

№7
(161)
2026

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

№ 7 (161) июль 2026

Учредитель периодического издания:

НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ

Редакционный совет

Председатель совета – главный редактор:

Каблов Е.Н. академик РАН, профессор (НИЦ «Курчатовский институт»)

Заместитель председателя совета – заместитель главного редактора:

Антипов В.В. докт. техн. наук, профессор РАН
(НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей»)

Члены совета:

Кондрашов С.В. докт. техн. наук (МГТУ им. Н.Э. Баумана)
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>

Сетевое издание зарегистрировано Федеральной службой по надзору в сфере связи, информационных технологий и массовых коммуникаций. Регистрационный номер Эл № ФС77-82768 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).

При использовании материалов в любой форме ссылка на журнал «Труды ВИАМ» обязательна.

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

Жаропрочные сплавы и сталиHeat-resistant alloys and steels

- Леонов А.В., Вознесенская Н.М., Князев А.В., Ульянов Е.И.** Влияние режимов термической обработки на коррозионную стойкость высокопрочной коррозионностойкой стали мартенситного класса со сверхравновесным содержанием азота 3
- Севальнев Г.С., Шереметьев А.В., Севальнева Т.Г., Дульнев К.В.** Исследование изменения электросопротивления в зависимости от эволюции структуры в аустенитной азотсодержащей коррозионностойкой стали ВНС53-Ш 16
- Чубов Д.Г., Неруш С.В.** Обобщенный критерий трещиностойкости жаропрочных никелевых сплавов для селективного лазерного сплавления 26
- Неруш С.В., Чубов Д.Г., Сухов Д.И., Капланский Ю.Ю.** Взаимосвязь микроструктуры, механизмов ползучести и длительной прочности жаропрочных никелевых сплавов ВЖС1 и ВЖС3, полученных методом селективного лазерного сплавления 43
- Гоголева В.Д., Кузнецова П.Е., Куко И.С., Мазалова Т.А., Богачев И.А.** Исследование структуры и свойств синтезированного материала стали системы Fe–Cr–Ni–Co–Mo, полученного методом селективного лазерного сплавления, после различных термических обработок 63
- Мин П.Г., Вадеев В.Е., Чемов Д.А., Санкин Р.В.** Разработка и внедрение в производство рений-никелевой лигатуры для легирования монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов 76
- Власов И.И., Севальнев Г.С., Дьяченко О.А., Валухова И.В.** Влияние диаметра образца и скорости деформации на параметры модели Джонсона–Кука высокоэнтропийного сплава системы NiCoCrWNBaTiCrRe 91
- Петрушин Н.В., Римша Э.Г., Елютин Е.С., Луцкая С.А.** Иридий в монокристаллических жаропрочных никелевых сплавах с рением (обзор) 101
- Leonov A.V., Voznesenskaya N.M., Knyazev A.V., Ulyanov E.I.** Influence of heat treatment on the corrosion resistance of high-strength corrosion-resistant martensitic steel with super-equilibrium nitrogen content
- Sevalnev G.S., Sheremetiev A.V., Sevalneva T.G., Dulnev K.V.** Study of the change in electrical resistance depending on the structure evolution in austenitic nitrogen-containing corrosion-resistant steel VNS53-Sh
- Chubov D.G., Nerush S.V.** Generalized crack-resistance criterion nickel-based superalloys for selective laser melting
- Nerush S.V., Chubov D.G., Sukhov D.I., Kaplanskiy Yu.Yu.** Relationship between microstructure, creep mechanisms and stress-rupture strength of the VZhS1 and VZhS3 nickel-based superalloys produced by selective laser melting
- Gogoleva V.D., Kuznetsova P.E., Kuko I.S., Mazalova T.A., Bogachev I.A.** Structure and properties investigations of the synthesized steel material of Fe–Cr–Ni–Co–Mo system, obtained by selective laser melting after different heat treatments
- Min P.G., Vadeev V.E., Chemov D.A., Sankin R.V.** Development and implementation of a rhenium-nickel alloy for alloying monocrystalline high-temperature nickel alloys
- Vlasov I.I., Sevalnev G.S., Dyachenko O.A., Valuhova I.V.** Influence of specimen diameter and strain rate on Johnson–Cook model parameters of high-entropy alloy of the NiCoCrWNBaTiCrRe system
- Petrushin N.V., Rimsha E.G., Elyutin E.S., Lutskeya S.A.** Iridium in single crystal nickel based superalloys with rhenium (review)

Композиционные материалы

Бабашов В.Г., Викулин В.В., Варрик Н.М., Карасева Т.А. Основные методы получения нитевидных кристаллов тугоплавких соединений

Холодова В.В., Вершинин Д.И., Щеголева Н.Е. Жидкофазное спекание керамики на основе Si_3N_4 с комплексными оксидными добавками

Пастух Е.С., Севостьянов Н.В., Шавнев А.А. Перспективные металлокомпозиты в подшипниковых узлах: обзор материаловедческих решений. Часть 1

Мельников Д.А., Албагачиев А.Ю., Славин А.В., Рыбин А.А., Хрульков А.В. Современные стеклопластиковые трубы: материалы, свойства, технологии изготовления и области применения (обзор)

Защитные и функциональные покрытия

Кузнецова В.А., Емельянов В.В., Шаповалов Г.Г., Железняк В.Г. Исследование защитных свойств лакокрасочных покрытий при испытании на коррозионную усталость

Лаптев А.Б., Матишов Г.Г., Булышева Н.И., Кривушина А.А., Старцев В.О. Токсичность микрочастиц лакокрасочных покрытий. Часть 3. Оценка рисков, регулирование и перспективные материалы

Испытания материалов

Алексеев А.В., Якимович П.В. Определение примесей в тантале методом масс-спектрометрии высокого разрешения с тлеющим разрядом

Осияненко Н.В., Далин М.А., Косарина Е.И., Демидов А.А. Микроденситометр и определение гранулярности радиографических технических пленок

Автаев В.В., Яковлев Н.О., Солдатов В.А. Метод измерения вершины усталостной трещины по разности интенсивности изображений

Валевин Е.О., Старцев В.О., Скирта А.А., Павлов М.Р. Исследование изменения температуры стеклования стеклопластика в условиях влажного тропического климата

Composite materials

Babashov V.G., Vikulin V.V., Varrik N.M., Karaseva T.A. Main methods for obtaining whiskers of refractory compounds

Kholodova V.V., Vershinin D.I., Shchegoleva N.E. Liquid-phase sintering of ceramics based on Si_3N_4 with complex oxide additives

Pastukh E.S., Sevostyanov N.V., Shavnev A.A. Perspective metal composites in bearing assemblies: an overview of materials science solutions. Part 1

Melnikov D.A., Albagachiev A.Yu., Slavin A.V., Rybin A.A., Khrulkov A.V. Modern fiberglass pipes: materials, properties, manufacturing technologies and applications (review)

Protective and functional coatings

Kuznetsova V.A., Emelyanov V.V., Shapovalov G.G., Zheleznyak V.G. Research of protective properties of paint coatings during corrosion fatigue testing

Laptev A.B., Matishov G.G., Bulysheva N.I., Krivushina A.A., Startsev V.O. Toxicity of microparticles of paint coatings. Part 3. Risk assessment, regulation and prospective materials

Material tests

Alekseev A.V., Yakimovich P.V. Determination of impurities in tantalum by high-resolution glow discharge mass spectrometry

Osiyanenko N.V., Dalin M.A., Kosarina E.I., Demidov A.A. Microdensitometer and determination of granularity of radiographic technical films

Avtaev V.V., Yakovlev N.O., Soldatov V.A. Method for measuring the tip of a fatigue by image intensity difference

Valevin E.O., Startsev V.O., Skirta A.A., Pavlov M.R. Research on changes in the glass transition temperature of fiberglass under tropical humid climate

Научная статья

УДК 669.15

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-3-15

ВЛИЯНИЕ РЕЖИМОВ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА КОРРОЗИОННУЮ СТОЙКОСТЬ ВЫСОКОПРОЧНОЙ КОРРОЗИОННОСТОЙКОЙ СТАЛИ МАРТЕНСИТНОГО КЛАССА СО СВЕРХРАВНОВЕСНЫМ СОДЕРЖАНИЕМ АЗОТА

А.В. Леонов¹, Н.М. Вознесенская¹, А.В. Князев¹, Е.И. Ульянов¹

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

Аннотация. Рассмотрено влияние различных режимов упрочняющей термической обработки высокопрочной коррозионностойкой стали мартенситного класса со сверхравновесным содержанием азота марки 30X15AMF-ШПД (ВНС78-ШПД) на коррозионную стойкость стали в «жестких» условиях испытаний. Исследовано влияние различных температур закалки и отпуска на микроструктуру, твердость и коррозионные свойства стали.

Ключевые слова: коррозионностойкая сталь со сверхравновесным содержанием азота, коррозионная стойкость, закалка, отпуск, упрочняющая термическая обработка, микроструктура, твердость

Для цитирования: Леонов А.В., Вознесенская Н.М., Князев А.В., Ульянов Е.И. Влияние режимов термической обработки на коррозионную стойкость высокопрочной коррозионностойкой стали мартенситного класса со сверхравновесным содержанием азота // Труды ВИАМ. 2026. № 7 (161). С. 3–15. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-3-15.

Scientific article

INFLUENCE OF HEAT TREATMENT ON THE CORROSION RESISTANCE OF HIGH-STRENGTH CORROSION-RESISTANT MARTENSITIC STEEL WITH SUPER-EQUILIBRIUM NITROGEN CONTENT

A.V. Leonov¹, N.M. Voznesenskaya¹, A.V. Knyazev¹, E.I. Ulyanov¹

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 influence of various heat treatment modes of high nitrogen martensitic corrosion-resistant steel of grade 30H15AMF-ShPD (VNS78-ShPD) on the corrosion resistance of the steel in tough test conditions is considered. The effect of different quenching and tempering temperatures on the microstructure, hardness and corrosion properties of the steel is studied.

Keywords: high nitrogen corrosion-resistant steel, corrosion resistance, quenching, tempering, heat treatment, microstructure, hardness

For citation: Leonov A.V., Voznesenskaya N.M., Knyazev A.V., Ulyanov E.I. Influence of heat treatment on the corrosion resistance of high-strength corrosion-resistant martensitic steel with super-equilibrium nitrogen content. *Trudy VIAM*, 2026, no. 7 (161), pp. 3–15. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-3-15.

Введение

Одно из приоритетных направлений стратегии научно-технологического развития РФ в соответствии с Указом Президента № 145 от 28.02.2024 – переход к передовым производственным технологиям, новым материалам и способам конструирования [1]. Результат реализации указанной стратегии будет обеспечивать устойчивое, динамичное и сбалансированное развитие Российской Федерации на долгосрочный период.

Характеристикой, без которой невозможно оценить работоспособность, надежность и ресурс конструкции, является коррозионная стойкость металла. В случае, когда материал полностью удовлетворяет требованиям к конкретной детали по механическим, физическим и технологическим свойствам, но отсутствуют данные о коррозионных характеристиках, которые необходимо учитывать при работе и хранении изделия, возможно разрушение детали в процессе ее эксплуатации [2].

Высокопрочные коррозионностойкие стали различных классов имеют высокую общую коррозионную стойкость благодаря содержанию в них хрома не менее 12 % (здесь и далее – % (по массе)) [3]. В атмосферных условиях они находятся в пассивном состоянии. Именно хром определяет основные электрохимические характеристики стали: потенциалы коррозии, питтингообразования, и репассивации. Легирование стали другими элементами также оказывает влияние на коррозионную стойкость, но в меньшей степени по сравнению с хромом, при этом позволяет обеспечить требуемые механические и технологические свойства стали [4].

Коррозионная стойкость зависит от ряда внутренних и внешних факторов: от состава и структуры стали, технологии изготовления полуфабриката и конечной детали, а также от рабочих температур эксплуатации и коррозионной среды, вида и величины действующих нагрузок.

Микроструктура стали влияет на все виды коррозии, включая общую. При этом больше всего структура стали влияет на стойкость к локальной коррозии [5]. Поэтому при заданном химическом составе высокопрочной коррозионностойкой стали определяющее значение имеют режимы упрочняющей термической обработки, от которых зависят структура и фазовый состав материала.

В авиационной отрасли для изготовления деталей с высокой твердостью, работающих на износ в условиях влажной атмосферы, традиционно применяются высокопрочные высокоуглеродистые высокохромистые стали мартенситного класса [6]. Из сталей указанного класса изготавливают шарикоподшипники и обоймы подшипников, а также втулки и детали насосов [7–9].

Представителем такого класса сталей является сталь марки 95X18 (ЭИ229), в химическом составе которой содержится ~1 % углерода. Сталь широко освоена в отечественной промышленности. Горячекатаные прутки различного сортамента после упрочняющей термической обработки, состоящей из закалки в сочетании с последующим низким отпускком в интервале температур 200–300 °C в соответствии с ГОСТ 5949–2018, имеют высокую твердость – не менее 55 HRC [10]. Зарубежный аналог – сталь марки 440C.

Особенностью стали является наличие в микроструктуре крупных карбидов, величина которых составляет от 24 до 60 мкм. Столь крупная величина карбидов обусловлена высоким содержанием углерода, который имеет большое сродство и высокий коэффициент диффузии при взаимодействии с хромом. Указанное обстоятельство приводит к тому, что значительная часть хрома (~4 % Cr) находится не в матрице твердого раствора, а остается связанной в карбидах [11].

Наличие крупных карбидов в структуре стали приводит к снижению ударной вязкости и при изготовлении таких деталей, как подшипники, может способствовать их разрушению при воздействии длительной ударной нагрузки.

Обезлегирование матричного твердого раствора хромом приводит к значительному снижению коррозионной стойкости стали и ведет к самопроизвольному разрушению металла вследствие его химического или электрохимического взаимодействия с окружающей средой. В связи этим в изделиях, работающих во влажной атмосфере, детали из стали 95X18 рекомендуется применять исключительно с полированной поверхностью и чистотой обработки не ниже $R_a = 0,4$.

Общемировой тенденцией по повышению коррозионной стойкости и вязкости мартенситных сталей является переход от высокоуглеродистых сталей к сталям со сверхравновесным содержанием азота. В зарубежной научно-технической литературе для подобного класса сталей принято обозначение High nitrogen steel (HNS) – высокоазотистые стали [12]. В них применена концепция частичной замены углерода азотом с использованием специальных методов металлургии высокого давления.

Влияние азота на сталь аналогично влиянию углерода – оба являются атомами внедрения. При взаимодействии с кристаллической решеткой железа образуется твердый раствор в аустенитной и мартенситной фазах.

При выплавке в обычных условиях растворимость азота в сталях мартенситного класса составляет $\sim(0,10\text{--}0,11) \%$ [13]. При введении большего количества азота при выплавке не удастся удержать его в процессе кристаллизации из-за пониженной растворимости азота в сталях мартенситного класса при содержании $\sim(14\text{--}15) \%$ Cr и $\leq 0,7 \%$ Mn, что приводит к выделению газообразного азота.

Применение методов принудительного введения азота в состав стали, а именно – проведение электрошлакового переплава с избыточным давлением (от 30 до 40 ат (3–4 МПа)), а также использование исходных безазотистых электродов с добавлением азотоносителей в виде феррохрома позволяют решить проблему усвоения большего ($>0,15 \%$) количества азота в высокохромистых сталях мартенситного класса [14].

Частичная замена углерода на азот позволяет при сохранении высокого уровня механических свойств достичь значительного повышения коррозионной стойкости стали. Объясняется это обстоятельство тем, что коэффициент диффузии азота меньше, чем у углерода. За счет этого тормозится диффузия к атомам хрома, вызывая замедление образования кластеров (скоплений) хрома, что тормозит процесс выделения обогащенных хромом карбонитридных частиц, при этом уменьшаются размеры вторичных выделений.

Помимо увеличения коррозионной стойкости, частичная замена углерода азотом приводит к повышению вязкости стали [15]. Характер разрушения ударных образцов меняется с хрупкого на смешанный – хрупко-вязкий. Это обусловлено влиянием размера зерна, величиной и характером распределения карбонитридов в микроструктуре.

В сталях с содержанием $\sim(15 \%$ Cr– $0,3 \%$ C– $0,35 \%$ N) после упрочняющей термической обработки величина карбонитридов в микроструктуре, выявленная методами оптической микроскопии, не превышает 10 мкм [16]. Следовательно, количество хрома, находящегося в твердом растворе, а не в связанном в карбиды/карбонитриды состоянии, в высокоазотистой стали превышает аналогичный показатель для традиционных высокоуглеродистых высокохромистых сталей.

За рубежом основная наиболее изученная высокоазотистая сталь – немецкая сталь марки Cronidur 30 разработки компании Energietechnik Essen GmbH [17]. Сталь широко применяется в авиакосмической отрасли, химической и нефтехимической индустрии, энергетике, биомедицине и в других отраслях промышленности. Согласно данным из открытых источников, в стали содержится: $0,25\text{--}0,35 \%$ C, $0,3\text{--}0,5 \%$ N и $14\text{--}16 \%$ Cr. Помимо этого, в составе стали присутствуют: $\leq 1 \%$ Mn, $\leq 0,5 \%$ Ni и $\leq 1 \%$ Mo.

Высокий уровень свойств этой стали достигается путем упрочняющей термической обработки, которая аналогична термической обработке высокопрочных коррозионностойких сталей мартенситного и переходного (аустенитно-мартенситного) классов. Вначале проводится закалка с ускоренным охлаждением с температуры 1000–1030 °С, достаточной для растворения частиц карбонитридов. Последующая обработка холодом при температурах от –80 до –196 °С приводит к окончательному мартенситному превращению и распаду значительного количества остаточного аустенита. Заключительная операция термической обработки, определяющей окончательный уровень свойств стали, – отпуск или старение: низкий отпуск в интервале температур 150–220 °С и старение при температуре 475 °С [17].

Оба варианта окончательной термической обработки обеспечивают высокую твердость стали Cronidur 30 – не менее 58 HRC, что позволяет применять ее для изготовления деталей, работающих на износ.

В отечественной науке и промышленности разработка высокоазотистых сталей мартенситного класса – относительно новое направление, поэтому разработка таких сталей и проведение их всесторонних исследований представляют особый интерес для ученых [18].

В НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ активно занимаются разработкой высокоазотистых сталей мартенситного класса. Институт располагает единственной в стране электрошлаковой печью с возможностью проведения переплава под избыточным давлением до 30 ат (3 МПа), в которой можно получать стали типа Cronidur 30.

Специалистами НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ разработан химический состав стали марки ВНС78-ШПД, близкой по составу к стали Cronidur 30, а также разработана технология изготовления и термической обработки прутков из нее различного сортамента [19]. На состав стали получен патент на изобретение № 2725766 [20].

Разработанная сталь не уступает по уровню свойств импортному аналогу, обеспечивая твердость в термически упрочненном состоянии не менее 58 HRC, при этом величина карбонитридов в микроструктуре после термической обработки не превышает 3 мкм.

В настоящее время одно из направлений исследований новой отечественной высокоазотистой мартенситной стали – оценка коррозионной стойкости в различных климатических условиях с целью проведения анализа закономерностей, определяющих ее коррозионную стойкость.

В данной работе исследовано влияние различных температур закалки и отпуска в процессе упрочняющей термической обработки на микроструктуру, твердость и общую коррозию стали ВНС78-ШПД в условиях камеры соляного тумана (КСТ) после экспозиции образцов в течение 1 года.

Материалы и методы

Объекты исследования – прутки Ø22 мм из высокоазотистой стали мартенситного класса марки ВНС78-ШПД разработки НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.

Выплавку слитков проводили в два этапа: выплавка исходного электрода в вакуумно-индукционной печи без добавления азотоносителей и последующий электрошлаковый переплав электрода под избыточным давлением до 30 ат (3 МПа) с введением азотированного феррохрома.

Деформацию слитков для получения прутков проводили методом свободнойковки на пневматическом молоте с массой падающих частей не менее 150 кг.

Закалку, отпуск и старение образцов проводили в атмосферных электропечах с охлаждением в масле и на воздухе соответственно.

Обработку образцов холодом проводили в климатической камере.

Исследования микроструктуры образцов после упрочняющей термической обработки проводили на оптическом инвертированном микроскопе при увеличении $\times 500$.

Твердость образцов определяли на универсальном твердомере методом Роквелла по ГОСТ 9013–59.

Испытания образцов на общую коррозионную стойкость в КСТ в течение 1 года проводили в циклической коррозионной камере в соответствии с ГОСТ 9.308–85. Обработка поверхности образцов – шлифовка с шероховатостью поверхности $R_a = 1,6$ + пассивация.

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

Результаты и обсуждение

Для исследования микроструктуры, твердости и коррозионных свойств стали марки ВНС78-ШПД выплавлена плавка марочного состава в соответствии с патентом № 2725766 со следующим содержанием основных химических элементов, % (по массе):

C	N	Cr	Ni	Mn	Mo
0,30	0,30	15,10	0,90	0,40	0,95

Оценочным показателем коррозионной стойкости для сталей за рубежом является эквивалентное число стойкости к точечной коррозии (the pitting resistance equivalent number – PREN). Показатель PREN учитывает влияние содержания в химическом составе стали азота, молибдена и хрома – элементов, позволяющих повысить ее коррозионную стойкость. Традиционно соотношение указанных элементов выражается формулой

$$\text{PREN} = \% \text{Cr} + 3,3 \cdot \% \text{Mo} + 16 \cdot \% \text{N}. \quad (1)$$

По представленной формуле показатель PREN рассчитан для стали ВНС78-ШПД заданного химического состава (табл. 1) в сравнении с имеющимися научно-техническими литературными данными по высокопрочным сталям мартенситного класса марок Cronidur 30 и 440C.

Таблица 1

Эквивалентное число стойкости к точечной коррозии (PREN)
высокопрочных мартенситных сталей

Сталь	Значение показателя PREN
ВНС78-ШПД (ВИАМ, РФ)	23,06
Cronidur 30 (Германия)	24,70
440C (США)	13,86

Видно, что значения показателя PREN для высокоазотистых сталей мартенситного класса приблизительно одинаковы, в то время как для высокоуглеродистой хромистой стали 440C (аналог отечественной стали марки 95X18) этот показатель практически в 2 раза меньше. Различие связано со значительным вкладом азота в улучшение коррозионной стойкости материала за счет повышения уровня пассивации поверхности коррозионностойких сталей и скорости репассивации после начала питтинговой коррозии.

При этом следует иметь в виду, что показатель PREN предполагает, что легирующие элементы распределены равномерно, а это не всегда может быть корректно при

расчете для реальных материалов. Поэтому показатель PREN применяется исключительно при расчетах на стойкость к точечной (питтинговой) коррозии и не рассматривается для других видов коррозии: общая и щелевая коррозия, а также коррозионное растрескивание под напряжением.

Для правильной и надежной оценки работоспособности материала необходимы данные о его коррозионной стойкости, исследованной стандартными методами, учитывающими виды коррозии, которым может подвергаться материал в специфических условиях эксплуатации. Так, существуют ускоренные методы испытаний, имитирующие условия эксплуатации деталей. Для всеклиматических условий ускорение достигается за счет незначительного повышения температуры и увеличения концентрации агрессивных компонентов среды.

При работе во всеклиматических условиях, включая морской туман, основной средой для оценки коррозионной стойкости образцов является соляной туман, создаваемый в специальной климатической камере. В данной работе испытания образцов проводили в камере КСТ-35 по режиму согласно ГОСТ 9.308–85 – распыление 5%-ного раствора NaCl в течение 15 мин через каждые 45 мин в течение 12 ч в сутки при температуре 35 °С.

Для оценки коррозионной стойкости и твердости образцов проведено исследование влияния различных температур упрочняющей термической обработки: закалки, а также отпуска после обработки стали холодом.

Известно, что температура закалки высокоазотистых мартенситных сталей должна быть достаточной для растворения карбонитридов в микроструктуре. Закалка определяет как размер зерна, так и положение мартенситной точки на диаграмме состояния [21]. Недостаточная температура закалки приводит к появлению карбонитридов в виде сетки по границам зерен аустенита. Наличие в структуре карбидной сетки по границам зерен сказывается на прочностных характеристиках незначительно, но при этом существенно снижаются пластичность, ударная вязкость и коррозионная стойкость стали.

При закалке формируется микроструктура стали. Последующие операции термической обработки (обработка холодом и отпуск/старение) не вызывают видимых структурных изменений при контроле стали методами оптической микроскопии. В связи с этим проведено исследование микроструктуры стали после закалок в интервале температур растворения карбонитридов T1–T5 с шагом 25–30 °С, где за базовую точку T1 взята температура закалки импортного аналога – стали марки Cronidur 30 (1030 °С), при этом $T5 > T4 > T3 > T2 > T1$.

Микроструктуры стали после различных температур закалки и электролитического травления в 10%-ном растворе щавелевой кислоты представлены на рис. 1.

Микроструктура стали после нагревов под закалку при всех температурах состоит из мартенсита и карбонитридной фазы. При этом после нагревов при температурах T1 и T2 содержится большое количество карбонитридной фазы, располагающейся по границам зерен.

Дальнейшее повышение температуры закалки (T4 и T5) приводит к растворению карбонитридов по границам зерен и к образованию незначительного количества остаточного аустенита.

Далее образцы подвергали обработке холодом для окончательного мартенситного превращения.

Финишной операцией упрочняющей термической обработки является отпуск. Температуры отпуска 150 и 475 °С взяты как у импортного аналога.

Значения твердости образцов после обоих вариантов температур финишной обработки (отпуска и старения) представлены в табл. 2.

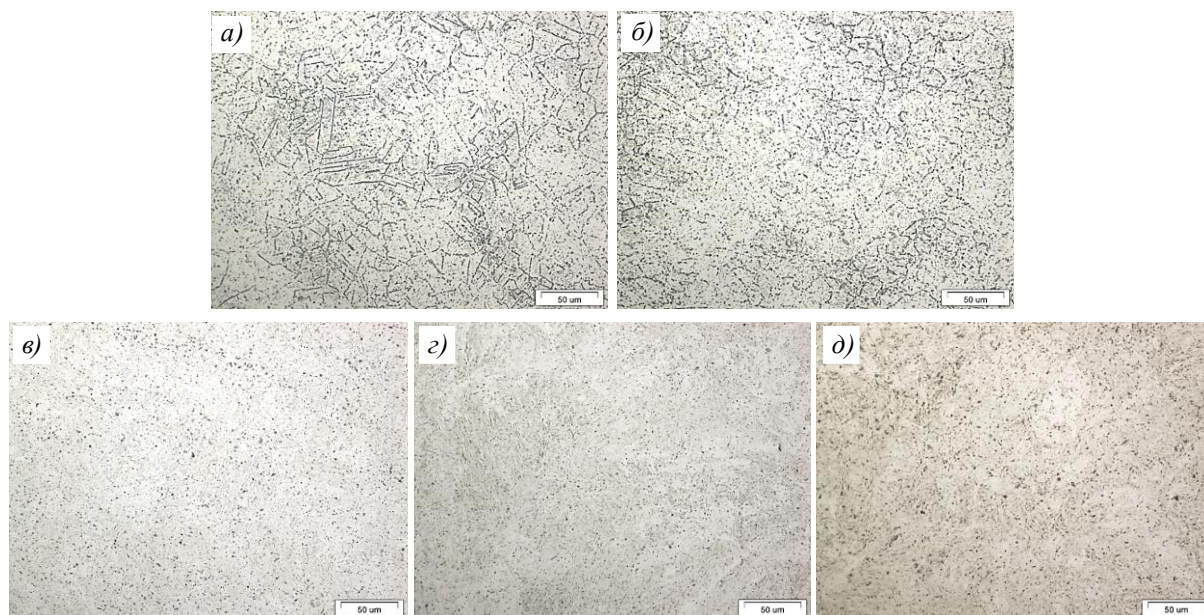


Рис. 1. Микроструктуры ($\times 500$) образцов после нагрева под закалку при различных температурах: T1 (а); T2 (б); T3 (в); T4 (г); T5 (д). Травление электролитическое

Таблица 2

Твердость образцов после нагревов под закалку при различных температурах, обработки холодом и отпуска/старения

Режим закалки	Твердость HRC после обработки холодом и окончательной обработки	
	Отпуск при 150 °C	Старение при 475 °C
T1	56–57	56–57
T2	58–59	58–59
T3	58–59	59–60
T4	55–56	56–57
T5	58–59	58–59

Видно, что более низкая температура закалки T1 оказывается недостаточной, чтобы растворить карбонитриды, вследствие чего матрица твердого раствора имеет меньшую твердость. Максимальный уровень твердости для обоих вариантов окончательной термообработки обеспечивается при температурах закалки по режимам T2 и T3, что объясняется тем, что указанные температуры закалки являются достаточными для более полного растворения карбонитридов.

Твердость при низком отпуске обеспечивается за счет частичного распада мартенсита при сохранении в нем высокой плотности дислокаций.

При температуре старения 475 °C происходит изменение субструктуры мартенсита и появляются высокодисперсные частицы метастабильного карбонитрида по типу $Me_2(CN)$, которые когерентно связаны с матрицей твердого раствора, за счет чего обеспечивается высокая твердость образцов.

При температуре T4 твердость снижается из-за появления повышенного содержания остаточного аустенита и увеличения роста зерна. Однако при максимальной температуре закалки T5 твердость повышается за счет практически полного растворения карбонитридов в матрице твердого раствора, в виду чего твердость мартенсита повышается, при этом наблюдается существенный рост зерна до 2–3 балла (рис. 2).



Рис. 2. Микроструктура ($\times 100$) образца после нагрева под закалку при температуре по варианту Т5. Травление на зерно

На образцах по всем вариантам термической обработки проведены испытания на общую коррозионную стойкость в КСТ. Перед испытаниями образцы обезжировали, пассивировали и проводили предварительный контроль коррозионной стойкости с помощью медной пробы на отсутствие оксидного слоя, образующегося при температуре закалки. Осаждения контактной меди на поверхности образцов не обнаружено.

Общая продолжительность экспозиции образцов в КСТ составила 1 год, в течение которого проводили периодические осмотры состояния поверхности образцов без удаления продуктов коррозии.

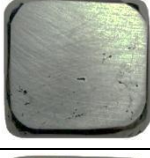
В табл. 3 представлен внешний вид образцов по результатам коррозионных испытаний после 14 дней и 1 года экспозиции в КСТ.

Таблица 3

Внешний вид образцов, испытанных на общую коррозию, после различных режимов упрочняющей термической обработки

Режим закалки	Температура окончательной термической обработки, °C	Внешний вид образцов, испытанных на общую коррозию			
		в исходном состоянии	в течение 14 сут	в течение 1 года	после удаления продуктов коррозии
Т1	150				
	475				
Т2	150				
	475				

Окончание таблицы 3

Режим заковки	Температура окончательной термической обработки, °С	Внешний вид образцов, испытанных на общую коррозию			
		в исходном состоянии	в течение 14 сут	в течение 1 года	после удаления продуктов коррозии
Т3	150				
	475				
Т4	150				
	475				
Т5	150				
	475				

Видно, что после двух недель испытаний в КСТ наименьшему коррозионному поражению подверглись образцы, полученные при более высоких температурах закалки по режимам Т4 и Т5, что связано с более полным растворением карбонитридов в твердом растворе. При этом при температуре закалки по режиму Т4 и низком отпуске следы коррозии на образце отсутствовали. По истечении 1 года испытаний в КСТ наблюдаемая картина различий в коррозионной стойкости не изменилась – наибольшую коррозионную стойкость показали образцы, закаленные при температурах по режимам Т4 и Т5. Следует отметить, что на поверхности образцов, закаленных по этим режимам, после 1 года испытаний четко видно распределение продуктов коррозии на поверхности образца, соответствующее границе задержки коррозионной среды, обусловленное конструкцией оснастки для экспозиции образцов. Такое распределение продуктов коррозии на поверхности образцов, закаленных по режимам Т4 и Т5, свидетельствует о высокой стойкости в условиях периодического воздействия коррозионной среды при достаточной аэрации, однако в условиях дефицита кислорода (что характерно для узких мест, зазоров, щелей) может происходить развитие щелевой коррозии. Образцы после старения при 475 °С для всех вариантов температур закалки оказались

менее коррозионностойкими по сравнению с образцами после низкого отпуска. Объясняется это тем, что при старении на максимальную твердость стали происходит распад твердого раствора, сопровождающийся образованием сегрегаций и дисперсных частиц метастабильных фаз типа $Me_2(CN)$, когерентно связанных с матрицей. Зарождение этих метастабильных фаз приводит к повышению внутренних напряжений и гетерогенности структуры.

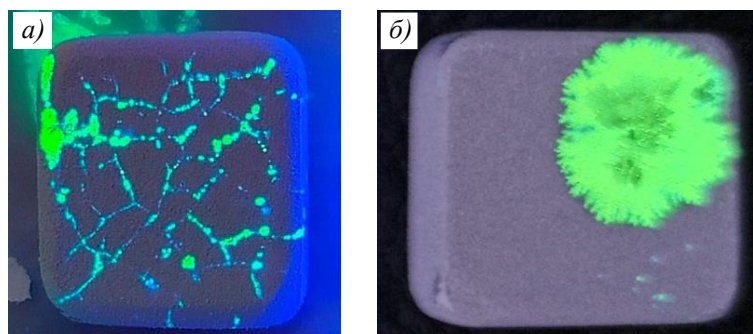


Рис. 3. Люминесцентный контроль образцов после 1 года экспозиции в камере соляного тумана со старением при 475 °С (а) и низким отпуском при 150 °С (б)

После удаления продуктов коррозии с образцов проведен их люминесцентный контроль. На образцах, состаренных при 475 °С, видна сетка трещин после закалки при всех температурах (рис. 3), в то время как после низкого отпуска при 150 °С трещины на образцах отсутствуют, несмотря на наличие локальных коррозионных поражений.

Заключения

Исследованы микроструктура, твердость и коррозионная стойкость в «жестких» условиях испытаний образцов из высокопрочной коррозионностойкой стали мартенситного класса марки 30X15AMФ-ШПД (ВНС78-ШПД) со сверхравновесным содержанием азота после различных режимов упрочняющей термической обработки.

Показано, что обеспечивается высокая твердость образцов для обоих вариантов окончательной упрочняющей термической обработки – низкого отпуска и старения. При этом в микроструктуре стали при более низких температурах закалки содержится большое количество карбонитридной фазы, располагающейся как по телу, так и по границам зерен. Повышение температуры закалки приводит к растворению карбонитридов по границам зерен и к образованию незначительного количества остаточного аустенита.

По результатам испытаний образцов в КСТ показано, что коррозионная стойкость образцов после старения для всех вариантов температур нагрева под закалку ниже, чем после низкого отпуска. Распад твердого раствора при старении на максимальную твердость вызывает образование сегрегаций и дисперсных частиц метастабильных фаз, когерентно связанных с матрицей, зарождение которых приводит к повышению внутренних напряжений и гетерогенности структуры.

