$ (черная и красная кривые) [17]

Более 40 лет научное сообщество часто шло на поводу у политической конъюнктуры и игнорировало устоявшиеся стандарты [16]. Когда возникает существенное научное противоречие, ученые обязаны установить достоверность полученных данных и, если это оправдано, исправить ранее существовавшее понимание явления.

Авторы работы [17] измерили спектральную освещенность на горных склонах на Огненной Земле и в Аргентине на высоте над уровнем моря 245–655 м. С использованием спектрометра обнаружено излучение диапазона УФ-С. Это служит доказательством того, что данные, полученные другими исследователями при определении излучения диапазонов УФ-С и УФ-В, не были результатом ошибки измерения и отраженных сигналов. Точность спектрометра составляет ± 20 и ± 10 % в диапазонах длин волн 200–350 и 350–400 нм соответственно (рис. 2) [18].

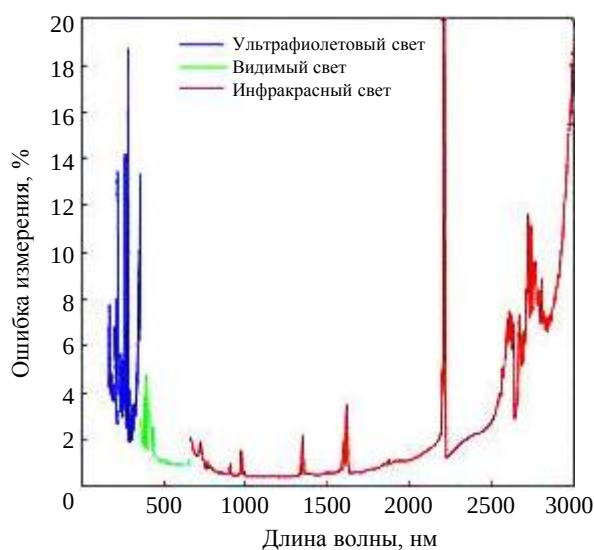


Рис. 2. Абсолютная неопределенность солнечного спектра. Абсолютные радиометрические шкалы установлены во время наземных калибровок с использованием абсолютно черного тела. Средняя абсолютная погрешность составляет 1,26 % от общей солнечной освещенности в диапазоне длин волн 165–3000 нм

Авторы работы [19] выполнили измерение солнечного спектра, охватывающего область длин волн 165–3000 нм. Спектральное разрешение варьировало от 0,6 до 9,5 нм. С помощью интегрального спектрометра определена общая солнечная освещенность, составившая $1372,3 \pm 16,9$ Вт/м², что на 11 Вт/м² превышает значение, рекомендованное в 2015 г. Международным астрономическим союзом.

Освещенность поверхности зависит от способности поглощать/отражать свет, которая определяется ее цветом. Поверхности черного, коричневого и фиолетового цветов отражают 6–10 % света, а белого, желтого и др. — до 70–90 %.

Авторы работ [20–22] опубликовали убедительные доказательства того, что аэрозольные частицы угольной летучей золы являются основными агентами, ответственными за разрушение стратосферного озона. Уголь в виде сажи, нанотрубок, фуллеренов и пр., галогены в виде хлоридов, фторидов, йодидов, оксиды металлов, минеральные оксиды, песок и некоторые компоненты угольной золы-уноса — основные источники аэрозоля, непосредственно уничтожающего озоновый слой [23].

В работе [24] получены данные, подтверждающие, что аэрозоли органических соединений, включая лигнин — основное связующее целлюлозы в древесине, часто смешиваются с аэрозолями угля и золы, активно взаимодействуют со стратосферным

озоном и кислородом, уменьшая их количество [25]. Таким образом, аэрозоли увеличивают поток УФ-излучения, достигающего поверхности Земли, но при этом аэрозольные частицы, особенно черного цвета, поглощают его.

В научно-технической литературе нет однозначного ответа на вопрос о наличии и численном значении светового потока диапазона УФ-С. Результаты большинства исследований свидетельствуют о близком к нулю значении светового потока диапазона УФ-С.

Процессы фотолиза, стимулирующие основные функции синтеза веществ в организме, происходят при облучении в диапазоне длин волн 250–320 нм с максимумами 250 и 297 нм для витаминов D₂ и D₃, 315–270 нм – витамина D₄, 280–340 нм – меланина.

Бактерицидное (абиотическое) действие радиации присуще областям УФ-С и УФ-В, охватывает диапазон длин волн от 300 до 180 нм с максимумом 254 нм (по другим данным, 253,7–267,5 нм). Под влиянием УФ-радиации сначала возникает раздражение бактерий с активацией их жизнедеятельности. С увеличением дозы УФ-радиации проявляется бактериостатический эффект, а затем происходят фотодеструкция, денатурация белков и гибель микроорганизмов.

Таким образом, УФ-излучение всех диапазонов (А, В и С) участвует в жизнедеятельности организмов, а значит доходит до поверхности Земли в различной степени. Длины волн, имеющие наибольшее значение, находятся в диапазоне 250–300 нм.

Влияние длины волны ультрафиолетового излучения на световое старение полимерных материалов

Основной причиной светового старения полимеров является фотолиз [24]. При поглощении кванта света молекуле сообщается энергия (чем выше частота, тем больше энергия), в результате увеличивается энергия внешних заполненных молекулярных орбиталей. Молекула становится более реакционноспособной – активируется. Таким образом инициируются фотохимические реакции, которые в отсутствие света не происходят.

Спектр солнечного света различается не только по частоте, но и по величине энергии фотонов. Энергия фотона равномерно снижается с 12,4 эВ (1200 кДж/моль) при длине волны 100 нм до 0,8 эВ (80 кДж/моль) при длине волны 1500 нм. Соответственно, более энергоемкие лучи УФ-диапазона оказывают максимальное воздействие на полимеры. Энергия излучения в области УФ-А достаточна для разрыва большинства ковалентных связей простых органических соединений, например –C=C– (145 ккал/моль), –C–H (98 ккал/моль), –C–C– (~80 ккал/моль), –C–O– (82 ккал/моль) [25].

Влияние УФ-излучения на процессы деградации материалов оценивают, измеряя спектры, при которых начинается активация полимерных молекул. Например, при длине волны 300 нм начинается разрушение полиэтилена, 370 нм – полипропилена, 310 нм – поливинилхлорида, 298 нм – ацетобутирата целлюлозы, 318 нм – полистирола.

Величина квантового выхода (отношение числа квантов света, вызывающих различные виды фотохимических реакций, к общему количеству поглощенных квантов) зависит от длины волны падающего света, наличия примесей в полимере и ненасыщенных химических связей в цепи (см. таблицу).

Квантовый выход при фотолизе различных полимеров

Полимер	Длина волны, нм	Квантовый выход
Полиэтилентерефталат	280–360	0,0051
Каучук	250–400	0,0041
Целлюлоза	254	0,0100
Полиметилметакрилат	254	0,2200
Полиэтилен	250–350	0,0001

Низкий квантовый выход при фотолизе может быть связан с превращением большей части поглощенной световой энергии в теплоту.

В работе [26] показано, что взаимное расположение хромофорных групп в полимере влияет на сопротивление нагрузке при растяжении.

Включение фотохимически нейтрального фуллера C_{60} в качестве наполнителя в состав полиметилметакрилата или полиэтилена низкого давления оказывает светостабилизирующее действие за счет поглощения излучения [27].

Увеличение оптической плотности полимеров в УФ-области в процессе полимеризации, по-видимому, обусловлено микрогетерогенностью материалов. Согласно работам [28, 29], радикальная полимеризация акриловых олигомеров сопровождается формированием уже на ранних стадиях дискретных полимерных частиц (зерен) с прочно сшитым ядром и слабо сшитым промежуточным слоем. Сформировавшийся полимерный материал (пленка) состоит из сросшихся плотных полимерных зерен (рассеивающих центров), разделенных менее плотными полимерными прослойками. Образование и рост полимерных зерен сопровождаются увеличением разности показателей преломления полимерных зерен и межзеренных прослоек [30, 31], что, в свою очередь, является одной из причин роста оптической плотности полимера.

На рис. 3 представлены спектры поглощения полимеров ТГМ-3 с различной степенью полимеризации. Кроме зависимости оптической плотности от степени полимеризации четко прослеживается связь оптической плотности и длины волны УФ-излучения. Максимальная проницаемость полимеров наблюдается при более низких частотах.

Таким образом, УФ-спектр в диапазоне длин волн 290–310 нм оказывает максимальное воздействие на полимеры. При проведении климатических испытаний частота данного спектра должна соответствовать частоте солнечного спектра на высоте от поверхности Земли.

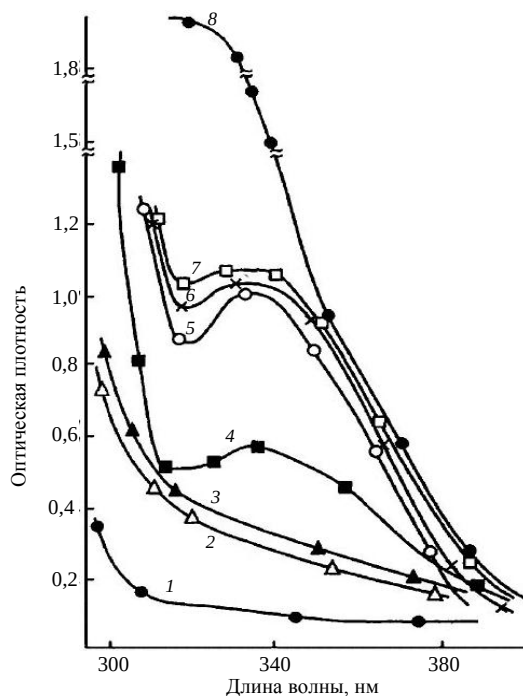


Рис. 3. Спектры поглощения полимера ТГМ-3 со степенью полимеризации 0 (1), 30 (2), 35 (3, 4), 40 (5), 48 (6), 55 (7) и 80 % (8). Концентрация фотоинициатора диметоксифенилацетофенона составляет 0 (1–3) и 4 % (по массе) (4–8)

Как видно из рис. 3, спектр поглощения по мере увеличения степени полимеризации сдвигается в сторону больших длин волн, при этом энергия поглощения возрастает.

Искусственные источники ультрафиолетовой радиации

К искусственным источникам УФ-радиации относятся следующие виды ламп:

- прямые ртутно-кварцевые и дуговые ртутно-кварцевые, генерирующие излучение в диапазоне волн 240–380 нм;
- эритемные увиолевые (ЭУВ-15, ЭУВ-30, ЛЭ-30) – в диапазоне 285–380 нм;
- бактерицидные увиолевые (БУЛ-30, ЛБ-30) – в диапазоне 240–380 нм.

На рис. 4 приведены спектры излучения данных ламп. Ни один из источников света не имитирует в полной мере солнечное излучение. Соответственно, проведение экспериментов с их использованием дает приблизительное представление о характере и скорости старения полимерных материалов.

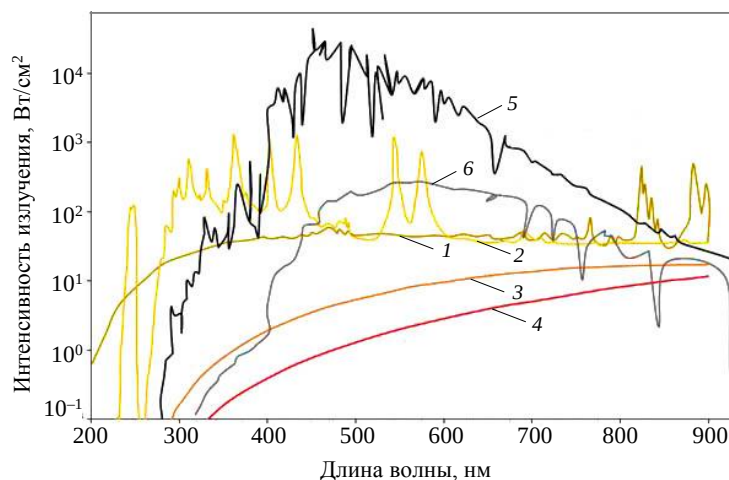


Рис. 4. Спектры излучения ртутной (1), ксеноновой (2), галогеновой напряжением 12 (3) и 8 В (4) ламп. Для сравнения приведены спектры солнечного излучения в космосе (5) и на поверхности Земли (6) [32]

Спектральный состав солнечного излучения зависит от многих факторов: географической широты, высоты над уровнем моря, времени суток, состава грунта (от воды отражается 7 % света, от снега – 80 %) и др.

В Технологическом институте Карлсруэ создан источник света, имитирующий солнечную радиацию на поверхности Земли [33]. Вместо источников света полного спектра использована комбинация светодиодов с узким спектром излучения, позволяющая получить комбинированный спектр, аналогичный солнечному, в диапазоне длин волн 300–530 нм.

Светодиоды представляют собой энергоэффективный, надежный и универсальный источник света, который можно использовать в широком диапазоне температур (вплоть до 90 °С), регулировать по интенсивности и ширине спектра, а также легко настраивать в соответствии с новыми технологическими разработками или научными потребностями. Освещение в камере характеризуется вертикальным градиентом интенсивности, т. е. мощность светового потока можно регулировать перемещением источника света в вертикальном направлении относительно испытываемого образца. Изменение интенсивности света при постоянной температуре не превышает 1 %. Интенсивность излучения светодиодов зависит от температуры, но, регулируя параметры источника света, можно адаптировать спектр к различным условиям.

Хотя освещение имитационной камеры вызывает повышение средней температуры образца материала, можно проводить эксперименты с водяными каплями при относительной влажности $\leq 95\%$, при использовании водяного тумана. Этот тип источника света позволяет проводить воспроизводимые эксперименты в широком диапазоне моделируемых атмосферных условий и контролировать спектры излучения.

На рис. 5 приведено сравнение спектров солнечного излучения (по ASTM G173-03) и излучения, полученного с использованием описанного набора светодиодов и двух УФ-светодиодов (275 и 290 нм). Данный комбинированный источник света позволяет получить излучение, максимально приближенное по частоте и интенсивности к реальному солнечному излучению.