При эксплуатации деталей, работающих при температуре до 150 °С, рационально применять упрочняющую термическую обработку с низким отпуском, обеспечивающую более высокую коррозионную стойкость.

Для повышения коррозионной стойкости деталей, эксплуатируемых при более высоких температурах – до 350 °С, целесообразно провести испытания на коррозионную стойкость на образцах с окончательной термической обработкой не на максимальную твердость при температуре 475 °С, а с применением небольшого перестаривания. В этом случае твердость образцов незначительно снижается, но при этом устраняется

вторичное твердение, повышается растворимость хрома в матрице, а также начинается обратное ($\alpha \leftrightarrow \gamma$)-превращение. Вследствие перераспределения хрома между аустенитом и мартенситом можно ожидать повышения коррозионной стойкости перестаренных образцов.

Одновременно для повышения коррозионной стойкости для всех вариантов упрочняющей термической обработки целесообразно провести испытания образцов с шероховатостью поверхности R_a не более 0,32.

Список источников

1. О стратегии научно-технологического развития Российской Федерации: Указ Президента РФ от 28.02.2024 № 145 // Официальный интернет-портал правовой информации. URL: pravo.gov.ru (дата обращения: 04.05.2026).
2. Вознесенская Н.М., Изотов В.И., Ульянова Н.В. и др. Структура и свойства высокопрочной нержавеющей стали 1X15H4AM3 // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 1971. № 1. С. 32–35.
3. Потак Я.М. Высокопрочные стали. М.: Металлургия, 1972. 208 с.
4. Лаптев А.Б., Закирова Л.И., Загорских О.А., Павлов М.Р. Методы исследования процессов коррозионно-механического разрушения и наводороживания металлов (обзор). Часть 1. Исследование коррозионно-механического разрушения сталей // *Труды ВИАМ*. 2022. № 4 (110). С. 118–130. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 04.05.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-4-118-130.
5. Зырянов А.О., Выбойщик М.А., Иоффе А.В. Влияние микроструктуры и термической обработки на стойкость сталей к углекислотной коррозии // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2019. № 2 (764). С. 39–45.
6. Киселева С.К., Зарипов Н.Г. Влияние интенсивной пластической деформации на микроструктуру и трибологические свойства стали 110X18M-ШВД // *Евразийский Союз Ученых*. 2020. № 7-1 (76). С. 32–36.
7. Севальнев Г.С., Востриков А.В., Нефедкин Д.Ю., Моисеенков В.В., Волков Р.Б., Ульянов Е.И. Исследование структуры, распределения карбидной фазы, твердости и триботехнических характеристик высокохромистых подшипниковых сталей мартенситного класса // *Труды ВИАМ*. 2023. № 10 (128). С. 13–23. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 04.05.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-10-13-23.
8. Петров Н.И., Лаврентьев Ю.Л. Пути повышения надежности и ресурса подшипниковых опор роторов современных газотурбинных двигателей и редукторов // *Вестник Самарского государственного аэрокосмического университета*. 2015. Т. 14. № 3. Ч. 1. С. 228–237.
9. Зайцев А.М., Коросташевский Р.В. Эксплуатация авиационных подшипников качения. М.: Транспорт, 1968. 224 с.
10. ГОСТ 5949–2018. Металлопродукция из сталей нержавеющей и сплавов на железоникелевой основе коррозионно-стойких, жаростойких и жаропрочных. Технические условия. М.: Стандартинформ, 2019. 32 с.
11. Ooi S. A new index to estimate the corrosion resistance of aluminium-containing steel // *Materials and Corrosion*. 2024. Vol. 75. No. 7. P. 902–913.
12. Gavriljuk V.G., Berns H. High nitrogen steels: structure, properties, manufacture, applications. Springer Science & Business Media, 1999. 378 p.
13. Гудремон Э. Специальные стали: в 2 т. / под ред. А.С. Займовского, М.Л. Бернштейна. М.: Металлургиздат, 1959. Т. 1. 952 с.
14. Jiang Z.H., Zhu H.C., Li H.B. et al. Pressurized metallurgy for high performance special steels and alloys // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2016. Vol. 143. No. 1. P. 012038.
15. Шлямнев А.П., Углов В.А., Филиппов Г.А. и др. Нержавеющие стали с азотом: структура, свойства, вопросы технологии производства // *Черная металлургия*. 2013. № 2. С. 12.
16. Trojahn W., Streit E., Chin H.A., Ehlert D. Progress in bearing performance of advanced nitrogen alloys stainless steel, Cronidur 30 // *ASTM Special Technical publication*. 1998. Vol. 1327. P. 447–459.

17. Data sheet Cronidur® 30. Mat. no.: 1.4108. Energietechnik Essen GmbH, 2012. URL: engineering.com (дата обращения: 04.05.2026).
18. Свяжин А.Г., Капуткина Л.М. Азотистые и высокоазотистые стали. Промышленные технологии и свойства // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. 2019. Т. 62. № 3. С. 173–187.
19. Моисеенков В.В., Севальнев Г.С., Волков Р.Б., Дульнев К.В., Левин Е.А. Применение метода ротационнойковки для получения прутков из высокоазотистой стали ВНС-78 // Авиационные материалы и технологии. 2022. № 4 (69). С. 3–15. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 04.05.2026). DOI: 10.18577/27-13-0193-2022-0-4-3-15.
20. Высокопрочная коррозионностойкая сталь: пат. 2725766 Рос. Федерация; заявл. 23.05.19; опубл. 25.06.20.
21. Дульнев К.В., Севальнев Г.С., Пахомкина Т.Н., Бузенков А.В. Исследование изменения микроструктуры, размера зерна и концентрации азота в зависимости от температуры термической обработки высокопрочной конструкционной высокоазотистой стали // Авиационные материалы и технологии. 2025. № 3 (80). С. 3–14. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 04.05.2026). DOI: 10.18577/27-13-0193-2025-0-3-3-14.

References

1. *On the Strategy for Scientific and Technological Development of the Russian Federation: Decree of the President of the Russian Federation of February 28, 2024, No. 145.* Available at: www.pravo.gov.ru (accessed: May 04, 2026).
2. Voznesenskaya N.M., Izotov V.I., Ulyanova N.V. et al. Structure and Properties of High-Strength Stainless Steel 1Kh15N4AM3. *Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov*, 1971, no. 1, pp. 32–35.
3. Potak Ya.M. *High-Strength Steels*. Moscow: Metallurgy, 1972, 208 p.
4. Laptev A.B., Zakirova L.I., Zagorskikh O.A., Pavlov M.R. Methods of investigation of the processes of corrosion-mechanical destruction and hydrogenation of metals (review). Part 1. Investigation of corrosion-mechanical destruction of steels. *Trudy VIAM*, 2022, no. 4 (110), pp. 118–130. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: May 04, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-4-118-130.
5. Zyryanov A.O., Vyboishchik M.A., Ioffe A.V. Influence of microstructure and heat treatment on the resistance of steels to carbon dioxide corrosion. *Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov*, 2019, no. 2 (764), pp. 39–45.
6. Kiseleva S.K., Zaripov N.G. Influence of severe plastic deformation on the microstructure and tribological properties of 110Kh18M-ShVD steel. *Evrasiyskiy Soyuz Uchenykh*, 2020, no. 7-1 (76), pp. 32–36.
7. Sevalnev G.S., Vostrikov A.V., Nefedkin D.Yu., Moiseenkov V.V., Volkov R.B., Ulyanov E.I. Study of the structure, distribution of carbide phase, hardness and tribotechnical characteristics of high-chromium bearing steels of the martensitic class. *Trudy VIAM*, 2023, no. 10 (128), pp. 13–23. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: May 04, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-10-13-23.
8. Petrov N.I., Lavrentyev Yu.L. Ways to Improve the Reliability and Service Life of Bearing Assemblies of Rotor of Modern Gas Turbine Engines and Gearboxes. *Vestnik Samarskogo gosudarstvennogo aerokosmicheskogo universiteta*, 2015, vol. 14, no. 3, part 1, pp. 228–237.
9. Zaitsev A.M., Korostashevsky R.V. *Operation of Aircraft Rolling Bearings*. Moscow: Transport, 1968, 224 p.
10. State Standard 5949–2018. *Metal products from stainless steels and iron-nickel-based alloys, corrosion-resistant, heat-resistant, and heat-resistant. Specifications*. Moscow: Standartinform, 2019, 32 p.
11. Ooi S. A new index to estimate the corrosion resistance of aluminium-containing steel. *Materials and Corrosion*, 2024, vol. 75, no. 7, pp. 902–913.
12. Gavriljuk V.G., Berns H. *High nitrogen steels: structure, properties, manufacture, applications*. Springer Science & Business Media, 1999, 378 p.

13. Gudremon E. *Special Steels*: in 2 vols. Ed. A.S. Zaimovsky, M.L. Bernstein. Moscow: Metallurgizdat, 1959, vol. 1, 952 p.
14. Jiang Z.H., Zhu H.C., Li H.B. et al. Pressurized metallurgy for high performance special steels and alloys. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2016, vol. 143, no. 1, p. 012038.
15. Shlyamnev A.P., Uglov V.A., Filippov G.A. et al. Nitrogen-Based Stainless Steels: Structure, Properties, and Production Technology. *Chernaya metallurgiya*, 2013, no. 2, p. 12.
16. Trojahn W., Streit E., Chin H.A., Ehlert D. Progress in bearing performance of advanced nitrogen alloys stainless steel, Cronidur 30. *ASTM Special Technical publication*, 1998, vol. 1327, pp. 447–459.
17. *Data sheet Cronidur® 30*. Mat. no.: 1.4108. Energietechnik Essen GmbH, 2012. Available at: engineering.com (accessed: May 04, 2026).
18. Svyazhin A.G., Kaputkina L.M. Nitrogen-Based and High-Nitrogen-Based Steels. Industrial Technologies and Properties. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Chernaya metallurgiya*, 2019, vol. 62, no. 3, pp. 173–187.
19. Moiseenkov V.V., Sevalnev G.S., Volkov R.B., Dulnev K.V., Levin E.A. Application of the rotational forging method for the production of bars from high-nitrogen steel VNS-78. *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 4 (69), pp. 3–15. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: May 04, 2026). DOI: 10.18577/27-13-0193-2022-0-4-3-15.
20. *High-Strength Corrosion-Resistant Steel*: pat. 2725766 Rus. Federation; appl. 23.05.19; publ. 25.06.20.
21. Dulnev K.V., Sevalnev G.S., Pahomkina T.N., Buzenkov A.V. Study of changes in microstructure, grain size and nitrogen concentration depending on heat treatment temperature of high-strength structural high-nitrogen steel. *Aviation materials and technologies*, 2025, no. 3 (80), pp. 3–14. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: May 04, 2026). DOI: 10.18577/27-13-0193-2025-0-3-3-14.

Информация об авторах

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

Вознесенская Наталья Михайловна, ведущий научный сотрудник, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Князев Андрей Вадимович, начальник сектора, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Ульянов Егор Ильич, инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Aleksandr V. Leonov, Leading Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Natalia M. Voznesenskaya, Leading Researcher, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Andrey V. Knyazev, Head of the Sector, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Egor I. Ulyanov, Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 29.05.2026; одобрена и принята к публикации после рецензирования 15.06.2026.

The article was submitted 29.05.2026; approved and accepted for publication after reviewing 15.06.2026.

Научная статья

УДК 669.15

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-16-25

ИССЛЕДОВАНИЕ ИЗМЕНЕНИЯ ЭЛЕКТРОСОПРОТИВЛЕНИЯ В ЗАВИСИМОСТИ ОТ ЭВОЛЮЦИИ СТРУКТУРЫ В АУСТЕНИТНОЙ АЗОТСОДЕРЖАЩЕЙ КОРРОЗИОННОСТОЙКОЙ СТАЛИ ВНС53-Ш

Г.С. Севальнев¹, А.В. Шереметьев¹, Т.Г. Севальнева¹, К.В. Дульнев¹

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

Аннотация. Исследовано изменение удельного электросопротивления аустенитной азотсодержащей стали ВНС53-Ш в зависимости от термической обработки в диапазоне 200–1000 °С. Методом измерения электросопротивления по стандарту IACS установлена взаимосвязь электросопротивления со структурно-фазовыми превращениями: выделением нитридов хрома, формированием зон прерывистого распада и рекристаллизацией. Определены пороговые значения удельного электросопротивления для неразрушающего контроля фазового состава стали в условиях производства.

Ключевые слова: азотсодержащая сталь, комплексно-легированная аустенитная сталь, микроструктура, фазовый состав, твердость, удельное электросопротивление

Для цитирования: Севальнев Г.С., Шереметьев А.В., Севальнева Т.Г., Дульнев К.В. Исследование изменения электросопротивления в зависимости от эволюции структуры в аустенитной азотсодержащей коррозионностойкой стали ВНС53-Ш // Труды ВИАМ. 2026. № 7 (161). С. 16–25. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-16-25.

Scientific article

STUDY OF THE CHANGE IN ELECTRICAL RESISTANCE DEPENDING ON THE STRUCTURE EVOLUTION IN AUSTENITIC NITROGEN-CONTAINING CORROSION-RESISTANT STEEL VNS53-Sh

G.S. Sevalnev¹, A.V. Sheremetiev¹, T.G. Sevalneva¹, K.V. Dulnev¹

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 change in electrical resistivity of austenitic nitrogen-containing steel VNS53-Sh has been studied depending on heat treatment in the temperature range of 200–1000 °C. Using the IACS standard resistivity measurement method, the relationship between electrical resistivity and structural-phase transformations has been established, including chromium nitride precipitation, formation of discontinuous decomposition zones, and recrystallization. Threshold values of electrical resistivity for non-destructive testing of the phase composition of the steel under production conditions have been determined.

Keywords: nitrogen-containing steel, complex-alloyed austenitic steel, microstructure, phase composition, hardness, specific electrical resistivity

For citation: Sevalnev G.S., Sheremetiev A.V., Sevalneva T.G., Dulnev K.V. Study of the change in electrical resistance depending on the structure evolution in austenitic nitrogen-containing corrosion-resistant steel VNS53-Sh. *Trudy VIAM*, 2026, no. 7 (161), pp. 16–25. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-16-25.

Введение

В современной металлургии и материаловедении особый интерес представляют аустенитные азотсодержащие стали, сочетающие высокую прочность, пластичность и исключительную стойкость к коррозии. При механическом воздействии данные материалы за счет оптимальной системы легирования обладают фазовой и структурной стабильностью, что в свою очередь обеспечивает более высокую надежность по сравнению с углеродсодержащими коррозионностойкими сталями типа 08X18H10, 12X18H10T, AISI 304 и AISI 321 [1–8].

При изготовлении защитных элементов лопастей вертолетной техники типа оковок в большинстве случаев используется коррозионностойкая аустенитная сталь 12X18H10T, которая при механическом воздействии склонна к образованию мартенсита деформации [6, 7], что приводит к снижению коррозионной стойкости и надежности элемента. Для улучшения характеристик элементов, таких как износ- и эрозионная стойкость, при сохранении коррозионной стойкости рекомендуется применение аустенитных коррозионностойких азотсодержащих сталей, в которых за счет высокой концентрации азота обеспечивается фазовая стабильность.

Для различных изделий авиационной техники в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ разработана аустенитная коррозионностойкая азотсодержащая сталь ВНС53-Ш, которая за счет фазовой стабильности структуры обладает более высокими характеристиками коррозионной стойкости, а при интенсивной пластической деформации поверхностных слоев – более высокой износостойкостью по сравнению со сталью 12X18H10T [5–13].

Сталь ВНС53-Ш (08X21Г11АН6-Ш) относится к системе легирования Fe–Cr–Mn–Ni–N, поэтому при дополнительной термической обработке из твердого раствора можно выделять нитриды, которые в большинстве случаев способствуют повышению износостойкости. Вследствие образования мелкодисперсных нитридов общая твердость образцов при измерении по шкале Виккерса может незначительно изменяться, в связи с чем необходимы исследования в области взаимосвязи изменения физических характеристик материалов, таких как удельное электросопротивление, с происходящими структурно-фазовыми превращениями.

В авиационном машиностроении, где требования к надежности, безопасности и ресурсу конструкций предельно высоки, особое значение имеют неразрушающие методы контроля [14, 15]. Среди них в настоящее время активно развиваются методы акустической эмиссии и измерения удельного электросопротивления по стандарту IACS (International Annealed Copper Standard), обеспечивающие оперативную оценку структурного состояния и качества металлических материалов без нарушения их целостности [16, 17]. Измерения по стандарту IACS опираются на сравнительный принцип: электропроводность исследуемого образца сопоставляется с эталонным значением для отожженной меди при 20 °С. На регистрируемые показания в процессе генерации переменного электромагнитного поля катушкой датчика и возбуждения вихревых токов в приповерхностном слое материала влияют:

- фазовые превращения;
- изменения степени упорядоченности кристаллической решетки;
- образование и распад вторичных фаз;
- плотность дефектов кристаллического строения (дислокаций, вакансий);
- перераспределение легирующих элементов в твердом растворе.

Таким образом, исследование взаимосвязи электросопротивления с протекающими структурно-фазовыми превращениями позволит улучшить характеристики и контроль качества термической обработки аустенитных азотсодержащих сталей.

В рамках данной работы для коррозионностойкой азотсодержащей стали ВНС53-III исследовано изменение микроструктуры и электросопротивления, измеряемого по стандарту IACS, в зависимости от режимов термической обработки в температурном диапазоне от 200 до 1000 °С.

Материалы и методы

В качестве объектов исследования использовали цилиндрические заготовки Ø20×20 мм из коррозионностойкой азотсодержащей стали ВНС53-III, вырезанные из горячедеформированного прутка. Заготовки после горячей деформации подвергали нагреву до температуры более 1000 °С с последующим охлаждением в воде для обеспечения гомогенной аустенитной структуры и повторному нагреву в диапазоне от 200 до 1000 °С с шагом 100 °С с последующим охлаждением в воде для фиксации фазовых превращений. Выдержка при температуре повторного нагрева составила ≥ 1 ч.

Термодинамический анализ фазового состава проводили в специализированном программном обеспечении, использующем метод CalPhaD. Входными параметрами служили химический состав стали и температурный интервал термической обработки.

Металлографические исследования микроструктуры проводили с применением оптического микроскопа при увеличениях $\times 200$ и $\times 500$. Травление образцов для выявления микроструктуры осуществляли электролитически в 10%-ном растворе щавелевой кислоты при напряжении ≤ 5 В.

Твердость образцов измеряли по методу Виккерса при нагрузке 1 кг (10 Н) в соответствии с ГОСТ 2999–75.

Электросопротивление исследовали методом возбуждения вихревых токов в приповерхностном слое в соответствии со стандартом IACS при частотах 60, 120, 240, 480 и 960 кГц. Удельное электросопротивление материала рассчитывали в соответствии с формулой

$$\rho_{\text{мат}} = \frac{1,7241 \cdot 10^8}{\% \text{IACS}} \cdot 100 \%,$$

где %IACS – значение, регистрируемое прибором.

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

Результаты и обсуждение

Проведен термодинамический расчет фазового состава стали в равновесном состоянии (рис. 1). Показано, что при длительном отжиге фазовый состав стали может включать фазу с объемно-центрированной кубической (ОЦК) решеткой и большое количество σ -фазы в связи с высоким содержанием хрома (> 20 %). Кроме того, присутствует прерывистый распад в виде π -фазы, при которой происходит локальное обезлегирование твердого раствора никелем, хромом и азотом с образованием перлитоподобных структур в виде последовательных областей твердого раствора с нитридами хрома [18–22].

По диаграмме Потака–Сагалевиц [23] для хромового эквивалента мартенситообразования получено значение коэффициента $\text{Cr}_{\text{экв}}^{\text{M}} = -35,26$, что свидетельствует о высокой стабильности аустенитной структуры при кристаллизации. Для хромового эквивалента ферритообразования достигнуто значение коэффициента $\text{Cr}_{\text{экв}}^{\text{F}} = 9,04$, что подтверждает возможное присутствие δ -феррита в структуре. Согласно расчетам,

сталь марки ВНС53-III может содержать ~20 % δ -феррита, однако при этом не учитывается способность высоких концентраций азота подавлять ферритообразование.

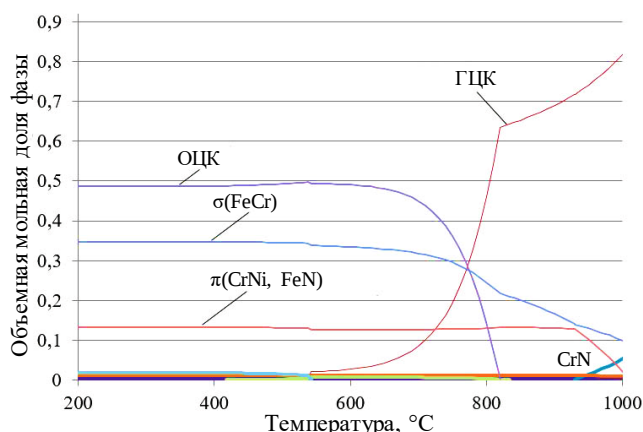


Рис. 1. Термодинамический расчет фазового состава стали ВНС53-III в равновесном состоянии (ОЦК, ГЦК – фазы с объемно-центрированной кубической и гранецентрированной кубической решеткой соответственно)

Металлографические исследования (рис. 2) показали, что в интервале температур отпуска 200–500 °С структура стали не изменяется – сохраняется твердый раствор аустенита с гранецентрированной кубической решеткой (ГЦК) без выделений каких-либо фаз. Увеличение температуры до 600 °С привело к выделению нитридов хрома Cr_2N из твердого раствора по границам зерен (рис. 2, д). При температуре 700 °С объемное содержание нитридов хрома увеличилось и начался процесс формирования прерывистого распада с образованием перлитоподобной структуры (рис. 2, е). Согласно расчетам, начиная с 750 °С происходит активный переход ОЦК–ГЦК, растворение σ -фазы в твердом растворе, а также перераспределение легирующих элементов и увеличение доли π -фазы. При 800 °С доля π -фазы увеличивается, что дополнительно выявлено при анализе микроструктуры (рис. 2, ж). Расчетные данные также подтверждаются для образцов, подвергнутых обработке при температурах 900 и 1000 °С, – уменьшаются доля прерывистого распада ввиду растворения π -фазы в твердорастворной матрице и содержание нитридов.

Анализ изменения твердости образцов (рис. 3) позволил установить следующее. При повышении температуры обработки до 500 °С твердость стали практически не изменяется, что связано со стабильностью фазового состава и отсутствием образования избыточных фаз (карбидов, нитридов, карбонитридов). При температуре 600 °С твердость увеличивается до ~298 HV_1 , что объясняется активным выделением нитридов хрома из твердого раствора, которое, согласно результатам металлографических исследований, происходит преимущественно по границам зерен.

Дальнейшее увеличение температуры до 800 °С вызывает незначительное снижение твердости (до 285 HV_1). При этом происходят перераспределение легирующих элементов в твердом растворе, подготовка к прерывистому распаду и локальному образованию перлитоподобных структур. Несмотря на то что прерывистый распад приводит к образованию нитридов хрома, снижение содержания никеля в твердом растворе вызывает уменьшение твердости локальных областей до 150 HV_1 (рис. 4). Это в свою очередь снижает объемную твердость образца. Увеличение твердости образцов до 310 HV_1 связано с одновременным протеканием процессов перекристаллизации и переходом π -фазы и части нитридов хрома в твердый раствор.

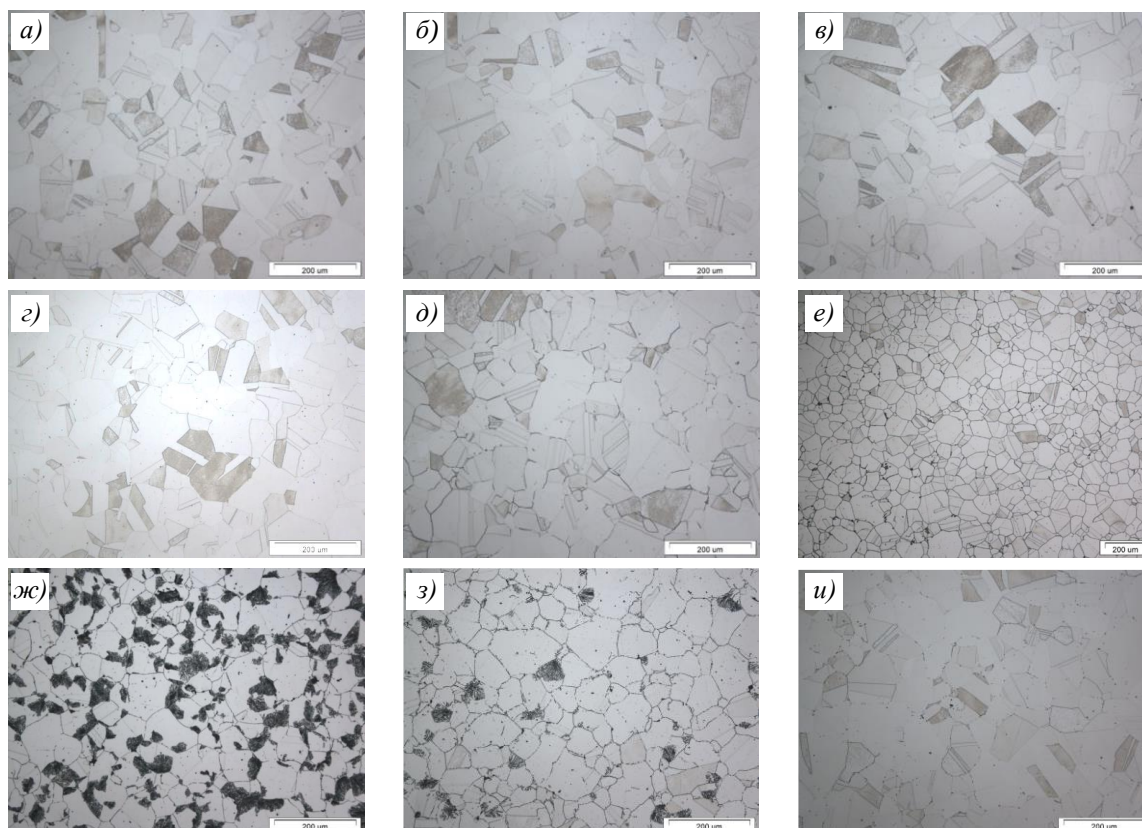


Рис. 2. Микроструктуры ($\times 200$) стали ВНС53-III после термической обработки при температуре 200 (а), 300 (б), 400 (в), 500 (г), 600 (д), 700 (е), 800 (ж), 900 (з) и 1000 °C (и)

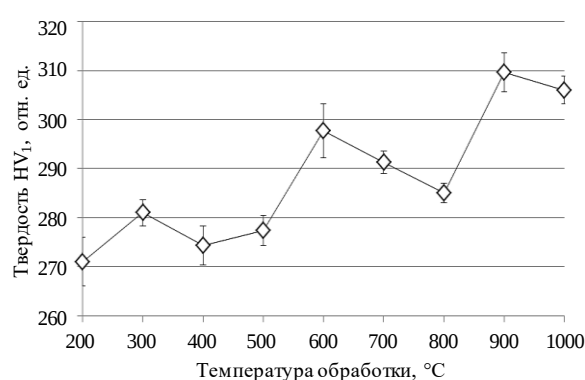


Рис. 3. Изменение твердости HV_1 образцов из стали ВНС53-III в зависимости от температуры обработки

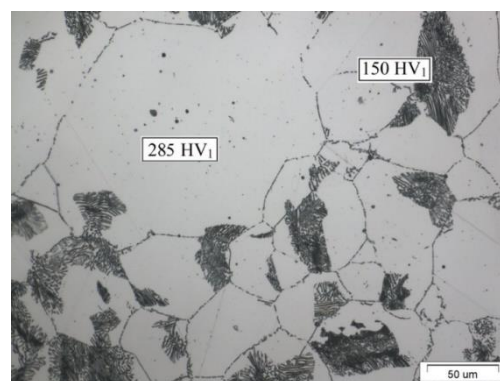


Рис. 4. Микроструктура прерывистого распада в стали марки ВНС53-III

Удельное электросопротивление чувствительно к структурным изменениям, особенно к обеднению твердорастворной матрицы легирующими элементами, а также к выпадению избыточных фаз. Сталь ВНС53-III является маломагнитной, поэтому измерение удельного электросопротивления с применением вихретокового метода обеспечивает высокую точность исследований.

Для сравнительной оценки проведены измерения при различных частотах. Результаты позволили установить, что измерения при 60 кГц дают высокие значения удельного электросопротивления (рис. 5, а), в то время как использование диапазона частот 120–960 кГц обеспечивает идентичный характер распределения значений

с небольшим отклонением (рис. 5, б). Для более точного определения зависимости удельного электросопротивления от изменений микроструктуры использованы средние значения при диапазоне частот 120–960 кГц.

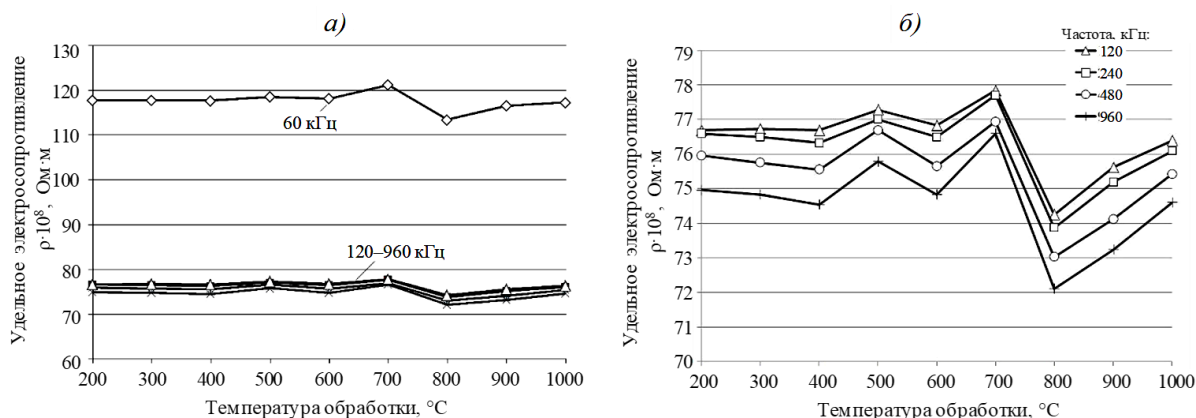


Рис. 5. Изменение удельного электросопротивления образцов из стали ВНС53-III в зависимости от температуры обработки при диапазоне частот измерения 60–960 (а) и 120–960 кГц (б)

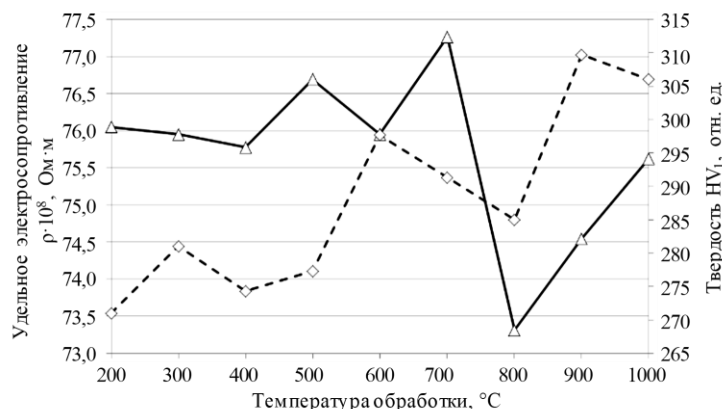


Рис. 6. Сравнение результатов изменения удельного электросопротивления (Δ) и твердости ($\Diamond$) образцов из стали ВНС53-III в зависимости от температуры обработки

Сравнение результатов измерения твердости и удельного электросопротивления после обработки при различных температурах (рис. 6) позволили выявить следующие закономерности:

- в температурном диапазоне обработки от 200 до 400 °C удельное электросопротивление практически не изменяется, несмотря на колебания твердости;
- при температурах обработки от 500 до 700 °C происходят начальное увеличение удельного электросопротивления вследствие возможного образования σ -фазы и дальнейшее снижение вследствие выделения нитридов при 600 °C. Наибольшее электросопротивление ($77,2 \cdot 10^{-8} \text{Om} \cdot \text{m}$) достигается при выделении нитридов по границам зерен из твердого раствора и в начале процесса формирования зон прерывистого распада с образованием перлитоподобных структур, подобно формированию зон Гинье–Престона, что в свою очередь способствует увеличению электросопротивления;
- активное выделение нитридов хрома и зон прерывистого распада с обеднением никелем твердого раствора при температуре обработки 800 °C приводит к снижению электросопротивления на 5 % (до $73,3 \cdot 10^{-8} \text{Om} \cdot \text{m}$), что согласуется с исследованиями, проведенными на других материалах [24];

– активная перерекристаллизация структуры, растворение нитридов и легирующих элементов в твердом растворе в диапазоне температур 900–1000 °С приводят к увеличению электросопротивления до $75,6 \cdot 10^{-8}$ Ом·м из-за искажения кристаллической решетки.

Полученные значения удельного электросопротивления можно использовать для контроля фазового состава стали ВНС53-Ш:

– $\rho = (75,5–77,0) \cdot 10^{-8}$ Ом·м – формирование ГЦК-структуры без значительного выделения нитридов;

– $\rho > 77,0 \cdot 10^{-8}$ Ом·м – значительное выделение нитридов по границам зерен;

– $\rho < 73,5 \cdot 10^{-8}$ Ом·м – образование зон прерывистого распада.

Для точного подтверждения данных значений необходимо провести дополнительные исследования изменений полуфабриката, а также совместного влияния степени деформации и структурно-фазовых превращений в процессе термической обработки.

Заключения

В рамках данной работы проведено комплексное исследование взаимосвязи удельного электросопротивления со структурно-фазовыми превращениями в аустенитной коррозионностойкой азотсодержащей стали ВНС53-Ш при термической обработке в диапазоне температур 200–1000 °С.

Установлено, что в интервале температур 200–500 °С фазовый состав и микроструктура стали остаются стабильными: выделения избыточных фаз не наблюдается, твердость и удельное электросопротивление практически не изменяются.

При температурах 600–700 °С происходит активное выделение нитридов хрома Cr_2N по границам зерен и начинают формироваться зоны прерывистого распада с образованием перлитоподобных структур. Данные процессы сопровождаются увеличением твердости до 298 HV₁ и достижением максимального значения удельного электросопротивления ($77,2 \cdot 10^{-8}$ Ом·м), что обусловлено искажением кристаллической решетки за счет выделения нитридов и перераспределением легирующих элементов для формирования зон прерывистого распада.

При температуре 800 °С развитие прерывистого распада и обеднение твердого раствора никелем приводят к снижению удельного электросопротивления (на ~5 % – до $73,3 \cdot 10^{-8}$ Ом·м) и твердости (до 285 HV₁), что согласуется с данными, полученными для других материалов с аналогичными структурными изменениями.

В диапазоне 900–1000 °С активная рекристаллизация структуры и растворение нитридов в твердом растворе способствуют повышению твердости до 310 HV₁ и восстановлению удельного электросопротивления до $75,6 \cdot 10^{-8}$ Ом·м вследствие искажения кристаллической решетки растворенными легирующими элементами.

На основании полученных результатов предложены пороговые значения удельного электросопротивления для неразрушающего контроля фазового состояния стали ВНС53-Ш по стандарту IACS, открывающие возможность практического применения данного метода для оперативной оценки качества термической обработки в условиях производства.

Для окончательного подтверждения установленных закономерностей и расширения области применения метода необходимо проведение дополнительных исследований с учетом степени предварительной деформации полуфабриката и совместного влияния термомеханических факторов на структурно-фазовые изменения в стали ВНС53-Ш.

Список источников

1. Филиппов М.А., Литвинов В.С., Немировский Ю.Р. Стали с метастабильным аустенитом. М.: Металлургия, 1988. 256 с.
2. Мушникова С.Ю., Костин С.К., Сагарадзе В.В., Катаева Н.В. Структура, свойства и сопротивление коррозионному растрескиванию азотсодержащей аустенитной стали, упрочненной термомеханической обработкой // Физика металлов и металловедение. 2017. Т. 118. № 11. С. 1223–1235. DOI: 10.7868/S0015323017110092.

3. Свяжин А.Г., Капуткина Л.М. Азотистые и высокоазотистые стали. Промышленные технологии и свойства // Известия высших учебных заведений. Черная Металлургия. 2019. № 62 (3). С. 173–187. DOI: 10.17073/0368-0797-2019-3-173-187.
4. Кушнерева Д.С., Сапожников Г.В. Исследование свойств новых высокопрочных нержавеющих сталей // Химическая физика и мезоскопия. 2019. Т. 21. № 1. С. 39–44.
5. Севальнев Г.С., Дружинина М.Э., Вознесенская Н.М. и др. Структурные изменения поверхностных слоев при испытании на изнашивание высокопрочной аустенитной стали ВНС-53 // Металлы. 2023. № 4. С. 76–81.
6. Парменова О.Н. Влияние холодной деформации на коррозионную стойкость аустенитных сталей в морской воде // Уральская школа молодых металлургов: сб. материалов и докл. XIX Междунар. науч.-техн. Уральской школы-семинара металлургов – молодых ученых. Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2018. С. 332–333.
7. Бубнов В.А. Механизм перехода аустенита в мартенсит при холодной пластической деформации аустенитных сталей // Известия высших учебных заведений. Машиностроение. 2018. № 11 (704). С. 14–19.
8. Костина М.В., Кудряшов А.Э., Спицина И.В. и др. Исследование влияния горячей прокатки и температуры нагрева под закалку на структуру и твердость сталей Fe–13%Cr, легированных азотом, ванадием, ниобием // Металлы. 2024. № 3. С. 21–31. DOI: 10.31857/S0869573324032131.
9. Лукин Е.И., Блинов В.М., Банных И.О. и др. Влияние холодной прокатки на структуру и механические свойства коррозионностойкой азотосодержащей мартенситно-аустенитно-ферритной стали 03X17AH2Ф // Электрометаллургия. 2025. № 2. С. 11–19. DOI: 10.31044/1684-5781-2025-0-2-11-19.
10. Betsofen S.Ya., Lukin E.I., Ashmarin A.A. et al. Effect of Cold Rolling on the Phase Composition, Texture, and Residual Stresses in Steels with 15,9 and 17,7 % Mn // Russian Metallurgy (Metally). 2025. Vol. 2025. No. 3. P. 603–610. DOI: 10.1134/S0036029525700168.
11. Севальнев Г.С., Дульнев К.В., Рыжков П.В., Леонов А.В., Вознесенская Н.М. Оптимизация термической обработки высокопрочной коррозионностойкой азотсодержащей стали для получения бесшовных тонкостенных труб // Труды ВИАМ. 2025. № 8 (150). С. 41–52. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 11.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-8-41-52.
12. Севальнев Г.С., Громов В.И., Дульнев К.В., Севальнева Т.Г. Контактная выносливость азотистых аустенито-мартенситных сталей с различным механизмом упрочнения // Авиационные материалы и технологии. 2024. № 2 (75). С. 3–14. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 25.01.2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-2-3-14.
13. 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.
14. Пичугин С.С., Шитиков В.С., Головкин А.Н. Неразрушающие методы оценки остаточных напряжений // Труды ВИАМ. 2024. № 1 (131). С. 101–112. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 11.01.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-1-101-112.
15. Леднев И.С. Магнитные методы неразрушающего контроля деталей авиационной техники // Авиационные материалы и технологии. 2024. № 1 (74). С. 111–120. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 11.01.2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-1-111-120.
16. Lin G., Zhang Z., Wang H. et al. Enhanced strength and electrical conductivity of Al–Mg–Si alloy by thermo-mechanical treatment // Materials Science and Engineering: A. 2016. Vol. 650. P. 210–217.
17. Cui X., Wu Y., Zhang G. et al. Study on the improvement of electrical conductivity and mechanical properties of low alloying electrical aluminum alloys // Composites. Part B: Engineering. 2017. Vol. 110. P. 381–387.
18. Банных И.О. Структурные особенности и перспективы применения высокоазотистых аустенитных сталей // Металловедение и термическая обработка металлов. 2019. № 5. С. 22–29.
19. Bannykh O.A., Blinov V.M. On the effect of discontinuous decomposition on the structure and properties of high-nitrogen steels and on methods for suppression thereof // Steel research. 1991. Vol. 62. No. 1. P. 38–45.

20. Сагарадзе В.В., Фомина О.В., Вихарева Т.В. и др. Особенности распада дельта-феррита в азотсодержащих аустенитных сталях // Физика металлов и металловедение. 2018. Т. 119. № 3. С. 296–302.
21. Беломытцев М.Ю. Закономерности формирования аустенитного зерна в 12%-ных хромистых жаропрочных ферритно-мартенситных сталях // Известия высших учебных заведений. Черная Металлургия. 2023. Т. 66. № 2. С. 168–176.
22. Банных И.О. Корреляция зеренной структуры и механических свойств высокоазотистой аустенитной стали 02X20AG10H4MФБ после отжига // Деформация и разрушение материалов. 2015. № 12. С. 25–29.
23. Потак Я.М. Высокопрочные стали. М.: Металлургия, 1972. 208 с.
24. Елисеев Э.А., Леонов А.В., Вознесенская Н.М., Нефедкин Д.Ю. Исследование изменения структуры под действием влияния различных технологических факторов на свойства холоднокатаной ленты из никель-бериллиевого сплава марки 97НЛ-ВИ // Проблемы черной металлургии и материаловедения. 2022. № 1. С. 29–34.

References

1. Filippov M.A., Litvinov V.S., Nemirovsky Yu.R. *Steels with metastable austenite*. Moscow: Metallurgiya, 1988, 256 p.
2. Mushnikova S.Yu., Kostin S.K., Sagaradze V.V., Kataeva N.V. Structure, properties and resistance to stress corrosion cracking of nitrogen-containing austenitic steel strengthened by thermomechanical treatment. *Fizika metallov i metallovedenie*, 2017, vol. 118, no. 11, pp. 1223–1235. DOI: 10.7868/S0015323017110092.
3. Svyazhin A.G., Kaputkina L.M. Nitrogen and high-nitrogen steels. Industrial technologies and properties. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Chernaya Metallurgiya*, 2019, no. 62 (3), pp. 173–187. DOI: 10.17073/0368-0797-2019-3-173-187.
4. Kushnereva D.S., Sapozhnikov G.V. Study of the properties of new high-strength stainless steels. *Khimicheskaya fizika i mezoskopiya*, 2019, vol. 21, no. 1, pp. 39–44.
5. Sevalnev G.S., Druzhinina M.E., Voznesenskaya N.M. et al. Structural changes in surface layers during wear testing of high-strength austenitic steel VNS-53. *Metally*, 2023, no. 4, pp. 76–81.
6. Parmenova O.N. Effect of Cold Deformation on the Corrosion Resistance of Austenitic Steels in Seawater. *Ural School of Young Metallurgists: Coll. of Materials and Reports of the XIX Int. Scientific and Technical. Ural School-Seminar of Metallurgists – Young Scientists*. Ekaterinburg: Ural Univ. Publ. House, 2018, pp. 332–333.
7. Bubnov V.A. Mechanism of the Transition of Austenite to Martensite during Cold Plastic Deformation of Austenitic Steels. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Mashinostroyeniye*, 2018, no. 11 (704), pp. 14–19.
8. Kostina M.V., Kudryashov A.E., Spitsina I.V. et al. Study of the Effect of Hot Rolling and Heating Temperature for Quenching on the Structure and Hardness of Fe–13%Cr Steels Alloyed with Nitrogen, Vanadium, and Niobium. *Metally*, 2024, no. 3, pp. 21–31. DOI: 10.31857/S0869573324032131.
9. Lukin E.I., Blinov V.M., Bannykh I.O. et al. Effect of cold rolling on the structure and mechanical properties of corrosion-resistant nitrogen-containing martensitic-austenitic-ferritic steel 03Kh17AN2F. *Electrometallurgiya*, 2025, no. 2, pp. 11–19. DOI: 10.31044/1684-5781-2025-0-2-11-19.
10. Betsofen S.Ya., Lukin E.I., Ashmarin A.A. et al. Effect of Cold Rolling on the Phase Composition, Texture, and Residual Stresses in Steels with 15,9 and 17,7 % Mn. *Russian Metallurgy (Metally)*, 2025, vol. 2025, no. 3, pp. 603–610. DOI: 10.1134/S0036029525700168.
11. Sevalnev G.S., Dulnev K.V., Ryzhkov P.V., Leonov A.V., Voznesenskaya N.M. Optimization of heat treatment for high-strength corrosion-resistant nitrogen-containing steel to produce seamless thin-walled tubes. *Trudy VIAM*, 2025, no. 8 (150), pp. 41–52. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 11, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-8-41-52.
12. Sevalnev G.S., Gromov V.I., Dulnev K.V., Sevalneva T.G. Contact endurance of nitrogenous austenitic-martensitic steels with different hardening mechanism. *Aviation materials and technologies*, 2024, no. 2 (75), pp. 3–14. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: January 25, 2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-2-3-14.

13. 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.
14. Pichugin S.S., Shitikov V.S., Golovkov A.N. Non-destructive methods for residual stress assessment. *Trudy VIAM*, 2024, no. 1 (131), pp. 101–112. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: January 11, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-1-101-112.
15. Lednev I.S. Magnetic methods of non-destructive testing of aircraft parts. *Aviation materials and technologies*, 2024, no. 1 (74), pp. 111–120. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: January 11, 2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-1-111-120.
16. Lin G., Zhang Z., Wang H. et al. Enhanced strength and electrical conductivity of Al–Mg–Si alloy by thermo-mechanical treatment. *Materials Science and Engineering: A*, 2016, vol. 650, pp. 210–217.
17. Cui X., Wu Y., Zhang G. et al. Study on the improvement of electrical conductivity and mechanical properties of low alloying electrical aluminum alloys. *Composites. Part B: Engineering*, 2017, vol. 110, pp. 381–387.
18. Bannykh I.O. Structural features and prospects for the application of high-nitrogen austenitic steels. *Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov*, 2019, no. 5, pp. 22–29.
19. Bannykh O.A., Blinov V.M. On the effect of discontinuous decomposition on the structure and properties of high-nitrogen steels and on methods for suppression thereof. *Steel research*, 1991, vol. 62, no. 1, pp. 38–45.
20. Sagaradze V.V., Fomina O.V., Vikhareva T.V. et al. Features of delta-ferrite decomposition in nitrogen-containing austenitic steels. *Fizika metallov i metallovedenie*, 2018, vol. 119, no. 3, pp. 296–302.
21. Belomyttsev M.Yu. Regularities of austenite grain formation in 12% chromium heat-resistant ferritic-martensitic steels. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Chernaya Metallurgiya*, 2023, vol. 66, no. 2, pp. 168–176.
22. Bannykh I.O. Correlation of grain structure and mechanical properties of high-nitrogen austenitic steel 02Kh20AG10N4MFB after annealing. *Deformatsiya i razrusheniye materialov*, 2015, no. 12, pp. 25–29.
23. Potak Ya.M. *High-strength steels*. Moscow: Metallurgiya, 1972, 208 p.
24. Eliseev E.A., Leonov A.V., Voznesenskaya N.M., Nefedkin D.Yu. Study of structure changes under the influence of various technological factors on the properties of cold-rolled strip made of nickel-beryllium alloy grade 97NL-VI. *Problemy chernoy metallurgii i metallovedeniya*, 2022, no. 1, pp. 29–34.

Информация об авторах

Севальнев Герман Сергеевич, начальник лаборатории, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

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

Севальнева Татьяна Геннадьевна, инженер, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Дульнев Константин Владимирович, инженер 1 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

German S. Sevalnev, Head of Laboratory, Candidate of Science (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Aleksandr V. Sheremetiev, Head of Branch, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Tatyana G. Sevalneva, Engineer, Candidate of Science (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Konstantin V. Dulnev, First Category Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 18.03.2026; одобрена и принята к публикации после рецензирования 14.05.2026.

The article was submitted 18.03.2026; approved and accepted for publication after reviewing 14.05.2026.

Научная статья

УДК 669.15

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-26-42

ОБОБЩЕННЫЙ КРИТЕРИЙ ТРЕЩИНОСТОЙКОСТИ ЖАРОПРОЧНЫХ НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ ДЛЯ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ

Д.Г. Чубов¹, С.В. Неруш¹

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

Аннотация. Предложен обобщенный безразмерный критерий трещиностойкости Ξ жаропрочных никелевых сплавов для селективного лазерного сплавления – отношение функционала пластической релаксации к функционалу накопления дефектов, объединяющее растрескивание при кристаллизации, деформационное старение и зернограничное охрупчивание с учетом кинетики выделения γ' -фазы. Бездефектному синтезу отвечает неравенство $\Xi > \Xi_{cr}$ при $\Xi_{cr} = 1$. Критерий описывает 94 % дисперсии экспериментальной плотности трещин по сравнению с 41–74 % для известных критериев. На его основе разработаны сплавы ВЖС1 ($R^2_{adj} = 0,88$ при шести подгоняемых параметрах) и ВЖС3, синтезированные без макротрещин.

Ключевые слова: селективное лазерное сплавление, жаропрочные никелевые сплавы, критерий трещиностойкости, γ' -фаза, CALPHAD, обратное проектирование, сплавы ВЖС1 и ВЖС3

Для цитирования: Чубов Д.Г., Неруш С.В. Обобщенный критерий трещиностойкости жаропрочных никелевых сплавов для селективного лазерного сплавления // Труды ВИАМ. 2026. № 7 (161). С. 26–42. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-26-42.

Scientific article

GENERALIZED CRACK-RESISTANCE CRITERION NICKEL-BASED SUPERALLOYS FOR SELECTIVE LASER MELTING

D.G. Chubov¹, S.V. Nerush¹

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 generalized dimensionless crack-resistance criterion Ξ for nickel-based superalloys processed by selective laser melting is proposed – the ratio of the plastic relaxation functional to the damage accumulation functional, combining solidification cracking, strain-age cracking and grain-boundary embrittlement with the γ' precipitation kinetics. Defect-free synthesis corresponds to $\Xi > \Xi_{cr}$ with $\Xi_{cr} = 1$. The criterion accounts for 94 % of the experimental crack density variance against 41–74 % for known criteria. The VZhS1 (adjusted $R^2 = 0,88$ for six fitted parameters) and VZhS3 alloys designed with it were synthesized crack-free.

Keywords: selective laser melting, nickel-based superalloys, crack-resistance criterion, γ' -phase, CALPHAD, inverse alloy design, VZhS1, VZhS3

For citation: Chubov D.G., Nerush S.V. Generalized crack-resistance criterion nickel-based superalloys for selective laser melting. *Trudy VIAM*, 2026, no. 7 (161), pp. 26–42. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-26-42.

Введение

Возрастание параметров рабочего процесса газотурбинных двигателей нового поколения ограничено температурным ресурсом материалов горячего тракта. Применительно к перспективным двигателям семейства ПД требования к рабочим лопаткам и сопловым аппаратам турбины низкого давления сформулированы для температур $>800^\circ\text{C}$, причем заготовки предполагается получать методом аддитивных технологий, а не литьем по выплавляемым моделям.

Это решение подробно разобрано в работах [1, 2]. Селективное лазерное сплавление (СЛС) сокращает технологический цикл, исключает сварные соединения, которые всегда остаются потенциальными источниками дефектов, и уменьшает коэффициент расхода металла (отношение массы заготовки к массе готовой детали) до величины $\sim 1,5$ по сравнению со значениями 5–10 при литье с последующей механической обработкой. Существенно и то, что режимы синтеза необходимо подбирать не только с условием получения плотного бездефектного материала, но и с требованиями по шероховатости поверхностного слоя и точности изготовления, поскольку высотные параметры шероховатости и достижимый квалитет размера определяются скоростью сканирования, стратегией штриховки и ориентацией построения [3].

Отечественный опыт СЛС жаропрочных никелевых сплавов накоплен главным образом на сплавах с небольшой объемной долей упрочняющей γ' -фазы. Сплавы ЭП648 и ВЖ159 синтезируют без трещин [4–7], на их основе получены металломатричные композиты [8], исследованы коррозионностойкие композиции [9]. При синтезе методом СЛС литейных составов с содержанием γ' -фазы $f_{\gamma'} > 30\%$ возникает растрескивание: для сплава ЖС32-ВИ бездефектный синтез удастся лишь на монокристаллической подложке [10], а в обзоре [11] показано растрескивание как основное препятствие для всего этого класса материалов. Структурная нестабильность сплавов с высоким содержанием γ' -фазы при СЛС рассмотрена в статье [12], опыт синтеза экспериментального состава изложен в источнике [13].

Зарубежные данные демонстрируют аналогичную закономерность. Сплавы IN718 ($f_{\gamma'} \approx 15\text{--}20\%$), IN625 ($f_{\gamma'} < 5\%$) и однофазный Hastelloy X синтезируют без дефектов [14], тогда как при переходе к сплавам IN738LC, IN939, CM247LC и MAR M247 подбор параметров процесса не обеспечивает бездефектного синтеза. В работе [14] из двенадцати сплавов, синтезированных в идентичных условиях, шесть растрескались с плотностью трещин до 12 мм^{-1} .

Причина в том, что составы традиционных сплавов оптимизировали под литье со скоростями охлаждения $10^0\text{--}10^2\text{ К/с}$, в процессе сварки $10^3\text{--}10^4\text{ К/с}$, а при СЛС скорость достигает $10^5\text{--}10^6\text{ К/с}$ при температурных градиентах $>10^6\text{ К/м}$ и циклическом нагреве ранее затвердевших слоев [15, 16]. Материал, который для литейной технологии считается благоприятным, в этих условиях оказывается за пределами своей области термодинамической стабильности. Отсюда следует, что сплав для аддитивного производства требуется проектировать самостоятельно, оптимизируя трещиностойкость при синтезе и жаропрочность при эксплуатации совместно, а не последовательно.

Предложенные ранее способы оценки склонности к растрескиванию при СЛС разделены на пять групп, и ни одна из них не учитывает условия целиком.

Эмпирические индексы $[\text{Al} + \text{Ti}]$ и SAC (strain age cracking) $[\text{Al} + \text{Ti} + \text{Nb} + \text{Ta}]$ [17, 18] оперируют суммарным содержанием γ' -формирующих элементов. Механизмы растрескивания они не разграничивают, кинетика фазовых превращений и поля термических напряжений в них не входят, и различить сплавы с близким составом, но существенно разной экспериментальной плотностью трещин с их помощью не удастся. Близкие по идеологии ограничения по составу – содержание Al менее 6 % (атомн.)

и суммарное содержание Ti, Ta, Nb и W менее 8 % (атомн.) – предложены для γ' -упрочняемых кобальтовых сплавов [19], для которых пониженная температура сольвус γ' -фазы прямо использована для повышения свариваемости при лазерной наплавке.

Критерий RDG (Rappaz–Drezet–Gremaud) [20] отражает механику двухфазной зоны и описывает только кристаллизационное растрескивание сплава. Деформационное старение, доминирующее у сплавов с высоким содержанием γ' -фазы при СЛС [15, 16], остается за его рамками.

Критерий SCI (solidification cracking index) [21] свидетельствует о склонности сплава к кристаллизационному растрескиванию по наклону кривой кристаллизации вблизи терминальной точки и наследует то же ограничение.

Подход Alloys-by-Design [22, 23] сочетает CALPHAD-расчеты (CALculation PHase Diagram) с регрессионными моделями и привел к разработке серии ABD-сплавов для СЛС. Трещиностойкость для этих сплавов оценивают косвенно (через параметры изменения температур солидус и сольвус: ΔT_{sol} и ΔT_{solv}), без функционала, который связывал бы состав с механикой разрушения.

Методы машинного обучения [24–26] обеспечивают поиск по обширным библиотекам составов, однако физически непрозрачны: явных конститутивных уравнений модель не содержит, что ограничивает экстраполяцию и не указывает на механизм улучшения трещиностойкости материалов. Близкий по идеологии путь реализуют интегрированные информационные системы, аккумулирующие данные по свойствам авиационных материалов и достраивающие модели типа «состав–свойство» [27]. Такие системы работают с эксплуатационными характеристиками и не содержат аппарата для описания неравновесной механики разрушения при нестационарных термических циклах послыйного синтеза.

Собрать в одном формальном признаке механику полей термических напряжений, кинетику фазовых превращений в условиях СЛС и физику разрушения на разных масштабных уровнях ни один из перечисленных подходов не позволяет. Построению такого критерия и его применению к разработке жаропрочных никелевых сплавов для СЛС посвящена данная работа.

Материалы и методы

Исследованы экспериментальные жаропрочные никелевые сплавы ВЖС1 и ВЖС3, составы которых разработаны на основе предложенного обобщенного критерия трещиностойкости Ξ с применением CALPHAD-оптимизации. Данные по промышленным сплавам, использованные для сравнения, взяты из научно-технической литературы.

Фазовые равновесия, температуры фазовых превращений (ликвидус T_{liq} , солидус T_{sol} , сольвус T_{solv}), равновесные объемные доли фаз рассчитывали методом CALPHAD. Характерное время зарождения γ' -фазы τ_n и энергию активации Q_n оценивали по диффузионным данным для системы Ni–Al–Ti [28].

Металлопорошковые композиции (рабочая фракция 10–63 мкм) получали газовой атомизацией расплава в среде аргона. Порошок использовали в состоянии первичной поставки (без оборота), что исключало влияние деградации гранул при многократном использовании [29].

Образцы синтезировали на промышленной установке СЛС в защитной атмосфере аргона при содержании кислорода <0,1 % (объемн.) с подогревом подложки до 200 °С при ориентации построения ХЗ. Прогноз критерия относится к состоянию непосредственно после синтеза, поэтому контроль трещин выполняли на образцах, термической обработке не подвергавшихся.

Часть образцов после контроля трещин подвергали полной термической обработке – горячему изостатическому прессованию, рекристаллизационному отжигу и

многоступенчатому старению. Эта часть работы понадобилась для того, чтобы установить, какая γ/γ' -структура формируется в спроектированных сплавах. Температуру контролировали термопарами с погрешностью $\pm 5^\circ\text{C}$.

Наличие трещин определяли на металлографических шлифах, вырезанных электроэрозионным методом в плоскости, параллельной оси построения. Микроструктуру изучали методом сканирующей электронной микроскопии в режимах вторичных и обратно рассеянных электронов при ускоряющем напряжении 15–20 кВ и методом просвечивающей электронной микроскопии при 200 кВ. Фазовый состав синтезированного материала контролировали дифракцией на выделенной области (SAED) по наличию или отсутствию сверхструктурных отражений $L1_2$, диагностических для γ' -фазы.

Длительную прочность определяли по ГОСТ 10145–81 при постоянном приложенном напряжении до разрушения образцов, нагрев вели в трехзонной электрической печи с контролем температуры термопарами, закрепленными на образце.

Качество регрессионных моделей оценивали по коэффициенту детерминации R^2 и коэффициенту ранговой корреляции Спирмена r_s . Чувствительность модели Ξ к варьированию входных параметров определяли методом глобального анализа Соболя.

Результаты и обсуждение

Смысл модели состоит в том, чтобы не подбирать очередной параметр, а описать конкуренцию двух процессов, которые при послойном синтезе идут одновременно и в одном и том же объеме материала – накопления повреждений и их залечивания за счет пластического течения. Механика полей термических напряжений входит в модель явно, кинетика выделения γ' -фазы описывается уравнением Джонсона–Мела–Аврами–Колмогорова (ЖМАК), а три механизма растрескивания сводятся в один функциональный процесс, причем каждое слагаемое сохраняет самостоятельный физический смысл, а показатели степени отвечают конкретным процессам, а не результату подгонки.

В зоне термического влияния (ЗТВ) материал при СЛС последовательно проходит расплав, двухфазную область, пересыщенный γ -раствор и частично состаренный $(\gamma + \gamma')$ -раствор. Механизмы накопления дефектов и релаксации напряжений в этих состояниях различны и объединить их можно только интегрально. Обобщенный безразмерный критерий трещиностойкости Ξ вводится как отношение способности материала к пластической релаксации напряжений к кумулятивному накоплению дефектов:

$$\Xi = \frac{\Phi_{\text{rel}}}{\Phi_{\text{dam}}}, \quad (1)$$

обе величины – интегралы по времени и по объему ЗТВ за один цикл «нагрева–охлаждения»:

$$\Phi_{\text{rel}} = \int_0^{t_{\text{cycle}}} \int_{V_{\text{ЗТВ}}} \dot{\epsilon}_{\text{eq}}^{\text{pl}}(r, t) \Psi(T, f_{\gamma'}, \rho_d) dV dt; \quad (2)$$

$$\Phi_{\text{dam}} = \int_0^{t_{\text{cycle}}} \int_{V_{\text{ЗТВ}}} D(r, t) dV dt, \quad (3)$$

где $\dot{\epsilon}_{\text{eq}}^{\text{pl}}$ – скорость эквивалентной пластической деформации; Ψ – функция пластической податливости; $f_{\gamma'}$ – доля γ' -фазы; D – скорость накопления дефектов; $V_{\text{ЗТВ}}$ – объем ЗТВ; t – время; ρ_d – плотность дислокаций; T – температура.

Бездефектному синтезу при $\Xi_{\text{кр}} = 1$ соответствует условие

$$\Xi > \Xi_{\text{кр}}. \quad (4)$$

Нормирование функционалов (Φ_{rel} и Φ_{dam}) выбрано так, что порог критерия равен 1, и в логарифмических координатах критическая поверхность вырождается в плоскость $\lg \Xi_{\text{кр}} = 0$, что упрощает графическое представление.

Функция пластической податливости Ψ показывает насколько материал способен течь пластически, не растрескиваясь, и записывается произведением четырех сомножителей

$$\Psi(T, f_{\gamma'}, \rho_d) = [1 - f_{\gamma'}(T, t)]^{m_1} [1 - f_L(T)]^{m_2} \exp\left(-\frac{\rho_d}{\rho_d^{\text{cr}}}\right) \Theta(T - T_{\text{BDT}}), \quad (5)$$

где $f_L(T)$ – объемная доля жидкости при температуре T ; m – степенная функция; ρ_d^{cr} – плотность дислокации критическая; Θ – ступенчатая функция; T_{BDT} – температура хрупко-вязкого перехода.

Каждый сомножитель отражает самостоятельное, независимое от остальных ограничение пластичности. Снижение пластичности по мере выделения когерентной γ' -фазы описывает первый из них, а показатель $m_1 > 1$ задает нелинейность этого снижения. При полном расплавлении пластичность обнуляет второй сомножитель. Экспоненциальный член исчерпывает ее как только плотность дислокаций переходит критическое значение. Область ниже температуры хрупко-вязкого перехода T_{BDT} , где пластическая релаксация невозможна в принципе, отсекается ступенчатой функцией Θ .

Текущую долю γ' -фазы $f_{\gamma'}(t)$, входящую в функцию Ψ , находят из уравнения ЖМАК:

$$f_{\gamma'}(t) = f_{\gamma'}^{\text{eq}}(T) \left\{ 1 - \exp\left[-\left(\frac{t}{\tau_n(T)}\right)^{n_A}\right] \right\}, \quad (6)$$

где $f_{\gamma'}^{\text{eq}}(T)$ – равновесная доля γ' -фазы при температуре T по расчету CALPHAD; n_A – показатель Аврами; $\tau_n(T)$ – характерное время зарождения, подчиняющееся аррениусовской зависимости с энергией активации Q_n (диффузия Al, Ti, Nb) и движущей силой $\Delta G_V(T)$, обращаемой в ноль при $T = T_{\text{solv}}$.

Параметр τ_n служит величиной, изменяя которую состав управляет кинетикой трещин деформационного старения. Частичная замена Ti на Nb увеличивает время τ_n за счет более низкой диффузионной подвижности ниобия: при температуре 900 °C $D_{\text{Nb}} \approx 8,7 \cdot 10^{-15}$ м²/с против $D_{\text{Ti}} \approx 4,2 \cdot 10^{-14}$ м²/с [28, 30].

Скорость накопления дефектов складывается из вкладов трех механизмов:

$$D = D_{\text{liq}} + D_{\text{SA}} + D_{\text{hot}}. \quad (7)$$

Слагаемое D_{liq} отвечает за растрескивание в процессе кристаллизации. Оно реализуется в интервале температур $T_{\text{sol}} < T < T_{\text{liq}}$, когда деформация твердого вещества превышает порог когезии остаточных жидких пленок между дендритами, а состав влияет на него через ширину интервала кристаллизации ΔT_{sol} и степень микросегрегации.

Слагаемое D_{SA} описывает растрескивание от деформационного старения – главного механизма для сплавов с высокой долей γ' -фазы. Оно включается при повторном нагреве уже затвердевших слоев ниже температуры T_{sol} , когда в материале конкурируют два процесса: релаксация остаточных термических напряжений, требующая пластической деформации, и дисперсионное упрочнение выделяющейся γ' -фазой, которое это течение подавляет. Дефекты начинают накапливаться как только скорость упрочнения $df_{\gamma'}/dt$ больше скорости пластической релаксации $d\varepsilon_{\text{eq}}^{\text{pl}}/dt$.

Слагаемое D_{hot} учитывает зернограницное охрупчивание при формировании на границах зерен сплошных пленок карбидов и боридов. По абсолютной величине оно уступает D_{SA} , однако становится заметным при длительных выдержках нижних слоев при синтезе высоких деталей.

Для системы сплава IN939 при типичных режимах СЛС расчет дает следующее распределение вкладов в функционал Φ_{dam} : деформационное старение 65–70 %,

кристаллизационное растрескивание 20–25 %, зернограничное охрупчивание 5–10 %. Этим и объясняется, почему критерии, ориентированные исключительно на кристаллизационное растрескивание [20, 21], для данного класса сплавов обладают ограниченной предиктивной способностью.

Валидационная выборка охватывает весь диапазон значений f_{γ} – от 0 (Hastelloy X) до 65 % (CMSX-4). Термодинамические параметры рассчитаны методом CALPHAD, экспериментальные значения плотности трещин усреднены по научно-техническим литературным источникам [14, 31–33]. Параметры выборки сведены в табл. 1.

Таблица 1

**Термодинамические и кинетические параметры сплавов
валидационной выборки (расчет CALPHAD)**

Сплав	$f_{\gamma}^{\text{eq}}, \%$	$T_{\text{liq}}, ^\circ\text{C}$	$T_{\text{sol}}, ^\circ\text{C}$	$\Delta T_{\text{sol}}, ^\circ\text{C}$	$T_{\text{solv}}^{\gamma'}, ^\circ\text{C}$	$T_{\text{sol}} - T_{\text{solv}}^{\gamma'}, ^\circ\text{C}$	[Al + Ti], % (по массе)	$\bar{N}_v$	$\rho_{\text{cr}}^{\text{exp}}, \text{мм}^{-1}$	$\Xi_{\text{расч}}$
Hastelloy X*	0	1355	1260	95	–	Отсутствует	0,5	2,18	0	$\gg \Xi_{\text{кр}}$
IN625	<5	1350	1290	60	860	430	0,7	2,22	0	$\gg \Xi_{\text{кр}}$
IN718	15–20	1340	1290	50	910	380	2,4	2,30	0	$\gg \Xi_{\text{кр}}$
Waspaloy	25	1360	1300	60	1030	270	4,2	2,38	0–0,2	$> \Xi_{\text{кр}}$
IN939	35	1345	1265	80	1135	130	5,4	2,42	0,5–1,2	$\sim \Xi_{\text{кр}}$
Nimonic 115	38	1360	1275	85	1150	125	6,0	2,44	1,5–3	$< \Xi_{\text{кр}}$
IN738LC	40	1340	1265	75	1175	90	6,2	2,46	2–5	$< \Xi_{\text{кр}}$
Rene 80	42	1350	1260	90	1180	80	6,4	2,48	3–6	$\ll \Xi_{\text{кр}}$
IN713LC	45	1345	1260	85	1195	65	6,8	2,50	4–8	$\ll \Xi_{\text{кр}}$
MAR M247	55	1370	1240	130	1230	10	7,0	2,52	6–12	$\ll \Xi_{\text{кр}}$
CM247LC	60	1380	1270	110	1250	20	7,4	2,54	8–15	$\ll \Xi_{\text{кр}}$
CMSX-4	65	1395	1340	55	1290	50	7,8	2,40**	5–10	$\ll \Xi_{\text{кр}}$
Rene N5	62	1390	1345	45	1280	65	7,5	2,42**	4–9	$\ll \Xi_{\text{кр}}$
ВЖС1 (расчет)	35–40	1355	1275	80	1095	180	5,1	2,37	0 (прогноз)	$> \Xi_{\text{кр}}$

* Сплав Hastelloy X не содержит γ' -фазы, поэтому ее температура сольвус и производный от нее интервал не определены – однофазная γ -область распространяется на весь интервал температур $< T_{\text{sol}}$.
 ** Для монокристаллических сплавов CMSX-4 и Rene N5 величина $\bar{N}_v$ рассчитана для γ -матрицы, экспериментальные данные по ρ_{cr} относятся к поликристаллическим материалам.

Экспоненты моделей m_1 и m_2 определяли методом наименьших квадратов по сплавам выборки. Результаты сопоставления критериев приведены в табл. 2 и на рис. 1.