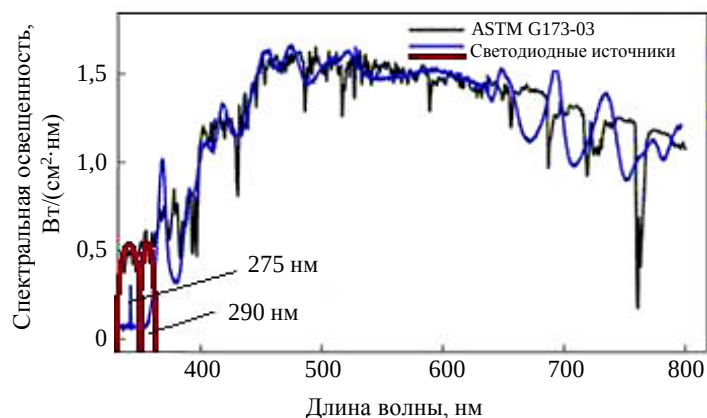


Рис. 5. Имитация спектра солнечного излучения с использованием набора светодиодных излучателей

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП «Климатические испытания» НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.

Заключения

В соответствии с ГОСТ 9.401–91 при климатических испытаниях материалов на стойкость к солнечному свету используют ксеноновые лампы, спектр освещения которых значительно выше по амплитудным значениям в УФ-диапазоне и значительно меньше – в видимом и инфракрасном диапазонах естественного солнечного излучения на уровне Земли. Кроме того, данные лампы имеют пиковые отклонения в видимом диапазоне, не соответствующие солнечному спектру.

Нормы средних показателей за последние несколько лет не отражают реальных значений солнечного излучения в момент испытаний и в будущем. Стойкость материалов к солнечному излучению следует прогнозировать с учетом оптимистических и пессимистических сценариев изменения климата в целом и уровня солнечного излучения в частности.

Загрязнение атмосферы аэрозольными частицами, особенно углеродными, значительно снижает количество света, падающего на поверхность Земли. Повышение температуры Земли приводит к увеличению количества водяного пара в атмосфере, который значительно снижает интенсивность некоторых частот видимого и инфракрасного излучения.

Современные источники света, такие как светодиоды, способны испускать свет широкого диапазона частот с достаточной дискретностью. С их помощью можно эффективно и с минимальной погрешностью имитировать спектр солнечного света.

Применение наборов светодиодов, имитирующих солнечное излучение, для лабораторных климатических испытаний, а также прогнозирование изменения солнечного спектра и интенсивности излучения в процессе изменения климата и загрязнения атмосферы позволят в значительной степени уменьшить ошибки при определении сохранности свойств материалов.

Список источников

1. Каблов Е.Н., Лаптев А.Б., Прокопенко А.Н., Гуляев А.И. Релаксация полимерных композиционных материалов под длительным действием статической нагрузки и климата (обзор). Часть 1. Связующие // *Авиационные материалы и технологии*. 2021. № 4 (65). Ст. 08. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 20.11.2023). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-70-80.
2. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения и цифровые технологии их переработки // *Вестник Российской академии наук*. 2020. Т. 90. № 4. С. 331–334.
3. Каблов Е.Н., Кондрашов С.В., Мельников А.А., Щур П.А. Применение функциональных и адаптивных материалов, полученных способом 3D-печати (обзор) // *Труды ВИАМ*. 2022. № 2 (108). Ст. 03. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 20.11.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-2-32-51.
4. 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: 20.11.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-1-114-122.
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 2. Основные тенденции // *Труды ВИАМ*. 2021. № 2 (96). Ст. 11. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 20.11.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-2-99-108.
6. Vitale V., Petkov B.H., Goutail F. Variations of UV irradiance at Antarctic station Concordia during the springs of 2008 and 2009 // *Antarctic Science*. 2011. Vol. 23 (04). P. 389–398. DOI: 10.1017/S0954102011000228.
7. Hoisington R.D., Whiteside M., Herndon J.M. Unequivocal Detection of Solar Ultraviolet Radiation 250–300 nm (UV-C) at Earth's Surface // *European Journal of Applied Sciences*. 2023. Vol. 11 (2). P. 455–472.
8. Herndon J.M., Hoisington R.D., Whiteside M. Deadly Ultraviolet UV-C and UV-B Penetration to Earth's Surface: Human and Environmental Health Implications // *Journal of Geography, Environment and Earth Science International*. 2018. Vol. 14 (2). P. 1–11.
9. Чеснокова Т.Ю., Воронина Ю.В., Ченцов А.В. и др. Вычисление потоков солнечного излучения в УФ-диапазоне с различными сечениями поглощения озона и диоксида азота // *Математическая физика и компьютерное моделирование*. 2017. Т. 20. № 5. С. 76–88.
10. Cárcer I.A., Dantoni H.L., Barboza-Flores M. KCl: Eu²⁺ as a solar UV-C radiation dosimeter. Optically stimulated luminescence and thermoluminescence analyses // *Journal of Rare Earths*. 2009. Vol. 27 (4). P. 579–583.
11. D'Antoni H. Extreme environments in the forests of Ushuaia, Argentina // *Geophysical Research Letters*. 2007. Vol. 34 (22). P. 95–120.
12. D'Antoni H.L., Rothschild L.J., Skiles J. Reply to comment by Stephan D. Flint et al. on «Extreme environments in the forests of Ushuaia, Argentina» // *Geophysical Research Letters*. 2008. Vol. 35 (13). P. 574–581.
13. Ceballos G., Ehrlich P.R., Dirzo R. Biological annihilation via the ongoing sixth mass extinction signaled by vertebrate population losses and declines // *Proceedings of the National Academy of Sciences*. 2017. Vol. 114 (30). P. 6089–6096.
14. Living Planet Report 2020: Bending the Curve of Biodiversity Loss. Gland: WWF, 2020. 25 p.
15. Dirzo R. Defaunation in the Anthropocene // *Science*. 2014. Vol. 345 (6195). P. 401–406.
16. Herndon J.M., Williams D.D., Whiteside M. Previously unrecognized primary factors in the demise of endangered torrey pines: A microcosm of global forest die-offs // *Journal of Geography, Environment and Earth Science International*. 2018. Vol. 16 (4). P. 1–14.

17. Zong Y. Simple spectral stray light correction method for array spectroradiometers // *Applied optics*. 2006. Vol. 45 (6). P. 1111–1119.
18. Ravanat J.-L., Douki T. UV and ionizing radiations induced DNA damage, differences and similarities // *Radiation Physics and Chemistry*. 2016. Vol. 128. P. 92–102.
19. Meftah M., Damé L., Bolsée D. SOLAR-ISS: A new reference spectrum based on SOLAR/SOLSPEC observations? // *Astronomy Astrophysics*. 2018. Vol. 611. P. 33–38. DOI: 10.1051/0004-6361/201731316.
20. Herndon J.M., Whiteside M. Aerosolized coal fly ash particles, the main cause of stratospheric ozone depletion, not chlorofluorocarbon gases // *European Journal of Applied Sciences*. 2022. Vol. 10 (3). P. 586–603.
21. Whiteside M., Herndon J.M. Destruction of stratospheric ozone: Role of aerosolized coal fly ash iron // *European Journal of Applied Sciences*. 2022. Vol. 10 (4). P. 143–153.
22. Newman P.A., Oman L.D., Douglass A.R. et al. What would have happened to the ozone layer if chlorofluorocarbons (CFCs) had not been regulated? // *Atmosphere Chemical Physics*. 2009. No. 9. P. 2113–2128.
23. Whiteside M., Herndon J.M. Humic like substances (HULIS): Contribution to global warming and stratospheric ozone depletion // *European Journal of Applied Sciences*. 2023. Vol. 11 (2). P. 325–346.
24. Herndon J.M. Obtaining evidence of coal fly ash content in weather modification (geoengineering) through analyses of post-aerosol spraying rainwater and solid substances // *Indian Journal Science, Research and Technology*. 2016. Vol. 4(1). Art. 30-6.
25. Вечканов Е.М., Внуков В.В. Термодинамика и кинетика биологических процессов: учеб. метод. пособие для вузов. Ростов н/Д: Копи-Центр, 2011. 53 с.
26. Каблов Е.Н., Старцев В.О., Лаптев А.Б. Старение полимерных композиционных материалов: учеб. пособие. М.: НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, 2023. 520 с.
27. Истамов Ф., Дадоматов Х., Бобоев Т. Влияние растягивающей нагрузки на кинетику фотодеструкции полиметилметакрилата // *Доклады Академии наук Республики Таджикистан*. 2002. Т. 45. № 10. С. 76–80.
28. Берлин А.А., Королев Г.В., Кефели Т.Я., Севергин Ю.М. Акриловые олигомеры и материалы на их основе. М.: Наука, 1983. 320 с.
29. Электроизоляционная композиция УФ-отверждения: пат. SU 1483495 A1; заявл. 21.07.87; опубл. 30.05.89.
30. Семянников В.А. Исследование светорассеяния процесса формирования микрогетерогенной структуры сетчатых полимеров на основе олигоэфиракрилатов: дис. ... канд. хим. наук. Ярославль: Ярославск. политех. ин-т, 1988. 134 с.
31. Васильев Д.К. Изменение УФ-спектров в процессе фотоинициированной полимеризации метакрилатов: дис. ... канд. хим. наук. Ярославль: Ярославск. политех. ин-т, 1990. 125 с.
32. Tofa M., Djafar Z., Piarah W.H. A New Hybrid of Photovoltaic-thermoelectric Generator with Hot Mirror as Spectrum Splitter // *Journal of Physical Science*. 2018. Vol. 29 (Supp. 2). P. 63–75. DOI: 10.21315/jps2018.29.s2.6.
33. Magdalena V., Linyu G., Feng J. LED-based solar simulator to study photochemistry over a wide temperature range in the large simulation chamber AIDA // *Atmospheric measurement technology*. 2022. Vol. 15. P. 1795–1810.

References

1. Kablov E.N., Laptev A.B., Prokopenko A.N., Gulyaev A.I. Relaxation of polymeric composite materials under the prolonged action of static load and climate (review). Part 1. Binders. *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 4 (65), paper no. 08. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: November 20, 2023). DOI: 10.18577/2071-9140-2021-0-4-70-80.
2. Kablov E.N. New generation materials and digital technologies for their processing. *Vestnik Rossiyskoy akademii nauk*, 2020, vol. 90, no. 4, pp. 331–334.
3. Kablov E.N., Kondrashov S.V., Melnikov A.A., Schur P.A. Application of functional and adaptive materials obtained by 3D printing (review). *Trudy VIAM*, 2022, no. 2 (108), paper no. 03. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 20, 2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-2-32-51.

4. Laptev A.B., Pavlov M.R., Novikov A.A., Slavin A.V. Current trends in the development of testing materials for resistance to climate factors (review). Part 1. Testing of new materials. *Trudy VIAM*, 2021, no. 1 (95), paper no. 12. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 20, 2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-1-114-122.
5. Laptev A.B., Pavlov M.R., Novikov A.A., Slavin A.V. Current trends in the development of testing materials for resistance to climatic factors (review). Part 2. Main trends. *Trudy VIAM*, 2021, no. 2 (96), paper no. 11. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 20, 2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-2-99-108.
6. Vitale V., Petkov B.H., Goutail F. Variations of UV irradiance at Antarctic station Concordia during the springs of 2008 and 2009. *Antarctic Science*, 2011, vol. 23 (04), pp. 389–398. DOI: 10.1017/S0954102011000228.
7. Hoisington R.D., Whiteside M., Herndon J.M. Unequivocal Detection of Solar Ultraviolet Radiation 250–300 nm (UV-C) at Earth's Surface. *European Journal of Applied Sciences*, 2023, vol. 11 (2), pp. 455–472.
8. Herndon J.M., Hoisington R.D., Whiteside M. Deadly Ultraviolet UV-C and UV-B Penetration to Earth's Surface: Human and Environmental Health Implications. *Journal of Geography, Environment and Earth Science International*, 2018, vol. 14 (2), pp. 1–11.
9. Chesnokova T.Yu., Voronina Yu.V., Chentsov A.V. et al. Calculation of solar radiation fluxes in the UV range with different absorption cross sections of ozone and nitrogen dioxide. *Matematicheskaya fizika i kompyuternoe modelirovanie*, 2017, vol. 20, no. 5, pp. 76–88.
10. Cárcer I.A., Dantoni H.L., Barboza-Flores M. KCl: Eu²⁺ as a solar UV-C radiation dosimeter. Optically stimulated luminescence and thermoluminescence analyses. *Journal of Rare Earths*, 2009, vol. 27 (4), pp. 579–583.
11. D'Antoni H. Extreme environments in the forests of Ushuaia, Argentina. *Geophysical Research Letters*, 2007, vol. 34 (22), pp. 95–120.
12. D'Antoni H.L., Rothschild L.J., Skiles J. Reply to comment by Stephan D. Flint et al. on «Extreme environments in the forests of Ushuaia, Argentina». *Geophysical Research Letters*, 2008, vol. 35 (13), pp. 574–581.
13. Ceballos G., Ehrlich P.R., Dirzo R. Biological annihilation via the ongoing sixth mass extinction signaled by vertebrate population losses and declines. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 2017, vol. 114 (30), pp. 6089–6096.
14. Living Planet Report 2020: Bending the Curve of Biodiversity Loss. Gland: WWF, 2020, 25 p.
15. Dirzo R. Defaunation in the Anthropocene. *Science*, 2014, vol. 345 (6195), pp. 401–406.
16. Herndon J.M., Williams D.D., Whiteside M. Previously unrecognized primary factors in the demise of endangered torrey pines: A microcosm of global forest die-offs. *Journal of Geography, Environmental and Earth Science International*, 2018, vol. 16 (4), pp. 1–14.
17. Zong Y. Simple spectral stray light correction method for array spectroradiometers. *Applied optics*, 2006, vol. 45 (6), pp. 1111–1119.
18. Ravanat J.-L., Douki T. UV and ionizing radiations induced DNA damage, differences and similarities. *Radiation Physics and Chemistry*, 2016, vol. 128, pp. 92–102.
19. Meftah M., Damé L., Bolsée D. SOLAR-ISS: A new reference spectrum based on SOLAR/SOLSPEC observations? *Astronomy Astrophysics*, 2018, vol. 611, pp. 33–38. DOI: 10.1051/0004-6361/201731316.
20. Herndon J.M., Whiteside M. Aerosolized coal fly ash particles, the main cause of stratospheric ozone depletion, not chlorofluorocarbon gases. *European Journal of Applied Sciences*, 2022, vol. 10 (3), pp. 586–603.
21. Whiteside M., Herndon J.M. Destruction of stratospheric ozone: Role of aerosolized coal fly ash iron. *European Journal of Applied Sciences*, 2022, vol. 10 (4), pp. 143–153.
22. Newman P.A., Oman L.D., Douglass A.R. et al. What would have happened to the ozone layer if chlorofluorocarbons (CFCs) had not been regulated? *Atmosphere Chemical Physics*, 2009, no. 9, pp. 2113–2128.
23. Whiteside M., Herndon J.M. Humic like substances (HULIS): Contribution to global warming and stratospheric ozone depletion. *European Journal of Applied Sciences*, 2023, vol. 11 (2), pp. 325–346.