Таблица 2

Сравнительная предиктивная способность критериев трещиностойкости

Критерий	Физическая основа	r_s с $\rho_{\text{cr}}^{\text{exp}}$	R^2 (логарифмическая регрессия)	Литературный источник
[Al + Ti]	Эмпирический	0,72	0,54	[17, 18]
SAC-индекс [Al + Ti + Nb + Ta]	Эмпирический	0,74	0,56	[17, 18]
ΔT_{sol}	Термодинамический	0,61	0,41	[22]
$T_{\text{solv}}^{\gamma'}$	Термодинамический	0,82	0,69	[22]
$T_{\text{sol}} - T_{\text{solv}}^{\gamma'}$	Термодинамический	–0,85	0,74	–
SCI	Термодинамика + кинетика кристаллизации	0,66	0,48	[21]
Ξ	Механика + кинетика + 12 параметров	–0,96	0,94	Данная работа

Критерий Ξ описывает 94 % дисперсии экспериментальной плотности трещин, заметно превосходя все рассмотренные альтернативы. Прирост ($R_{\text{adj}}^2 = 0,88$ при шести подгоняемых параметрах) параметра R^2 при переходе от лучшего однопараметрического показателя $T_{\text{sol}} - T_{\text{solv}}$ ($R^2 = 0,74$) к интегральному функционалу обеспечен учетом кинетики выделения γ' -фазы и одновременным описанием нескольких механизмов накопления

дефектов. Следует, однако, оговорить, что показатели степени модели определены методом наименьших квадратов по той же выборке, по которой рассчитан параметр R^2 (13 сплавов при шести подгоняемых экспонентах), поэтому скорректированный коэффициент детерминации составляет $R^2_{adj} = 0,88$, а независимая внешняя проверка модели не выполнялась. От моделей машинного обучения [24–26] предлагаемый подход отличается не отсутствием подгонки, а тем, что каждый подгоняемый показатель степени отражает конкретный физический процесс и допускает независимую интерпретацию.

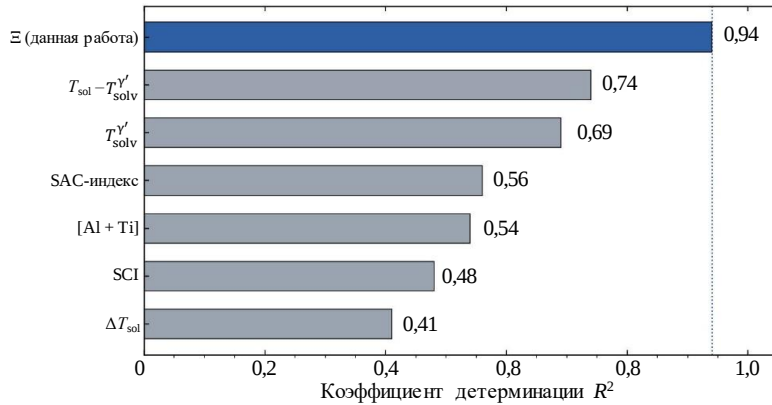


Рис. 1. Предиктивная способность критериев трещиностойкости по коэффициенту детерминации R^2 (по данным табл. 2)

Экспериментальные данные выборки в координатах «ширина однофазного температурного «окна» ($T_{sol} - T_{sol}^{\gamma'}$)–плотность трещин (ρ_{cr})» показаны на рис. 2. Плотность трещин монотонно снижается по мере расширения интервала существования однофазного γ -раствора, что само по себе ожидаемо и объясняет высокое значение $R^2 = 0,74$ для этого параметра. Однако сплавы IN939 и ВЖС3 при практически совпадающей ширине «окна» (130 и 120 °С) различаются качественно по параметру ρ_{cr}^{exp} : 0,5–1,2 против 0 мм⁻¹, причем сплав ВЖС3 содержит почти вдвое большую равновесную долю γ' -фазы (60 против 35 %). Термодинамические параметры без кинетических это различие не описывают, и этот разрыв закрывает введение в критерий времени зарождения τ_n .

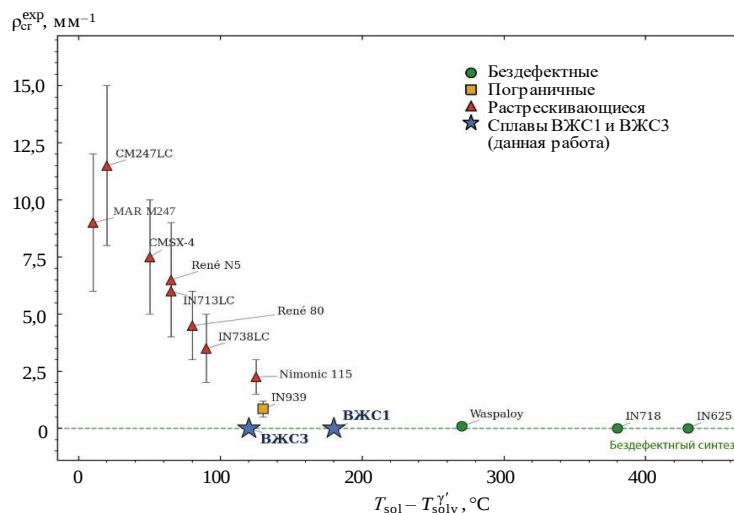


Рис. 2. Экспериментальная плотность трещин сплавов валидационной выборки в зависимости от ширины интервала $T_{sol} - T_{sol}^{\gamma'}$ (по данным табл. 1). Вертикальные отрезки соответствуют разбросу научно-технических литературных данных. Сплав Hastelloy X не показан, так как не содержит γ' -фазы и интервал для него не определен

Индексы Соболя первого порядка для 12 параметров модели приведены в табл. 3.

Таблица 3

Индексы чувствительности Соболя первого порядка для параметров модели Э

Ранг	Параметр	Физический смысл	Индекс Соболя SI
1	P2: $T_{\text{sol}}^{\gamma'}$	Температура сольвус γ' -фазы	0,26
2	P4: $\tau_n (T_{\text{reheat}})$	Кинетика зарождения γ' -фазы	0,21
3	P1: ΔT_{sol}	Интервал кристаллизации	0,16
4	P9: Nb/Ti	Диффузионное замедление	0,11
5	P7: $\bar{N}_v$	Стабильность к ТПУ-фазам	0,07
6	P5: $ \delta $	Когерентность γ/γ' -фаз	0,05
7	P11: κ_{eff}	Теплопроводность	0,04
8	P12: $\alpha(T)$	Температурный коэффициент линейного расширения	0,03
9	P6: $k_{\text{I seg}}$	Сегрегация	0,03
10	P10: γ_{SFE}	Энергия дефекта упаковки	0,02
11	P8: [Al + Ti + Nb + Ta]	Суммарное содержание γ' -образующих элементов	0,01
12	P3: $f_{\gamma'}^{\text{eq}} (T_{\text{serv}})$	Доля γ' -фазы при рабочей температуре	0,01

На первые пять параметров приходится 81 % дисперсии обобщенного критерия Э. Температура сольвус ($SI = 0,26$) и время зарождения γ' -фазы ($SI = 0,21$) вместе дают 47 %, и это распределение определяет приоритетные направления модификации состава. Одновременно можно объяснить, почему критерии без кинетического блока ограничены в предиктивной способности. Так, приведенные в табл. 3 индексы первого порядка в сумме дают 1, тогда как функционал $\Psi(T, f_{\gamma'}, \rho_d)$ по формуле (5) представляет произведение сомножителей и содержит взаимодействие параметров; равенство 1 отражает округление индексов до второго знака, а полные индексы Соболя, характеризующие вклад взаимодействий, в данной работе не определялись.

По результатам анализа чувствительности сформулированы пять направлений модификации системы легирования. Направление I предусматривает снижение температуры T_{sol} до 1100 °С и ниже с расширением интервала $T_{\text{sol}} - T_{\text{solv}}$ до ≥ 175 °С при частичной замене Ti на Nb и подбором содержания Co и Al при сохранении значения $f_{\gamma'}^{\text{eq}} \geq 35$ %. Направление II требует замедления кинетики выделения γ' -фазы при температуре 900 °С до $\tau_n \geq 0,8$ с с повышением отношения Nb/Ti, так как коэффициент диффузии Nb в никеле с гранецентрированной кубической решеткой (ГЦК) в ~ 5 раз меньше, чем у Ti, и замена тормозит диффузионно-контролируемое зарождение γ' -фазы, не снижая равновесной доли упрочняющей фазы, а также увеличением содержания W и Mo. Направление III сводится к контролю температуры ΔT_{solv} на уровне ≤ 80 °С через содержание углерода и перераспределение карбидообразующих элементов. Направление IV – подавление топологически плотноупакованных (ТПУ) фаз при $\bar{N}_v < 2,40$ при снижении содержания Cr с компенсацией с помощью W. Направление V – минимизация мисфита $|\delta| < 0,15$ % при температуре 850 °С с помощью баланса элементов между γ - и γ' -подрешетками по данным CALPHAD.

В качестве базовой системы разработки сплава ВЖС1 выбран сплав IN939. Сплав сертифицирован для направляющих лопаток промышленных газотурбинных установок с ресурсом > 25000 ч при температуре 850 °С, на диаграмме Al–Ti [18, 34] находится вблизи границы свариваемости и не содержит рения. Расчет по модели

CALPHAD дает для него $T_{\text{liq}} \approx 1345$ °C, $T_{\text{sol}} \approx 1265$ °C и $T_{\text{solv}} \approx 1135$ °C, так что интервал $T_{\text{sol}} - T_{\text{solv}} \approx 130$ °C отвечает температурному «окну» существования однофазного γ -раствора. Для сравнения, у сплава IN738LC это «окно» составляет ~ 90 °C, у сплава CM247LC – порядка 20 °C (табл. 1).

Данные табл. 1 показывают, почему адаптация готовых промышленных сплавов к СЛС не обеспечивает требуемого результата. Для сплава IN738LC при «окне» ~ 90 °C многолетняя оптимизация режимов синтеза [16, 31, 32] трещины так и не устранила – ρ_{CT} сохраняется на уровне 2–5 мм⁻¹. Для сплавов CM247LC и MAR M247, у которых «окно» сужается соответственно до 20 и 10 °C, растрескивание от деформационного старения становится неизбежным при любых параметрах процесса, а ρ_{CT} превышает 8 мм⁻¹ [14, 33]. Сплав IN939 с промежуточным «окном» ~ 130 °C и умеренной плотностью трещин 0,5–1,2 мм⁻¹ остается единственной системой, для которой направленная модификация способна перевести критерий трещиностойкости Ξ через пороговое значение без переработки системы легирования целиком.

Расчет для сплава ВЖС1 дает снижение температуры T_{solv} с 1135 до 1095 °C и возрастание значений τ_n , что смещает кривую D_{SA} в область более низких температур. Интервал $T_{\text{sol}} - T_{\text{solv}}$ расширяется со 130 до 180 °C, и условие $\Xi > \Xi_{\text{кр}}$ выполняется при сохранении $f_{\gamma'}^{\text{eq}} = 35\text{--}40$ % (табл. 1).

Применяя сплав ВЖС1, можно разрешить противоречие между жаропрочностью и технологичностью на уровне класса направляющих лопаток. Ниже по шкале жаропрочности находится область сплавов с $f_{\gamma'} = 50\text{--}65$ % – это сплавы CM247LC, MAR M247, CMSX-4 и Rene N5, а из отечественных – сплавы ВЖЛ12У и ЖС6У с равноосной кристаллизацией и сплав ЖС32 с направленной и монокристаллической кристаллизацией, обеспечивающих максимальный уровень жаропрочности. Все они расположены глубоко ниже критической поверхности, и бездефектный синтез поликристаллического никелевого сплава с $f_{\gamma'} > 60$ % методом СЛС при подогреве подложки < 250 °C до данной работы не демонстрировался [10, 11, 35].

Для сплава ВЖС1 существовал базовый сплав вблизи критической поверхности, и задача сводилась к перемещению точки через пороговое значение. Для сплава ВЖС3 базовый сплав отсутствует: промышленные составы с $f_{\gamma'} > 50$ % находятся ниже значений для критерия $\Xi_{\text{кр}}$ на полтора-два порядка, поэтому никакая модификация сплава это не компенсирует. Состав приходится конструировать от заданных целевых свойств через критерий Ξ к системе легирования, прямого прототипа не имеющей.

Переход от значений $f_{\gamma'} \approx 35\text{--}40$ % до значения $f_{\gamma'} \approx 60$ % – не количественная экстраполяция, а качественно иной режим. Суммарное содержание элементов [Al + Ti + Ta + Nb] превышает 7 % (по массе), T_{solv} поднимается до температур 1220–1290 °C, «окно» $T_{\text{sol}} - T_{\text{solv}}$ сужается до 10–65 °C и параметр D_{SA} быстро растет. Широкие интервалы кристаллизации $\Delta T_{\text{solv}} \approx 100\text{--}130$ °C, свойственные высоколегированным составам, усиливают параметр D_{liq} . Наложение обоих механизмов увеличивает ρ_{CT} до 5 мм⁻¹, т. е. до границы конструкционной пригодности. Добавляется и риск образования ТПУ-фаз (σ , μ , Лавеса) при высоком суммарном содержании тугоплавких элементов, так что область составов, где одновременно выполняются неравенства: $\Xi > \Xi_{\text{кр}}$, $\bar{N}_v < \bar{N}_{v_{\text{кр}}}$, $f_{\gamma'}^{\text{eq}} \geq 55$ % и $\Delta T_{\text{solv}} \leq 80$ °C, снижается экспоненциально.

Стратегия легирования сплава ВЖС3 развивается по трем направлениям, которых у сплава ВЖС1 не было. Первое направление – увеличение содержания тантала и добавление рения для кинетического контроля выделения γ' -фазы. При температуре 900 °C параметры $D_{\text{Ta}} \approx 3,2 \cdot 10^{-15}$ м²/с и $D_{\text{Re}} \approx 1,8 \cdot 10^{-15}$ м²/с, т. е. в 13–23 раза ниже параметра $D_{\text{Ti}} \approx 4,2 \cdot 10^{-14}$ м²/с [28, 36]. Тантал, замещая значительную часть титана в виде

основного γ' -формирующего элемента, повышает значение τ_n и при этом не снижает параметр $f_{\gamma'}^{\text{eq}}$, поскольку также входит в подрешетку упорядоченной фазы L1₂ и стабилизирует γ' -фазу. Рений переходит преимущественно в γ -матрицу, тормозит объемную диффузию всех элементов, дает твердорастворное упрочнение и повышает энергию активации ползучести. Совместно Ta и Re повышают значение τ_n в ~3,5 раза по сравнению с аналогичной характеристикой для сплава ВЖС1, что компенсирует сужение «окна» $T_{\text{sol}} - T_{\text{solv}}$ при росте параметра $f_{\gamma'}$. Второе направление – увеличение отношения Al/Ti до предельных значений: алюминий обеспечивает более высокую термодинамическую стабильность соединения Ni₃Al и более медленную кинетику упорядочения L1₂, чем титан, а снижение содержания титана дополнительно снижает температуру T_{solv} . Третье направление – целенаправленное проектирование карбидной подсистемы с формированием карбидов типа (Ta, Nb)C контролируемой стехиометрии при минимальном содержании углерода, что одновременно сужает диапазон ΔT_{sol} . Значение MC-карбидов при $f_{\gamma'} \approx 60\%$ возрастает: высокая доля γ' -фазы подавляет зернограничное скольжение в объеме зерна, но не на границах.

Обратная задача формализована как условная оптимизация в 12-мерном пространстве параметров состава

$\max \Xi(P_1, P_2, \dots, P_{12})$ при ограничениях:

$$f_{\gamma'}^{\text{eq}}(T_{\text{serv}}) \geq 55\%; T_{\text{solv}}^{\gamma'} \leq 1180\text{ }^\circ\text{C}; \Delta T_{\text{sol}} \leq 80\text{ }^\circ\text{C}; \bar{N}_v < 2,45;$$

$$|\delta| < 0,2\%; \tau_n(\text{при } 900\text{ }^\circ\text{C}) \geq 2,0\text{ с.}$$

Оптимизацию выполняли пошаговым расчетом методом CALPHAD с параллельным вычислением критерия Ξ на каждом этапе, систематически варьируя содержание Al, Ti, Ta, Nb, Re, Cr, Co, Mo и W при фиксированных ограничениях на C, B и Zr. Из порядка 10^4 вычисленных комбинаций отобраны удовлетворяющие всем ограничениям одновременно, среди которых выбран состав с максимальным критерием Ξ .

Полученный состав прямого прототипа среди промышленных и экспериментальных сплавов не имеет. Его отличает совокупность признаков: высокое отношение Al/Ti (>3,5 в атомных долях); повышенное содержание Ta при минимальном содержании Ti; присутствие Re; пониженное содержание Cr, допустимое при высоком содержании Al с точки зрения окислительной стойкости, и специально подобранный баланс Co и W, подавляющий ТПУ-фазы при максимальном твердорастворном упрочнении. По отдельности ни один признак не уникален, но их сочетание, найденное обратным решением задачи $\Xi > \Xi_{\text{кр}}$ при $f_{\gamma'} \approx 60\%$, ранее не встречалось. Расчетные параметры сплава ВЖС3 в сопоставлении со сплавами-аналогами приведены в табл. 4.

Таблица 4

Расчетные параметры сплава ВЖС3 в сравнении со сплавами-аналогами и ВЖС1

Параметр	Значения параметров для сплавов			
	ВЖС3	CM247LC	MAR M247	ВЖС1
$f_{\gamma'}^{\text{eq}}(850\text{ }^\circ\text{C}), \%$	~60	~60	~55	~37
$T_{\text{liq}}, \text{ }^\circ\text{C}$	~1370	1380	1370	1355
$T_{\text{sol}}, \text{ }^\circ\text{C}$	~1290	1270	1240	1275
$T_{\text{solv}}^{\gamma'}, \text{ }^\circ\text{C}$	~1170	1250	1230	1095
$T_{\text{sol}} - T_{\text{solv}}^{\gamma'}, \text{ }^\circ\text{C}$	~120	~20	~10	180
$\Delta T_{\text{sol}}, \text{ }^\circ\text{C}$	~80	~110	~130	80
$\tau_n(900\text{ }^\circ\text{C}), \text{ с}$	>3,0	~0,02	~0,01	0,85
$\bar{N}_v$	<2,45	2,54	2,52	2,37
Критерий Ξ	> $\Xi_{\text{кр}}$	<< $\Xi_{\text{кр}}$	<< $\Xi_{\text{кр}}$	> $\Xi_{\text{кр}}$

При практически одинаковой равновесной доле γ' -фазы «окно» $T_{\text{sol}} - T_{\text{solv}}$ у сплава ВЖСЗ составляет $\sim 120^\circ\text{C}$ – в 6 раз шире, чем у сплава СМ247LC, и на порядок шире, чем у сплава MAR M247. Время зарождения γ' -фазы превышает значения для промышленных аналогов более чем в 100 раз. Расширенное «окно» вместе с замедленной кинетикой и дают расчетное неравенство $\Xi > \Xi_{\text{кр}}$, т. е. прогноз бездефектного синтеза там, где он прежде считался недостижимым.

Синтез опытных образцов из сплава ВЖС1 прогноз модели подтвердил: макротрещины на металлографических шлифах отсутствуют. Микроструктура после синтеза – пересыщенный γ -твердый раствор с ячеисто-дендритной субструктурой и плотностью дислокаций $\sim (10^{14} - 10^{15}) \text{ м}^{-2}$. На электронограммах SAED из характерных областей присутствуют только фундаментальные отражения ГЦК γ -матрицы, сверхструктурных рефлексов упорядоченной фазы L_{12} не обнаружено, что служит прямым кристаллографическим доказательством отсутствия регулярной дисперсной γ' -фазы в синтезированном состоянии и подтверждает кинетический блок модели – время τ_n для сплава ВЖС1 достаточно велико, чтобы подавить выделение γ' -фазы за характерное для СЛС время пребывания при температуре $< T_{\text{solv}}$ [13]. Светлопольное ПЭМ-изображение, полученное с помощью просвечивающей электронной микроскопии, синтезированной структуры с электронограммами из характерных областей приведено на рис. 3.

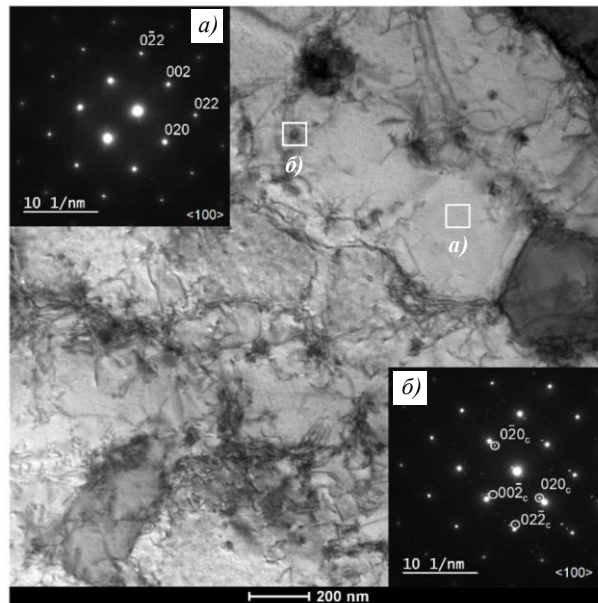


Рис. 3. Светлопольное ПЭМ-изображение микроструктуры сплава ВЖС1 после синтеза с электронограммами (SAED) из областей *a* и *б*, ось зоны $\langle 100 \rangle$

После полной термической обработки формируется целевая γ/γ' -структура с $f_{\gamma'} = 35\text{--}40\%$ и бимодальным распределением выделений, так что достигнутая трещиностойкость не сопровождается потерей жаропрочности.

Для сплава ВЖСЗ результат оказался похожим. На шлифах синтезированных образцов не выявлено макротрещин ни кристаллизационных, ни деформационного старения, ни зернограницных, что для поликристаллического никелевого сплава с $f_{\gamma'} \approx 60\%$, полученного СЛС с подогревом подложки до 200°C , ранее не достигалось. После полного цикла обработки, включающего горячее изостатическое прессование и двухступенчатое старение, формируется бимодальная γ/γ' -структура с регулярной сеткой дисперсной γ' -фазы кубоидной морфологии размером $0,4\text{--}0,8 \text{ мкм}$ и карбидами МС-типа по границам зерен. Металлографические и СЭМ-изображения структуры приведены на рис. 4.

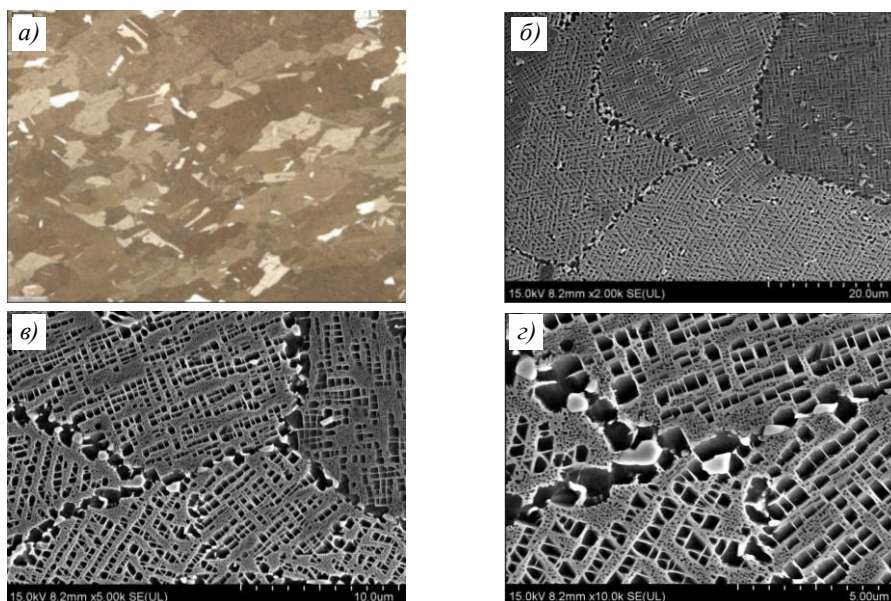


Рис. 4. Микроструктура сплава ВЖСЗ после горячего изостатического прессования и двух-ступенчатого старения: *а* – оптическая металлография, $\times 100$; *б* – СЭМ, $\times 2000$, *в* – СЭМ, $\times 5000$; *г* – СЭМ, $\times 10000$

При испытании на длительную прочность для сплава ВЖСЗ получили предел прочности $\sigma = 130$ МПа при температуре 1000°C с ресурсом >100 ч в направлении построения XZ, что отвечает уровню прочности для литых равноосных сплавов типа ВЖЛ12У и ЖС6У [37] и целевому уровню жаропрочности. Монокристаллические сплавы направленной кристаллизации типа ЖС32 при этой температуре обеспечивают более высокий уровень длительной прочности. Бездефектный синтез при $f_{\gamma'} \approx 60\%$ в сочетании с длительной прочностью на уровне литых промышленных сплавов подтверждает, что методология обратного проектирования на основе критерия Ξ масштабируется на весь диапазон объемных долей γ' -фазы, представляющий практический интерес.

Заключения

Разработан обобщенный критерий трещиностойкости Ξ для жаропрочных никелевых сплавов, получаемых методом СЛС, объединяющий в едином безразмерном функционале три механизма растрескивания с учетом кинетики выделения γ' -фазы. Критерий определен как отношение функционала пластической релаксации к функционалу накопления дефектов при интегрировании по времени термического цикла и объему зоны термического влияния, а граничным условием бездефектного синтеза служит неравенство $\Xi > \Xi_{\text{кр}}$ при $\Xi_{\text{кр}} = 1$.

На валидационной выборке жаропрочных никелевых сплавов с объемной долей γ' -фазы от 0 до 65 % критерий Ξ описывает 94 % дисперсии экспериментальной плотности трещин ($R_{\text{adj}}^2 = 0,88$ при шести подгоняемых параметрах) против 41–74 % для известных критериев. Шесть показателей степени модели определены по той же выборке, что дает скорректированный коэффициент детерминации $R_{\text{adj}}^2 = 0,88$. В отличие от моделей машинного обучения каждый показатель степени отвечает конкретному физическому процессу и допускает независимую интерпретацию.

Глобальный анализ чувствительности методом Соболя показал, что 47 % дисперсии критерия Ξ приходится на температуру сольвуса γ' -фазы ($SI = 0,26$) и характерное время ее зарождения ($SI = 0,21$). Это распределение задает приоритеты направленной модификации системы легирования и объясняет ограниченную предиктивную способность критериев, не учитывающих кинетику выделения упрочняющей фазы.

С использованием критерия Ξ решена прямая задача – направленной модификацией системы легирования сплава IN939 разработан экономнолегированный сплав ВЖС1 с рабочей температурой до 900 °С, у которого снижение температуры $T_{\text{sol}} - T_{\text{sol}}^{\text{с}}$ с 1135 до 1095 °С и расширение интервала $T_{\text{sol}} - T_{\text{sol}}^{\text{с}}$ со 130 до 180 °С обеспечивают выполнение условия $\Xi > \Xi_{\text{кр}}$ при сохранении объемной доли γ' -фазы 35–40 %.

С использованием критерия Ξ решена обратная задача – спроектирован высоколегированный сплав ВЖС3 с объемной долей γ' -фазы ~60 % и рабочей температурой до 1000 °С, прямых аналогов не имеющий. Привлечение тантала и рения для кинетического контроля выделения γ' -фазы повышает τ_n более чем в 100 раз относительно промышленных аналогов при интервале температур $T_{\text{sol}} - T_{\text{sol}}^{\text{с}}$ около 120 °С.

Прогноз модели подтвержден экспериментально: синтез сплавов ВЖС1 и ВЖС3 методом СЛС с подогревом подложки до 200 °С не сопровождается образованием макротрещин, а отсутствие γ' -фазы в синтезированном состоянии сплава ВЖС1, установленное методом SAED, верифицирует кинетический блок критерия.

Список источников

1. Каблов Е.Н., Евгенов А.Г., Петрушин Н.В., Базылева О.А., Мазалов И.С., Дынин Н.В. Материалы нового поколения и цифровые аддитивные технологии производства ресурсных деталей ФГУП «ВИАМ». Часть 3. Адаптация и создание материалов // Электromеталлургия. 2022. № 4. С. 15–25.
2. Каблов Е.Н., Евгенов А.Г., Петрушин Н.В., Бакрадзе М.М., Неруш С.В., Шуртаков С.В., Мазалов И.С. Селективное лазерное сплавление: материалы и технологии для синтеза ресурсных деталей: учеб. пособие. М.: НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, 2024. 512 с.
3. Сухов Д.И., Неруш С.В., Беляков С.В., Мазалов П.Б. Исследование параметров шероховатости поверхностного слоя и точности изготовления изделий аддитивного производства // Известия высших учебных заведений. Сер.: Машиностроение. 2017. № 9 (690). С. 73–84. DOI 10.18698/0536-1044-2017-9-73-84.
4. Евгенов А.Г., Рогалев А.М., Неруш С.В., Мазалов И.С. Исследование свойств сплава ЭП648, полученного методом селективного лазерного сплавления металлических порошков // Труды ВИАМ. 2015. № 2. С. 8–15. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 04.07.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-2-2-2.
5. Евгенов А.Г., Горбовец М.А., Прагер С.М. Структура и механические свойства жаропрочных сплавов ВЖ159 и ЭП648, полученных методом селективного лазерного сплавления // Авиационные материалы и технологии. 2016. № S1 (43). С. 8–15. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-S1-8-15.
6. Мазалов И.С., Евгенов А.Г., Прагер С.М. Перспективы применения жаропрочного структурно-стабильного сплава ВЖ159 для аддитивного производства высокотемпературных деталей ГТД // Авиационные материалы и технологии. 2016. № S1 (43). С. 3–7. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-S1-3-7.
7. Оспенникова О.Г., Наприенко С.А., Медведев П.Н., Зайцев Д.В., Рогалев А.М. Особенности формирования структурно-фазового состояния сплава ЭП648 при селективном лазерном сплавлении // Труды ВИАМ. 2021. № 8 (102). С. 3–11. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 04.07.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-8-3-11.
8. Сухов Д.И., Неруш С.В., Ефимочкин И.Ю., Карачевцев Ф.Н., Богачев И.А. Получение металломатричных композитов на основе сплава ВЖ159 методом селективного лазерного сплавления // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 2 (63). С. 62–72. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 04.07.2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-62-72.
9. Мин П.Г., Вадеев В.Е., Сухов Д.И., Раевских А.Н. Структура и механические свойства коррозионностойкого жаропрочного никелевого сплава, полученного селективным лазерным сплавлением // Материаловедение. 2021. № 12. С. 3–10. DOI 10.31044/1684-579X-2021-0-12-3-10.
10. Петрушин Н.В., Евгенов А.Г., Заводов А.В., Тренингов И.А. Структура и прочность жаропрочного никелевого сплава ЖС32-ВИ, полученного методом селективного лазерного сплавления на монокристаллической подложке // Материаловедение. 2017. № 11. С. 19–26.

11. Мовенко Д.А., Шуртаков С.В. Причины образования микротрещин и снижение плотности их распределения в изделиях из никелевых жаропрочных сплавов, изготовленных методом СЛС (обзор) // *Авиационные материалы и технологии*. 2022. № 2 (67). С. 43–51. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 04.07.2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-2-43-51.
12. Каблов Е.Н., Неруш С.В., Чубов Д.Г., Сухов Д.И., Филонова Е.В., Пахомкин С.И. Структурная нестабильность жаропрочных сплавов на основе никеля с высоким содержанием гамма-штрих фазы, полученных методом селективного лазерного сплавления // *Труды ВИАМ*. 2025. № 8 (150). С. 3–13. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 04.07.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-8-3-13.
13. Неруш С.В., Чубов Д.Г., Капланский Ю.Ю., Сухов Д.И. Исследование экспериментального жаропрочного сплава на основе никеля, полученного методом селективного лазерного сплавления // *Труды ВИАМ*. 2025. № 7 (149). С. 3–12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 04.07.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-7-3-12.
14. Ghoussoub J.N., Tang Y.T., Panwisawas C., Németh A.A.N., Reed R.C. On the Influence of Alloy Chemistry and Processing Conditions on Additive Manufacturability of Ni-based Superalloys // *Superalloys 2020* / eds S. Tin et al. Cham: Springer, 2020. P. 153–162. DOI 10.1007/978-3-030-51834-9_15.
15. Pollock T.M., Clarke A.J., Babu S.S. Design and Tailoring of Alloys for Additive Manufacturing // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2020. Vol. 51. No. 12. P. 6000–6019. DOI 10.1007/s11661-020-06009-3.
16. Messé O.M.D.M., Muñoz-Moreno R., Illston T. et al. Metastable Carbides and Their Impact on Recrystallisation in IN738LC Processed by Selective Laser Melting // *Additive Manufacturing*. 2018. Vol. 22. P. 394–404. DOI 10.1016/j.addma.2018.05.030.
17. ASM Specialty Handbook: Nickel, Cobalt, and Their Alloys / ed. J.R. Davis. Materials Park, OH: ASM International, 2000. 442 p. ISBN 0-87170-685-7.
18. Prager M., Shira C.S. Welding of Precipitation-Hardening Nickel-Base Alloys // *Welding Research Council Bulletin*. New York: Welding Research Council, 1968. No. 128. P. 55.
19. Haußmann L., Burbaum B., Stöhr B. et al. Crack-Free Welding of a Co-Base Superalloy with High γ' Precipitate Fraction // *Advanced Engineering Materials*. 2022. Vol. 24. Art. 2200609. DOI: 10.1002/adem.202200609.
20. Rappaz M., Drezet J.-M., Gremaud M. A New Hot-Tearing Criterion // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 1999. Vol. 30. No. 2. P. 449–455. DOI 10.1007/s11661-999-0334-z.
21. Kou S. A Criterion for Cracking during Solidification // *Acta Materialia*. 2015. Vol. 88. P. 366–374. DOI 10.1016/j.actamat.2015.01.034.
22. Tang Y.T., Panwisawas C., Ghoussoub J.N. et al. Alloys-by-design: Application to New Superalloys for Additive Manufacturing // *Acta Materialia*. 2021. Vol. 202. P. 417–436. DOI: 10.1016/j.actamat.2020.09.023.
23. Crudden D.J., Mottura A., Warnken N. et al. Modelling of the Influence of Alloy Composition on Flow Stress in High-Strength Nickel-Based Superalloys // *Acta Materialia*. 2014. Vol. 75. P. 356–370. DOI 10.1016/j.actamat.2014.04.075.
24. Conduit B.D., Jones N.G., Stone H.J., Conduit G.J. Design of a Nickel-Base Superalloy Using a Neural Network // *Materials & Design*. 2017. Vol. 131. P. 358–365. DOI: 10.1016/j.matdes.2017.06.007.
25. Conduit B.D., Illston T., Baker S., Vadegadde Duggappa D. et al. Probabilistic Neural Network Identification of an Alloy for Direct Laser Deposition // *Materials & Design*. 2019. Vol. 168. Art. 107644. DOI 10.1016/j.matdes.2019.107644.
26. Gao Z., Hu W., Liu Y. et al. Intelligent Design of Crack-Resistant Nickel-Based Superalloys for Additive Manufacturing by Machine Learning and Multilayer Filtering Strategy // *Materials Today Communications*. 2025. Art. 112360. DOI 10.1016/j.mtcomm.2025.112360.
27. Вершков А.В., Оспенникова О.Г., Неруш С.В. Разработка концепции интегрированной информационной системы по свойствам авиационных материалов с возможностью расчета характеристик разрабатываемых новых материалов // *Труды ВИАМ*. 2015. № 5. С. 3–6. URL: <http://viam-works.ru> (дата обращения: 04.07.2026). DOI 10.18577/2307-6046-2015-0-5-1-1.
28. Karunaratne M.S.A., Carter P., Reed R.C. On the Diffusion of Aluminium and Titanium in the Ni-Rich Ni-Al-Ti System Between 900 and 1200 °C // *Acta Materialia*. 2001. Vol. 49. No. 5. P. 861–875. DOI: 10.1016/S1359-6454(00)00390-6.

29. Евгенов А.Г., Шуртаков С.В., Прагер С.М., Малинин Р.Ю. К вопросу о разработке универсальной расчетной методики оценки деградации оборотных металлических порошковых материалов в зависимости от цикличности использования в процессе селективного лазерного сплавления // *Авиационные материалы и технологии*. 2020. № 4 (61). С. 3–11. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-4-3-11.
30. Karunaratne M.S.A., Reed R.C. Interdiffusion of Niobium and Molybdenum in Nickel Between 900–1300 °C // *Defect and Diffusion Forum*. 2005. Vol. 237–240. P. 420–425. DOI: 10.4028/www.scientific.net/DDF.237-240.420.
31. Engeli R., Etter T., Geiger F. et al. Effect of Si on the SLM Processability of IN738LC // *Proceedings of the 26th Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium (SFF 2015)*, Austin, TX. Austin: University of Texas at Austin, 2015. P. 823–831.
32. Cloots M., Uggowitzer P.J., Wegener K. Investigations on the Microstructure and Crack Formation of IN738LC Samples Processed by Selective Laser Melting Using Gaussian and Doughnut Profiles // *Materials & Design*. 2016. Vol. 89. P. 770–784. DOI: 10.1016/j.matdes.2015.10.027.
33. Lee Y.S., Kirka M.M., Kim S. et al. Asymmetric Cracking in Mar-M247 Alloy Builds During Electron Beam Powder Bed Fusion Additive Manufacturing // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2018. Vol. 49. No. 10. P. 5065–5079. DOI: 10.1007/s11661-018-4788-8.
34. Siefert J.A., Shingledecker J.P., DuPont J.N., David S.A. Weldability and Weld Performance of Candidate Nickel Based Superalloys for Advanced Ultrasupercritical Fossil Power Plants. Part II: Weldability and Cross-Weld Creep Performance // *Science and Technology of Welding and Joining*. 2016. Vol. 21. No. 5. P. 397–427. DOI: 10.1080/13621718.2016.1143708.
35. Ramsperger M., Roncery L.M., Lopez-Galilea I. et al. Solution Heat Treatment of the Single Crystal Nickel-Base Superalloy CMSX-4 Fabricated by Selective Electron Beam Melting // *Advanced Engineering Materials*. 2015. Vol. 17. No. 10. P. 1486–1493. DOI: 10.1002/adem.201500037.
36. Karunaratne M.S.A., Carter P., Reed R.C. Interdiffusion in the Face-Centred Cubic Phase of the Ni-Re, Ni-Ta and Ni-W Systems Between 900 and 1300 °C // *Materials Science and Engineering: A*. 2000. Vol. 281. No. 1–2. P. 229–233. DOI: 10.1016/S0921-5093(99)00705-4.
37. Логунов А.В. Жаропрочные никелевые сплавы для лопаток и дисков газовых турбин. М.: Московские учебники, 2018. 592 с.

References

1. Kablov E.N., Evgenov A.G., Petrushin N.V., Bazyleva O.A., Mazalov I.S., Dynin N.V. New-generation materials and digital additive technologies for the production of resource parts FSUE «VIAM». Part 3. Adaptation and creation of materials. *Electrometallurgiya*, 2022, no. 4, pp. 15–25.
2. Kablov E.N., Evgenov A.G., Petrushin N.V., Bakradze M.M., Nerush S.V., Shurtakov S.V., Mazalov I.S. *Selective laser melting: materials and technologies for the synthesis of resource parts*: textbook. Moscow: NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, 2024, 512 p.
3. Sukhov D.I., Nerush S.V., Belyakov S.V., Mazalov P.B. Study of surface layer roughness parameters and manufacturing accuracy of additive manufactured products. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Ser.: Mashinostroyeniye*, 2017, no. 9 (690), pp. 73–84. DOI 10.18698/0536-1044-2017-9-73-84.
4. Evgenov A.G., Rogalev A.M., Nerush S.V., Mazalov I.S. A study of properties of EP648 alloy manufactured by the selective laser sintering of metal powders. *Trudy VIAM*, 2015, no. 2, pp. 8–15. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: July 04, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-2-2-2.
5. Evgenov A.G., Gorbovec M.A., Prager S.M. Structure and mechanical properties of heat resistant alloys VZh159 and EP648, prepared by selective laser fusing. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2016, no. S1, pp. 8–15. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-S1-8-15.
6. Mazalov I.S., Evgenov A.G., Prager S.M. Perspectives of heat resistant structurally stable alloy VZh159 application for additive production of high-temperature parts of GTE. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2016, no. S1, pp. 3–7. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-S1-3-7.
7. Ospennikova O.G., Naprienko S.A., Medvedev P.N., Zaitsev D.V., Rogalev A.M. Features of the formation of the structural-phase state of the EP648 alloy during selective laser manufacture. *Trudy VIAM*, 2021, no. 8 (102), pp. 3–11. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: July 04, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-8-3-11.

8. Sukhov D.I., Nerush S.V., Efimochkin I.Yu., Karachevchev F.N., Bogachev I.A. Production of MMC based on VZh159 alloy by selective laser melting. *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 2 (63), pp. 62–72. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: July 04, 2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-62-72.
9. Min P.G., Vadeev V.E., Sukhov D.I., Raevskikh A.N. Structure and mechanical properties of a corrosion-resistant heat-resistant nickel alloy obtained by selective laser melting. *Materialovedenie*, 2021, no. 12, pp. 3–10. DOI 10.31044/1684-579X-2021-0-12-3-10.
10. Petrushin N.V., Evgenov A.G., Zavodov A.V., Treninkov I.A. Structure and strength of heat-resistant nickel alloy ZhS32-VI obtained by selective laser melting on a single-crystal substrate. *Materialovedenie*, 2017, no. 11, pp. 19–26.
11. Movenko D.A., Shurtakov S.V. Microcrack formation and controlling in nickel superalloys processed by selective laser melting (review). *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 2 (67), pp. 43–51. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: July 04, 2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-2-43-51.
12. Kablov E.N., Nerush S.V., Chubov D.G., Suhov D.I., Filonova E.V., Pahomkin S.I. Structural instability of heat-resistant nickel-based superalloys with high content of the gamma prime phase obtained by selective laser melting method. *Trudy VIAM*, 2025, no. 8 (150), pp. 3–13. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: July 04, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-8-3-13.
13. Nerush S.V., Chubov D.G., Kaplanskiy Yu.Yu., Suhov D.I. Investigation of experimental nickel-based heat-resistant alloy obtained by selective laser melting method. *Trudy VIAM*, 2025, no. 7 (149), pp. 3–12. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: July 04, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-7-3-12.
14. Ghoussoub J.N., Tang Y.T., Panwisawas C., Németh A.A.N., Reed R.C. On the Influence of Alloy Chemistry and Processing Conditions on Additive Manufacturability of Ni-based Superalloys. *Superalloys 2020*. Eds S. Tin et al. Cham: Springer, 2020, pp. 153–162. DOI 10.1007/978-3-030-51834-9_15.
15. Pollock T.M., Clarke A.J., Babu S.S. Design and Tailoring of Alloys for Additive Manufacturing. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2020, vol. 51, no. 12, pp. 6000–6019. DOI 10.1007/s11661-020-06009-3.
16. Messé O.M.D.M., Muñoz-Moreno R., Illston T. et al. Metastable Carbides and Their Impact on Recrystallisation in IN738LC Processed by Selective Laser Melting. *Additive Manufacturing*, 2018, vol. 22, pp. 394–404. DOI 10.1016/j.addma.2018.05.030.
17. *ASM Specialty Handbook: Nickel, Cobalt, and Their Alloys* / ed. J.R. Davis. Materials Park, OH: ASM International, 2000, 442 p. ISBN 0-87170-685-7.
18. Prager M., Shira C.S. Welding of Precipitation-Hardening Nickel-Base Alloys. *Welding Research Council Bulletin*. New York: Welding Research Council, 1968, no. 128, p. 55.
19. Haußmann L., Burbaum B., Stöhr B. et al. Crack-Free Welding of a Co-Base Superalloy with High γ' Precipitate Fraction. *Advanced Engineering Materials*, 2022, vol. 24, art. 2200609. DOI: 10.1002/adem.202200609.
20. Rappaz M., Drezet J.-M., Gremaud M. A New Hot-Tearing Criterion. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1999, vol. 30, no. 2, pp. 449–455. DOI 10.1007/s11661-999-0334-z.
21. Kou S. A Criterion for Cracking during Solidification. *Acta Materialia*, 2015, vol. 88, pp. 366–374. DOI 10.1016/j.actamat.2015.01.034.
22. Tang Y.T., Panwisawas C., Ghoussoub J.N. et al. Alloys-by-design: Application to New Superalloys for Additive Manufacturing. *Acta Materialia*, 2021, vol. 202, pp. 417–436. DOI: 10.1016/j.actamat.2020.09.023.
23. Crudden D.J., Mottura A., Warnken N. et al. Modelling of the Influence of Alloy Composition on Flow Stress in High-Strength Nickel-Based Superalloys. *Acta Materialia*, 2014, vol. 75, pp. 356–370. DOI 10.1016/j.actamat.2014.04.075.
24. Conduit B.D., Jones N.G., Stone H.J., Conduit G.J. Design of a Nickel-Base Superalloy Using a Neural Network. *Materials & Design*, 2017, vol. 131, pp. 358–365. DOI: 10.1016/j.matdes.2017.06.007.
25. Conduit B.D., Illston T., Baker S., Vadegadde Duggappa D. et al. Probabilistic Neural Network Identification of an Alloy for Direct Laser Deposition. *Materials & Design*, 2019, vol. 168, art. 107644. DOI 10.1016/j.matdes.2019.107644.

26. Gao Z., Hu W., Liu Y. et al. Intelligent Design of Crack-Resistant Nickel-Based Superalloys for Additive Manufacturing by Machine Learning and Multilayer Filtering Strategy. *Materials Today Communications*, 2025, art. 112360. DOI 10.1016/j.mtcomm.2025.112360.
27. Vershkov A.V., Ospennikova O.G., Nerush S.V. Developing the concept of the integrated information system on the properties of aircraft materials with the ability to calculating the characteristics of new materials being developed. *Trudy VIAM*, 2015, no. 5, pp. 3–6. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: July 04, 2026). DOI 10.18577/2307-6046-2015-0-5-1-1.
28. Karunaratne M.S.A., Carter P., Reed R.C. On the Diffusion of Aluminium and Titanium in the Ni-Rich Ni-Al-Ti System Between 900 and 1200 °C. *Acta Materialia*, 2001, vol. 49, no. 5, pp. 861–875. DOI: 10.1016/S1359-6454(00)00390-6.
29. Evgenov A.G., Shurtakov S.V., Prager S.M., Malinin R.Yu. On the development of a universal calculation method for assessing the degradation of recycled metal powder materials, depending on the cyclicity of use in the selective laser melting process. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2020, no. 4 (61), pp. 3–11. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-4-3-11.
30. Karunaratne M.S.A., Reed R.C. Interdiffusion of Niobium and Molybdenum in Nickel Between 900–1300 °C. *Defect and Diffusion Forum*, 2005, vol. 237–240, pp. 420–425. DOI: 10.4028/www.scientific.net/DDF.237-240.420.
31. Engeli R., Etter T., Geiger F. et al. Effect of Si on the SLM Processability of IN738LC. *Proceedings of the 26th Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium (SFF 2015)*, Austin, TX. Austin: University of Texas at Austin, 2015, pp. 823–831.
32. Cloots M., Uggowitz P.J., Wegener K. Investigations on the Microstructure and Crack Formation of IN738LC Samples Processed by Selective Laser Melting Using Gaussian and Doughnut Profiles. *Materials & Design*, 2016, vol. 89, pp. 770–784. DOI: 10.1016/j.matdes.2015.10.027.
33. Lee Y.S., Kirka M.M., Kim S. et al. Asymmetric Cracking in Mar-M247 Alloy Builds During Electron Beam Powder Bed Fusion Additive Manufacturing. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2018, vol. 49, no. 10, pp. 5065–5079. DOI: 10.1007/s11661-018-4788-8.
34. Siefert J.A., Shingledecker J.P., DuPont J.N., David S.A. Weldability and Weld Performance of Candidate Nickel Based Superalloys for Advanced Ultrasupercritical Fossil Power Plants. Part II: Weldability and Cross-Weld Creep Performance. *Science and Technology of Welding and Joining*, 2016, vol. 21, no. 5, pp. 397–427. DOI: 10.1080/13621718.2016.1143708.
35. Ramsperger M., Roncery L.M., Lopez-Galilea I. et al. Solution Heat Treatment of the Single Crystal Nickel-Base Superalloy CMSX-4 Fabricated by Selective Electron Beam Melting. *Advanced Engineering Materials*, 2015, vol. 17, no. 10, pp. 1486–1493. DOI: 10.1002/adem.201500037.
36. Karunaratne M.S.A., Carter P., Reed R.C. Interdiffusion in the Face-Centred Cubic Phase of the Ni-Re, Ni-Ta and Ni-W Systems Between 900 and 1300 °C. *Materials Science and Engineering: A*, 2000, vol. 281, no. 1–2, pp. 229–233. DOI: 10.1016/S0921-5093(99)00705-4.
37. Logunov A.V. *Heat-resistant nickel alloys for gas turbine blades and disks*. Moscow: Moscow Textbooks, 2018, 592 p.

Информация об авторах

Чубов Даниил Григорьевич, инженер 2 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Неруш Святослав Васильевич, начальник Научно-исследовательского отделения, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Daniil G. Chubov, Second Category Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Svatoslav V. Nerush, Head of Scientific-Research Bureau, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 06.07.2026; одобрена и принята к публикации после рецензирования 17.07.2026.
The article was submitted 06.07.2026; approved and accepted for publication after reviewing 17.07.2026.

Научная статья

УДК 669.245.018.44:621.373.826

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-43-62

ВЗАИМОСВЯЗЬ МИКРОСТРУКТУРЫ, МЕХАНИЗМОВ ПОЛЗУЧЕСТИ И ДЛИТЕЛЬНОЙ ПРОЧНОСТИ ЖАРОПРОЧНЫХ НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ ВЖС1 И ВЖС3, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ

С.В. Неруш¹, Д.Г. Чубов¹, Д.И. Сухов¹, Ю.Ю. Капланский¹

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

Аннотация. Исследованы кинетика ползучести и длительная прочность жаропрочных никелевых сплавов ВЖС1 и ВЖС3, синтезированных методом селективного лазерного сплавления. По результатам изотермических испытаний на ползучесть в интервале температур от 850 до 950 °С определены численные значения степенного показателя напряжения матрицы $n = 6,24$ и эффективной энергии активации ползучести $Q \approx 613$ кДж/моль, которые указывают на преобладание дислокационных механизмов ползучести с доминирующим вкладом переползания дислокаций через когерентные выделения γ' -фазы. Значения показателя Q для разработанных сплавов превышают энергию самодиффузии никеля на 329 кДж/моль, что соответствует уровню литого сплава IN738LC. По уровню длительной прочности синтезированный сплав ВЖС1 имеет преимущества над сплавом IN939, тогда как высоколегированный сплав ВЖС3 при 1000 °С ($\sigma_{100} \approx 130$ МПа) близок к литому сплаву ВЖЛ12У (~ 140 МПа) и превосходит применяемые в аддитивном производстве жаропрочные сплавы.

Ключевые слова: селективное лазерное сплавление, жаропрочные никелевые сплавы, ползучесть, длительная прочность, энергия активации, параметр Ларсона–Миллера, γ' -фаза, ВЖС1, ВЖС3

Для цитирования: Неруш С.В., Чубов Д.Г., Сухов Д.И., Капланский Ю.Ю. Взаимосвязь микроструктуры, механизмов ползучести и длительной прочности жаропрочных никелевых сплавов ВЖС1 и ВЖС3, полученных методом селективного лазерного сплавления // Труды ВИАМ. 2026. № 7 (161). С. 43–62. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-43-62.

Scientific article

RELATIONSHIP BETWEEN MICROSTRUCTURE, CREEP MECHANISMS AND STRESS-RUPTURE STRENGTH OF THE VZhS1 AND VZhS3 NICKEL-BASED SUPERALLOYS PRODUCED BY SELECTIVE LASER MELTING

S.V. Nerush¹, D.G. Chubov¹, D.I. Sukhov¹, Yu.Yu. Kaplanskiy¹

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

Abstract. Isothermal creep tests in the range from 850 to 950 °C yielded a matrix stress exponent $n = 6,24$ and an effective activation energy $Q \approx 613$ kJ/mol, indicating that creep is governed by dislocation mechanisms with a dominant contribution of dislocation climb past coherent γ' precipitates. For the alloys developed, Q exceeds the nickel self-diffusion energy by

329 kJ/mol, which corresponds to the level of cast IN738LC. In terms of stress-rupture strength the VZhS1 alloy surpasses IN939, whereas at 1000 °C the highly alloyed VZhS3 alloy ($\sigma_{100} \approx 130$ MPa) approaches cast VZhL12U (~140 MPa) and exceeds the superalloys currently used in additive manufacturing.

Keywords: selective laser melting, nickel-based superalloys, creep, stress-rupture strength, activation energy, Larson–Miller parameter, γ' -phase, VZhS1, VZhS3

For citation: Nerush S.V., Chubov D.G., Sukhov D.I., Kaplanskiy Yu.Yu. Relationship between microstructure, creep mechanisms and stress-rupture strength of the VZhS1 and VZhS3 nickel-based superalloys produced by selective laser melting. *Trudy VIAM*, 2026, no. 7 (161), pp. 43–62. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-43-62.

Введение

Ресурс работы деталей горячей зоны турбин газотурбинных двигателей определяется сопротивлением ползучести и длительной прочностью в интервале рабочих температур. Рабочая и сопловые лопатки турбины низкого давления работают под постоянной нагрузкой при 800–1000 °C сотни и тысячи часов. В этих условиях включаются механизмы, которые при кратковременном растяжении отсутствуют: термически активируемое переползание дислокаций через когерентные выделения, диффузионная кавитация на границах зерен, коагуляция и направленная коалесценция γ' -фазы [1–3].

Отечественный опыт внедрения технологии селективного лазерного сплавления (СЛС) в производство ответственных деталей газотурбинных двигателей ограничен применением жаропрочных никелевых сплавов с малой объемной долей γ' -фазы ($f_{\gamma'}$), в частности никелевых сплавов марок ЭП648 и ВЖ159 [4–7]. Однако уровень длительной прочности таких сплавов ограничен малой долей упрочняющей фазы, а их рабочая температура для теплонагруженных деталей не превышает 750 °C.

Адаптация литейных сплавов с высокой долей γ' -фазы в технологии СЛС ограничена их склонностью к образованию трещин в неравновесных условиях кристаллизации ванны расплава [8, 9]. Дополнительно значительный вклад в снижение длительной прочности синтезированных литейных сплавов типа ВЖЛ12У и СМ247LC (более чем в 2 раза в интервале температур от 900 до 1000 °C) вносят растворенные газовые и газообразующие примеси, в частности кислород и сера, способствующие охрупчиванию границ зерен и резкому снижению пластичности, а также непрерывные сетки карбидов, формирующиеся на стыках зерен [10].

В научно-технической литературе отмечена критически низкая жаропрочность синтезированных сплавов относительно литых. Авторы работы [11] показали, что сплав IN738LC, полученный методом СЛС, по длительной прочности заметно уступает литому аналогу из-за мелкозернистой структуры, выраженной текстуры и особенностей морфологии γ' -фазы. В работе [12] получен схожий результат при попытке адаптации сплава IN738LC к технологии СЛС, а в работе [13] – для несвариваемого никелевого сплава при испытаниях с низкой скоростью деформации. Авторы работы [14, 15] установили снижение ресурса синтезированного сплава IN939 относительно показателя литого аналога. Влияние направления построения и режима термической обработки на кинетику ползучести синтезированного сплава IN718 рассмотрено в работах [16, 17].

Сплавы ВЖС1 и ВЖС3 разработаны непосредственно для технологии СЛС на основе обобщенного критерия трещиностойкости: сплав ВЖС1 [18] – направленной модификацией системы легирования сплава IN939, сплав ВЖС3 – обратным решением задачи при объемной доле γ' -фазы ~60 %. Синтез сплава без образования трещин сам по себе еще не означает, что синтезированный материал обеспечивает необходимый уровень длительной прочности, как литой сплав-аналог: критерий оптимизирует

технологичность, а жаропрочность учитывает только как ограничение по объемной доле γ' -фазы. Установить, не сопровождается ли достигнутая трещиностойкость снижением сопротивления ползучести, можно только испытаниями на ползучесть и длительную прочность [19].

Цель работы – установить взаимосвязь микроструктуры, доминирующих механизмов ползучести и длительной прочности для новых жаропрочных никелевых сплавов марок ВЖС1 и ВЖС3, разработанных для технологии СЛС.

Материалы и методы

Исследованы жаропрочные никелевые сплавы ВЖС1 ($f_{\gamma'} = 35\text{--}40\%$) и ВЖС3 ($f_{\gamma'} \approx 60\%$), составы которых разработаны на основе критерия трещиностойкости с применением CALPHAD-оптимизации.

Металлопорошковые композиции получали газовой атомизацией расплава в среде аргона (рабочая фракция размером 10–63 мкм). Образцы синтезировали на промышленной установке СЛС в защитной атмосфере аргона при содержании кислорода $<0,1\%$ (объемн.) с подогревом подложки до 200 °С. Построение вели в направлении ХЗ – параллельно оси построения.

Образцы сплава ВЖС1 после синтеза подвергали полной термической обработке, включавшей горячее изостатическое прессование, рекристаллизационный отжиг при температуре меньше температуры сольвус (T_{solv}) и трехступенчатое старение при температуре $<T_{\text{solv}}$. Образцы сплава ВЖС3 подвергали горячему изостатическому прессованию и двухступенчатому старению. Температуру контролировали термопарами с погрешностью ± 5 °С. Все результаты механических испытаний относятся к этим структурным состояниям.

Зеренную структуру и специальные границы изучали методом дифракции обратно рассеянных электронов (Electron Backscatter Diffraction – EBSD) при ускоряющем напряжении 20 кВ и шаге растра 0,5–2,0 мкм с построением карт ориентации зерен в углах Эйлера для состояний после синтеза и полной термической обработки.

Морфологию и субструктуру изучали методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) при ускоряющем напряжении 200 кВ в режиме светлого поля. Фазовый состав контролировали дифракцией на выделенной области (Selected Area Electron Diffraction – SAED) вдоль оси зоны $<100>$ по наличию или отсутствию сверхструктурных отражений типа $\{100\}$ и $\{110\}$, характерных для упорядоченной структуры L_{12} интерметаллида $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$. Характер межфазного сопряжения γ/γ' оценивали методом микроскопии высокого разрешения.

Количественные параметры γ' -фазы – количество измеренных частиц N , средний эквивалентный диаметр d_{eq} , медианный диаметр d_{50} , стандартное отклонение $s(d)$, поверхностная плотность выделений N_A и межчастичное расстояние λ (вычисленное как обратный квадратный корень из поверхностной плотности выделений, т. е. как расстояние между центрами частиц в плоскости шлифа, а не как межчастичный просвет) – определяли обработкой изображений сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) в плоскости ХЗ по выборке из 86–92 частиц на состояние.

Изотермическую ползучесть сплава ВЖС1 определяли при температурах 850, 900 и 950 °С и постоянных напряжениях от 209 до 497 МПа. Испытания проводили в режиме прерванной ползучести – ни один образец не доводили до разрушения. Такая постановка исключает III стадию и разрушение, а вместе с ними влияние кавитации и роста микротрещин на определяемые параметры, что позволяет отнести результат к стационарному дислокационному механизму. Накопленная к моменту остановки деформация составляла от долей до нескольких процентов, чего достаточно для выхода на стационарный режим и определения минимальной деформации ϵ_{min} .

Длительную прочность определяли по ГОСТ 10145–81 при одноосном растяжении до разрушения: для сплава ВЖС1 – при 800 и 900 °С, для сплава ВЖС3 – при 800, 900 и 1000 °С. На каждом уровне нагружения испытывали от двух до четырех параллельных образцов, что позволило оценить стохастический разброс ресурса. Дополнительно определяли характеристики пластичности при разрушении – относительное удлинение и относительное сужение.

Параметры регрессионных моделей определяли методом наименьших квадратов, качество аппроксимации оценивали по коэффициенту детерминации R^2 . Разброс ресурса характеризовали коэффициентом вариации $CV(\tau) = s(\tau)/\bar{\tau}$.

Результаты и обсуждение

Сопротивление ползучести определяется микроструктурой, поэтому анализ начат с установления типа структуры, формирующейся в сплаве ВЖС1, и создаваемых ею барьеров движению дислокаций, и лишь затем рассмотрена кинетика деформации. Состояния после синтеза и полной термической обработки различаются не количественно, а по типу структуры.

Светлопольные ПЭМ-изображения синтезированного материала (рис. 1) показывают иерархическую дефектную субструктуру. На обзорном снимке (рис. 1, а) поле зрения разделено на ультрамелкие кристаллиты и субзерна, различающиеся дифракционным контрастом, а границы между соседними доменами видны как протяженные яркие полосы. При большем увеличении (рис. 1, б) внутри доменов регистрируются линии дислокационного контраста, их пересечения и участки локального уплотнения, складывающиеся в ячеистую субструктуру и дислокационные стенки – зародыши низкоугловых границ.

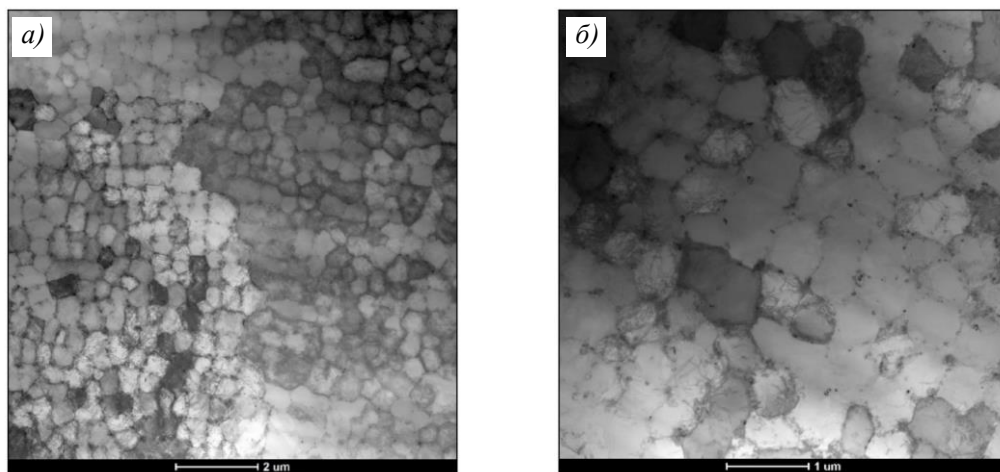


Рис. 1. Светлопольные ПЭМ-изображения микроструктуры сплава ВЖС1 после синтеза: а – субзерненная структура с ориентационным контрастом и высокой мозаичностью; б – дислокационные скопления и локальные зоны повышенной плотности дефектов

Формирование такой субструктуры определяется условиями синтеза. Термические напряжения оцениваются как $\sigma_{th} \approx E\alpha\Delta T/(1 - \nu)$, где $E \approx 155$ ГПа – модуль упругости γ -матрицы при 800 °С, $\alpha \approx 13 \cdot 10^{-6}$ К⁻¹ – температурный коэффициент линейного расширения, $\nu \approx 0,3$ – коэффициент Пуассона. При локальных перепадах температуры $\Delta T \approx 500$ –1000 К, характерных для зоны повторного нагрева, термические напряжения достигают 1,4–2,9 ГПа, т. е. многократно превышают предел текучести, что обеспечивает

плотность дислокаций $\rho \approx 10^{14}–10^{15} \text{ м}^{-2}$ и характерную длину свободного пробега дислокаций между узлами закрепления $\lambda_{disl} \approx 50–200 \text{ нм}$.

Важно, что на всех участках поля зрения отсутствуют дисперсные включения, которые по морфологии и контрасту можно было бы отнести к γ' -фазе. Электронная дифракция это подтверждает: на электронограммах вдоль оси зоны $\langle 100 \rangle$ присутствуют только фундаментальные отражения неупорядоченной гранецентрированной кубической (ГЦК) решетки γ -фазы типа $\{200\}$, $\{020\}$ и $\{220\}$, а сверхструктурные рефлексы $\{100\}$ и $\{110\}$, регистрация которых служит необходимым и достаточным условием идентификации γ' -фазы ($\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$), отсутствуют.

Отсутствие γ' -фазы в синтезированном состоянии является выполнением условия $\tau_n > \tau_{cool}$, заложенного при проектировании состава: повышенное отношение Nb/Ti увеличивает характерное время зарождения γ' -фазы настолько, что оно превышает время пребывания материала при температуре $< T_{solv}$ при характерных для СЛС скоростях охлаждения ($\tau_{cool} \approx 10^{-2}–10^0 \text{ с}$). Синтезированный материал представляет собой метастабильный пересыщенный однофазный γ -раствор, т. е. исходное состояние, из которого термической обработкой формируется целевая структура без необходимости растворения унаследованных от синтеза выделений.

Полная термическая обработка изменяет тип структуры. Метастабильный пересыщенный γ -раствор с дислокационным упрочнением сменяется термодинамически стабильной двухфазной γ/γ' -системой, в которой сопротивление деформации определяется дисперсионным упрочнением когерентными выделениями упорядоченного интерметаллида.

На светлопольных ПЭМ-изображениях (рис. 2) видна система дисперсных выделений преимущественно округлой морфологии, равномерно распределенных в объеме γ -матрицы. При большем увеличении (рис. 2, б) различимы две размерные фракции: крупная γ' -фаза ($d \approx 80–150 \text{ нм}$), почти равноосная, и развитая мелкая ($d \approx 15–40 \text{ нм}$), заполняющая каналы между крупными частицами. Бимодальность закономерна и задана трехступенчатым старением: на первой ступени формируется основная γ' -фаза, на второй и третьей при более низких температурах из остаточного пересыщения γ -раствора дозарождается мелкая фракция и стабилизируется γ/γ' -структура.

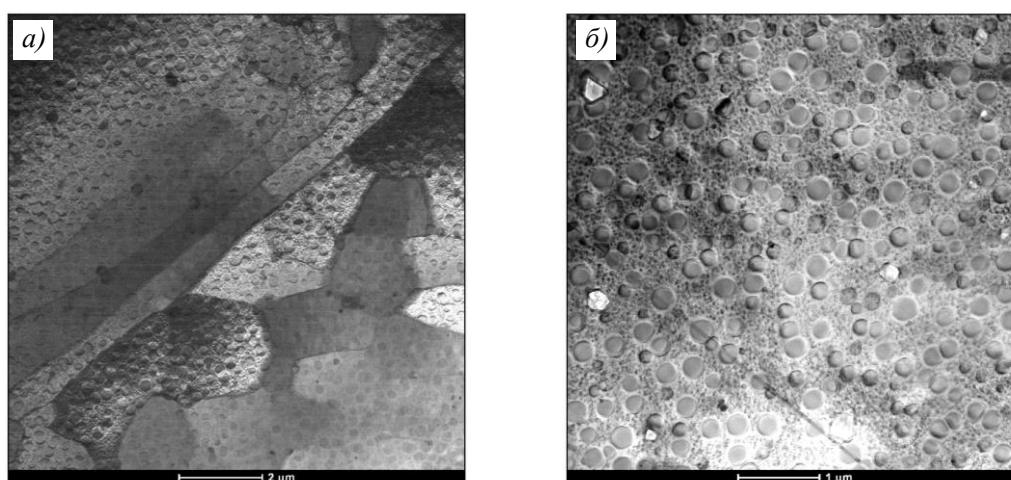


Рис. 2. Светлопольные ПЭМ-изображения микроструктуры сплава ВЖС1 после полной термической обработки: а – обзорный участок γ/γ' -структуры; б – бимодальное распределение выделений γ' -фазы по размерам

Крупная фракция (γ' -фаза) обнаруживается методом СЭМ, что позволяет измерить ее параметры статистически. Снимки при увеличении $\times 25000$ для двух состояний (после первой ступени старения и полного цикла) приведены на рис. 3, количественные результаты их обработки – в табл. 1.

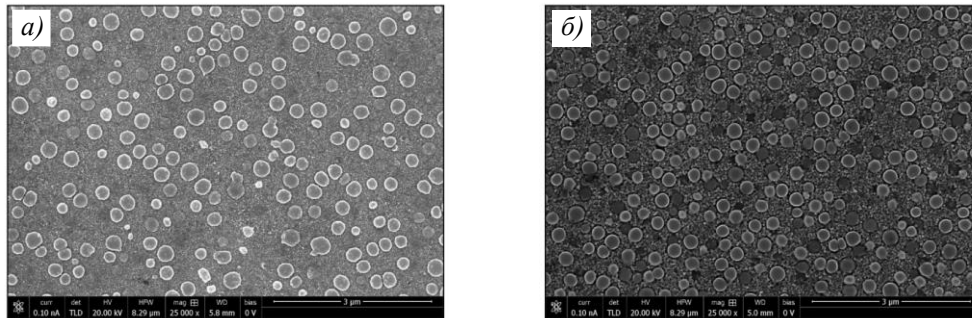


Рис. 3. СЭМ-изображения ($\times 25000$) микроструктуры сплава ВЖС1: *a* – после рекристаллизационного отжига и первой ступени старения; *б* – после отжига и полного цикла старения

Таблица 1

**Количественные параметры γ' -фазы сплава ВЖС1
по данным обработки СЭМ-изображений (плоскость XZ)**

Состояние	N , шт.	d_{eq} , мкм	d_{50} , мкм	$s(d)$, мкм	N_A , мкм $^{-2}$	λ , мкм
Отжиг + первая ступень старения	92	0,061	0,047	0,040	2,33	0,655
Отжиг + полный цикл старения	86	0,102	0,093	0,051	2,18	0,677

Примечание. N – количество измеренных частиц; d_{eq} – средний эквивалентный диаметр; d_{50} – медианный диаметр; $s(d)$ – стандартное отклонение; N_A – поверхностная плотность выделений; λ – межчастичное расстояние.