24. Herndon J.M. Obtaining evidence of coal fly ash content in weather modification (geoengineering) through analyses of postaerosol spraying rainwater and solid substances. *Indian Journal Science, Research and Technology*, 2016, vol. 4(1), art. 30-6.
25. Vechkanov E.M., Vnukov V.V. *Thermodynamics and kinetics of biological processes*: textbook for universities. Rostov-on-Don: Copy-Center, 2011, 53 p.
26. Kablov E.N., Startsev V.O., Laptev A.B. *Aging of polymer composite materials*: textbook. Moscow: National Research Center «Kurchatov Institute» – VIAM, 2023, 520 p.
27. Istamov F., Dadomatov X., Boboev T. Influence of tensile load on the kinetics of photodestruction of polymethyl methacrylate. *Doklady Akademii nauk Respubliki Tadzhikistan*, 2002, vol. 45, no. 10, pp. 76–80.
28. Berlin A.A., Korolev G.V., Kefeli T.Ya., Severgin Yu.M. *Acrylic oligomers and materials based on them*. Moscow: Nauka, 1983, 320 p.
29. *UV-curing electrical insulating composition*: pat. SU 1483495 A1; appl. 21.07.87; publ. 30.05.89.
30. Semyannikov V.A. *Study of light scattering of the process of formation of microheterogeneous structure of network polymers based on oligoester acrylates*: thesis, Cand. Sc. (Chem.). Yaroslavl: Yaroslavl Polytech Institute, 1988, 134 p.
31. Vasiliev D.K. *Changes in UV spectra during photoinitiated polymerization of methacrylates*: thesis, Cand. Sc. (Chem.). Yaroslavl: Yaroslavl Polytech Institute, 1990, 125 p.
32. Tofa M., Djafar Z., Piarah W.H. A New Hybrid of Photovoltaic-thermoelectric Generator with Hot Mirror as Spectrum Splitter. *Journal of Physical Science*, 2018, vol. 29 (Supp. 2), pp. 63–75. DOI: 10.21315/jps2018.29.s2.6.
33. Magdalena V., Linyu G., Feng J. LED-based solar simulator to study photochemistry over a wide temperature range in the large simulation chamber AIDA. *Atmospheric measurement technology*, 2022, vol. 15, pp. 1795–1810.

Информация об авторах

Лаптев Анатолий Борисович, главный научный сотрудник, д.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Павлов Михаил Рашитович, ведущий научный сотрудник, к.х.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Зеленева Татьяна Олеговна, техник, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Anatoly B. Laptev, Chief Researcher, Doctor of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Mikhail R. Pavlov, Leading Researcher, Candidate of Sciences (Chem.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Tatiana O. Zeleneva, Technician, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 22.02.2024; одобрена и принята к публикации после рецензирования 20.03.2024.
The article was submitted 22.02.2024; approved and accepted for publication after reviewing 20.03.2024.

Научная статья

УДК 543.2

DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-5-83-90

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ УРОТРОПИНА В КАТАЛИЗАТОРЕ ФУ

Л.А. Прокопова¹, Е.Ю. Головина¹, С.А. Пономаренко¹

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», Москва, Россия; admin@viam.ru

Аннотация. Проведено сравнение методов определения массовой доли уротропина в образцах катализатора ФУ с использованием ручного и инструментального подходов. Описаны принципы и этапы каждого метода, анализируются их преимущества и недостатки. Приведена статистика результатов определения состава катализатора ФУ тремя методами. На основании полученных результатов предложена методика определения массовой доли уротропина, позволяющая повысить точность и эффективность анализа.

Ключевые слова: аналитическая химия, количественный анализ, определение содержания азота, метод Кьельдаля, элементный анализ, элементный анализатор, высокоэффективная жидкостная хроматография

Для цитирования: Прокопова Л.А., Головина Е.Ю., Пономаренко С.А. Методы определения массовой доли уротропина в катализаторе ФУ // Труды ВИАМ. 2024. № 5 (135). Ст. 08. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-5-83-90.

Scientific article

METHODS FOR DETERMINING THE MASS FRACTION OF HEXAMINE IN THE CATALYST FU

L.A. Prokopova¹, E.Yu. Golovina¹, S.A. Ponomarenko¹

¹Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific-Research Institute of Aviation Materials» of National Research Center «Kurchatov Institute», Moscow, Russia; admin@viam.ru

Abstract. The paper presents a comparative study of methods for determining the mass fraction of hexamine in samples of the «catalyst FU» using manual and instrumental approaches. The work describes the principles and stages of each method and analyzes their advantages and disadvantages. Statistics of the results of determining the composition of the product by three methods are presented. Based on the results obtained, a method for determining the mass fraction of urotropin has been proposed, which makes it possible to increase the accuracy and efficiency of the analysis.

Keywords: analytical chemistry, quantitative analysis, determination of nitrogen content, Kjeldahl method, elemental analysis, elemental analyzer, high pressure liquid chromatography

For citation: Prokopova L.A., Golovina E.Yu., Ponomarenko S.A. Methods for determining the mass fraction of hexamine in the catalyst FU. *Trudy VIAM*, 2024, no. 5 (135), paper no. 08. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-5-83-90.

Введение

Разнообразные полимерные композиционные и функциональные материалы нашли широкое применение в промышленности [1]. Такие материалы состоят из двух основных компонентов разной природы (полимерной матрицы и волокон армирующего наполнителя), что обеспечивает им свойства, превосходящие свойства отдельных компонентов. За счет множества комбинаций исходных материалов можно изготовить практически любые изделия с заранее заданными свойствами [2, 3]. Благодаря уникальному сочетанию характеристик, особенно относительно низкой плотности, высоких упруго-прочностных показателей и коррозионной устойчивости, такие материалы активно применяются в космической отрасли, авиационной промышленности, судо- и машиностроении. Они используются для изготовления крыльев, фюзеляжей, деталей интерьера, элементов шасси, изделий функционального назначения, таких как резинотехнические детали, огнезащитные и эрозионностойкие покрытия, а также других компонентов летательных аппаратов.

В зависимости от требуемых свойств изделия при производстве и переработке полимеров могут применяться органические вещества, содержащие азот в тех или иных функциональных группах. В частности, для отверждения полимеров используются аминные отвердители, образующие сшивающие мостики между молекулами смолы и способствующие достижению высокой химической стойкости, необходимых теплофизических и электроизоляционных свойств материалов [4]. Для производства эластомеров специального назначения [5], грибостойких резин [6] и модификации эрозионностойких покрытий [7] применяются бутадие-нитрильные каучуки, содержащие азот в виде связанного нитрила акриловой кислоты, количество которого является одним из показателей качества сырья.

В материалах для изготовления конструкций интерьера и создания теплозащитных покрытий могут применяться фенолформальдегидные связующие [8], отверждаемые с использованием азотсодержащих катализаторов. К отвердителям данного типа относится катализатор ФУ, представляющий собой раствор уротропина в фурфуро-ловом спирте. Уротропин (гексаметилентетрамин) применяется для отверждения новолачных фенолформальдегидных смол [9]. При этом скорость такого процесса выше, чем скорость отверждения резольных одностадийных смол [10].

Помимо уротропина для изготовления катализаторов и отвердителей, применяемых при формовании изделий на основе термореактивных матриц, используются и другие аминные отвердители, такие как 4,4'-диаминодифенилсульфон. Для успешного образования сетчатой структуры полимерной матрицы каждая молекула отвердителя должна иметь по крайней мере две аминные функциональные группы [4]. Так как содержание азота – один из ключевых показателей качества сырья, то входной контроль предполагает обязательное его определение. Метод анализа выбирается в зависимости от химической структуры отвердителя. Это может быть как прямое или обратное титрование соляной кислотой [11], так и многоступенчатые методы разложения азотсодержащих веществ, требующие особых реактивов и условий.

Рассмотрим существующие методы определения массовой доли азота в органических веществах различной природы.

Если определяемый азот находится в составе аминогруппы и не представлен в молекуле другими функциональными группами, определить его содержание можно прямым титрованием в водной или неводной среде. Титрование можно проводить в широком спектре растворителей, критерием выбора которых является растворимость в них амина. Однако растворители основного характера применять нежелательно, так как они в силу основной природы самих аминов могут увеличить погрешность метода. Для

этих целей широко применяют уксусную кислоту, так как она является слабокислым растворителем, не вступающим в реакцию с аминогруппами [12].

Существуют также методы, основанные на воздействии избытка ангидрида уксусной кислоты и последующем обратном титровании непрореагировавшего ангидрида, переведенного в кислоту [11]. Таким способом определяют первичные и вторичные амины, однако его применение затруднено в силу ограничений, связанных с использованием уксусного ангидрида.

В 1883 г. разработан метод Кьельдаля. Изначально он предложен для определения общей концентрации белка, так как азот в природе встречается преимущественно в составе аминокислот [13]. В научно-технической литературе этот метод упоминается как «мокрое сжигание», т. е. процесс окисления проводят в жидкой фазе. Вещество подвергается воздействию концентрированной серной кислоты в присутствии катализаторов, выбираемых в зависимости от природы объекта анализа. Азот из соединения переходит в аммиак и образует сульфат аммония. По окончании окисления к реакционной смеси добавляют концентрированную щелочь, и выделяющийся аммиак поглощают известным количеством разбавленного раствора кислоты [11]. В качестве катализатора применяют селен, ртуть или ее оксид, глюкозу [14]. Для повышения температуры кипения в смесь добавляют сульфат калия, натрия или меди либо их смесь.

Метод Кьельдаля и его модификации стандартизованы, применяются для определения макро- и микроколичеств азота в широком круге веществ и материалов. Однако иногда его использование затруднено. Например, для соединений, содержащих нитрогруппу, рекомендуется сначала восстановить ее до аминной функциональной группы [11]. Для некоторых материалов со сложным составом возможно получение заниженных результатов, если в процессе измерения выделяется атомарный азот, который самопроизвольно удаляется из реакционной колбы.

При определении микроколичеств азота перенос реакционной смеси из одной емкости в другую нежелателен, так как на стенках каждого сосуда может остаться некоторое количество вещества [4]. Однако во многих вариантах метода Кьельдаля осуществляется перенос смеси из реакционной колбы в перегонную, что может вносить погрешность в результаты анализа. Таким образом, предпочтительно применение прибора, в который проба вносится однократно и далее не подвергается ручному воздействию. В настоящее время содержание общего азота в катализаторе ФУ определяют методом Кьельдаля без переноса вещества из реакционной колбы в перегонную, однако само титрование является обратным, что также может увеличить погрешность измерений.

При анализе методом Дюма связанный азот в органическом соединении независимо от формы его связи в молекуле переходит в газообразный и определяется объемным способом. Для проведения испытания образец смешивают с оксидом меди (II) и сжигают в трубке, заполненной диоксидом углерода. Важно, чтобы инертный газ полностью вытеснил воздух из трубки. Продукты реакции с потоком газа проходят через раскаленную медь и оксид меди (II), что приводит к восстановлению образующихся при сгорании веществ, в том числе к превращению оксидов азота в азот. Побочные газы поглощаются раствором щелочи, а объем выделившегося азота количественно соответствует его содержанию в анализируемом веществе [11]. В базовом исполнении этот способ трудоемок и требует применения высокотемпературных лабораторных печей.

Несмотря на точность и распространенность, метод Кьельдаля является длительным, что замедляет анализ больших серий образцов, и чаще предлагается в качестве арбитражного [14]. Это обуславливает необходимость внедрения альтернативных

способов определения массовой доли общего азота. Важным критерием при этом является возможность определения содержания азота независимо от его положения в органической молекуле, что обеспечивают элементные анализаторы для определения состава органических веществ.

Стандартизованный инструментальный метод определения содержания углерода, водорода и азота применяется для проверки качества минеральных топлив [15]. Автоматические элементные анализаторы в конфигурации CHN–O используются для определения процентного содержания углерода, водорода, азота и кислорода, содержащихся в веществах различной природы и происхождения в твердых, жидких и газообразных образцах. Содержание углерода, водорода и азота определяется в ходе одного анализа, а кислорода – в отдельном образце.

Сущность метода инструментального анализа состоит в сжигании пробы в потоке кислорода в реакторе, заполненном медью и оксидом меди, что схоже с методом Дюма. Далее продукты реакции разделяются на хроматографической колонке и определяются прибором. При этом нет необходимости контактировать с вредными и опасными веществами, возможно проведение серийного анализа образцов. Проведение точного анализа также способствует лучшей воспроизводимости результатов.

Разработаны методы определения химического состава образцов путем разделения веществ на отдельные соединения, в частности хроматографические методы анализа. За счет высокой разрешающей способности и возможности применения различных вариантов детектирования эти методы отличаются высокой универсальностью и часто применяются для анализа различных объектов, в том числе в авиационной промышленности [16, 17].

С учетом физико-химических характеристик уротропина (относительно низкая молекулярная масса, невысокая летучесть и температура плавления (280 °C)) определять его содержание в катализаторе ФУ, имеющем относительно простой состав, целесообразно методами ионной и жидкостной хроматографии, например обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии (ОФ ВЭЖХ). При этом необходимо отметить, что из-за высокой реакционной способности уротропин может находиться в частично связанной форме (с другими компонентами катализатора), поэтому его содержание, полученное по результатам анализа, может быть ниже расчетного.

Материалы и методы

Объектами исследования являются пять образцов катализатора ФУ. Из одной пробы одновременно брали четыре аналитические навески для каждого из методов анализа: минерализация серной кислотой в колбе Кьельдаля, испытания в элементном анализаторе и хроматографическое определение методом ОФ ВЭЖХ.

Метод Кьельдаля реализован в следующем виде. Навеску продукта массой 0,05–0,10 г помещали в колбу Кьельдаля, добавляли серную кислоту, сульфат калия для повышения температуры реакции и сульфат меди (II) в качестве катализатора. Колбу нагревали на газовой горелке, накрыв воронкой с запаянным концом. Окончанием реакции считали окрашивание реакционной смеси в ярко-голубой цвет. Отсутствие бурых или зеленых оттенков свидетельствовало о полной минерализации пробы. После этого колбу охлаждали, количественно переносили содержимое в круглодонную колбу. Применяли насадку Кьельдаля, соединяющую колбу и холодильник, аллонж которого опущен в раствор борной кислоты. Перед отгонкой аммиака к смеси в перегонной колбе добавляли 30 мл водного раствора гидроксида натрия с помощью делительной воронки. По окончании перегонки содержимое стакана титровали стандартным раствором серной кислоты. Установка для перегонки аммиака представлена на рис. 1.

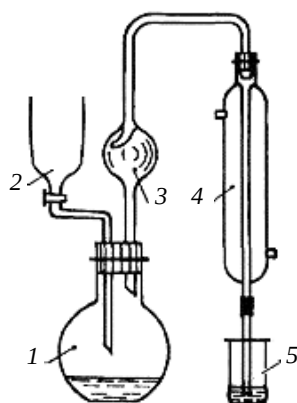


Рис. 1. Аппарат для перегонки аммиака: 1 – круглодонная перегонная колба; 2 – капельная воронка; 3 – каплеуловитель (насадка Кьельдаля); 4 – холодильник; 5 – стакан-приемник

При работе на элементном анализаторе оловянную капсулу с 1,5–2,0 мг катализатора ФУ помещали в устройство автоматической подачи образцов. В качестве инертного газа использовали гелий, окислителя – кислород. Температура печи, окружающей реактор, составляла 950 °С, однако температура образца в момент сгорания капсулы может достичь 2000 °С. Далее продукты сгорания с потоком инертного газа попадали в реактор, заполненный медью и оксидом меди. Из оксидов азота выделяется азот, содержание которого определяется детектором прибора.

При анализе водных растворов образцов методом ОФ ВЭЖХ применяли гидрофобизированную колонку C_{18} (3 мкм, 4,6×100 мм) в изократическом режиме (водный раствор 0,35%-ного триэтиламина, pH = 5,5) со скоростью потока 0,75 мл/мин и рефрактометрическим детектированием. Объем пробы составил 20 мкл, в качестве образца сравнения использовали разбавленный водный раствор уротропина. Из-за высокой реакционной способности уротропина водные растворы образцов следует готовить непосредственно перед проведением анализа. Во избежание засорения колонки потенциально присутствующими олигомерными компонентами рекомендуется периодически использовать градиентный режим с высоким содержанием органической фазы. Концентрацию уротропина рассчитывали по площади соответствующих пиков на хроматограммах образцов. Пример полученных хроматограмм представлен на рис. 2.

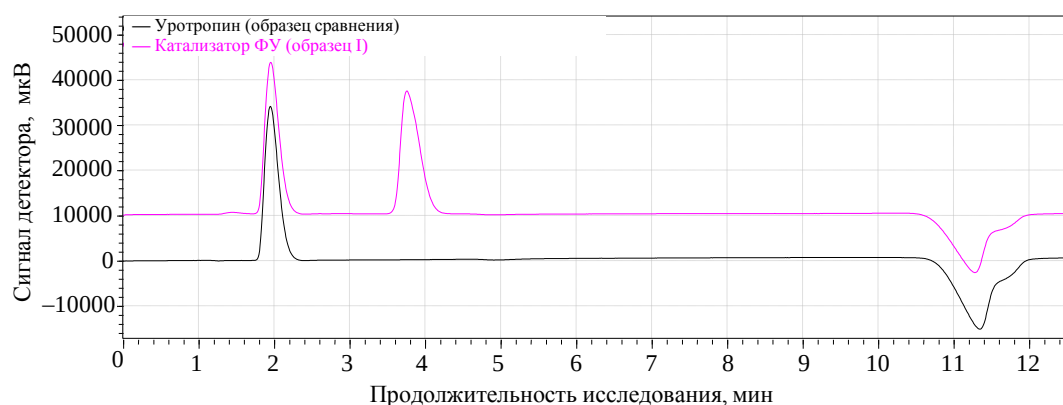


Рис. 2. Хроматограммы уротропина (1,7 г/л) и катализатора ФУ (5,0 г/л). Идентификация пиков соединений по времени удерживания: ~(1,9–2,0) мин – уротропин; ~(3,7–4,0) мин – фурфуриловый спирт; ~(11,1–11,7) мин – модификатор подвижной фазы (в исследованных образцах отсутствует)

Результаты и обсуждение

Результаты определения массовой доли уротропина в катализаторе ФУ описанными методами приведены в таблице.

Результаты определения содержания уротропина в катализаторе ФУ различными методами

Образец катализатора ФУ	Содержание уротропина, %				Среднеквадратичное отклонение, %	Коэффициент вариации, %	
	в аналитической навеске			среднее			
	1	2	3				4
Методом Кьельдаля							
I	34,38	33,43	33,51	34,42	33,94	0,47	1,37
II	34,52	33,55	33,65	34,49	34,05	0,46	1,34
III	35,00	34,23	34,23	33,72	34,29	0,46	1,38
IV	34,51	34,84	34,59	34,44	34,60	0,15	0,47
V	34,52	34,91	34,04	33,89	34,34	0,40	1,22
На элементном анализаторе							
I	34,11	33,81	34,22	34,03	34,04	0,15	0,45
II	34,08	33,90	33,95	34,03	33,99	0,07	0,21
III	34,08	34,40	34,42	34,34	34,31	0,14	0,40
IV	34,40	34,45	34,76	34,65	34,56	0,15	0,42
V	34,40	34,60	34,25	34,33	34,40	0,13	0,38
Методом высокоэффективной жидкостной хроматографии							
I	34,08	34,08	34,11	34,13	34,10	0,02	0,06
II	33,93	33,53	33,91	34,02	33,85	0,19	0,56
III	34,23	34,37	34,31	34,40	34,33	0,06	0,19
IV	34,56	34,57	34,63	34,58	34,59	0,03	0,08
V	34,45	34,47	34,45	34,41	34,45	0,02	0,06

Для сравнения эффективности методов анализа применяли статистическую обработку результатов: для каждой серии из четырех параллельных определений рассчитывали коэффициент вариации. Он является мерой разброса или дисперсии данных относительно среднего значения и представляет собой отношение среднеквадратичного отклонения к среднему значению полученных при анализе результатов. Коэффициент вариации часто используется для сравнения точности различных измерительных систем или методов. Чем коэффициент меньше, тем более точными и повторяемыми являются измерения (при одинаковом количестве параллельных испытаний). При сравнении точности различных измерительных систем обычно выбирают систему, имеющую наименьший коэффициент вариации.

Из полученных результатов можно сделать вывод, что по сравнению с методом Кьельдаля элементный анализатор позволяет получить более высокую точность определения массовой доли уротропина. При этом продолжительность анализа значительно сокращается, так как любая лабораторная установка требует внимания, а промежуточные этапы исследования выполняются испытателем. При работе на автоматическом элементном анализаторе испытатель задействован только в момент запуска анализа и загрузки образцов. Хроматографический анализ, который применяли в качестве метода сравнения, показал наиболее высокую точность.

Заключения

Применение элементного анализатора в силу высокой стоимости прибора и комплектующих деталей целесообразно только при высокой рабочей нагрузке. Хроматографический метод анализа требует высокой квалификации персонала и применения дорогостоящего оборудования, а для создания подходящей подвижной фазы необходимы специальные реактивы. Метод Кьельдаля, напротив, не требует специальных расходных материалов и устройств, единственными недостатками являются продолжительность

анализа и постоянная занятость испытателя. Точность данных, получаемых при определении содержания уротропина в катализаторе ФУ методом Кьельдаля, высокая, но ее расчет важен для оценки рисков испытательной лаборатории.

Работа выполнена при поддержке ЦКП «Климатические испытания» НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.

Список источников

1. Каблов Е.Н., Семенова Л.В., Петрова Г.Н., Ларионов С.А., Перфилова Д.Н. Полимерные композиционные материалы на термопластичной матрице // Известия вузов. Химия и химическая технология. 2016. Т. 59. Вып. 10. С. 61–71.
2. Каблов Е.Н. Роль химии в создании материалов нового поколения для сложных технических систем // Тез. докл. XX Менделеевского съезда по общей и прикладной химии. Екатеринбург: УрО РАН, 2016. С. 25–26.
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. Чернин И.З., Смехов Ф.М., Жердев Ю.В. Эпоксидные полимеры и композиции. М.: Химия, 1982. 232 с.
5. Хорова Е.А., Мышляцев А.В., Стрижак Е.А., Третьякова Н.А. Исследование гидрированных бутадиен-нитрильных каучуков методами дифференциальной сканирующей калориметрии и динамического механического анализа // Авиационные материалы и технологии. 2019. № 1 (54). С. 11–16. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-1-11-16.
6. Хорова Е.А., Третьякова Н.А., Вакулов Н.В. Исследование стойкости резин к воздействию плесневых грибов // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 3 (64). Ст. 12. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 20.12.2023). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-3-128-132.
7. Кузнецова В.А. Влияние эластомерного модификатора на механические и вязкоупругие свойства эпоксидно-каучуковых композиций для эрозионностойких покрытий // Авиационные материалы и технологии. 2020. № 2 (59). С. 56–62. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-2-56-62.
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. Андрианов Р.А., Пономарев Ю.Е. Пенопласты на основе фенолоформальдегидных полимеров. Ростов: Изд-во Ростов. гос. ун-та, 1987. 80 с.
10. Воробьев В.А. Технология полимеров. М.: Высшая школа, 1980. 303 с.
11. Губен-Вейль. Методы органической химии: в 2 т. М.: Химия, 1967. Т. 2: Методы анализа. 1032 с.
12. Сиггиа С., Ханна Дж.Г. Количественный органический анализ по функциональным группам. М.: Химия, 1983. 672 с.
13. Зауэр Е.А., Ершов А.Б. Современные анализаторы для определения азота методом Кьельдаля // Аналитика и контроль. 2019. № 2. С. 168–192. DOI: 10.15826/analitika.2019.23.2.002.
14. Исакова Н.А., Фихтенгольц В.С., Белова Г.А., Панкратова Е.Д. Технический анализ и контроль производства синтетических каучуков. Л.: Химия, 1976. 168 с.
15. ГОСТ 32979–2014. Топливо твердое минеральное. Инструментальный метод определения углерода, водорода и азота. М.: Стандартинформ, 2015. 11 с.
16. Основы аналитической химии: в 2 т. / под ред. Ю.А. Золотова. М.: Высшая школа, 1996. Т. 1: Общие вопросы. Методы разделения. 383 с.
17. Пономаренко С.А., Шимкин А.А. Хроматографические методы анализа: возможности применения в авиационной промышленности (обзор) // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2017. Т. 83. № 4. С. 5–13.

References

1. Kablov E.N., Semenova L.V., Petrova G.N., Larionov S.A., Perfilova D.N. Polymer composite materials on a thermoplastic matrix. *Izvestiya vuzov. Khimiya i khimicheskaya tekhnologiya*, 2016, vol. 59, is. 10, pp. 61–71.

2. Kablov E.N. The role of chemistry in the creation of new generation materials for complex technical systems. *Report XX Mendeleev Congress on General and Applied Chemistry*. Ekaterinburg: Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 2016, pp. 25–26.
3. Kablov E.N., Chursova L.V., Babin A.N., Mukhametov R.R., Panina N.N. Developments of FSUE «VIAM» in the field of melt binders for polymer composite materials. *Polimernye materialy i tekhnologii*, 2016, vol. 2, no. 2, pp. 37–42.
4. Chernin I.Z., Smekhov F.M., Zherdev Yu.V. *Epoxy polymers and compositions*. Moscow: Khimiya, 1982, 232 p.
5. Khorova E.A., Myshlyavtsev A.V., Strizhak E.A., Tretyakova N.A. Examination of hydrogenated butadiene-nitrile rubbers by methods of differential scanning calorimetry and dynamic mechanical analysis. *Aviacionnye materialy i tekhnologii*, 2019, no. 1 (54), pp. 11–16. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-1-11-16.
6. Khorova E.A., Tretyakova N.A., Vakulov N.V. Research of resistance of rubbers to the exposure of mold fungi. *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 3 (64), paper no. 12. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: December 12, 2023). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-3-128-132.
7. Kuznetsova V.A. Influence of the elastomeric modifier on mechanical and viscoelastic properties of epoxy and rubber compositions for erosion resistant coatings. *Aviacionnye materialy i tekhnologii*, 2020, no. 2 (59), pp. 56–62. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-2-56-62.
8. Mukhametov R.R., Petrova A.P. Thermosetting binders for polymer composites (review). *Aviacionnye materialy i tekhnologii*, 2019, no. 3 (56), pp. 48–58. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-3-48-58.
9. Andrianov R.A., Ponomarev Yu.E. *Foams based on phenol-formaldehyde polymers*. Rostov: Publ. house Rostov State Univ., 1987, 80 p.
10. Vorobyov V.A. *Polymer technology*. Moscow: Vysshaya shkola, 1980, 303 p.
11. Guben-Weil. *Methods of organic chemistry*: in 2 vols. Moscow: Khimiya, 1967, vol. 2: Methods of analysis, 1032 p.
12. Siggia S., Hannah J.G. *Quantitative organic analysis by functional groups*. Moscow: Khimiya, 1983, 672 p.
13. Sauer E.A., Ershov A.B. Modern analyzers for determining nitrogen using the Kjeldahl method. *Analitika i kontrol*, 2019, no. 2, pp. 168–192. DOI: 10.15826/analitika.2019.23.2.002.
14. Isakova N.A., Fikhtengolts V.S., Belova G.A., Pankratova E.D. *Technical analysis and control of synthetic rubber production*. Leningrad: Khimiya, 1976, 168 p.
15. State Standard 32979–2014. *Solid mineral fuel. Instrumental method for the determination of carbon, hydrogen and nitrogen*. Moscow: Standartinform, 2015, 11 p.
16. *Fundamentals of analytical chemistry*: in 2 vols. Ed. Yu.A. Zolotov. Moscow: Vysshaya shkola, 1996, vol. 1: General questions. Separation methods, 383 p.
17. Ponomarenko S.A., Shimkin A.A. Chromatographic methods of analysis: possibilities of application in the aviation industry (review). *Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov*, 2017, vol. 83, no. 4, pp. 5–13.