Вторая и третья ступени старения увеличивают средний эквивалентный диаметр крупной фракции с 0,061 до 0,102 мкм при незначительном снижении поверхностной плотности выделений с 2,33 до 2,18 мкм $^{-2}$ и практически неизменном межчастичном расстоянии $\lambda = 0,655\text{--}0,677$ мкм. Следует оговорить, что СЭМ позволяет обнаружить только крупную фракцию, тогда как мелкая (15–40 нм) находится за пределами ее разрешения и выявляется методом ПЭМ, поэтому приведенные в табл. 1 значения d_{eq} и λ характеризуют крупные выделения. Объемная доля γ' -фазы по расчету CALPHAD составляет $f_{\gamma'} = 35\text{--}40\%$.

Бимодальное распределение благоприятно для дисперсионного упрочнения: оно балансирует эффективное межчастичное расстояние λ_{eff} , от которого зависит напряжение Орована $\tau_{Or} \propto Gb/\lambda_{eff}$ (G – модуль сдвига; b – вектор Бюргерса), и одновременно сохраняет высокую объемную долю упрочняющей фазы.

Принадлежность округлых выделений к γ' -фазе установлена методом электронной дифракции. На электронограммах из характерных областей после полной термической обработки (рис. 4) появляются дополнительные точечные рефлексы, не индицируемые в рамках неупорядоченной ГЦК-решетки, – сверхструктурные отражения типа $\{100\}$ и $\{110\}$, характерные для упорядоченной структуры L_{12} .

Относительная интенсивность сверхструктурных отражений меняется от участка к участку, что объясняется различием толщины фольги, ориентации выделений относительно оси зоны, соотношения γ - и γ' -фазы в окне апертуры и полидисперсностью γ' -фазы – у крупных и мелких выделений рефлексы различаются шириной и интенсивностью.

Эта вариативность также подтверждает бимодальность, наблюдаемую на светлопольных снимках. Наличие дальнего порядка означает, что при перерезании выделения сверхдислокацией возникает антифазная граница с энергией $\sim(0,15-0,20)$ Дж/м², создающая энергетический барьер перерезанию.

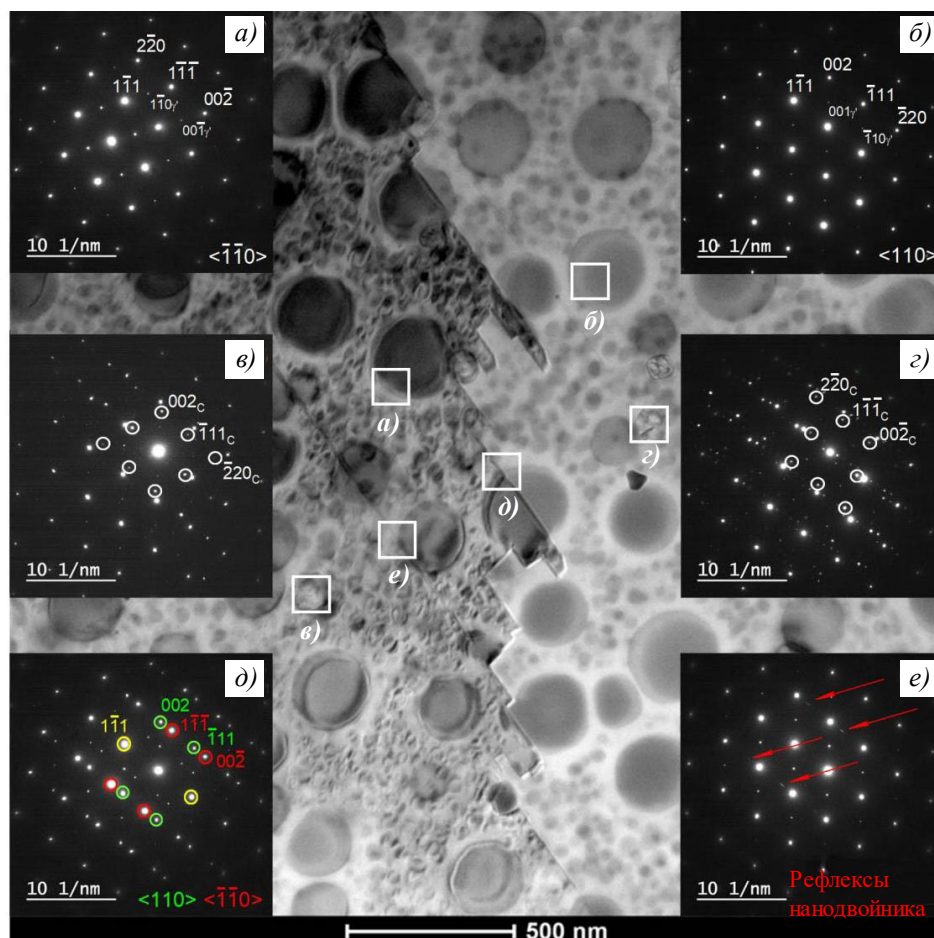


Рис. 4. ПЭМ-изображение и электронограммы (SAED) из характерных областей сплава ВЖС1 после полной термической обработки со сверхструктурными отражениями, характерными для упорядоченной γ' -фазы

Данные микроскопии высокого разрешения показывают, что межфазная граница γ/γ' когерентна: атомные плоскости с периодом, соответствующим межплоскостному расстоянию $d_{200} \approx 0,178$ нм, непрерывно прослеживаются при переходе через границу, признаки разрыва периодичности и периодических дислокаций несоответствия отсутствуют, а плавная криволинейная форма границы соответствует слабой анизотропии межфазной энергии при удлинении $|\delta| < 0,3$ %. Когерентность межфазной границы влияет на сопротивление ползучести по нескольким независимым механизмам. Протяженные упругие поля вокруг выделений накладываются на поле напряжений скользящей дислокации и создают параупругий барьер ее движению. Совпадение кристаллографических направлений скольжения в γ - и γ' -фазах организует механизм перерезания, сопротивление которому возрастает с увеличением энергии антифазной границы и радиуса выделения. Кроме того, низкий мисфит минимизирует упругую составляющую межфазной энергии и тем самым замедляет оствальдовское созревание, обеспечивая стабильный размер выделений при 850–950 °С. Карбиды MC, сформировавшиеся при

первичной кристаллизации, переживают полный цикл обработки и сохраняются как угловатые частицы с четкой огранкой, отличимые от округлых выделений γ' -фазы.

Дополнительный структурный фактор выявлен методом EBSD. Карты ориентации зерен в углах Эйлера для состояний после синтеза и полной термической обработки приведены на рис. 5.

После синтеза (рис. 5, а) структура образована вытяженными столбчатыми зернами, вытянутыми вдоль оси построения и единообразно окрашенными, что соответствует выраженной текстуре $\langle 001 \rangle$ и отсутствию высокоугловых границ. Внутри зерен различимы плавные градиенты оттенка – низкоугловые субграницы с разориентацией $\langle (5-10) \rangle$ градусов, складывающиеся в субзеренную мозаику.

После полной термической обработки (рис. 5, б) регистрируется качественно иное состояние. Столбчатую структуру полностью сменяет мозаика равноосных зерен (40–100 мкм) с логнормальным распределением по размерам и широким спектром ориентаций, охватывающим почти все пространство Эйлера, что соответствует случайному распределению текстуры. Внутри рекристаллизованных зерен различимы двойники отжига – пластинчатые образования шириной от долей до нескольких микрометров, связанные с матричным зерном соотношением $\Sigma 3$ (поворот на 60 градусов вокруг плоскости $\langle 111 \rangle$) и видимые как резкие линейные границы со скачком цвета.

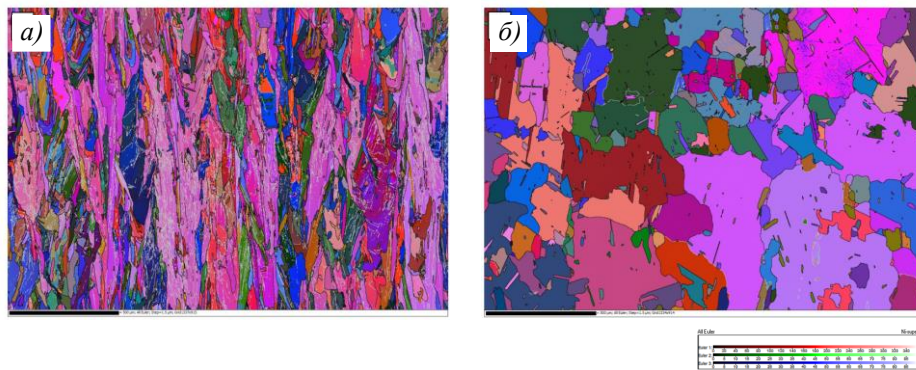


Рис. 5. Карты ориентации зерен сплава ВЖС1 в углах Эйлера после синтеза (а) и полной термической обработки (б)

Образование двойников при рекристаллизации закономерно для металлов с ГЦК-решеткой и умеренной энергией дефекта упаковки (для γ -матрицы легированных никелевых сплавов 30–80 мДж/м² в зависимости от состава [20], для чистого никеля: ~125 мДж/м²): мигрирующей высокоугловой границе энергетически выгоднее образовывать когерентную двойниковую границу, поскольку $\lambda_{\Sigma 3} \approx 0,03$ Дж/м² против $\lambda_{GB} \approx 0,8$ Дж/м² для обычной высокоугловой. Сформированная на стадии рекристаллизационного отжига сеть двойников при последующем старении статистически не меняется – размер зерен и доля двойниковых границ сохраняются, поскольку старение при температуре $< T_{\text{solv}}$ влияет на γ' -фазу внутри зерен, а зеренную структуру, закрепленную зинеровским торможением частиц, не затрагивает.

Когерентная двойниковая граница в ~25 раз менее энергична и заметно хуже проводит диффузию, чем обычная высокоугловая, поэтому устойчиво тормозит зернограницное скольжение и поток вакансий при ползучести. Повышение доли специальных границ $\Sigma 3$ в общей длине межзеренных границ признано одним из способов увеличить длительную прочность никелевых жаропрочных сплавов, поэтому развитая сеть двойников отжига в сплаве ВЖС1 представляет собой благоприятный структурный фактор, дополнительно повышающий сопротивление ползучести по зернограницному механизму.

При переходе от кратковременного растяжения к ползучести меняется ограничивающая стадия деформации. При растяжении сопротивление течению обеспечивают атермические барьеры – напряжение Орована, энергия антифазных границ, зернограничное упрочнение по Холлу–Петчу, а скорость деформации задает привод машины. При ползучести напряжение фиксировано и заведомо меньше предела текучести, деформация термически активируема и ее скорость определяет диффузия. Количественные параметры γ' -фазы входят в конститутивное уравнение не напрямую, а через эффективную энергию активации ползучести Q – интегральную меру барьерного сопротивления микроструктуры движению дислокаций.

Кривые изотермической ползучести для всех исследованных комбинаций температуры T и напряжения σ демонстрируют кинетику, характерную для поликристаллических жаропрочных никелевых сплавов с высокой долей γ' -фазы: выраженную I стадию с монотонно убывающей скоростью деформации, переходящую в II стадию с практически постоянной скоростью. Протяженная линейная область подтверждает выход на стационарный режим, в котором скорость генерации подвижных дислокаций уравновешена скоростью их закрепления на когерентных выделениях γ' -фазы и аннигиляции переползанием. Ограничивающей стадией служит термически активируемое переползание через упругое поле когерентного выделения, оно и задает наблюдаемую минимальную скорость деформации $\dot{\epsilon}_{\min}$.

Для каждого испытания значение $\dot{\epsilon}_{\min}$ определяли линейной аппроксимацией стационарного участка. Зависимость показателя $\dot{\epsilon}_{\min}$ от напряжения при постоянной температуре описывается степенным законом Нортона:

$$\dot{\epsilon}_{\min} = A\sigma^n \exp(-Q/RT), \quad (1)$$

где A – структурно-чувствительная предэкспоненциальная константа; n – показатель степени по напряжению; Q – эффективная энергия активации ползучести; R – универсальная газовая постоянная; T – абсолютная температура.

Линейная регрессия в координатах « $\ln \dot{\epsilon}_{\min} - \ln \sigma$ » продемонстрировала высокую корреляцию при всех трех температурах ($R^2 > 0,95$), а угловые коэффициенты изотермических прямых оказались близки, что свидетельствует о единстве деформационного механизма в исследованном интервале. Среднее значение показателя n составило $6,24 \pm 0,3$.

Величину n интерпретировали в рамках классификации механизмов ползучести. Для чистых металлов и разбавленных твердых растворов, где стационарную ползучесть контролирует объемная самодиффузия, показатель n составляет 4–5. Значения $n \approx 6$ –8 характерны для дисперсно-упрочненных систем, где дислокации преодолевают поля когерентных напряжений вокруг выделений, а геометрические параметры и энергия барьеров нелинейно зависят от приложенного напряжения. В модели порогового напряжения повышенное значение n трактуется как следствие существования порога σ_0 , ниже которого макроскопическая ползучесть подавлена, и истинная зависимость принимает вид:

$$\dot{\epsilon}_{\min} = A'(\sigma - \sigma_0)^{n'} \exp(-Q/RT), \quad (2)$$

где A' – предэкспоненциальная константа; $n' \approx 4$ –5 – истинный показатель степени, характерный для диффузионно-контролируемого переползания; σ_0 – пороговое напряжение, определяемое напряжением Орована:

$$\sigma_0 \approx M(Gb/2\pi\lambda)\ln(d/2r_0), \quad (3)$$

где M – фактор Тейлора; G – модуль сдвига; b – вектор Бюргерса; λ – межчастичное расстояние; d – средний диаметр выделений; r_0 – радиус ядра дислокации.

Наблюдаемое значение $n = 6,24$ является кажущимся показателем, завышенным относительно истинного значения $n' \approx 4-5$ вкладом порогового напряжения $\sigma_0 \approx 80-120$ МПа, и отражает барьерную функцию бимодальной когерентной γ/γ' -структуры сплава ВЖС1.

Полученную путем анализа кинетики оценку порога можно проверить независимо при исследовании структуры. Подстановка в уравнение (3) измеренных методом СЭМ параметров крупной фракции γ' -фазы – межчастичного расстояния $\lambda \approx 0,66$ мкм и среднего эквивалентного диаметра $d_{eq} \approx 0,06-0,10$ мкм (табл. 1) позволяет определить значение $\sigma_0 \approx 50-85$ МПа (при $G = 60-80$ ГПа и $M = 3,06$). Полученная величина меньше кинетической оценки (80–120 МПа) и должна рассматриваться как нижняя граница: приведенное в табл. 1 межчастичное расстояние соответствует расстоянию между центрами частиц крупной фракции, тогда как эффективный шаг препятствий задается невыявляемой методом СЭМ мелкой фракцией (15–40 нм) и заведомо меньше. С этой оговоркой структурная и кинетическая оценки согласуются по порядку величины, что не противоречит модели порогового напряжения и связывает наблюдаемый показатель $n = 6,24$ непосредственно с параметрами бимодальной γ/γ' -структуры из табл. 1.

Энергию активации определяли двумя независимыми способами. Первый – изонапряженная интерполяция: для каждой пары температур по аппроксимационным зависимостям $\langle \ln \dot{\epsilon}_{min} - \ln \sigma \rangle$ находили значение $\dot{\epsilon}_{min}$ при общем уровне напряжения, после чего строили зависимость $\ln \dot{\epsilon}_{min}$ от $1/T$ при $\sigma = \text{const}$, наклон которой равен $-Q/R$. Второй – глобальная аппроксимация всего массива линеаризованной формой уравнения Нортон

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln A + n \ln \sigma - Q/(RT) \quad (4)$$

при одновременной оптимизации значений A , n и Q . Двумя способами получен согласующийся результат: $Q = 613 \pm 15$ кДж/моль, частные оценки по изонапряженной интерполяции находятся в интервале 600–620 кДж/моль. Постоянство значений Q в интервале температур 850–950 °С означает неизменность доминирующего механизма деформации.

По результатам совместной оптимизации конститутивное уравнение стационарной ползучести сплава ВЖС1 в интервале температур 850–950 °С и напряжений 209–497 МПа имеет вид:

$$\dot{\epsilon}_{min} = 4,6 \cdot 10^6 \sigma^{6,24} \exp(-613000/RT). \quad (5)$$

Предэкспоненциальный множитель $A = 4,6 \cdot 10^6 \text{ с}^{-1} \cdot \text{МПа}^{-6,24}$ интегрирует влияние параметров γ/γ' -микроструктуры, зеренного строения и карбидной составляющей на макроскопическую кинетику. Сопоставлением расчетных и экспериментальных значений $\dot{\epsilon}_{min}$ получено среднее квадратическое относительное отклонение $\leq (10-15) \%$, что подтверждает применимость модели Нортон в данном интервале условий.

Чтобы оценить влияние диффузии и проверить единство механизма, минимальные скорости деформации нормировали с использованием коэффициента объемной самодиффузии никеля:

$$D_{Ni} = D_0 \exp(-Q_{Ni}/RT), \quad (6)$$

где $D_0 = 1,9 \cdot 10^{-4} \text{ м}^2/\text{с}$ – предэкспоненциальный множитель; $Q_{Ni} = 284$ кДж/моль – энергия активации самодиффузии никеля [21].

Если ползучесть контролирует объемная самодиффузия, как в чистых металлах, нормированная скорость $\dot{\epsilon}_{min}/D_{Ni}$ зависит только от напряжений σ , но не от температуры T . В случае барьерного механизма при $Q > Q_{Ni}$ остается температурный остаток вида $\exp(-\Delta Q/RT)$, где $\Delta Q = Q - Q_{Ni} = 329$ кДж/моль. В координатах $\langle \lg(\dot{\epsilon}_{min}/D_{Ni}) - \lg \sigma \rangle$ точки

для трех температур группируются вблизи единой степенной зависимости с наклоном $n \approx 6,24$, но сохраняют расхождение по температуре, количественно согласующееся с расчетным значением $\exp(-\Delta Q/RT)$ при переходе от 850 к 950 °С. Это прямое подтверждение того, что ползучесть сплава ВЖС1 контролирует не простое диффузионное переползание, а барьерный механизм с участием когерентных выделений γ' -фазы.

Естественной точкой отсчета для показателя Q служит $Q_{Ni} = 284$ кДж/моль [21]. Превышение значения Q над Q_{Ni} для сплава ВЖС1 составляет $\Delta Q = 329$ кДж/моль, т. е. более чем двукратное, и количественно характеризует дополнительный барьер, который скользящая дислокация преодолевает при взаимодействии с когерентными выделениями. Барьер формируется в результате переползания через протяженные поля деформаций, диффузионного растворения и повторного осаждения γ' -фазы в области переползания и перестройки антифазных границ при прохождении сверхдислокации через упорядоченный интерметаллид. Сводное сопоставление полученных данных приведено в табл. 2 и на рис. 6.

Таблица 2

Сравнительные параметры ползучести никелевых жаропрочных сплавов

Сплав	Состояние	$f_{\gamma'}$, %	Q , кДж/моль	$\Delta Q = Q - Q_{Ni}$, кДж/моль	n	Литературный источник
ВЖС1	СЛС + полная термообработка	35–40	613	329	6,24	Данная работа
IN738LC	Литой	~40	590	306	4,7–10,1	[22]
IN718	Деформированный/ литой	15–20	446–492	162–208	4–8	[23]
CMSX-4 (γ -аналог)	Монокристалл, однофазный, без γ' -фазы	0	442	158	–	[24]
Ni	Самодиффузия	–	284	0	–	[21]

Примечание. $f_{\gamma'}$ – объемная доля γ' -фазы; Q – эффективная энергия активации ползучести; Q_{Ni} – энергия активации самодиффузии никеля; n – показатель степени по напряжению.

В табл. 2 выстроено распределение барьерных вкладов: от чистой самодиффузии ($\Delta Q = 0$) через однофазный γ -твердый раствор ($\Delta Q = 158$ кДж/моль) и системы с термодинамически нестабильными упрочняющими фазами ($\Delta Q = 162–208$ кДж/моль) к системам с высокой долей стабильной когерентной γ' -фазы ($\Delta Q = 306–329$ кДж/моль). Сплав ВЖС1 занимает верхнюю позицию данного распределения.

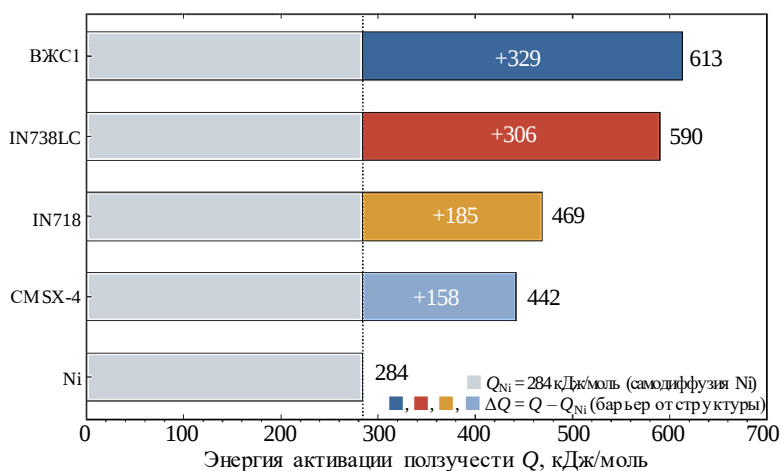


Рис. 6. Распределение энергии активации ползучести никелевых жаропрочных сплавов и вклад барьерной функции микроструктуры ΔQ (данные табл. 2)

Для литого сплава IN738LC (наиболее близкого объекта сравнения по доле γ' -фазы и системе легирования) $Q \approx 590$ кДж/моль [22], т. е. $\Delta Q \approx 306$ кДж/моль. Полученное для сплава ВЖС1 значение ΔQ превышает приведенное в научно-технической литературе на ~ 4 %, что указывает на сопоставимую или более эффективную барьерную функцию γ/γ' -структуры. Результат неочевиден на фоне результатов работ [11, 12, 14], где для синтезированных сплавов фиксируется дефицит жаропрочности относительно литых аналогов.

Для сплава IN718, упрочняемого метастабильными γ' - и γ'' -фазами, эффективная энергия активации ползучести в интервале температур 800–900 °С составляет 446–492 кДж/моль [23], т. е. $\Delta Q = 162$ –208 кДж/моль против 329 кДж/моль для сплава ВЖС1. Разница отражает разную термодинамическую стабильность упрочняющих фаз: γ'' -фаза при температурах >650 °С претерпевает δ -трансформацию и постепенно разупрочняет материал, тогда как γ' -фаза в сплаве ВЖС1 сохраняет когерентность и барьерную функцию вплоть до 950 °С. Показательно и сравнение с γ -аналогом (монокристаллическим сплавом CMSX-4) – однофазным твердым раствором того же матричного состава, но без выделений γ' -фазы, для которого $Q \approx 442$ кДж/моль [24]. Разность значений Q для сплавов ВЖС1 и CMSX-1 составляет ~ 171 кДж/моль и представляет собой дополнительный барьер, который обеспечивает присутствие когерентных выделений.

Значение $n = 6,24$ превышает диффузионный диапазон ($n \approx 4$ –5) и соответствует нижней границе диапазона, характерного для дисперсно-упрочненных систем ($n \approx 6$ –8). Совместно показатели n и Q указывают на единый доминирующий механизм – дислокационное переползание, ограниченное термически активируемым преодолением когерентных барьеров γ/γ' -структуры. Вклад карбидов MC в закрепление границ зерен остается значимым [25–27].

Стационарная ползучесть и длительная прочность – две проекции единого процесса деформационного разрушения, связывает их корреляция Монкмана–Гранта [28]:

$$\dot{\epsilon}_{\min}^m \tau = C_{MG}, \quad (7)$$

где m – показатель, близкий к единице для многих поликристаллических жаропрочных сплавов; C_{MG} – эмпирическая константа, при $m = 1$ совпадающая с критической деформацией разрушения.

Испытания на ползучесть проводили при 850–950 °С, на длительную прочность – при 800 и 900 °С, поэтому значения $\epsilon_{\min}$ для расчета показателя C_{MG} находили по конститутивному уравнению (5). Для температуры 800 °С и напряжений <209 МПа это означает экстраполяцию за пределы экспериментального диапазона, поэтому полученную оценку следует считать ориентировочной.

В соответствии с расчетом, $C_{MG} = 0,02$ –0,06, что укладывается в указанный в научно-технической литературе диапазон 0,01–0,10 для поликристаллических никелевых сплавов с объемным содержанием γ' -фазы 30–45 %. Физически это означает, что критическая деформация, накапливаемая к моменту разрушения при установившейся скорости, составляет 2–6 %, что согласуется с измеренным относительным удлинением при разрушении (табл. 3). Следует отметить, что скорость деформации для расчета показателя C_{MG} получена не прямым измерением, а путем расчета по уравнению (5), поэтому проверка не является полностью независимой. С этой оговоркой результат указывает, что в исследованных условиях длительная прочность контролируется тем же стационарным дислокационным механизмом, который определяет кинетику ползучести, а вклад ускоренной III стадии остается ограниченным.

Результаты испытаний сплава ВЖС1 на длительную прочность приведены в табл. 3.

Таблица 3

Результаты испытаний сплава ВЖС1 на длительную прочность

Температура T , °C	Напряжение σ , МПа	Среднее время до разрушения $\bar{\tau}$, ч	Диапазон значений времени до разрушения τ , ч	Коэффициент вариации $CV(\tau)$, %	Среднее значение относительного удлинения $\bar{\delta}$, %	Среднее значение относительного сужения $\bar{\psi}$, %
800	500	13,5	10–17	~26	3,63	5,25
	450	39,0	30–46	~21	4,78	5,50
	410	148,0	127–198	~24	3,05	5,00
900	250	10,25	9–11	~10	3,55	4,50
	200	57,0	51–68	~15	6,63	8,50
	180	110,75	104–124	~9	4,95	12,50

Коэффициент вариации ресурса находится в пределах 9–26 %, что типично для поликристаллических жаропрочных сплавов. Природа разброса стохастическая: время до образования критического дефекта зависит от локальной конфигурации границ зерен, расположения карбидов МС и неоднородности γ' -фазы вблизи дефекта, а унаследованная от послойного синтеза неоднородность пространственно модулирует эти параметры. Систематическая связь разброса с длительностью испытания, согласно данным табл. 3, не обнаружена: при 900 °C коэффициент вариации составляет 9–15 % во всем диапазоне $\tau = 10$ –111 ч, тогда как при 800 °C он равен 21–26 % при $\tau = 13$ –148 ч. Разброс контролируется температурой испытания, а не ресурсом, и коррелирует с изотермическим показателем чувствительности к напряжению: при 800 °C (угловой коэффициент $n_\tau = 12,04$) та же флуктуация локальной прочности соответствует практически вдвое большему разбросу ресурса, чем при 900 °C ($n_\tau = 7,31$).

Чувствительность ресурса к напряжению при фиксированной температуре характеризовали изотермическим показателем n_τ – угловым коэффициентом зависимости « $\lg \tau$ – $\lg \sigma$ » с обратным знаком. Он составил 12,04 и 7,31 при 800 и 900 °C соответственно, т. е. заметно превышает показатель ползучести $n = 6,24$. В отличие от показателя $\varepsilon_{\min}$, время до разрушения τ зависит и от скорости стационарной деформации, и от кинетики и роста дефектов, которые добавляют еще одну степенную зависимость от напряжения.

Температурный ход параметра n_τ объясним в модели порогового напряжения. При 800 °C рабочие напряжения 410–500 МПа ближе к порогу σ_0 , и из-за нелинейности зависимости $\tau(\sigma - \sigma_0)$ кажущийся изотермический показатель n_τ завышен. При 900 °C напряжения меньше, но одновременно снижается значение σ_0 из-за частичного растворения мелкой фракции γ' -фазы, соотношение выравнивается, и кажущийся показатель приближается к истинному.

Зависимость ресурса от температуры и напряжения описывали обобщенной моделью:

$$\tau = A_0 \sigma^{-n_\tau} \exp(Q_\tau/RT), \quad (8)$$

где Q_τ – эффективная энергия активации разрушения; $A = \lg A_0$.

Линеаризованная форма

$$\lg \tau = A - n_\tau \lg \sigma + (Q_\tau/2,303R)(1/T) \quad (9)$$

позволяет определить параметры модели путем регрессионного анализа по переменным $\lg \sigma$ и $1/T$ с учетом совокупности данных при 800 и 900 °C. Параметры моделей длительной прочности сплава ВЖС1:

n_τ при 800 °С (изотермическая модель)	12,04
n_τ при 900 °С (изотермическая модель)	7,31
n_τ (обобщенная модель)	8,54
Q_τ , кДж/моль	699
Q_τ/Q	1,14
$\lg A_0$	-9,71

Эффективная энергия активации разрушения $Q_\tau = 699$ кДж/моль превышает энергию активации стационарной ползучести $Q = 613$ кДж/моль на 14 %. Смысл различия в том, что показатель Q характеризует барьер стационарному движению дислокаций, а показатель Q_τ – это суперпозиция:

$$Q_\tau = Q + \Delta Q_{damage}, \quad (10)$$

где ΔQ_{damage} – эффективная энергия активации процессов накопления дефектов.

Разность $\Delta Q_{damage} \approx 86$ кДж/моль соответствует порядку величины энергии активации зернограницной диффузии в никеле (~115 кДж/моль [21]) и согласуется с диффузионной кавитацией как ограничивающей стадией разрушения. Следует отметить, что оценка показателя Q_τ опирается на две температурные точки, поэтому ее статистическая надежность ограничена: это параметр инженерной модели, пригодной для интерполяции в пределах температур 800–900 °С, и при расширении диапазона требует повторной проверки.

Для сведения данных при разных температурах к единой обобщающей кривой применяли параметр Ларсона–Миллера:

$$P = T(C + \lg \tau), \quad (11)$$

где T – абсолютная температура, К; τ – время до разрушения, ч; $C = 20$ – безразмерная константа, принятая для никелевых жаропрочных сплавов [29].

Результаты испытаний сплава ВЖСЗ, синтезированного и термически обработанного в тех же условиях, приведены в табл. 4.

Таблица 4

Результаты испытаний сплава ВЖСЗ на длительную прочность

Температура T , °С	Напряжение σ , МПа	Время до разрушения τ , ч	Относительное удлинение δ , %	Относительное сужение ψ , %
800	570	113	5,2	7,8
		89	6,1	9,0
	520	243	7,1	9,75
		191	3,92	5,1
900	285	116	6,0	4,7
		128	6,0	4,0
1000	130	113	5,2	5,1
		105	8,1	4,7
	120	126	9,6	12,0
		123	5,2	7,8

Достигнутые уровни допускаемых напряжений составляют $\sigma_{100}^{800^\circ} \approx 570$ МПа, $\sigma_{100}^{900^\circ} \approx 290$ МПа и $\sigma_{100}^{1000^\circ} \approx 130$ МПа. Коэффициент вариации ресурса, оцененный по двум параллельным образцам на каждом уровне нагружения, находится в пределах 2–17 %, характеристики пластичности при разрушении ($\delta = 3,9$ –9,6 %, $\psi = 4,0$ –12,0 %) сохраняются на уровне единиц процентов.

Экспериментальные данные обоих сплавов в координатах « $\lg \sigma - P$ » представлены на рис. 7. Путем регрессионного анализа для сплавов ВЖС1 и ВЖСЗ получены

уравнения $\lg \sigma = -0,148P + 6,08$ ($R^2 = 0,974$) и $\lg \sigma = -0,148P + 6,27$ ($R^2 = 0,996$) соответственно; наклоны совпадают в пределах 95%-ных доверительных интервалов ($\pm 0,024$ и $\pm 0,006$ для сплава ВЖС1 и ВЖС3 соответственно). Совпадение наклонов при различии свободных членов имеет самостоятельное значение: оба сплава разрушаются по одному механизму, а вертикальный сдвиг на 0,19 ед. в логарифмических координатах соответствует превышению допускаемого напряжения в 1,55 раза при равном параметре Ларсона–Миллера. Различие обеспечено прежде всего повышением объемной доли γ' -фазы с 35–40 до 60 % при сохранении бездефектного синтеза.

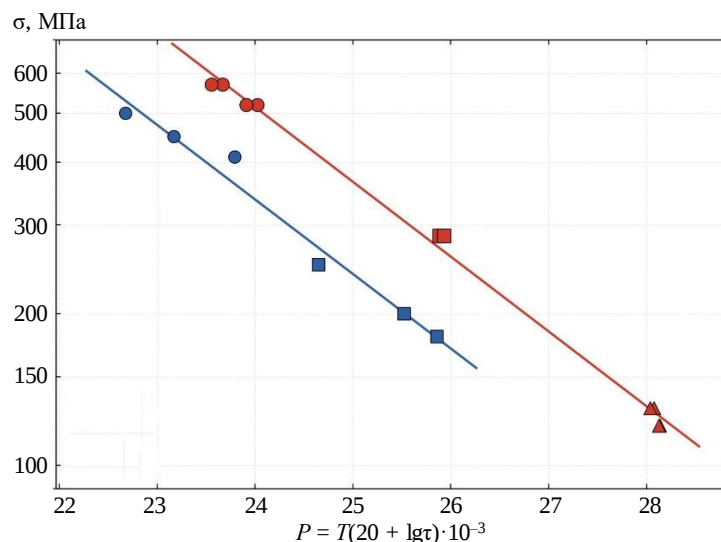


Рис. 7. Диаграмма Ларсона–Миллера: ●, ■, ▲ – индивидуальные результаты испытаний при 800, 900 и 1000 °С соответственно, линии – линейная регрессия для сплавов ВЖС1 (—) и ВЖС3 (—) по данным табл. 3 и 4

Допускаемые напряжения для сплава ВЖС1 на ресурсе 100 ч, полученные путем расчета по обобщенной модели (8) и параметрам модели длительной прочности, составляют 409 МПа при 800 °С и 187 МПа при 900 °С, полученные путем регрессионного анализа – соответственно 421 и 184 МПа. Значения допускаемых напряжений при 900 °С согласуются с экспериментальными данными – при 180 МПа среднее время до разрушения составило 110,75 ч (табл. 3). Согласно опубликованным данным [11, 22], для литого сплава IN738LC допускаемые напряжения составляют 420–450 МПа при 800 °С и 170–190 МПа при 900 °С, т. е. достигнутый уровень соответствует литому материалу того же класса по доле γ' -фазы. По данным работ [11, 12, 14], синтезированные версии сплавов IN738LC и IN939 демонстрируют снижение ресурса на 25–35 % относительно литых аналогов, что при $n_T = 7,3$ –12,0 соответствует уменьшению допускаемого напряжения лишь на 3–6 %, а по обобщенной диаграмме Ларсона–Миллера сплав ВЖС1 соответствует уровню литых сплавов IN939 [30] и IN713LC [31] и превосходит отечественные сплавы ЭП648 и ВЖ159, осваиваемые в технологии СЛС [5–7].