Информация об авторах

Прокопова Лилия Александровна, инженер 2 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Головина Елена Юрьевна, ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Пономаренко Сергей Александрович, старший научный сотрудник, к.х.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Lilia A. Prokopova, Second Category Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Elena Yu. Golovina, Leading Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Sergey A. Ponomarenko, Senior Researcher, Candidate of Sciences (Chem.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 22.03.2024; одобрена и принята к публикации после рецензирования 01.04.2024.

The article was submitted 22.03.2024; approved and accepted for publication after reviewing 01.04.2024.

Научная статья

УДК 539.231:669.859:537.622

DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-5-91-100

СВОЙСТВА СПЕЧЕННЫХ МАГНИТОВ Pr-Dy-Fe-Co-B В ЗАВИСИМОСТИ ОТ СОСТАВА И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ ИЗГОТОВЛЕНИЯ

А.В. Бузенков¹, М.В. Бурканов¹, Р.А. Валеев¹, В.П. Пискорский¹

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», Москва, Россия; admin@viam.ru

Аннотация. Исследованы магнитотвердые материалы $(Pr_{1-x}Dy_x)_{13,12-13,3}(Fe_{1-y}Co_y)_{76,29-78,98}B_{7,86-10,5}$ ($x=0,40-0,58$, $y=0,20-0,24$) для навигационных приборов в зависимости от состава и температуры спекания. Измерения проводили на вибрационном магнитометре на образцах в форме сферы при температуре 20 ± 5 °С в магнитных полях до 1800 кА/м. Измерены кривые размагничивания спеченных материалов по намагниченности и индукции с различным содержанием кобальта и диспрозия. Особое внимание обращается на величину прямоугольности кривой размагничивания в зависимости от состава и температуры спекания.

Ключевые слова: магнитотвердые материалы, навигационные приборы, температура спекания, прямоугольность кривой размагничивания, коэрцитивная сила, остаточная индукция, химический состав

Для цитирования: Бузенков А.В., Бурканов М.В., Валеев Р.А., Пискорский В.П. Свойства спеченных магнитов Pr-Dy-Fe-Co-B в зависимости от состава и технологических параметров изготовления // Труды ВИАМ. 2024. № 5 (135). Ст. 09. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-5-91-100.

Scientific article

PROPERTIES OF SINTERED MAGNETS Pr-Dy-Fe-Co-B DEPENDING ON THE COMPOSITION AND TECHNOLOGICAL PARAMETERS OF MANUFACTURE

A.V. Buzenkov¹, M.V. Burkanov¹, R.A. Valeev¹, V.P. Piskorsky¹

¹Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific-Research Institute of Aviation Materials» of National Research Center «Kurchatov Institute», Moscow, Russia; admin@viam.ru

Abstract. Magnetic hard materials $(Pr_{1-x}Dy_x)_{13,12-13,3}(Fe_{1-y}Co_y)_{76,29-78,98}B_{7,86-10,5}$ ($x=0,40-0,58$, $y=0,20-0,24$) for navigation devices are investigated depending on the composition and temperature of sintering. Measurements were carried out on a vibrating magnetometer on spherical samples at a temperature of 20 ± 5 °C in magnetic fields up to 1800 kA/m. The demagnetization curves of sintered materials were measured by magnetization and induction with different cobalt and dysprosium contents. Special attention is paid to the rectangularity of the demagnetization curve depending on the composition and temperature of sintering.

Keywords: magnetic hard materials, navigation devices, sintering temperature, rectangularity of demagnetization curve, coercive force, residual induction, chemical composition

For citation: Buzenkov A.V., Burkanov M.V., Valeev R.A., Piskorsky V.P. Properties of sintered magnets Pr-Dy-Fe-Co-B depending on the composition and technological parameters of manufacture. *Trudy VIAM*, 2024, no. 5 (135), paper no. 09. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-5-91-100.

Введение

Роторный вибрационный динамически настраиваемый гироскоп – наиболее перспективный тип гироскопов, применяемый в современных инерциальных навигационных системах. Скорость вращения его ротора может достигать 60 тыс. об/мин, а точность находится в пределах 10^{-2} – 10 градусов/ч [1]. При изменении конструкции гироскопов путем замены шариковых подшипников на воздушную «подушку» для уменьшения трения при вращении ротора гироскопа удалось уменьшить значение износа конструкции опор, а также позволило на порядок продлить ресурс прибора и увеличить его точность до 10^{-4} – 10^{-2} градусов/ч [1]. Одной из разновидностей роторных гироскопов является поплавковый гироскоп, отличительной особенностью которого является подвешивание всех подвижных элементов в жидкости, благодаря чему удается уравновесить ротор с кожухом гидростатическими силами и тем самым разгрузить подшипники. Данная модификация дает возможность значительно снизить сухое трение в осях подвеса и увеличить как ударную, так и вибрационную стойкость изделия. Скорость вращения ротора на воздушной «подушке» в аэродинамических подшипниках внутри поплавка составляет 30–60 тыс. об/мин [1]. Обладая этим преимуществом, данный тип гироскопов позволил достичь сверхвысокой точности $\sim(10^{-6}$ – $5 \cdot 10^{-4})$ градусов/ч [1]. Частота вращения ротора двигателя гироскопа при этом составила 500 Гц, т. е. 500 об/с или 30 тыс. об/мин [2]. По данным работы [3], ротор гироскопа марки ДНГ-091 имеет аналогичную скорость вращения: 30 тыс. об/мин, а его масса составляет 125 г. Габариты этого гироскопа 32×37 мм и измерение угловых скоростей в диапазоне 10 градусов/ч, ресурс 140 тыс. ч при времени готовности 8 с. В настоящее время по совокупности факторов доминирующим типом являются волновые оптические гироскопы, на которых построены навигационные приборы для использования в авиационной, морской, космической и наземных отраслях промышленности. В этом классе гироскопов освоен диапазон точности 10^{-1} – 10^{-3} градусов/ч и завершаются работы по созданию класса точности 10^{-4} градусов/ч [4]. В диапазоне средней и высокой точности активно ведутся разработки по созданию гироскопа, основанного на ядерном магнитном резонансе, безусловным преимуществом которого является устойчивость к механическим воздействиям. Работы по его созданию начались еще в 60–70-х гг. прошлого века, когда в разных странах параллельно велись активные исследования по созданию альтернативы механическим гироскопам с классом точности, необходимым для навигации. В конце 1970-х гг. основное внимание уделялось разработке оптических гироскопов, таких как кольцевой лазерный гироскоп, а впоследствии и его усовершенствованной модели – волоконно-оптическому гироскопу, которые представляли собой базис для навигационных систем инерциального типа разнообразных динамически активных объектов. В 2000-х гг. стремительно возрос интерес к ядерным магнитным гироскопам (ЯМГ), что было связано с острой необходимостью создания миниатюрных гироскопов навигационного класса точности и разработкой новых технологий, обеспечивающих возможность их миниатюризации. Преимущество для их внедрения на подвижные платформы – потенциальная стойкость к ускорениям и вибрациям. Объяснить это можно тем, что частота прецессии спина ядра не зависит от движения тела, где этот спин находится, а вращение ячейки, содержащей атомы, не приводит к изменению скорости их прецессии в инерциальной системе координат [5]. Чувствительности с величиной 10^{-19} Тл невозможно достичь, используя наиболее популярные в настоящее время типы магнитометров, а следовательно, в качестве рабочего вещества в гироскопе с эффектом магнитного резонанса допускается применение только ядерных парамагнетиков, характеризующихся продолжительным временем релаксации из-за более слабого взаимодействия ядерных моментов с кристаллической решеткой тела, где эти моменты расположены [6]. Принцип работы ЯМР-гироскопа состоит в следующем: в постоянном магнитном поле происходит прецессия вектора намагниченности рабочего вещества

(аналогично вектору суммарного механического момента) с частотой Лармора, которая находится при известном гиромагнитном отношении ядер атомов вещества. Частота прецессии будет смещаться вследствие вращения данной системы вокруг направления магнитного поля, причем изменение по модулю будет равно величине угловой скорости вращения. Соответственно, измеряя фазочастотные характеристики прецессии, можно определить угловую скорость и далее угол поворота всей системы. В 1971–1979 гг. в МЭНИИ были спроектированы действующие макеты ЯМГ с отклонением нуля от 1 до 0,1 градусов/ч при исследовании в интервале времени не более 24 ч. В качестве рабочего вещества использовали изотопы ртути Hg^{199} и Hg^{201} . Существуют две основные схемы конструирования датчиков угловой скорости вращения и угла поворота: одно- и двухлучевая, точность в обоих случаях составляет $\sim 0,001$ градуса/ч [7]. Более подробно принцип действия гироскопов данного типа изложен в обзоре [8]. Следует упомянуть и о совершенно новом, интенсивно развивающемся виде, а именно квантовой гироскопии. Данный термин наиболее часто употребляется при описании исследований в области квантовой электроники, основная задача которой состоит в конструировании прибора, действие которого будет основано на гироскопических свойствах частиц, являющихся базисом для проектирования рабочих тел его датчика. В данном случае спиновые и орбитальные моменты ядер атомов или других фундаментальных частиц будут обуславливать итоговые параметры изделия. Работоспособность гироскопа обеспечивается только в том случае, когда механические моменты частиц равно ориентированы в определенном направлении. Отличительной особенностью конструкции квантовых гироскопов относительно традиционных механических является необходимость присутствия вращающегося или периодическидвигающегося вблизи точки равновесия тела [8]. Поскольку измерение требуемой величины производится косвенно, фиксируемыми величинами в данном случае будут являться, например, параметры характеристического излучения, возникающего из-за переходов электронов между энергетическими подуровнями. Соответственно, движение приборов по окружности будет вызывать смещение или в некоторых случаях расщепление энергетических подуровней системы, исходя из чего можно сделать выводы об изменении величины вращения и ее динамических параметров [8]. Существующие приборы квантовой гироскопии можно разделить на две группы: ориентирующиеся по силовым линиям геомагнитного или межпланетного магнитного поля и ориентирующиеся относительно инерциальной системы координат [8]. Наиболее перспективными для навигации являются приборы второго типа, которые получили название квантовых инерциальных гироскопов. Приборы второго типа разрабатывались активнее и вызвали наибольший интерес ввиду того, что применение, например, кольцевых квантовых генераторов в оптическом диапазоне должно открыть перспективные возможности создания чувствительных к вращению устройств. Их преимущество заключается в том, что течение времени по релятивистским законам в поле инерциальных ускорений выявляется намного проще, нежели в классических приборах. В сверхпроводящих интерферометрах, основная функция которых заключается в тончайшей регистрации малейших вращений, неизменно будут присутствовать интерференционные биения волновых функций электронов [8]. Следует отметить, что, несмотря на все вышеперечисленные преимущества, квантовые гироскопы известных в настоящее время типов в действительности не превосходят по чувствительности самые передовые модели механических гироскопов. При попытке вывести их чувствительность на новый уровень встретились непреодолимые для текущего уровня прогресса преграды. Позднее, после проведения более детальных исследований возникновения ядерного магнитного резонанса, был сделан вывод о том, что уравнения движения результирующего вектора однородной ядерной намагниченности M в магнитном поле H аналогичны уравнениям движения симметричного волчка. Было рассмотрено также движение механического гироскопа под действием зависящего от

времени вращающего момента и показана аналогия с движением ядерного магнитного момента. Это послужило основанием для того, чтобы появилась вероятность использования ядерных магнитных моментов для создания гироскопов нового типа. Наряду с динамическими гироскопами, в которых используется ядерная прецессия, предложен гироскоп, работающий по методу ядерной индукции. В работе [8] предлагается помещать образец в постоянное магнитное поле H_0 и параллельное ему переменное магнитное поле с амплитудой $H_1 > H_0$, частота которого близка к частоте прецессии γH_0 , где γ – гиромагнитное отношение. Такое поле в отсутствие вращения не вызывает прецессии ядерных моментов. Вращение устройства вокруг оси, перпендикулярной магнитному полю, эквивалентно действию слабого поперечного магнитного поля, в результате чего суммарное постоянное поле оказывается отклоненным от направления переменного поля, поперечная составляющая которого вызывает прецессию. Вращение устройства вокруг оси, перпендикулярной магнитному полю, вызывает в приемной катушке, расположенной вдоль этого поля, электродвижущую силу ядерной индукции. По данным работы [8], изменение поля на 10^{-7} Э эквивалентно вращению прибора с угловой скоростью 1 Гц, из чего следует необходимость высокой магнитной экранировки или полного магнитного вакуума. Таким образом, использование кольцевого сверхпроводящего интерферометра-резонатора позволит повысить чувствительность прибора в 10^3 раз относительно чувствительности оптического гироскопа [8]. Важнейшим элементом конструкции динамически настраиваемого гироскопа является кольцевой магнит с радиальной текстурой [9]. Итоговая характеристика спеченного магнита в большей степени зависит от технологических параметров, сопутствующих его изготовлению (температура спекания, режим термической обработки и др.) [10, 11]. Формирование опережающего научно-технического задела и реализация итоговой технической системы, основным функциональным элементом которой в данном случае является спеченный магнит, допустимы не в последнюю очередь благодаря неразрывно связанным между собой фундаментальным и поисковым исследованиям [12]. Именно поэтому возникла необходимость в проведении исследования зависимости свойств магнитов от температуры спекания, результаты которого изложены в данной работе.