Для сплава ВЖС3 достигнутый уровень $\sigma_{100}^{1000} \approx 130$ МПа соответствует требованиям к материалам рабочих лопаток газотурбинных двигателей и уровню литых сплавов класса ВЖЛ12У, ЖС6У и ЖС32 [3] и реализован в материале, пригодном к изготовлению методом аддитивного производства, что для литейных аналогов недостижимо. Экстраполяция диаграмм Ларсона–Миллера за пределы экспериментального диапазона имеет оценочный характер и опирается на допущение о сохранении линейности зависимости, для ее верификации необходимы испытания при температурах <800 °С и при более длительных ресурсах.

Заключения

В синтезированном состоянии сплав ВЖС1 представляет собой метастабильный пересыщенный однофазный γ -твердый раствор с иерархической дислокационной субструктурой и высокой плотностью дислокаций; выделения γ' -фазы отсутствуют. Полная термическая обработка формирует бимодальную γ/γ' -структуру из крупной ($\sim(80\text{--}150)$ нм) и мелкой ($\sim(15\text{--}40)$ нм) фракций, возникающих соответственно на первой и последующих ступенях трехступенчатого старения.

По прерванным изотермическим испытаниям сплава ВЖС1 в интервале температур $850\text{--}950$ °С и напряжений $209\text{--}497$ МПа определены конститутивные параметры стационарной ползучести: показатель степени по напряжению $n = 6,24 \pm 0,3$ и эффективная энергия активации ползучести $Q \approx 613$ кДж/моль. Ползучесть контролируется дислокационным переползанием, ограниченным термически активируемым преодолением когерентных барьеров γ/γ' -структуры; кажущийся показатель $n = 6,24$ сводится к истинному значению, равному $\sim(4\text{--}5)$.

Значение $Q = 613$ кДж/моль отвечает уровню литого сплава IN738LC (590 кДж/моль) – различие 23 кДж/моль не выходит за пределы погрешности определения (± 15 кДж/моль) – и более чем в 2 раза превышает энергию активации самодиффузии никеля, что подтверждает определяющее влияние когерентных выделений γ' -фазы на сопротивление ползучести.

Построена обобщенная модель длительной прочности сплава ВЖС1. Эффективная энергия активации разрушения (699 кДж/моль) превышает энергию активации ползучести на 14% ; разница ~ 86 кДж/моль соответствует порядку энергии активации зернограницной диффузии в никеле, что согласуется с диффузионной кавитацией как ограничивающей стадией разрушения. Корреляция Монкмана–Гранта с константой $0,02\text{--}0,06$ согласуется с измеренным удлинением при разрушении. Расчетные допускаемые напряжения на ресурсе 100 ч составляют $409\text{--}421$ и $184\text{--}187$ МПа при 800 и 900 °С соответственно.

Длительная прочность сплава ВЖС1 соответствует уровню литых сплавов IN939 и IN713LC и превосходит уровень отечественных сплавов ЭП648 и ВЖ159, осваиваемых в технологии СЛС. Для сплава ВЖС3 длительная прочность на ресурсе 100 ч составила 570 , ~ 290 и ~ 130 МПа при температуре 800 , 900 и 1000 °С соответственно. Последнее значение соответствует требованиям к материалам рабочих лопаток турбины низкого давления и близко к уровню литого сплава ВЖЛ12У (~ 140 МПа). Кинетика ползучести исследована для сплава ВЖС1. Прямое исследование ползучести и механизмов деформации сплава ВЖС3 составляет предмет дальнейших работ. Экстраполяция диаграмм Ларсона–Миллера за пределы экспериментального диапазона имеет оценочный характер, для ее верификации необходимы испытания при температурах < 800 °С и больших ресурсах.

Список источников

1. Каблов Е.Н., Евгенов А.Г., Петрушин Н.В., Базылева О.А., Мазалов И.С., Дынин Н.В. Материалы нового поколения и цифровые аддитивные технологии производства ресурсных деталей ФГУП «ВИАМ». Часть 3. Адаптация и создание материалов // Электromеталлургия. 2022. № 4. С. 15–25.
2. Каблов Е.Н., Евгенов А.Г., Петрушин Н.В., Бакрадзе М.М., Неруш С.В., Шуртаков С.В., Мазалов И.С. Селективное лазерное сплавление: материалы и технологии для синтеза ресурсных деталей: учеб. пособие. М.: НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, 2024. 512 с.
3. Логунов А.В. Жаропрочные никелевые сплавы для лопаток и дисков газовых турбин. М.: Московские учебники, 2018. 592 с.
4. Евгенов А.Г., Рогалев А.М., Неруш С.В., Мазалов И.С. Исследование свойств сплава ЭП648, полученного методом селективного лазерного сплавления металлических порошков // Труды ВИАМ. 2015. № 2. С. 8–15. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 04.07.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-2-2-2.

5. Евгенов А.Г., Горбовец М.А., Прагер С.М. Структура и механические свойства жаропрочных сплавов ВЖ159 и ЭП648, полученных методом селективного лазерного сплавления // *Авиационные материалы и технологии*. 2016. № S1 (43). С. 8–15. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-S1-8-15.
6. Мазалов И.С., Евгенов А.Г., Прагер С.М. Перспективы применения жаропрочного структурно-стабильного сплава ВЖ159 для аддитивного производства высокотемпературных деталей ГТД // *Авиационные материалы и технологии*. 2016. № S1 (43). С. 3–7. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-S1-3-7.
7. Оспенникова О.Г., Наприенко С.А., Медведев П.Н., Зайцев Д.В., Рогалев А.М. Особенности формирования структурно-фазового состояния сплава ЭП648 при селективном лазерном сплавлении // *Труды ВИАМ*. 2021. № 8 (102). С. 3–11. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 04.07.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-8-3-11.
8. Каблов Е.Н., Неруш С.В., Чубов Д.Г., Сухов Д.И., Филонова Е.В., Пахомкин С.И. Структурная нестабильность жаропрочных сплавов на основе никеля с высоким содержанием гамма-штрих фазы, полученных методом селективного лазерного сплавления // *Труды ВИАМ*. 2025. № 8 (150). С. 3–13. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 04.07.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-8-3-13.
9. Мовенко Д.А., Шуртаков С.В. Причины образования микротрещин и снижение плотности их распределения в изделиях из никелевых жаропрочных сплавов, изготовленных методом СЛС (обзор) // *Авиационные материалы и технологии*. 2022. № 2 (67). С. 43–51. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 04.07.2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-2-43-51.
10. Сухов Д.И., Неруш С.В., Ефимочкин И.Ю., Карачевцев Ф.Н., Богачев И.А. Получение металлломатричных композитов на основе сплава ВЖ159 методом селективного лазерного сплавления // *Авиационные материалы и технологии*. 2021. № 2 (63). С. 62–72. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 04.07.2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-62-72.
11. Rickenbacher L., Etter T., Hövel S., Wegener K. High Temperature Material Properties of IN738LC Processed by Selective Laser Melting (SLM) Technology // *Rapid Prototyping Journal*. 2013. Vol. 19. No. 4. P. 282–290. DOI: 10.1108/13552541311323281.
12. Wilkes J., Hoopes K., Helfand J. Creep and Tensile Properties of Direct Metal Laser Sintered (DMLS) Inconel 738LC Coupons and Comparison to Cast Properties // *The 6th International Supercritical CO₂ Power Cycles Symposium*. Pittsburgh, 2018. Paper 168. URL: https://sco2symposium.com/papers2018/materials/168_Paper.pdf (дата обращения: 04.07.2026).
13. Xu J., Gruber H., Deng D. et al. Short-Term Creep Behavior of an Additive Manufactured Non-Weldable Nickel-Base Superalloy Evaluated by Slow Strain Rate Testing // *Acta Materialia*. 2019. Vol. 179. P. 142–157. DOI: 10.1016/j.actamat.2019.08.018.
14. Bridges A., Shingledecker J., Torkaman A., Houck L. Metallurgical Evaluation of an Additively Manufactured Nickel-Base Superalloy for Gas Turbine Guide Vanes // *ASME Turbo Expo 2020: Turbomachinery Technical Conference and Exposition*. New York: ASME, 2020. Vol. 8: Industrial and Cogeneration; Manufacturing Materials and Metallurgy; Marine; Microturbines, Turbochargers, and Small Turbomachines. Art. GT2020-15363. DOI: 10.1115/GT2020-15363.
15. Pröbstle M., Neumeier S., Hopfenmüller J. et al. Superior Creep Strength of a Nickel-Based Superalloy Produced by Selective Laser Melting // *Materials Science and Engineering: A*. 2016. Vol. 674. P. 299–307. DOI: 10.1016/j.msea.2016.07.061.
16. Popovich V.A., Borisov E.V., Heurtebise V. et al. Creep and Thermomechanical Fatigue of Functionally Graded Inconel 718 Produced by Additive Manufacturing // *TMS 2018 147th Annual Meeting & Exhibition Supplemental Proceedings (The Minerals, Metals & Materials Series)*. Cham: Springer, 2018. DOI: 10.1007/978-3-319-72526-0_9.
17. Kuo Y.-L., Horikawa S., Kakehi K. Effects of Build Direction and Heat Treatment on Creep Properties of Ni-Base Superalloy Built up by Additive Manufacturing // *Scripta Materialia*. 2017. Vol. 129. P. 74–78. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2016.10.035.
18. Неруш С.В., Чубов Д.Г., Капланский Ю.Ю., Сухов Д.И. Исследование экспериментального жаропрочного сплава на основе никеля, полученного методом селективного лазерного сплавления // *Труды ВИАМ*. 2025. № 7 (149). С. 3–12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 04.07.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-7-3-12.

19. Неруш С.В., Сухов Д.И., Капланский Ю.Ю., Чубов Д.Г. Закономерности кинетики ползучести и длительной прочности жаропрочного никелевого сплава ВЖС1 // Сб. докл. XVIII Всерос. конф. по испытаниям и исследованиям свойств материалов «ТЕСТМАТ» по тематике: «Современные подходы и тенденции развития структурно-фазовых, химико-аналитических методов анализа». М.: НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, 2026. С. 334–345.
20. Shang S.L., Zacherl C.L., Fang H.Z. et al. Effects of Alloying Element and Temperature on the Stacking Fault Energies of Dilute Ni-Base Superalloys // *Journal of Physics: Condensed Matter*. 2012. Vol. 24. No. 50. Art. 505403. DOI: 10.1088/0953-8984/24/50/505403.
21. Frost H.J., Ashby M.F. *Deformation-Mechanism Maps: The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics*. Oxford: Pergamon Press, 1982. 166 p.
22. Sawada K., Kimura K., Abe F. et al. Data Sheets on the Elevated-Temperature Properties of Nickel Based 16Cr–8.5Co–3.5Al–3.5Ti–2.6W–1.8Mo–0.9Nb Superalloy Casting for Gas Turbine Components. NIMS Creep Data Sheet No. 49A. Tsukuba: National Institute for Materials Science, 2012. DOI: 10.11503/nims.1053.
23. Chen K., Dong J., Yao Z. Creep Failure and Damage Mechanism of Inconel 718 Alloy at 800–900 °C // *Metals and Materials International*. 2021. Vol. 27. No. 5. P. 970–984. DOI: 10.1007/s12540-019-00447-4.
24. Epishin A.I., Fedelich B., Viguier B. et al. Creep of Single-Crystals of Nickel-Base γ -Alloy at Temperatures between 1150 °C and 1288 °C // *Materials Science and Engineering: A*. 2021. Vol. 825. Art. 141880. DOI: 10.1016/j.msea.2021.141880.
25. Li Q., Tian S., Yu H. et al. Effects of Carbides and Its Evolution on Creep Properties of a Directionally Solidified Nickel-Based Superalloy // *Materials Science and Engineering: A*. 2015. Vol. 633. P. 20–27. DOI: 10.1016/j.msea.2015.02.056.
26. Furillo F.T., Davidson J.M., Tien J.K., Jackman L.A. The Effects of Grain Boundary Carbides on the Creep and Back Stress of a Nickel-Base Superalloy // *Materials Science and Engineering*. 1979. Vol. 39. P. 267–273. DOI: 10.1016/0025-5416(79)90065-X.
27. He L.Z., Zheng Q., Sun X.F. et al. Effect of Carbides on the Creep Properties of a Ni-Base Superalloy M963 // *Materials Science and Engineering: A*. 2005. Vol. 397. No. 1–2. P. 297–304. DOI: 10.1016/j.msea.2005.02.038.
28. Monkman F.C., Grant N.J. An Empirical Relationship between Rupture Life and Minimum Creep Rate in Creep-Rupture Tests // *Proceedings of ASTM*. 1956. Vol. 56. P. 593–620.
29. Larson F.R., Miller J. A Time-Temperature Relationship for Rupture and Creep Stresses // *Transactions of the ASME*. 1952. Vol. 74. P. 765–771.
30. Shaw S.W.K. Response of IN-939 to Process Variations // *Superalloys 1980*. Warrendale: The Metallurgical Society of AIME, 1980. P. 275–284.
31. Engineering Properties of Alloy 713C. Toronto: Nickel Institute. Publication No. 337. URL: https://nickelinstitute.org/media/2487/alloys-713c_337.pdf (дата обращения: 04.07.2026).

References

1. Kablov E.N., Evgenov A.G., Petrushin N.V., Bazyleva O.A., Mazalov I.S., Dynin N.V. New-generation materials and digital additive technologies for the production of resource parts FSUE «VIAM». Part 3. Adaptation and creation of materials. *Electrometallurgiya*, 2022, no. 4, pp. 15–25.
2. Kablov E.N., Evgenov A.G., Petrushin N.V., Bakradze M.M., Nerush S.V., Shurtakov S.V., Mazalov I.S. *Selective laser melting: materials and technologies for the synthesis of resource parts*: textbook. Moscow: NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, 2024, 512 p.
3. Logunov A.V. *Heat-resistant nickel alloys for gas turbine blades and disks*. Moscow: Moscow Textbooks, 2018, 592 p.
4. Evgenov A.G., Rogalev A.M., Nerush S.V., Mazalov I.S. A study of properties of EP648 alloy manufactured by the selective laser sintering of metal powders. *Trudy VIAM*, 2015, no. 2, pp. 8–15. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: July 04, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-2-2-2.
5. Evgenov A.G., Gorbovec M.A., Prager S.M. Structure and mechanical properties of heat resistant alloys VZh159 and EP648, prepared by selective laser fusing. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2016, no. S1, pp. 8–15. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-S1-8-15.

6. Mazalov I.S., Evgenov A.G., Prager S.M. Perspectives of heat resistant structurally stable alloy VZh159 application for additive production of high-temperature parts of GTE. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2016, no. S1, pp. 3–7. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-S1-3-7.
7. Ospennikova O.G., Naprienko S.A., Medvedev P.N., Zaitsev D.V., Rogalev A.M. Features of the formation of the structural-phase state of the EP648 alloy during selective laser manufacture. *Trudy VIAM*, 2021, no. 8 (102), pp. 3–11. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: July 04, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-8-3-11.
8. Kablov E.N., Nerush S.V., Chubov D.G., Suhov D.I., Filonova E.V., Pahomkin S.I. Structural instability of heat-resistant nickel-based superalloys with high content of the gamma prime phase obtained by selective laser melting method. *Trudy VIAM*, 2025, no. 8 (150), pp. 3–13. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: July 04, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-8-3-13.
9. Movenko D.A., Shurtakov S.V. Microcrack formation and controlling in nickel superalloys processed by selective laser melting (review). *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 2 (67), pp. 43–51. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: July 04, 2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-2-43-51.
10. Sukhov D.I., Nerush S.V., Efimochkin I.Yu., Karachevchev F.N., Bogachev I.A. Production of MMC based on VZh159 alloy by selective laser melting. *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 2 (63), pp. 62–72. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: July 04, 2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-62-72.
11. Rickenbacher L., Etter T., Hövel S., Wegener K. High Temperature Material Properties of IN738LC Processed by Selective Laser Melting (SLM) Technology. *Rapid Prototyping Journal*, 2013, vol. 19, no. 4, pp. 282–290. DOI: 10.1108/13552541311323281.
12. Wilkes J., Hoopes K., Helfand J. Creep and Tensile Properties of Direct Metal Laser Sintered (DMLS) Inconel 738LC Coupons and Comparison to Cast Properties. *The 6th International Supercritical CO₂ Power Cycles Symposium*. Pittsburgh, 2018, paper 168. Available at: https://sco2symposium.com/papers2018/materials/168_Paper.pdf (accessed: July 04, 2026).
13. Xu J., Gruber H., Deng D. et al. Short-Term Creep Behavior of an Additive Manufactured Non-Weldable Nickel-Base Superalloy Evaluated by Slow Strain Rate Testing. *Acta Materialia*, 2019, vol. 179, pp. 142–157. DOI: 10.1016/j.actamat.2019.08.018.
14. Bridges A., Shingledecker J., Torkaman A., Houck L. Metallurgical Evaluation of an Additively Manufactured Nickel-Base Superalloy for Gas Turbine Guide Vanes. *ASME Turbo Expo 2020: Turbomachinery Technical Conference and Exposition*. New York: ASME, 2020, vol. 8: Industrial and Cogeneration; Manufacturing Materials and Metallurgy; Marine; Microturbines, Turbochargers, and Small Turbomachines, art. GT2020-15363. DOI: 10.1115/GT2020-15363.
15. Pröbstle M., Neumeier S., Hopfenmüller J. et al. Superior Creep Strength of a Nickel-Based Superalloy Produced by Selective Laser Melting. *Materials Science and Engineering: A*, 2016, vol. 674, pp. 299–307. DOI: 10.1016/j.msea.2016.07.061.
16. Popovich V.A., Borisov E.V., Heurtebise V. et al. Creep and Thermomechanical Fatigue of Functionally Graded Inconel 718 Produced by Additive Manufacturing. *TMS 2018: 147th Annual Meeting & Exhibition Supplemental Proceedings*. The Minerals, Metals & Materials Series. Cham: Springer, 2018. DOI: 10.1007/978-3-319-72526-0_9.
17. Kuo Y.-L., Horikawa S., Kakehi K. Effects of Build Direction and Heat Treatment on Creep Properties of Ni-Base Superalloy Built up by Additive Manufacturing. *Scripta Materialia*, 2017, vol. 129, pp. 74–78. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2016.10.035.
18. Nerush S.V., Chubov D.G., Kaplanskiy Yu.Yu., Suhov D.I. Investigation of experimental nickel-based heat-resistant alloy obtained by selective laser melting method. *Trudy VIAM*, 2025, no. 7 (149), pp. 3–12. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: July 04, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-7-3-12.
19. Nerush S.V., Sukhov D.I., Kaplansky Yu.Yu., Chubov D.G. Regularities of the kinetics of creep and long-term strength of heat-resistant nickel alloy VZhS1. *Coll. Reports of XVIII All-Rus. Conf. on Testing and Research of Materials Properties «TESTMAT» on the topic: «Modern approaches and trends in the development of structural-phase, chemical-analytical methods of analysis»*. Moscow: NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, 2026, pp. 334–345.

20. Shang S.L., Zacherl C.L., Fang H.Z. et al. Effects of Alloying Element and Temperature on the Stacking Fault Energies of Dilute Ni-Base Superalloys. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 2012, vol. 24, no. 50, art. 505403. DOI: 10.1088/0953-8984/24/50/505403.
21. Frost H.J., Ashby M.F. *Deformation-Mechanism Maps: The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics*. Oxford: Pergamon Press, 1982, 166 p.
22. Sawada K., Kimura K., Abe F. et al. *Data Sheets on the Elevated-Temperature Properties of Nickel Based 16Cr–8,5Co–3,5Al–3,5Ti–2,6W–1,8Mo–0,9Nb Superalloy Casting for Gas Turbine Components*. NIMS Creep Data Sheet No. 49A. Tsukuba: National Institute for Materials Science, 2012. DOI: 10.11503/nims.1053.
23. Chen K., Dong J., Yao Z. Creep Failure and Damage Mechanism of Inconel 718 Alloy at 800–900 °C. *Metals and Materials International*, 2021, vol. 27, no. 5, pp. 970–984. DOI: 10.1007/s12540-019-00447-4.
24. Epishin A.I., Fedelich B., Viguiet B. et al. Creep of Single-Crystals of Nickel-Base γ -Alloy at Temperatures between 1150 °C and 1288 °C. *Materials Science and Engineering: A*, 2021, vol. 825, art. 141880. DOI: 10.1016/j.msea.2021.141880.
25. Li Q., Tian S., Yu H. et al. Effects of Carbides and Its Evolution on Creep Properties of a Directionally Solidified Nickel-Based Superalloy. *Materials Science and Engineering: A*, 2015, vol. 633, pp. 20–27. DOI: 10.1016/j.msea.2015.02.056.
26. Furillo F.T., Davidson J.M., Tien J.K., Jackman L.A. The Effects of Grain Boundary Carbides on the Creep and Back Stress of a Nickel-Base Superalloy. *Materials Science and Engineering*, 1979, vol. 39, pp. 267–273. DOI: 10.1016/0025-5416(79)90065-X.
27. He L.Z., Zheng Q., Sun X.F. et al. Effect of Carbides on the Creep Properties of a Ni-Base Superalloy M963. *Materials Science and Engineering: A*, 2005, vol. 397, no. 1–2, pp. 297–304. DOI: 10.1016/j.msea.2005.02.038.
28. Monkman F.C., Grant N.J. An Empirical Relationship between Rupture Life and Minimum Creep Rate in Creep-Rupture Tests. *Proceedings of ASTM*, 1956, vol. 56, pp. 593–620.
29. Larson F.R., Miller J. A Time-Temperature Relationship for Rupture and Creep Stresses. *Transactions of the ASME*, 1952, vol. 74, pp. 765–771.
30. Shaw S.W.K. Response of IN-939 to Process Variations. *Superalloys 1980*. Warrendale: The Metallurgical Society of AIME, 1980, pp. 275–284.
31. *Engineering Properties of Alloy 713C*. Toronto: Nickel Institute. Publication No. 337. Available at: https://nickelinstitute.org/media/2487/alloys-713c_337.pdf (accessed: July 04, 2026).

Информация об авторах

Неруш Святослав Васильевич, начальник Научно-исследовательского отделения, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Чубов Даниил Григорьевич, инженер 2 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Сухов Дмитрий Игоревич, ведущий научный сотрудник, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Капланский Юрий Юрьевич, заместитель начальника лаборатории по науке, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Svyatoslav V. Nerush, Head of Scientific-Research Bureau, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Daniil G. Chubov, Second Category Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Dmitriy I. Sukhov, Leading Researcher, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Yuriy Yu. Kaplanskiy, Deputy Head of Laboratory of Science, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 06.07.2026; одобрена и принята к публикации после рецензирования 17.07.2026.
The article was submitted 06.07.2026; approved and accepted for publication after reviewing 17.07.2026.

Научная статья

УДК 669.15-194.55:621.762

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-63-75

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ СИНТЕЗИРОВАННОГО МАТЕРИАЛА СТАЛИ СИСТЕМЫ Fe–Cr–Ni–Co–Mo, ПОЛУЧЕННОГО МЕТОДОМ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ, ПОСЛЕ РАЗЛИЧНЫХ ТЕРМИЧЕСКИХ ОБРАБОТОК

В.Д. Гоголева¹, П.Е. Кузнецова¹, И.С. Куко¹, Т.А. Мазалова¹, И.А. Богачев¹

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

Аннотация. Проведено исследование влияния различных параметров старения на структуру и механические свойства мартенситно-стареющей стали марки 02X13H5K9M4, полученной методом селективного лазерного сплавления из исходного состояния без применения операции закалки. Определены химический состав и содержание примесей, технологические характеристики металлопорошковой композиции, исследованы процентное содержание газовых пор и микроструктура, проведена оценка механических свойств образцов после старения, определены значения косвенных показателей – количества остаточного аустенита и твердости.

Ключевые слова: аддитивное производство, мартенситно-стареющая сталь, термическая обработка, селективное лазерное сплавление

Для цитирования: Гоголева В.Д., Кузнецова П.Е., Куко И.С., Мазалова Т.А., Богачев И.А. Исследование структуры и свойств синтезированного материала стали системы Fe–Cr–Ni–Co–Mo, полученного методом селективного лазерного сплавления, после различных термических обработок // Труды ВИАМ. 2026. № 7 (161). С. 63–75. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-63-75.

Scientific article

STRUCTURE AND PROPERTIES INVESTIGATION OF THE SYNTHESIZED STEEL MATERIAL OF Fe–Cr–Ni–Co–Mo SYSTEM, OBTAINED BY SELECTIVE LASER MELTING AFTER DIFFERENT HEAT TREATMENTS

V.D. Gogoleva¹, P.E. Kuznetsova¹, I.S. Kuko¹, T.A. Mazalova¹, I.A. Bogachev¹

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

Abstract. In this work the influence of different aging parameters on the structure and mechanical properties of maraging steel of 02Kh13N5K9M4 grade, obtained by selective laser melting was investigated from the initial state material without the use of quenching. In the course of the work, the chemical composition and content of impurities, technological characteristics of metal powder composition were determined, the percentage of gas pores and microstructure were examined, the mechanical properties of samples after aging were evaluated, as well as the values of indirect indicators, such as the amount of residual austenite and hardness, were determined.

Keywords: additive manufacturing, maraging steel, heat treatment, selective laser melting

For citation: Gogoleva V.D., Kuznetsova P.E., Kuko I.S., Mazalova T.A., Bogachev I.A. Structure and properties investigations of the synthesized steel material of Fe–Cr–Ni–Co–Mo system, obtained by selective laser melting after different heat treatments. *Trudy VIAM*, 2026, no. 7 (161), pp. 63–75. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-63-75.

Введение

Аддитивное производство – одно из быстро развивающихся направлений в материаловедении. Наиболее широко применяемый метод в аддитивных технологиях – селективное лазерное сплавление (СЛС), которое заключается в послойном введении порций порошка и избирательном плавлении его лазерным лучом [1, 2].

В последнее время актуальным становится производство полного цикла, которое включает: изготовление литой шихтовой заготовки с минимальным содержанием примесей; получение дисперсных металлопорошковых композиций (МПК); разработку электронных моделей, в том числе с применением топологической оптимизации; создание технологий синтеза деталей из МПК с последующей термической и баротермической обработкой; контроль свойств, структуры и качества изготовленных деталей различными методами [3–5].

В аддитивном производстве среди всех используемых сплавов наиболее востребованы мартенситно-стареющие стали, которые обладают уникальным комплексом механических свойств, высоким сопротивлением малым пластическим деформациям, хрупкому и усталостному разрушению, холодо-, тепло- и коррозионной стойкостью [6–11].

Благодаря использованию аддитивных технологий можно создать детали сложной геометрической конфигурации, снизить их массу при сохранении прочностных характеристик, повысить производительность и коэффициент использования материала. Специально для аддитивного производства в 2020 г. в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ разработана коррозионностойкая мартенситно-стареющая сталь марки ВНЛ14-ПС (02Х13Н5К9М4, патент № 2751064). Состав этой стали сбалансирован для исключения образования горячих трещин при синтезе, улучшения свариваемости и формирования необходимой структуры, что позволило получить комплекс свойств материала на уровне литых аналогов [12–16]. Для достижения высоких значений механических характеристик для данной стали необходимы наиболее технологичные режимы термической и баротермической обработок [17].

Для оптимизации существующего технологического цикла изготовления заготовок из разработанной мартенситно-стареющей стали, уменьшения вероятности коробления сложнопрофильных деталей, сохранения качества поверхности и снижения стоимости целесообразно рассмотреть альтернативные режимы термической обработки с возможностью исключения или корректировки технологических операций, оказывающих наиболее интенсивное термическое воздействие на синтезированный материал.

Материалы и методы

Для изготовления образцов из синтезированной мартенситно-стареющей стали в вакуумной печи выплавлена литая шихтовая заготовка и определен химический состав. Процесс получения МПК посредством распыления проходил на лабораторном газовом атомайзере. После газодинамической сепарации и рассева проведены исследования химического состава и количества содержания примесей с помощью атомно-эмиссионного спектрометра в потоке плазмообразующего газа и анализаторов (ГОСТ Р 55079, ГОСТ 17745, ГОСТ 12344, ГОСТ 12345 [18–21]), а также определены размеры частиц МПК по дифракции лазерного излучения на лазерном дифракционном анализаторе (ГОСТ Р 8.777 [22]). Для технологических характеристик, таких как

насыпная плотность и текучесть, использовали весы, секундомер и воронку Холла с диаметром отверстия 2,5 мм (ГОСТ 19440, ГОСТ 20899).

Проведение СЛС осуществляли в среде азота на установке типа CL без подогрева плиты построения. После этого заготовки промаркировали и отделили от плиты построения при помощи ленточной пилы с применением специальной охлаждающей жидкости. Термическую обработку заготовок проводили в камерных печах с защитной атмосферой. Во время старения варьировали такие параметры, как температура и продолжительность выдержки.

Для определения температур фазовых превращений проведена дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК). Нагрев образцов осуществляли со скоростью 10 °С/мин в динамической среде аргона.

Оценку пористости и изучение микроструктуры проводили на оптических микроскопах. Для выявления структуры синтезированного материала травление шлифов проводили электролитическим методом в смеси раствора щавелевой кислоты ($C_2H_2O_4$) и сернистого железа в течение короткого времени (15–30 с), а также с помощью химического травления в растворе $FeCl_3 + HCl + H_2O$. Испытание на растяжение проводили согласно ГОСТ 1497 и ГОСТ 11150 [23, 24]. Измерение намагниченности насыщения осуществляли по методу Штеблеина, дальнейший расчет объемного содержания аустенита по намагниченности насыщения в образцах – по методике ВИАМ. Измерение твердости проводили на универсальном твердомере по ГОСТ 9012 [25].

Результаты и обсуждение

После проведения процесса газовой атомизации расплава получена МПК с шифром 17П, далее проведен химический анализ и определено содержание газовых примесей (табл. 1, рис. 1), а также определены технологические характеристики МПК как до (шифр 17П), так и после процесса СЛС (шифр 17С) (табл. 2, рис. 2).

Таблица 1

Определяемые элементы при химическом и газовом анализе отобранных проб (данные пат. RU 2751064 C1 [15])

Содержание элементов, % (по массе)										
Основные элементы								Примеси		
Fe	Cr	Ni	Co	Mo	Si	Mn	Nb	C	S	O
не более										
Основа	12,5–13,5	4,5–5,5	8,5–9,5	3,5–4,5	0,1	0,3	0,15	0,02	0,01	0,06
Примечание. Иттрий и лантан вводят по расчету и не определяют при химическом анализе (Y и $La \leq 0,02$ %).										

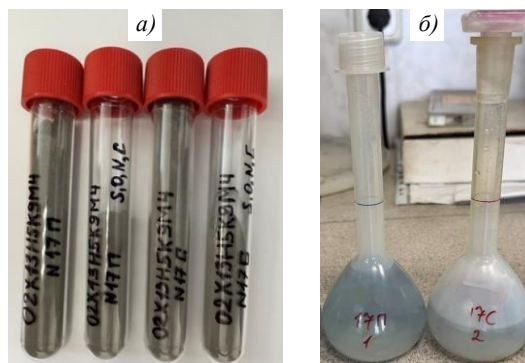


Рис. 1. Технологические пробы металлопорошковых композиций до процесса СЛС (а) и после анализа (б)

Таблица 2

Текущность и насыпная плотность металлопорошковых композиций

Шифр образца	Текущность, с	Насыпная плотность, г/см ³
17П	19,0	3,9852
17С	18,5	4,1520

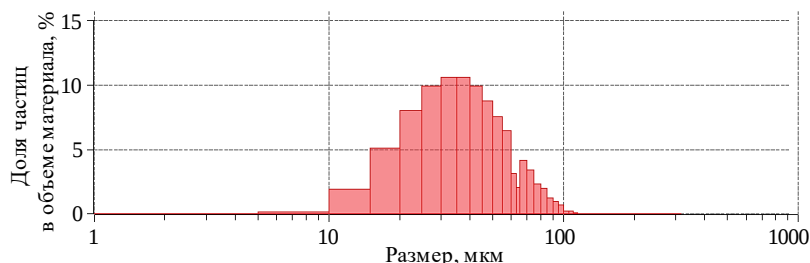


Рис. 2. Гранулометрическое определение частиц технологической пробы по размерам

Использование МПК фракции 10–63 мкм обусловлено требованиями к установке. Исходный металлический порошок имеет высокие показатели сферичности, насыпной плотности и текучести, низкое содержание газовых примесей, которые в совокупности определяют его полную пригодность использования в процессе СЛС.

Проведение исследования МПК (образец шифра 17С) необходимо для возможного повторного вовлечения данного материала в последующих процессах СЛС. Средний размер частиц после проведения процесса СЛС незначительно уменьшился по причине удаления из МПК частиц размером >63 мкм. Крупные частицы, которые не полностью спеклись и приобрели несферическую форму, удалялись из основной массы порошка в систему фильтрации посредством потока азота в установке СЛС. За счет уменьшения количества содержания частиц >63 мкм возросло на 3 % (по массе) содержание частиц основной фракции 10–63 мкм. Вследствие сужения диапазона размеров частиц в МПК показатель насыпной плотности увеличился на 5 %, а значение текучести сократилось на 0,5 с.

С помощью однолазерной установки для 3D-печати типа CL (мощность 400 Вт; толщина МПК, наносимой за один проход, 30 мкм; размер рабочей зоны 250×250×280 мм) по ранее разработанным режимам процесса СЛС напечатаны экспериментальные образцы (рис. 3). Всего получено 48 образцов, из которых: 8 – для испытаний на ударную вязкость, 26 – для механических испытаний (низкие), 14 – для оценки микроструктуры, а также проведения испытаний на растяжение (высокие). На каждый режим термической обработки использованы два образца – один высокий и один низкий.

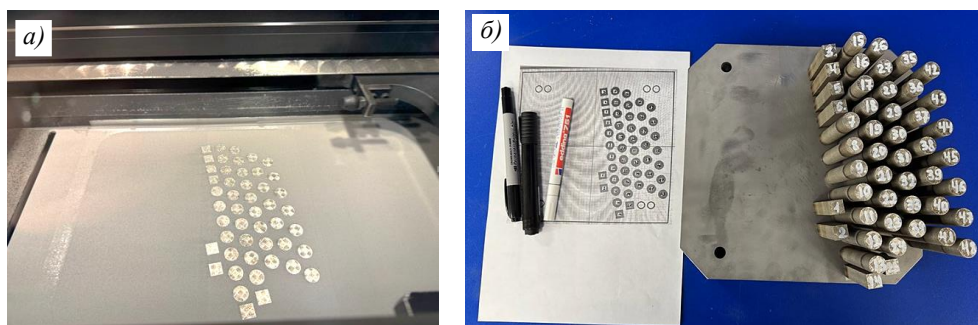


Рис. 3. Проведение процесса СЛС (а) и маркировка образцов на плите построения (б)

Несмотря на то что данная установка обеспечивает возможность работы с тремя типами штриховки: сплошной, дискретно-диагональной и шахматной, в качестве основной выбрана третья из перечисленных. Благодаря стохастическому порядку сплавления отдельных фрагментов (островков), повороту и смещению от слоя к слою направления прохода лазера происходят снижение локальных напряжений и образование однородной и плотной структуры синтезируемого материала. Сам процесс СЛС проходил при наличии защитной среды (азот).