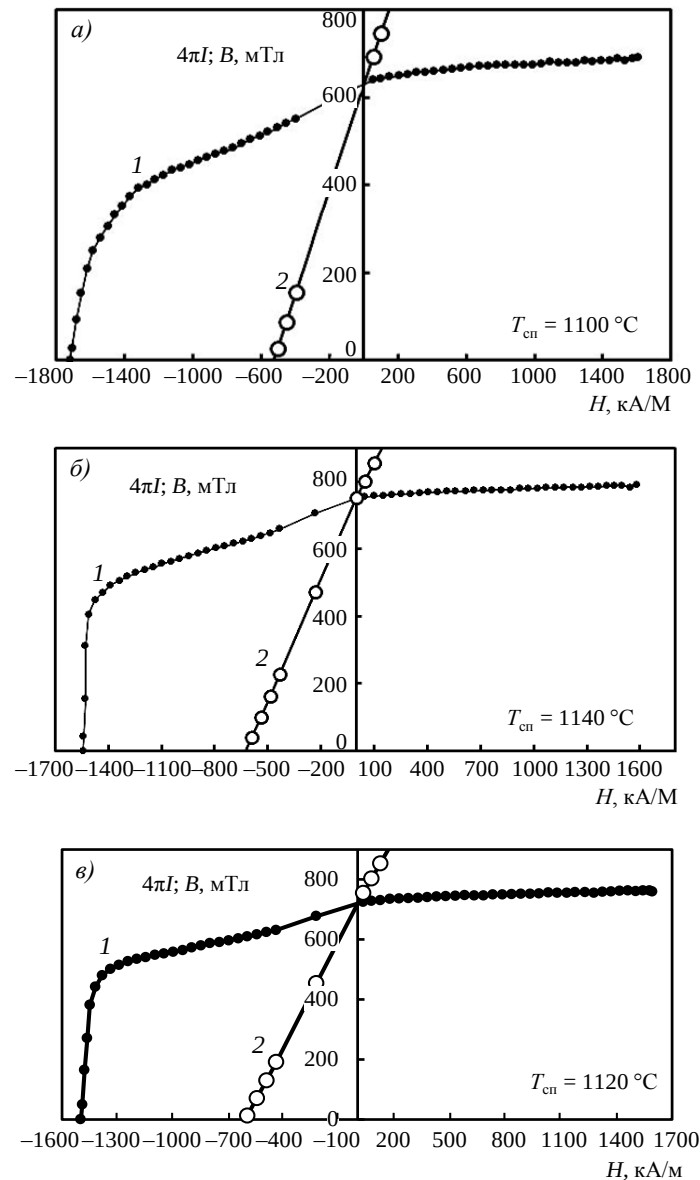
Материалы и методы

Выплавку слитков производили в вакуумной индукционной печи ВИАМ-2002 с использованием шихтовых материалов на основе празеодима ПрМ-1 (ТУ 48-4-215–72), металлического диспрозия марки ДиМ-1 (ТУ 48-4-214–72), кобальта К0 (ГОСТ 123–2008) и железа АРМКО типа 1 (ТС008789-176–2009). На набивной тигель для плавки наносили жаростойкое покрытие из инертной керамики на основе оксида циркония, предварительно стабилизированного оксидом иттрия. Бор вводится в плавку в виде лигатуры ферробора состава $\text{Fe}_{88,7}\text{B}_{11,3}$ (состав – в % (по массе)). При выплавке сплавов в вакуумной индукционной печи в качестве защитной атмосферы использовали инертный газ аргон. Дробление слитка до порошка фракцией не более 630 мкм в атмосфере аргона (ГОСТ 10157–79) проводили в конусной инерционной дробилке КИД-100. Для тонкого помола длительностью 25 мин применяли мельницу центробежно-планетарного типа модели САНД-1. Для предотвращения окисления использовали жидкость для помола с формулой $\text{C}_2\text{F}_3\text{Cl}_3$ и температурой кипения 47,5 °С. Призматические заготовки магнитов получали прессованием на гидравлическом прессе в магнитном поле напряженностью 800 кА/м, ориентированном перпендикулярно вектору приложения нагрузки. Спекание заготовок проводили в вакуумной печи СНВЭ 1.3.1/16 ИЗ при температурах 1100–1140 °С в течение 1 ч в вакууме (10^{-5} мм рт. ст.). Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП «Климатические испытания»

НИИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ. Далее спеченные магниты использовали для изготовления образцов сферической формы с диаметром 2–3 мм. Плотность определяли методом гидростатического взвешивания в дистиллированной воде и на воздухе по ГОСТ 25281–82. Измерения проводили на вибрационном магнитометре типа «Меридиан» по методике, предложенной и впервые описанной в работе [13]. Шарообразная форма образцов обусловлена равномерным распределением размагничивающего поля по объему и изотропией во всех точках шара [14]. Кроме того, размагничивающий фактор шара известен точно и равняется $1/3$ в системе СИ [14].

Результаты и обсуждение

Типичные кривые размагничивания по намагниченности и индукции, исследованные при температуре 20 ± 5 °С, представлены на рисунке.



Кривые размагничивания по намагниченности $4\pi I$ (1) и по индукции B (2) спеченных при различных температурах ($T_{\text{сп}}$) магнитотвердых материалов: $(\text{Pr}_{0,53}\text{Dy}_{0,47})_{13,2}(\text{Fe}_{0,76}\text{Co}_{0,24})_{76,29}\text{B}_{10,5}$ (a), $(\text{Pr}_{0,53}\text{Dy}_{0,47})_{13,37}(\text{Fe}_{0,80}\text{Co}_{0,20})_{78,64}\text{B}_{7,99}$ (б) и $(\text{Pr}_{0,53}\text{Dy}_{0,47})_{13,28}(\text{Fe}_{0,77}\text{Co}_{0,23})_{78,86}\text{B}_{7,86}$ (в)

Результаты измерений представлены в таблице. Коэффициент прямоугольности определяли в соответствии с формулой

$$SF = H_k/H_{ci},$$

где H_k – поле «колена» (поле, при котором величина намагниченности составляет 90 % от остаточной индукции B_R); H_{ci} – коэрцитивная сила по намагниченности.

Свойства исследованных материалов при температуре 20 ± 5 °C

Состав материала в атомных долях	Температура спекания, °С	ρ, кг/м ³	H_{ci}	H_{cB}	H_k	$4\pi I_S$	B_R	SF
			кА/м			мТл		
(Pr _{0,53} Dy _{0,47}) _{13,2} (Fe _{0,76} Co _{0,24}) _{76,29} B _{10,5}	1100	7680	1717	502	395	700	620	0,23
(Pr _{0,53} Dy _{0,47}) _{13,37} (Fe _{0,80} Co _{0,20}) _{78,64} B _{7,99}	1140	7680	1543	640	433	800	760	0,28
(Pr _{0,53} Dy _{0,47}) _{13,28} (Fe _{0,77} Co _{0,23}) _{78,86} B _{7,86}	1120	7720	1497	597	440	763	720	0,29
(Pr _{0,55} Dy _{0,45}) _{13,12} (Fe _{0,76} Co _{0,24}) _{78,98} B _{7,9}	1130	7790	1115	606	456	800	760	0,41
(Pr _{0,60} Dy _{0,40}) _{13,17} (Fe _{0,76} Co _{0,24}) _{78,93} B _{7,9}	1130	7760	1319	615	468	761	720	0,35
(Pr _{0,55} Dy _{0,45}) _{13,12} (Fe _{0,76} Co _{0,24}) _{78,98} B _{7,9}	1130	7790	1561	642	436	715	680	0,28
(Pr _{0,42} Dy _{0,58}) _{13,17} (Fe _{0,76} Co _{0,24}) _{78,90} B _{7,93}	1130	7790	1681	593	500	720	680	0,30
Примечание. ρ – плотность; H_{ci} – коэрцитивная сила по намагниченности; H_{cB} – коэрцитивная сила по индукции; H_k – поле «колена»; $4\pi I_S$ – намагниченность насыщения; B_R – остаточная индукция; SF – коэффициент прямоугольности кривой размагничивания.								

Из данных таблицы видно, что оптимальной температурой спекания является температура 1130 °C. Потому что при этой температуре получены максимальная величина остаточной индукции (B_R) и коэффициента прямоугольности (SF) материалов. При снижении температуры спекания возрастает величина коэрцитивной силы по намагниченности (H_{ci}), но снижается величина SF. При повышении температуры спекания до 1140 °C возрастают величины H_{ci} и коэрцитивной силы по индукции (H_{cb}), но уменьшается величина прямоугольности кривой размагничивания. Следует отметить, что в этом случае измерения сделаны на материалах с повышенным содержанием диспрозия и пониженным содержанием кобальта (см. таблицу).

В работах [15, 16] приведены значения величин температурного коэффициента индукции (ТКИ) для спеченных материалов системы (Pr_{1-x}Dy_x)-(Fe_{1-y}Co_y)-B. Когда величина $x = 0,45$, а $y = 0,24$, значение ТКИ = $-0,02 \div -0,03$ %/°C в диапазоне температур 20–100 °C. Для снижения этой величины (по абсолютному значению) необходимо повышать содержание диспрозия и кобальта [17]. При этом немаловажным фактом является то, что величина температурного коэффициента индукции далеко не всегда удовлетворительно описывает температурные свойства магнитов. Объяснение этому факту заключается в форме температурной зависимости намагниченности, на кривой которой присутствует точка экстремума [18–23]. В этом случае необходимо использовать характеристики, учитывающие форму температурной зависимости кривой намагниченности, а не простейшее описание с помощью величины ТКИ, которая подходит для оценки материала, имеющего высокую температуру Кюри, а в интервале температур от –50 до +100 °C его намагниченность изменяется достаточно близко к линейному закону. Это материалы типа Fe–Cr–Co либо марки ЮНДК [24, 25]. Максимальное значение величины коэрцитивной силы, полученной на монокристаллах магнитов марки ЮНДК, составляет 145–160 кА/м, а на монокристаллах магнитов из материала Fe–Cr–Co составляет 65–70 кА/м. Это слишком низкая величина, поэтому данные материалы не подходят для изготовления кольцевых магнитов с радиальной текстурой, поскольку в магнитах для гироскопов (а это кольцевые магниты с радиальной текстурой) высокое значение величины размагничивающего поля магнита больше, чем величина коэрцитивной силы этих материалов [26–31].

Заключения

Исследованы спеченные магнитотвердые материалы системы Pr–Dy–Fe–Co–B. Найдена оптимальная температура спекания заготовок магнитов, равная 1130 °С. Выявлена корреляция между увеличением или уменьшением этой температуры и ухудшением магнитных характеристик материала.

Для использования этих материалов в динамически настраиваемых гироскопах следует увеличить содержание кобальта, поскольку в этом случае повысится их температурная стабильность.

Список источников

1. Мартыненко Ю.Г. Тенденции развития современной гироскопии // Соросовский образовательный журнал. 1997. № 11. С. 120–127.
2. Чиркин Д.С., Рословец П.В., Татаринов Ф.В., Новиков Л.З. Уменьшение дрейфа динамически настраиваемого гироскопа от запуска к запуску // Инженерный журнал: наука и инновации. 2017. № 1. С. 1–12. DOI: 10.18698/2308-6033-2017-01-1579.
3. Топильская С.В., Бородулин Д.С., Корнюхин А.В. Экспериментальная оценка допустимых механических воздействий на динамически настраиваемый гироскоп // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер.: Приборостроение. 2018. № 4. С. 69–79. DOI: 10.18698/0236-3933-2018-4-69-79.
4. Пешехонов В.Г. Перспективы развития гироскопии // Гироскопия и навигация. 2020. Т. 28. № 2. С. 3–10. DOI: 10.1785/0869-7035-0028.
5. Вершовский А.К., Литманович Ю.А., Пазгалев А.С., Пешехонов В.Г. Гироскоп на ядерном магнитном резонансе // Гироскопия и навигация. 2018. Т. 26. № 1. С. 55–80. DOI: 10.17285/0869-7035.2018.26.1.055-080.
6. Умарходжаев Р.М., Павлов Ю.В., Васильева А.Н. История разработки гироскопа на основе ядерного магнитного резонанса в России в 1960–2000 годы // Гироскопия и навигация. 2018. Т. 26. № 1. С. 3–27. DOI: 10.17285/0869-7035.2018.26.1.003-027.
7. Королев М.Н. Исследование технических характеристик современных типов датчиков угловой скорости // Тез. 12-й Междунар. науч.-техн. конф. «Приборостроение-2019». М., 2019. С. 21–23.
8. Померанцев Н.М., Скороцкий Г.В. Физические основы квантовой гироскопии // Успехи физических наук. 1970. Т. 100. Вып. 3. С. 361–394.
9. Попов А.Г., Майков В.Г. Постоянные магниты с радиальной текстурой из сплавов на основе редкоземельных металлов // Сб. тр. симпозиума «Исследование проблем создания магнитных систем новых электрических машин и применения в них высокоэнергетических магнитотвердых материалов с целью совершенствования параметров и конструкций». М., 1991. С. 147–157.
10. Пискорский В.П., Валеев Р.Б., Королев Д.В., Столянков Ю.В., Моргунов Р.Б. Технологии магнитооптической записи информации на тонких пленках редкоземельных магнитомягких сплавов. Часть II. Сверхбыстрое полностью оптическое переключение намагниченности // Труды ВИАМ. 2020. № 2 (86). Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 26.01.2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-2-10-21.
11. Wang Y., Yu B., Feng M. et al. Magnetic properties of Nd–Fe–Co–B permanent magnetic alloys // Journal of Applied Physics. 1987. Vol. 61. P. 3448–3450.
12. Каблов Е.Н., Антипов В.В. Роль материалов нового поколения в обеспечении технологического суверенитета Российской Федерации // Вестник Российской академии наук. 2023. Т. 93. № 10. С. 907–916.
13. Foner S. Versatile and sensitive vibrating-sample magnetometer // The review of scientific instruments. 1959. Vol. 30. No. 7. P. 548–557.
14. Лаптева К.А., Толмачев И.И. Расчет размагничивающего фактора при продольном намагничивании в магнитопорошковой дефектоскопии // Известия Томского политехнического университета. 2012. Т. 321. № 2. С. 140–144.

15. Валеев Р.А., Королев Д.В., Моргунов Р.Б., Пискорский В.П. Влияние высоких концентраций кобальта на свойства магнитов Pr–Dy–Fe–Co–B и Nd–Dy–Fe–Co–B // Труды ВИАМ. 2022. № 10 (116). Ст. 06. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 26.01.2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-10-66-75.
16. Моргунов Р.Б., Пискорский В.П., Валеев Р.А., Королев Д.В. Температурная стабильность редкоземельных магнитов, поддерживаемая с помощью магнитокалорического эффекта // Авиационные материалы и технологии. 2019. № 1 (54). С. 88–94. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-1-88-94.
17. Herbst J.F. R₂Fe₁₄B materials: intrinsic properties and technological properties and technological aspects // Reviews of Modern Physics. 1991. Vol. 63. No. 4. P. 819–898.
18. Morgunov R., Lu Y., Lavanant M. et al. Magnetic aftereffects in CoFeB/Ta/CoFeB spin valves of large area // Physical Review B. 2017. Vol. 96. P. 054421. DOI: 10.1103/PhysRevB.96.054421.
19. Бузенков А.В., Валеев Р.А., Пискорский В.П., Моргунов Р.Б. Влияние содержания иттрия на свойства спеченных магнитов Nd–Dy–Y–Fe–Co–B // Труды ВИАМ. 2022. № 4 (110). Ст. 11. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 26.01.2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-4-108-117.
20. Pedziwiatr A.T., Chen H.Y., Wallace W.E. Magnetism of the Tb_zFe_{14-x}Co_xB system // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 1987. Vol. 67. P. 311–315.
21. Fujii H., Wallace W.E., Boltich E.B. Concerning magnetic characteristics of (R_{2-x}R^{*}_x)Fe₁₂Co₂B (R=Pr and Nd, R^{*}=Tb and Dy) // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 1986. Vol. 61. P. 251–256.
22. Givord D., Li H.S., Cadogan J.M. et al. Analysis of high-field magnetization measurements on R₂Fe₁₄B single crystals (R=Tb, Dy, Ho, Er and Tm) // Journal of Applied Physics. 1988. Vol. 63. P. 3713–3715.
23. Pedziwiatr A.T., Wallace W.E. Spin reorientations in R₂Fe_{14-x}Co_xB systems (R=Pr, Nd and Er) // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 1987. Vol. 65. P. 139–144.
24. Akbar S., Ahmad Z., Awan M.S. et al. Development of Fe–Cr–Co permanents magnets by single step thermos-magnetic treatment // Key Engineering Materials. 2012. Vol. 510–511. P. 507–512.
25. Сепреев В.В., Булыгина Т.И. Магнитотвердые материалы. М.: Энергия, 1980. 224 с.
26. Haavisto M., Tuominen S., Santa-Nokki T. et al. Magnetic behavior of sintered NdFeB magnets on a long-term timescale // Advances in Materials Science and Engineering. 2014. Vol. 2024. Art. ID 760584. DOI: 10.1155/2014/760584.
27. Rakotoarison H.R., Yonnet J.P., Delinchant B. Using coulombian approach for modeling scalar potential and magnetic field of a permanent magnet with radial polarization // IEEE Transactions on Magnetics. 2007. Vol. 43. No. 4. P. 1261–1264.
28. Tian J., Pan D., Zhou H. et al. Radial cracks and fracture mechanism of radially oriented ring 2:17 type SmCo magnets // Journal of Alloys and Compounds. 2009. Vol. 476. P. 98–101.
29. Ido H., Wallace W.E., Suzuki T. et al. Magnetic and crystallographic properties of NdCo₄M (M=B, Al, and Ga) // Journal of Applied Physics. 1990. Vol. 67. P. 4635–4637.
30. Hasaka M., Nakashima H., Oki K. Crystal structures of the RCo₅ and R₂Co₁₇ types observed in polystyrene latexes // Transactions of the Japan Institute of Metals. 1984. Vol. 25. No. 2. P. 73–79.
31. Liu J., Corte-Real M., George C. et al. Magnetic hardening studies in sintered Sm(Co, Cu, Fe, Zr)_z 2:17 high temperature magnets // Journal of Applied Physics. 2000. Vol. 87. No. 9. P. 6722–6724.

References

1. Martynenko Yu.G. Trends in the development of modern gyroscopy. *Sorosovskiy obrazovatelny zhurnal*, 1997, no. 11, pp. 120–127.
2. Chirkin D.S., Roslovets P.V., Tatarinov F.V., Novikov L.Z. Reducing the drift of a dynamically tuned gyroscope from launch to launch. *Inzhenerny zhurnal: nauka i innovatsii*, 2017, no. 1, pp. 1–12. DOI: 10.18698/2308-6033-2017-01-1579.
3. Topilskaya S.V., Borodulin D.S., Kornukhin A.V. Experimental assessment of permissible mechanical influences on a dynamically adjustable gyroscope. *Vestnik MGTU im. N.E. Bauman. Ser.: Priborostroenie*, 2018, no. 4, pp. 69–79. DOI: 10.18698/0236-3933-2018-4-69-79.
4. Peshekhonov V.G. Prospects for the development of gyroscopy. *Giroskopiya i navigatsiya*, 2020, vol. 28, no. 2, pp. 3–10. DOI: 10.1785/0869-7035-0028.

5. Vershovskiy A.K., Litmanovich Yu.A., Pazgalev A.S., Peshekhonov V.G. Nuclear magnetic resonance gyroscope. *Giroskopiya i navigatsiya*, 2018, vol. 26, no. 1, pp. 55–80. DOI: 10.17285/0869-7035.2018.26.1.055-080.
6. Umarchodzhayev R.M., Pavlov Yu.V., Vasilyeva A.N. History of the development of a gyroscope based on nuclear magnetic resonance in Russia in 1960–2000. *Giroskopiya i navigatsiya*, 2018, vol. 26, no. 1, pp. 3–27. DOI: 10.17285/0869-7035.2018.26.1.003-027.
7. Korolev M.N. Research of technical characteristics of modern types of angular velocity sensors. *Proc. 12th Int. scientific-technical conf. «Instrument Engineering-2019»*. Moscow, 2019, pp. 21–23.
8. Pomerantsev N.M., Skrotsky G.V. Physical foundations of quantum gyroscopy. *Uspekhi fizicheskikh nauk*, 1970, vol. 100, is. 3, pp. 361–394.
9. Popov A.G., Maikov V.G. Permanent magnets with radial texture from alloys based on rare earth metals. *Symposium «Study of the problems of creating magnetic systems of new electric machines and the use of high-energy hard magnetic materials in them in order to improve parameters and designs»*. Moscow, 1991, pp. 147–157.
10. Piskorskiy V.P., Valeev R.A., Korolev D.V., Stolyankov Yu.V., Morgunov R.B. Technologies of magneto-optical information recording in thin films of rare-earth magnetically soft alloys. Part II. Ultrafast all optical switching of magnetization. *Trudy VIAM*, 2020, no. 2 (86), paper no. 03. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: January 26, 2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-2-10-21.
11. Wang Y., Yu B., Feng M. et al. Magnetic properties of Nd–Fe–Co–B permanent magnetic alloys. *Journal of Applied Physics*, 1987, vol. 61, pp. 3448–3450.
12. Kablov E.N., Antipov V.V. The role of new generation materials in ensuring the technological sovereignty of the Russian Federation. *Vestnik Rossiyskoy akademii nauk*, 2023, vol. 93, no. 10, pp. 907–916.
13. Foner S. Versatile and sensitive vibrating-sample magnetometer. *The review of scientific instruments*, 1959, vol. 30, no. 7, pp. 548–557.
14. Lapteva K.A., Tolmachev I.I. Calculation of the demagnetizing factor during longitudinal magnetization in magnetic particle flaw detection. *Izvestiya Tomskogo politekhnicheskogo universiteta*, 2012, vol. 321, no. 2, pp. 140–144.
15. Valeev R.A., Korolev D.V., Morgunov R.B., Piskorskiy V.P. The effect of high concentrations of cobalt on the properties of magnets Pr–Dy–Fe–Co–B and Nd–Dy–Fe–Co–B. *Trudy VIAM*, 2022, no. 10 (116), paper no. 06. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: January 26, 2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-10-66-75.
16. Morgunov R.B., Piskorskiy V.P., Valeev R.A., Korolev D.V. The thermal stability of rare-earth magnets supported by means of the magnetocaloric effect. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2019, no. 1 (54), pp. 88–94. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-1-88-94.
17. Herbst J.F. $R_2Fe_{14}B$ materials: intrinsic properties and technological properties and technological aspects. *Reviews of Modern Physics*, 1991, vol. 63 no. 4, pp. 819–898.
18. Morgunov R., Lu Y., Lavanant M. et al. Magnetic aftereffects in CoFeB/Ta/CoFeB spin valves of large area. *Physical review B*, 2017, vol. 96, p. 054421. DOI: 10.1103/PhysRevB.96.054421.
19. Buzenkov A.V., Valeev R.A., Piskorskiy V.P., Morgunov R.B. The effect of the content of yttrium on the properties of the sintered Magnets Nd–Dy–Y–Fe–Co–B. *Trudy VIAM*, 2022, no. 4 (110), paper no. 11. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: January 26, 2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-4-108-117.
20. Pedziwiatr A.T., Chen H.Y., Wallace W.E. Magnetism of the $Tb_zFe_{14-x}Co_xB$ system. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 1987, vol. 67, pp. 311–315.
21. Fujii H., Wallace W.E., Boltich E.B. Concerning magnetic characteristics of $(R_{2-x}R^*_x)Fe_{12}Co_2B$ ($R=Pr$ and Nd , $R^*=Tb$ and Dy). *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 1986, vol. 61, pp. 251–256.
22. Givord D., Li H.S., Cadogan J.M. et al. Analysis of high-field magnetization measurements on $R_2Fe_{14}B$ single crystals ($R=Tb, Dy, Ho, Er$ and Tm). *Journal of Applied Physics*, 1988, vol. 63, pp. 3713–3715.

23. Pedziviatri A.T., Wallace W.E. Spin reorientations in $R_2Fe_{14-x}Co_xB$ systems ($R=Pr, Nd$ and Er). *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 1987, vol. 65, pp. 139–144.
24. Akbar S., Ahmad Z., Awan M.S. et al. Development of Fe–Cr–Co permanent magnets by single step thermos-magnetic treatment. *Key Engineering Materials*, 2012, vol. 510–511, pp. 507–512.
25. Sergeev V.V., Bulygina T.I. *Hard magnetic materials*. Moscow: Energiya, 1980, 224 p.
26. Haavisto M., Tuominen S., Santa-Nokki T. et al. Magnetic behavior of sintered NdFeB magnets on a long-term timescale. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2014, vol. 2024, art. ID 760584. DOI: 10.1155/2014/760584.
27. Rakotoarison H.R., Yonnet J.P., Delinchant B. Using coulombian approach for modeling scalar potential and magnetic field of a permanent magnet with radial polarization. *IEEE Transactions on Magnetics*, 2007, vol. 43, no. 4, pp. 1261–1264.
28. Tian J., Pan D., Zhou H. et al. Radial cracks and fracture mechanism of radially oriented ring 2:17 type SmCo magnets. *Journal of Alloys and Compounds*, 2009, vol. 476, pp. 98–101.
29. Ido H., Wallace W.E., Suzuki T. et al. Magnetic and crystallographic properties of $NdCo_4M$ ($M=B, Al$, and Ga). *Journal of Applied Physics*, 1990, vol. 67, pp. 4635–4637.
30. Hasaka M., Nakashima H., Oki K. Crystal structures of the RCo_5 and R_2Co_{17} types observed in polystyrene latexes. *Transactions of the Japan Institute of Metals*, 1984, vol. 25, no. 2, pp. 73–79.
31. Liu J., Corte-Real M., George C. et al. Magnetic hardening studies in sintered $Sm(Co, Cu, Fe, Zr)_z$ 2:17 high temperature magnets. *Journal of Applied Physics*, 2000, vol. 87, no. 9, pp. 6722–6724.

Информация об авторах

Бузенков Александр Владимирович, начальник сектора, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Бурканов Максим Владимирович, инженер 2 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Валеев Руслан Анверович, начальник лаборатории, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Пискорский Вадим Петрович, главный научный сотрудник, д.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Alexander V. Buzenkov, Head of Sector, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Maxim V. Burkanov, Second Category Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Ruslan A. Valeev, Head of Laboratory, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Vadim P. Piskorsky, Chief Researcher, Doctor of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 22.02.2024; одобрена и принята к публикации после рецензирования 20.03.2024.

The article was submitted 22.02.2024; approved and accepted for publication after reviewing 20.03.2024.



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР «КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ»

Всероссийский научно-исследовательский институт
авиационных материалов



НИЦ «КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ» – ВИАМ

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
НАУЧНЫЙ ЦЕНТР



- Реализует полный инновационный цикл – от фундаментальных и прикладных исследований до создания высокотехнологичных наукоемких 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 в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ создано:

25 высокотехнологичных
наукоемких производств по выпуску
253 наименований материалов
и полуфабрикатов

ИСПЫТАТЕЛЬНЫЙ ЦЕНТР

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



национальная
система
аккредитации
инфраструктура
доверия



Ульяновский научно-технологический центр ВИАМ –
НИЦ «Курчатовский институт»



Разработка технологий и производство
полуфабрикатов и изделий из ПКМ.

Геленджикский центр климатических
испытаний ВИАМ им. Г.В. Акимова –
НИЦ «Курчатовский институт»



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 по специальным материалам ВИАМ –
НИЦ «Курчатовский институт»



Разработка технологий и производство бериллийсодержащих
сплавов, полимерных связующих, препрегов, материалов
для безэховых камер.

Россия, 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 17
Телефон: +7 (499) 261-86-77, факс: +7 (499) 267-86-09

на правах рекламы

E-mail: admin@viam.ru
www.viam.ru





ПОРОШКОВАЯ МЕТАЛЛУРГИЯ И АДДИТИВНОЕ ПРОИЗВОДСТВО ДЛЯ ДЕТАЛЕЙ АВИАЦИОННОЙ, РАКЕТНО- КОСМИЧЕСКОЙ И ЭНЕРГЕТИЧЕСКОЙ ТЕХНИКИ

ПЕРВЫЙ В РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ЗАМКНУТЫЙ ЦИКЛ АДДИТИВНОГО ПРОИЗВОДСТВА



Производство ответственных деталей авиационной, ракетно-космической и энергетической техники по технологиям селективного лазерного сплавления, селективного электронно-лучевого сплавления, прямого лазерного выращивания, электродуговой наплавки проволоки, а также лазерной стереолитографии керамических паст

до **10 000** шт. в год

Серийное производство металлопорошковых композиций (МПК) на основе реактивных и неактивных металлов и сплавов

до **190 000** кг в год

Решение научных и технических задач в области порошковой металлургии и аддитивного производства, разработка полного цикла изготовления заготовок с применением передовых аддитивных технологий и перспективных методов проектирования.

ПРЕИМУЩЕСТВА АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ:

- возможность изготовления сложнопрофильных деталей с внутренними каналами, в том числе бионического дизайна, за один технологический цикл;
- увеличение коэффициента использования металла – до 0,9;
- сокращение цикла производства деталей методом СЛС в 7–10 раз по сравнению с традиционными технологиями изготовления.



МЫ ПРЕДЛАГАЕМ:

- разработку технологий изготовления деталей методами СЛС, СЭЛС, ПЛВ, ЭДНП и лазерной стереолитографии;
- масштабирование и трансфер технологий на промышленные предприятия;
- общую квалификацию (паспортизацию) синтезированных материалов;
- серийную поставку МПК на основе никеля, титана, кобальта, железа, меди, алюминия и др.

Россия, 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 17
Телефон: +7 (499) 261-86-77, факс: +7 (499) 267-86-09

на правах рекламы

E-mail: admin@viam.ru
www.viam.ru



АНТИФРИКЦИОННЫЕ И ФРЕТТИНГОСТОЙКИЕ ТВЕРДОСМАЗОЧНЫЕ МАТЕРИАЛЫ ВАП-2, ВАП-4, ВФП-5

АНТИФРИКЦИОННЫЕ ПОКРЫТИЯ ДЛЯ ПОДШИПНИКОВ
СКОЛЬЖЕНИЯ, УЗЛОВ С ВОЗВРАТНО-
ПОСТУПАТЕЛЬНЫМ ДВИЖЕНИЕМ, ШАРНИРНЫХ
ПОДШИПНИКОВ, ЗУБЧАТЫХ ПЕРЕДАЧ, СИСТЕМ
ТРОСОВОЙ ПРОВОДКИ, СОЕДИНЕНИЙ ДЛЯ
ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЛЕГКОСТИ СБОРКИ И РАЗБОРКИ
УЗЛОВ, В НОМИНАЛЬНО НЕПОДВИЖНЫХ
СОЧЛЕНЕНИЯХ ПРИ НАЛИЧИИ
ОТНОСИТЕЛЬНЫХ МИКРОПЕРЕМЕЩЕНИЙ
КОНТАКТИРУЮЩИХ ПОВЕРХНОСТЕЙ.

Производственные мощности

до **800** кг покрытий
в год

ХАРАКТЕРИСТИКИ:

- работоспособны при температурах от -130 до +250°C, на воздухе, в вакууме, в средах минеральных масел, керосиновых топлив, смазок на минеральной основе, гидрожидкостей, синтетических масел;



- покрытия не вызывают коррозии сплавов и не защищают от нее;
- способ нанесения — окунанием, кистью, наливом, краскопультом;
- обеспечивают коэффициент трения всухую $\leq 0,1$;
- оптимальная толщина покрытия 25–30 мкм;
- покрытия способны к шлифованию чугунами притирами или твердо-анодированными алюминиевыми сплавами.

МЫ ПРЕДЛАГАЕМ:

- покрытия для деталей из стальных, алюминиевых, титановых сплавов, бронзы и латуни, применяемые в автомобильной, сельскохозяйственной, авиационной и космической промышленности, работающие в экстремальных условиях, при которых неэффективно применение масел и пластичных смазок.

Россия, 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 17
Телефон: +7 (499) 261-86-77, факс: +7 (499) 267-86-09

на правах рекламы

E-mail: admin@viam.ru
www.viam.ru

РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИЙ НАНЕСЕНИЯ
ПОКРЫТИЙ С ВЫСОКИМИ ЗАЩИТНЫМИ
И ФУНКЦИОНАЛЬНЫМИ СВОЙСТВАМИ,
КОРРОЗИОННЫЕ ИСПЫТАНИЯ
МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ,
КОНСТРУКТИВНО-ПОДОБНЫХ
ОБРАЗЦОВ И ЭЛЕМЕНТОВ
КОНСТРУКЦИЙ



Производственные мощности

до **2500 кг** паст
в год



МЫ ПРЕДЛАГАЕМ:

- пасты: для удаления продуктов коррозии с деталей из алюминиевых сплавов (ВИП-А), сталей, в том числе коррозионноустойчивых (ВПРГ-1, ВПТ-1, ВПТ-1И, ВПС-К), для местного химического оксидирования деталей из алюминиевых сплавов (ВПО-А), для подготовки поверхности деталей из титановых сплавов под нанесение лакокрасочных покрытий (ВПФ-Т, ВФС-3), для локального фосфатирования цинкового или кадмиевого металлического покрытия (ВФС-2);
- коррозионные испытания: легких сплавов и сталей (ускоренные и натурные), на стойкость к воздействию различных климатических факторов и агрессивных газовых сред, на стойкость к высокотемпературной коррозии, агрессивности бензинов, топлив, масел.

Россия, 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 17
Телефон: +7 (499) 261-86-77, факс: +7 (499) 267-86-09

на правах рекламы

E-mail: admin@viam.ru
www.viam.ru

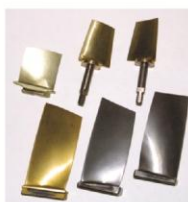


ЖАРОСТОЙКИЕ, ТЕПЛОЗАЩИТНЫЕ, ИЗНОСО- И КОРРОЗИОННОСТОЙКИЕ ПОКРЫТИЯ ДЛЯ ДЕТАЛЕЙ ГТД И АВИАЦИОННОЙ ТЕХНИКИ

РАЗРАБОТКА СПЕЦИАЛЬНОГО И ПОСТАВКА
СЕРИЙНОГО ИОННО-ПЛАЗМЕННОГО
ОБОРУДОВАНИЯ: АВТОМАТИЗИРОВАННЫЕ
УСТАНОВКИ ТИПА МАП (МАП-2, МАП-2М,
МАП-3, МАП-5), УОКС-3.

ПРОИЗВОДСТВО РАСХОДНЫХ
МАТЕРИАЛОВ: КАТОДЫ И МИШЕНИ.

НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ располагает опытно-серийным комплексом оборудования для реализации полного цикла нанесения защитных (в том числе теплозащитных) покрытий на охлаждаемые и неохлаждаемые лопатки ГТД, ГТУ, ГПА.



Цилиндрический
металлический катод



Вакуумная ионно-плазменная установка
МАП-3



Установка среднечастотного магнетронного
напыления УОКС-3

МЫ ПРЕДЛАГАЕМ:

- защитные жаростойкие и теплозащитные покрытия с рабочей температурой до 1200°C (с забросами до 1250°C);
- эрозионностойкие покрытия для защиты от пылевой эрозии деталей ГТД и ЛА, повышающие эрозионную стойкость защищаемого материала до 10 раз;
- коррозионностойкие и антифреттинговые покрытия, работоспособные при температурах до 650°C;
- трибологические и износостойкие покрытия, работоспособные при температурах до 800°C.

Россия, 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 17
Телефон: +7 (499) 261-86-77, факс: +7 (499) 267-86-09

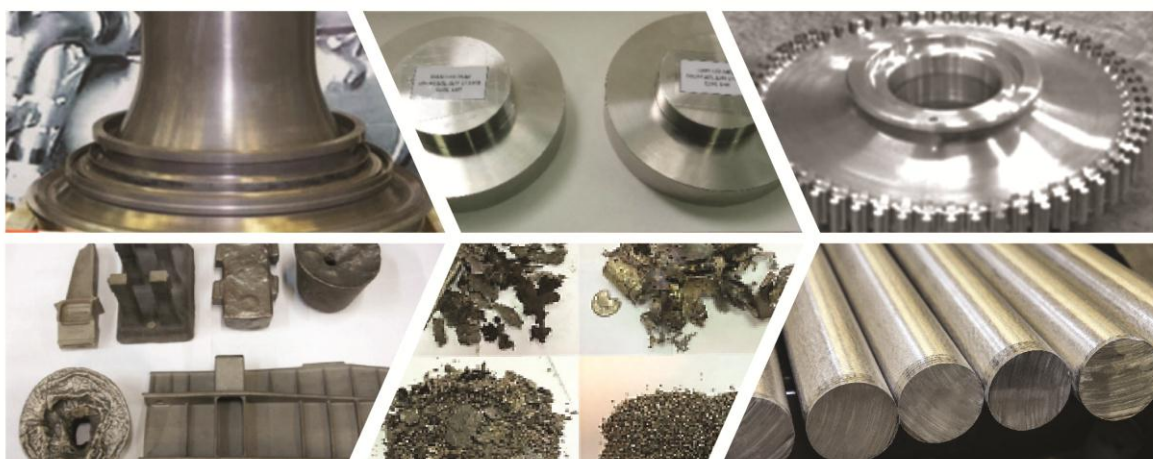
на правах рекламы

E-mail: admin@viam.ru
www.viam.ru



**ПЕРСПЕКТИВНЫЕ ДЕФОРМИРУЕМЫЕ,
ГРАНУЛИРУЕМЫЕ, СВАРИВАЕМЫЕ
ЖАРОПРОЧНЫЕ НИКЕЛЕВЫЕ СПЛАВЫ
ДЛЯ ДИСКОВ ТУРБИН И ДЕТАЛЕЙ ГОРЯЧЕГО ТРАКТА
ГАЗОТУРБИННЫХ ДВИГАТЕЛЕЙ И УСТАНОВОК**

**РЕСУРСОСБЕРЕГАЮЩИЕ ТЕХНОЛОГИИ
ПЕРЕРАБОТКИ ДО 100% ОТХОДОВ
ПЕРСПЕКТИВНЫХ И СЕРИЙНЫХ
ДЕФОРМИРУЕМЫХ (ВЖ175, ВЖ172)
И ЛИТЕЙНЫХ (ВЖМ4, ВЖМ5, ЖС32,
ЖС26, ЖС6У, ЖС6К, ЖСЗДК, ВЖЛ12У,
ВХ4Л и др.) ЖАРОПРОЧНЫХ
НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ.**



ПРИМЕНЕНИЕ СПЛАВОВ ПОЗВОЛИТ:

- увеличить рабочую температуру деталей;
- снизить массу деталей на 10–20%;
- повысить ресурс деталей в 2–3 раза.

МЫ ПРЕДЛАГАЕМ:

- разработку материалов и технологий на заданные параметры;
- поставку полуфабрикатов из сплавов ВЖ171, ВЖ172, ВЖ175, ВЖ178П;
- передачу лицензий на сплавы и технологии.

Россия, 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 17
Телефон: +7 (499) 261-86-77, факс: +7 (499) 267-86-09

на правах рекламы

E-mail: admin@viam.ru
www.viam.ru



**ДЕФОРМАЦИОННЫЕ ПРОЦЕССЫ
ОБРАБОТКИ МАТЕРИАЛОВ ДАВЛЕНИЕМ
ДЛЯ ИЗДЕЛИЙ АВИАЦИОННО-КОСМИЧЕСКОЙ ТЕХНИКИ
И ЭНЕРГЕТИЧЕСКОГО МАШИНОСТРОЕНИЯ: ДЕТАЛИ ТУРБИН
ГТД, МГТД, ВСУ, ЭНЕРГЕТИЧЕСКИХ УСТАНОВОК, ДВС ТЕПЛОВЗОВ**

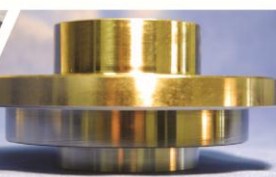
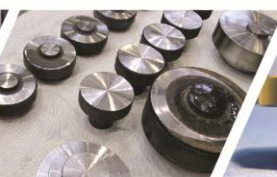
**ШТАМПОВКИ ДИСКОВ ДИАМЕТРОМ
ДО 300 мм ИЗ СПЛАВОВ ЭИ698, ЭИ787,
ЭП742, ЭП718, ЭК79, ЭК151, ЭП975,
ВЖ175 и др.**

**ШТАМПОВКИ ДИАМЕТРОМ ДО 400 мм
ИЗ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ ВТ8, ВТ8-1,
ВТ18, ВТ18У, ВТ25У, ВТ41 и др.**



Осуществляется серийная поставка заготовок дисков

более **2500** шт. в год



**МЕТОД ИЗОТЕРМИЧЕСКОЙ ШТАМПОВКИ
НА ВОЗДУХЕ ЖАРОПРОЧНЫХ
НИКЕЛЕВЫХ И ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ:**

- увеличение КИМ в 2–3 раза;
- снижение трудоемкости и энергоемкости в 3–5 раз;
- повышение производительности в 10–15 раз.



ЗАЩИТНЫЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ПОКРЫТИЯ:

- увеличение ресурса работы штамповой оснастки в 3–5 раз.

Производственные мощности

более **30** марок покрытий
в год

до **40 000** кг в год

МЫ ПРЕДЛАГАЕМ:

- изготовление опытно-промышленных и серийных партий штамповок дисков и других деталей, в том числе из труднодеформируемых высокожаропрочных и высоколегированных сплавов;
- покрытия для термической обработки и изотермической штамповки на воздухе деталей и конструкций из высокопрочных сталей, никелевых, алюминиевых и титановых сплавов.

Россия, 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 17
Телефон: +7 (499) 261-86-77, факс: +7 (499) 267-86-09

на правах рекламы

E-mail: admin@viam.ru
www.viam.ru



МАГНИЕВЫЕ И ЛИТЕЙНЫЕ АЛЮМИНИЕВЫЕ СПЛАВЫ ДЛЯ ДЕТАЛЕЙ ВНУТРЕННЕГО НАБОРА

РЕШЕНИЕ НАУЧНЫХ И ТЕХНИЧЕСКИХ ЗАДАЧ
В ОБЛАСТИ ВЫСОКОПРОЧНЫХ,
КОРРОЗИОННОСТОЙКИХ, ЖАРОПРОЧНЫХ
МАГНИЕВЫХ И ЛИТЕЙНЫХ АЛЮМИНИЕВЫХ
СПЛАВОВ, РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИЙ
ИЗГОТОВЛЕНИЯ И ОБРАБОТКИ
ПОЛУФАБРИКАТОВ И ДЕТАЛЕЙ
ИЗ МАГНИЕВЫХ И АЛЮМИНИЕВЫХ
СПЛАВОВ



Производственные
мощности

35 000 кг магниевого
литья в год

35 000 кг алюминиевого
литья в год

10 000 кг противопригарной присадки
в год



Освоен полный технологический цикл изготовления отливок.



МЫ ПРЕДЛАГАЕМ:

- отливки из серийных и новых магниевых и алюминиевых сплавов различной номенклатуры по передаваемой или изготавливаемой оснастке – ВМЛ18, ВМЛ20, ВМЛ25, ВМЛ26, АЛ4МС, ВАЛ20, ВАЛ16;
- противопригарный присадочный материал для песчано-глинистых смесей – ВМ-У.

Россия, 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 17
Телефон: +7 (499) 261-86-77, факс: +7 (499) 267-86-09

на правах рекламы

E-mail: admin@viam.ru
www.viam.ru

ТРЕБОВАНИЯ К РУКОПИСИ СТАТЬИ ПРИ ПОДГОТОВКЕ К ИЗДАНИЮ

1. Рукопись предоставляется в Редакционно-издательский отдел НИЦ «Курчатовский институт» – 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 должна быть подписана всеми авторами статьи.

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. Рекомендуются 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.

ТРУДЫ ВИАМ

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ

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.ВИАМ.РФ; www.viam.ru