На рис. 4 показана исходная микроструктура мартенситно-стабилизирующей стали марки ВНЛ14-ПС. Она представляет собой типичную для технологии СЛС мелкоячеистую структуру с характерным размером ячеек 5–10 мкм, внутри которых наблюдается пластинчатое строение с ориентацией пластин параллельно с направлением треков. Визуальная оценка показала, что внутри ячеек содержится большое количество реечного мартенсита. Таким образом, вследствие высоких скоростей охлаждения и структурных особенностей стали после синтеза формируется псевдозакаленная мартенситная структура.

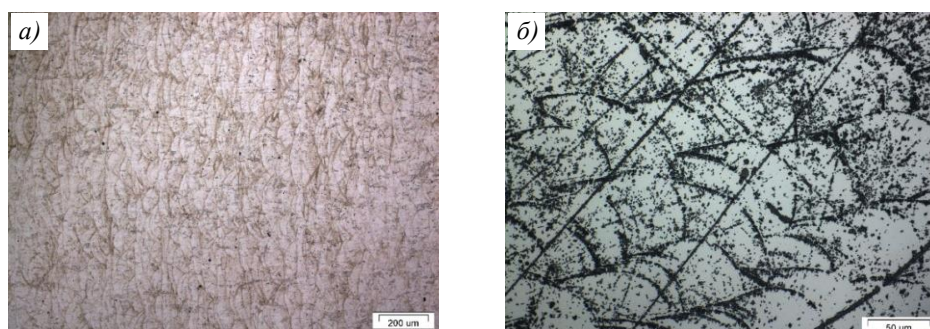


Рис. 4. Микроструктуры ($a - \times 100$; $b - \times 500$) мартенситно-стабилизирующей стали марки ВНЛ14-ПС в исходном состоянии после травления в щавелевой кислоте (a) и сернистом железе (b)

Значение объемного содержания газовых пор образца в исходном состоянии находится в диапазоне 0,047–0,395 % (при среднем значении 0,280 %), которое возможно существенно снизить с помощью применения горячего изостатического прессования (ГИП). Количество остаточного аустенита составляет 12,53 %, которое напрямую коррелирует с данными оценки исходной структуры синтезированного материала стали марки ВНЛ14-ПС.

Проведение старения для исходного состояния образцов обусловлено особенностью структуры после СЛС. Псевдозакаленная мартенситная структура позволяет в дальнейшем при определенных температурах (рис. 5) и выдержках в процессе старения выделить достаточное количество упрочняющих интерметаллидных фаз.

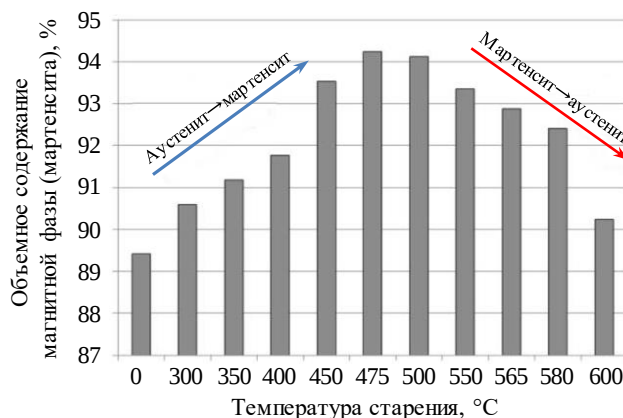


Рис. 5. Зависимость объемного содержания магнитной фазы от температуры старения

Для понимания кинетики образования фаз и определения необходимого диапазона температур проведения процесса старения сделан ДСК-анализ образцов в закаленном и исходном СЛС-состоянии (рис. 6).

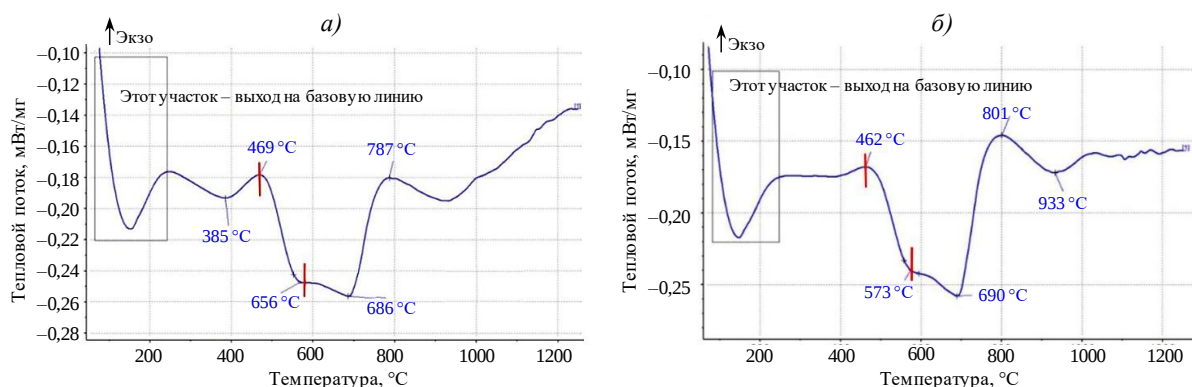


Рис. 6. ДСК-анализ образцов в исходном состоянии СЛС (а) и после СЛС + отжига + закалки в масле (б)

Исследование показало, что после СЛС и СЛС + отжига + закалки образуются сопоставимые структуры реечного мартенсита. По результатам ДСК-анализа установлены точки по температурам наиболее интенсивного выделения интерметаллидных фаз, которое происходит в температурном диапазоне 460–560 °С, а их коагуляция – при температуре >570 °С.

Старение образцов сразу после СЛС проводили по следующим режимам: 550 °С, 3 ч; 525 °С, 3 ч; 525 °С, 10 ч; 500 °С, 10 ч.

Для контроля пористости образцов после термической обработки путем шлифования и полирования изготовлены микрошлифы. Диапазон измеренных значений пористости составлял 0,025–0,495 % со средним значением 0,295 %. Такой высокий показатель получили ввиду повышенного содержания газовых пор закрытого типа.

Для оценки микроструктур образцов, полученных по разным режимам старения, использованы различные варианты травления (рис. 7).

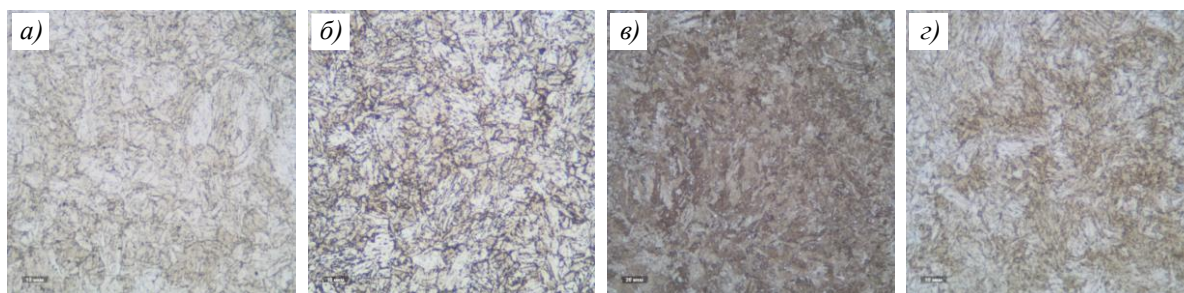


Рис. 7. Микроструктуры (а, б, г – $\times 1000$; в – $\times 500$) образцов после старения по режимам: 550 °С, 3 ч (а); 525 °С, 3 ч (б); 525 °С, 10 ч (в); 500 °С, 10 ч (г)

При представленных процессах старения прослеживается тенденция обратимости сдвигового превращения «мартенсит→аустенит» (менее пластинчатая структура – увеличение доли аустенита в стали). После проведения старения при температуре 525 °С в течение 10 ч в структуре формируются упрочняющие интерметаллидные фазы типа Fe_2Mo , $(\text{Fe}, \text{Ni}, \text{Co})_2\text{Mo}$ или Ni_3Mo [16]. Данные фазы, распределенные равномерно по всему объему образца, позволят существенно упрочнить псевдозакаленную структуру.

С целью определения механических характеристик изготовлены и испытаны образцы шифра Н03-023. Результаты приведены в табл. 3 (испытывали по два образца).

Таблица 3

Механические свойства образцов

Режим старения	Предел текучести $\sigma_{0,2}$, МПа	Предел прочности σ_B , МПа
В исходном состоянии (после СЛС)	896; 907	1029; 1032
После горячего изостатического прессования и термической обработки (стандартный режим)	1300	1480
При температуре 550 °С в течение 3 ч	1269; 1274	1288; 1338
При температуре 525 °С в течение, ч:		
3	1290; 1310	1340; 1355
10	1448; 1478	1499; 1520
При температуре 500 °С в течение 10 ч	1427; 1439	1470; 1488

По сравнению с базовым режимом ГИП + термическая обработка (отжиг не выше A_{c1} + закалка при 1000 °С в масле + старение при 550 °С) обнаружено следующее. После СЛС значения параметров $\sigma_{0,2}$ и σ_B снизились в 1,44 раза, так как без старения в стали отсутствуют дисперсные упрочняющие фазы. При различных режимах старения в некоторых случаях происходит повышение прочностных характеристик из-за распада мартенсита и выделения упрочняющих фаз. После старения при 550 °С, 3 ч значения $\sigma_{0,2}$ уменьшаются в 1,02 раза, а σ_B – в 1,13 раза. После старения при 525 °С, 3 ч параметр $\sigma_{0,2}$ не изменяется, а σ_B уменьшается в 1,1 раза. После старения при 525 °С, 10 ч параметр $\sigma_{0,2}$ увеличивается в 1,13 раза, а σ_B – в 1,02 раза. После старения при 500 °С, 10 ч параметр $\sigma_{0,2}$ увеличивается в 1,1 раза, а σ_B не изменяется.

Результаты исследований показали, что параметры статической прочности ($\sigma_{0,2}$, σ_B) благодаря коротким вариантам термических обработок можно увеличить относительно значений свойств после стандартной термической обработки. Однако относительное удлинение и сужение (δ и ψ , %) имеют значения ниже теоретических данных из-за высокого содержания газовых пор, которые возможно уменьшить благодаря проведению процедуры ГИП [26, 27].

Помимо прямых результатов оценки механических свойств и структуры образцов, обработанных по различным режимам, существуют еще и косвенные, которые помогают составить полную картину проведенных испытаний и исследований. Один из таких способов – оценка количества остаточного аустенита по намагниченности насыщения (рис. 8).

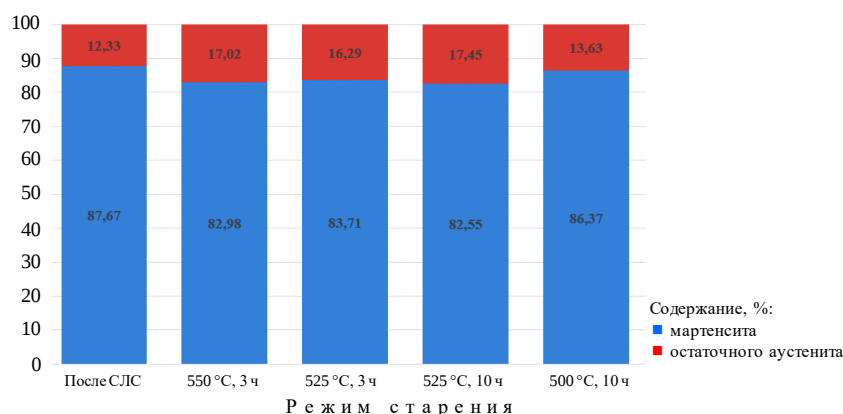


Рис. 8. Значения остаточного аустенита по намагниченности насыщения

На изменение количества остаточного аустенита влияет старение при 550 °С в течение 3 ч, а также при 525 °С с выдержкой 3 и 10 ч. Увеличение времени выдержки при температуре 525 °С приводит к большей интенсивности протекания диффузионных процессов и реализации ($\alpha \rightarrow \gamma$)-превращения, что способствует увеличению содержания аустенита. Аналогичные процессы происходят при увеличении температуры старения с 525 до 550 °С.

Твердость (еще один косвенный показатель) измеряли по методу Бринелля ($d = 5$ мм; нагрузка 2500 Н), а затем с помощью таблицы переводили в шкалу Роквелла (HRC). Результаты представлены в табл. 4.

Таблица 4

Определение твердости образцов

Режим старения	Твердость по Бринеллю HB ($d = 5$ мм; нагрузка 2500 Н)	Твердость по Роквеллу HRC
Исходное состояние (после СЛС)	303	32,78
При 550 °С, 3 ч	395	41,81
При 525 °С, 3 ч	393	41,61
При 525 °С, 10 ч	403	42,52
При 500 °С, 10 ч	410	43,19

Твердость образцов после старения выше, чем в исходном состоянии, что можно объяснить наличием упрочняющих интерметаллидных фаз в микроструктуре. Для более наглядного представления результатов составлена диаграмма, где на разных шкалах показана твердость по Бринеллю и Роквеллу (рис. 9).

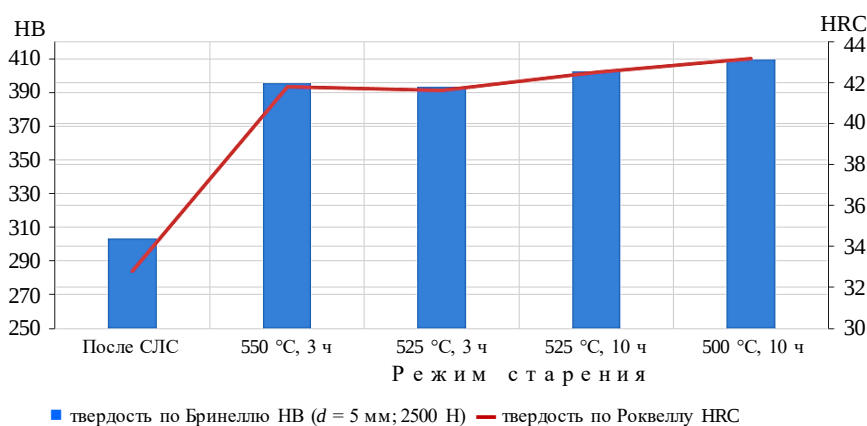


Рис. 9. Диаграмма оценки твердости

Ввиду низких значений параметров надежности (δ и ψ , %) проведены исследования строения излома образцов (рис. 10). После старения структура материала не претерпевает значительных превращений и остается схожей со структурой после СЛС, за исключением образования дисперсных выделений упрочняющей фазы.

Разрушение образцов развивалось от трещин на поверхности, образующихся в процессе растяжения на дефектах, расположенных в приповерхностной зоне. Дефекты представляют собой участки, в которых отсутствует сплавление материала. В бездефектных участках разрушение прошло с формированием вязкого ямочного рельефа. Разница в механических свойствах обусловлена размерами дефектов и плотностью их распределения в материале (рис. 11).

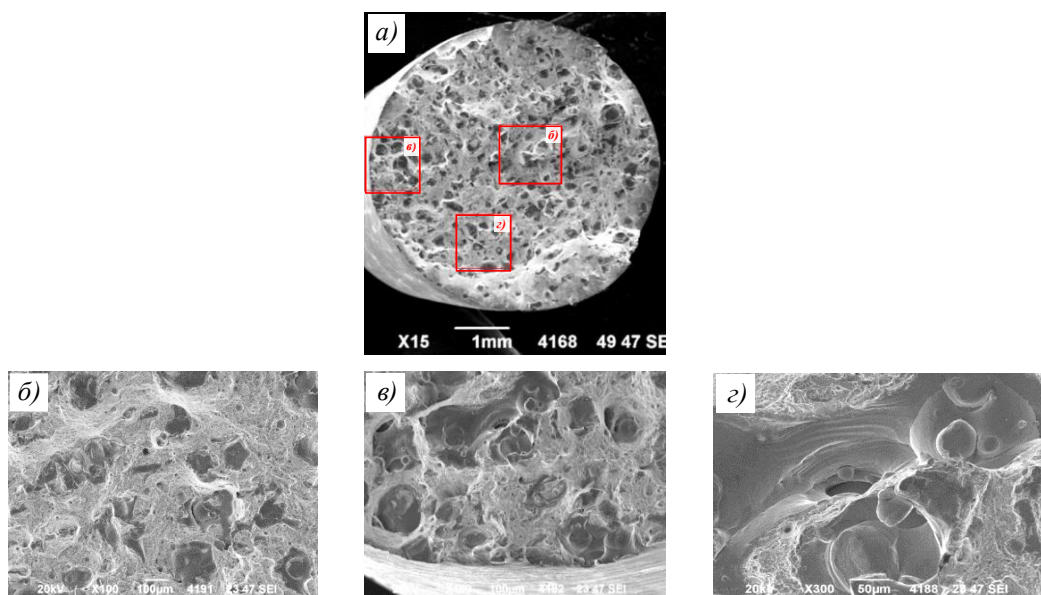


Рис. 10. Строение излома образца: *a* – общий вид излома; *б* – вид центральной части излома; *в* – дефекты в приповерхностной зоне; *г* – вид дефектов в изломе

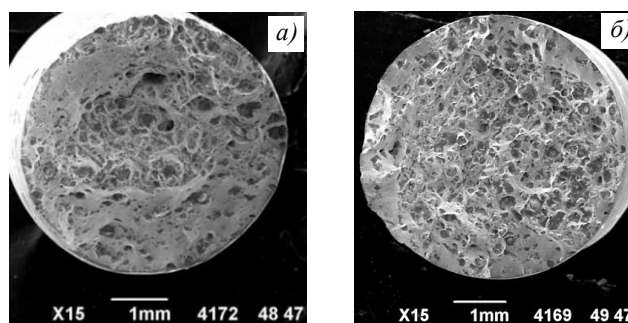


Рис. 11. Фрактографический анализ образца с низким (*a*) и высоким (*б*) содержанием газовых пор

Все четыре режима альтернативной термической обработки не оказывают влияния на пластичность, и ее уровень остается равным значениям после СЛС. Высокое содержание газовых пор способствует образованию хрупкого излома. По сравнению с полной термической обработкой, наблюдается снижение уровня надежности, что необходимо учитывать при изготовлении ответственных деталей и применять данную схему термической обработки с учетом этого.

Заключения

В данной работе проведены: оценка пористости, микроструктуры, механических характеристик; исследование содержания остаточного аустенита по намагниченности насыщения и значений твердости. Помимо основных задач, проанализированы химические составы и содержания газовых примесей литой шихтовой заготовки, МПК и проб синтезированного материала стали; исследованы технологические характеристики; проведены гранулометрический анализ МПК коррозионной стали марки 02X13H5K9M4 и фрактографический анализ для выявления причин низких характеристик пластичности синтезированных образцов. Основные аспекты работы следующие:

– в результате построения ДСК-кривых и оценки микроструктуры обнаружено, что образцы в исходном состоянии (после СЛС) и после СЛС + отжига + закалки имеют сопоставимую структуру речного мартенсита;

– при старении происходят обратное сдвиговое превращение (мартенсит→аустенит) и формирование упрочняющих интерметаллидных фаз типа Fe_2Mo , $(\text{Fe}, \text{Ni}, \text{Co})_2\text{Mo}$ или Ni_3Mo ;

– благодаря проведению старения при различных температурах и продолжительности выдержки для исходных синтезированных образцов возможно добиться повышения таких свойств, как пределы прочности и текучести, что приведет к уменьшению вероятности коробления сложнопрофильных деталей. Однако такой вариант термической обработки не окажет положительного влияния на относительное удлинение и сужение материала.

Наиболее близкий уровень значений механических характеристик рассматриваемой мартенситно-стареющей стали к значениям при стандартной упрочняющей термической обработке достигается при применении операции старения в исходном синтезированном состоянии при температуре 525 °С в течение 10 ч. При этом удовлетворительная пластичность исследованных образцов вызвана, помимо всего, наличием в структуре материала высокой остаточной пористости, которая при стандартной термической обработке существенно снижается за счет проведения операции ГИП.

Список источников

1. ГОСТ Р 57558–2025. Аддитивные технологии. Базовые принципы. Термины и определения. М: РСТ, 2025. 36 с.
2. Зленко М.А., Попович А.А., Мутылина И.Н. Аддитивные технологии в машиностроении: учеб. пособие. СПб.: Изд-во Политех. ун-та, 2013. 222 с.
3. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
4. НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ: офиц. сайт. URL: <https://viam.ru/add> (дата обращения: 24.04.2025).
5. Богачев И.А., Сухов Д.И., Ходырев Н.А., Куркин С.Э. Исследование режимов синтеза поддерживающих структур деталей, получаемых методом селективного лазерного сплавления из металлопорошковой композиции сплава системы Co-Cr-Ni-W-Ta // Труды ВИАМ. 2022. № 1 (107). С. 3–13. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 25.04.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-1-3-13.
6. Гольдштейн М.И., Грачев С.В., Векслер Ю.Г. Специальные стали: учебник для вузов. М.: Металлургия, 1985. 407 с.
7. Арзамасов Б.Н., Соловьева Т.В., Герасимов С.А. и др. Справочник по конструкционным материалам: справочник. М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2005. 640 с.
8. Перкас М.Д. Структура, свойства и области применения высокопрочных мартенситно-стареющих сталей: учеб. пособие. М.: Машиностроение, 1986. 70 с.
9. Бодяко М.Н., Астапчук С.А., Ярошевич Г.Б. Мартенситно-стареющие стали. Минск: Наука и техника, 1976. 246 с.
10. Перкас М.Д., Еднерал А.Ф., Жуков О.П. и др. О роли кобальта в упрочнении мартенситно-стареющих сталей // Физика металлов и материаловедение. 1984. Т. 57. № 2. URL: https://eposlink.com/catalog/library/elibrary/book/fizika_metallov_i_materialovedenie-1975/publication/69815/ (дата обращения: 14.03.2025).
11. Тоньшева О.А., Вознесенская Н.М. Перспективные высокопрочные коррозионностойкие стали, легированные азотом (сравнительный анализ) // Авиационные материалы и технологии. 2014. № 3. С. 27–32. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-3-27-32.
12. Тарасенко Л.В., Шалькевич А.Б. Фазовый состав и упрочнение сталей системы Fe-Cr-Ni-Co-Mo с мартенситно-аустенитной структурой // Материаловедение и термическая обработка металлов. 2007. № 4. С. 32–37.

13. Сухов Д.И., Неруш С.В., Юрков М.А., Амирджян Г.В. Исследования структуры и свойств металлопорошковых композиций из коррозионностойких сталей, полученных газовой атомизацией расплава и предназначенных для изготовления деталей методом селективного лазерного сплавления // Вопросы материаловедения. 2018. № 4 (96). С. 97–106. DOI: 10.22349/1994-6716-2018-96-4-97-106.
14. Богачев И.А., Сульянова Е.А., Сухов Д.И., Мазалов П.Б. Исследование микроструктуры и свойств коррозионностойкой стали системы Fe–Cr–Ni, полученной методом селективного лазерного сплавления // Труды ВИАМ. 2019. № 3 (75). С. 3–13. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 20.03.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-3-3-13.
15. Высокопрочная порошковая коррозионностойкая сталь: пат. RU 2751064 C1; заявл. 17.06.20; опубл. 07.07.21.
16. Севальнев Г.С., Климов В.С., Власов И.И., Мазалова Т.А. Исследование механических свойств синтезированных образцов из стали системы Fe–Cr–Ni–Co–Mo после различных видов обработки // Труды ВИАМ. 2025. № 6 (148). С. 3–12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 16.06.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-6-3-12.
17. Алексеева М.С., Слободской П.А., Лукина Е.А., Якушева Н.А. Закономерности формирования структуры мартенситостареющей стали системы Fe–Cr–Ni–Mo–Ti в ходе термической обработки // Труды ВИАМ. 2024. № 2 (132). С. 3–12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 21.05.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-2-3-12.
18. ГОСТ Р 55079–2012. Сталь. Метод атомно-эмиссионного анализа с индуктивно связанной плазмой. М: Стандартинформ, 2016. 20 с.
19. ГОСТ 17745–90. Стали и сплавы. Методы определения газов. М: Изд-во стандартов, 1990. 12 с.
20. ГОСТ 12344–2003. Стали легированные и высоколегированные. Методы определения углерода. М: Стандартинформ, 2008. 15 с.
21. ГОСТ 12345–2001. Стали легированные и высоколегированные. Методы определения серы. М: Стандартинформ, 2006. 23 с.
22. ГОСТ Р 8.777–2011. Дисперсный состав аэрозолей и взвесей. Определение размеров частиц по дифракции лазерного излучения. М: Стандартинформ, 2012. 12 с.
23. ГОСТ 1497–2023. Металлы. Методы испытаний на растяжение. М: РСТ, 2024. 54 с.
24. ГОСТ 11150–84. Металлы. Методы испытания на растяжение при пониженных температурах. М: Изд-во стандартов, 1993. 8 с.
25. ГОСТ 9012–59. Металлы. Метод измерения твердости по Бринеллю. М: Стандартинформ, 2007. 40 с.
26. Altiparmak S.C., Lombardi M., Bondioli F. et al. Hot isostatic pressing for powder-based additive manufacturing of metals: State-of-the-art review and future perspectives // Journal of Materials Research and Technology. 2025. Vol. 39. P. 4794–4822. DOI: 10.1016/j.jmrt.2025.10.135.
27. Мазалов И.С., Мазалов П.Б., Сухов Д.И., Сульянова Е.А. Влияние параметров горячего изостатического прессования на структуру и свойства сплавов на основе кобальта, получаемых методом селективного лазерного сплавления // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 2 (63). С. 3–14. URL: <http://viam-works.ru> (дата обращения: 21.05.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-3-14.

References

1. State Standard R 57558–2025. *Additive Manufacturing. Basic Principles. Terms and Definitions*. Moscow: RST, 2025, 36 p.
2. Zlenko M.A., Popovich A.A., Mutylina I.N. *Additive Manufacturing in Mechanical Engineering: A Textbook*. St. Petersburg: Polytech. Univ. Press, 2013, 222 p.
3. 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.

4. National Research Center «Kurchatov Institute» – VIAM. Available at: <https://viam.ru/add> (accessed: April 24, 2025).
5. Bogachev I.A., Sukhov D.I., Khodyrev N.A., Kurkin S.E. Investigation of the supports structures' printing parameters for parts obtained by selective laser melting of metal powder composition of the Co–Cr–Ni–W–Ta alloy. *Trudy VIAM*, 2022, no. 1 (107), pp. 3–13. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: April 25, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-1-3-13.
6. Goldstein M.I., Grachev S.V., Veksler Yu.G. *Special steels: textbook for universities*. Moscow: Metallurgy, 1985, 407 p.
7. Arzamasov B.N., Solovieva T.V., Gerasimov S.A. et al. *Handbook of structural materials*. Moscow: Publ. house of Bauman Moscow State Tech. Univ., 2005, 640 p.
8. Perkas M.D. *Structure, properties and areas of application of high-strength maraging steels: textbook*. Moscow: Mashinostroenie, 1986, 70 p.
9. Bodyako M.N., Astapchuk S.A., Yaroshevich G.B. *Martensitic aging steels*. Minsk: Nauka i tekhnika, 1976, 246 p.
10. Perkas M.D., Edneral A.F., Zhukov O.P. et al. On the Role of Cobalt in Strengthening Maraging Steels. *Fizika metallov i materialovedenie*, 1984, vol. 57, no. 2. Available at: https://eposlink.com/catalog/library/elibrary/book/fizika_metallov_i_materialovedenie-1975/publication/69815/ (accessed: March 14, 2026).
11. Tonyшева O.A., Voznesenskaya N.M. Perspective high-strength corrosion-resistant steels alloyed with nitrogen (comparative analysis). *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2014, no. 3, pp. 27–32. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-3-27-32.
12. Tarasenko L.V., Shalkevich A.B. Phase composition and strengthening of steels of the Fe–Cr–Ni–Co–Mo system with a martensitic-austenitic structure. *Materialovedenie i termicheskaya obrabotka metallov*, 2007, no. 4, pp. 32–37.
13. Sukhov D.I., Nerush S.V., Yurkov M.A., Amirjanyan G.V. Studies of the structure and properties of metal-powder composites from corrosion-resistant steels obtained by gas atomization of the melt and intended for the manufacture of parts by selective laser melting. *Voprosy materialovedeniya*, 2018, no. 4 (96), pp. 97–106. DOI: 10.22349/1994-6716-2018-96-4-97-106.
14. Bogachev I.A., Sulyanova E.A., Sukhov D.I., Mazalov P.B. Microstructure and properties investigations of Fe–Cr–Ni stainless steel obtained by selective laser melting. *Trudy VIAM*, 2019, no. 3 (75), pp. 3–13. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: March 20, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-3-3-13.
15. *High-strength powder corrosion-resistant steel*: pat. RU 2751064 C1; appl. 17.06.20; publ. 07.07.21.
16. Sevalnev G.S., Klimov V.S., Vlasov I.I., Mazalova T.A. Study of mechanical properties of Fe–Cr–Ni–Co–Mo steel 3D-printed samples after various types of processing. *Trudy VIAM*, 2025, no. 6 (148), pp. 3–12. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 16, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-6-3-12.
17. Alekseeva M.S., Slobodskoy P.A., Lukina E.A., Yakusheva N.A. Patterns of structure formation for open-hearth steel of the Fe–Cr–Ni–Mo–Ti system during heat treatment. *Trudy VIAM*, 2024, no. 2 (132), pp. 3–12. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: May 21, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-2-3-12.
18. State Standard R 55079–2012. *Steel. Method of Atomic Emission Analysis with Inductively Coupled Plasma*. Moscow: Standartinform, 2016, 20 p.
19. State Standard 17745–90. *Steels and Alloys. Methods for Determining Gases*. Moscow: Publishing House of Standards, 1990, 12 p.
20. State Standard 12344–2003. *Alloyed and High-Alloy Steels. Methods for Determining Carbon*. Moscow: Standartinform, 2008, 15 p.
21. State Standard 12345–2001. *Alloyed and High-Alloy Steels. Methods for Determining Sulfur*. Moscow: Standartinform, 2006, 23 p.
22. State Standard R 8.777–2011. *Dispersed Composition of Aerosols and Suspensions. Particle Sizing by Laser Diffraction*. Moscow: Standartinform, 2012, 12 p.
23. State Standard 1497–2023. *Metals. Tensile Test Methods*. Moscow: RST, 2024, 54 p.

24. State Standard 11150–84. *Metals. Tensile Test Methods at Low Temperatures*. Moscow: Publ. House of Standards, 1993, 8 p.
25. State Standard 9012–59. *Metals. Brinell Hardness Measurement Method*. Moscow: Standartinform, 2007, 40 p.
26. Altiparmak S.C., Lombardi M., Bondioli F. et al. Hot isostatic pressing for powder-based additive manufacturing of metals: State-of-the-art review and future perspectives. *Journal of Materials Research and Technology*, 2025, vol. 39, pp. 4794–4822. DOI: 10.1016/j.jmrt.2025.10.135.
27. Mazalov I.S., Mazalov P.B., Suhov D.I., Sulyanova E.A. Influence of hot isostatic pressing parameters on structure and properties of cobalt-based alloys obtained by selective laser melting. *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 2 (63), pp. 3–14. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: April 21, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-3-14.

Информация об авторах

Гоголева Виктория Дмитриевна, техник, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Кузнецова Полина Евгеньевна, инженер 2 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Куко Иван Сергеевич, начальник сектора, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Мазалова Татьяна Анатольевна, инженер 2 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Богачев Игорь Александрович, начальник сектора, к.ф.-м.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Viktoriya D. Gogoleva, Technician, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Polina E. Kuznetsiva, Second Category Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Ivan S. Kuko, Head of Sector, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

Igor A. Bogachev, Head of Sector, Candidate of Sciences (Phys. & Math.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 19.01.2026; получена после доработки 06.02.2026; одобрена и принята к публикации после рецензирования 11.02.2026.

The article was submitted 19.01.2026; received in revised form 06.02.2026; approved and accepted for publication after reviewing 11.02.2026.

Научная статья

УДК 669.245:66.046.516

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-76-90

РАЗРАБОТКА И ВНЕДРЕНИЕ В ПРОИЗВОДСТВО РЕНИЙ-НИКЕЛЕВОЙ ЛИГАТУРЫ ДЛЯ ЛЕГИРОВАНИЯ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ЖАРОПРОЧНЫХ НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ

П.Г. Мин¹, В.Е. Вадеев¹, Д.А. Чемов¹, Р.В. Санкин¹

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

Аннотация. Представлена технология производства рений-никелевой лигатуры, предназначенной для легирования литейных жаропрочных никелевых сплавов. Описана подробная технологическая схема производства лигатуры – от подготовки исходных материалов до выпуска готовой продукции. Показано, что предварительный вакуумный отжиг обеспечивает спекание частиц и эффективную дегазацию порошка рения. Разработанные режимы отжига порошка и плавки лигатуры в вакуумной дуговой печи с нерасходуемым электродом позволяют минимизировать содержание газов, обеспечить равномерное распределение компонентов в объеме слитка и повысить выход годного металла. Разработанная лигатура успешно применяется при изготовлении монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов.

Ключевые слова: рений, лигатура, механические свойства, длительная прочность, литейные жаропрочные сплавы, монокристалл, ВЖМ4, ЖС32, авиационные лопатки, газотурбинные двигатели

Для цитирования: Мин П.Г., Вадеев В.Е., Чемов Д.А., Санкин Р.В. Разработка и внедрение в производство рений-никелевой лигатуры для легирования монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов // Труды ВИАМ. 2026. № 7 (161). С. 76–90. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-76-90.

Scientific article

DEVELOPMENT AND IMPLEMENTATION OF A RHENIUM-NICKEL ALLOY FOR ALLOYING MONOCRYSTALLINE HIGH-TEMPERATURE NICKEL ALLOYS

P.G. Min¹, V.E. Vadeev¹, D.A. Chemov¹, R.V. Sankin¹

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 article presents the technology of production of rhenium-nickel alloying, intended for alloying of casting high-temperature nickel alloys. A detailed technological scheme of production of alloying from preparation of initial materials to the release of finished products is described. It is shown that preliminary vacuum annealing of rhenium powder provides sintering of particles and effective degassing. The developed modes of powder annealing and alloying in a vacuum arc furnace with a non-consumable electrode allow to minimize the gas content, ensure uniform distribution of components inside the ingot, and increase the yield of the metal. The developed alloying is successfully used in the manufacture of single-crystal heat-resistant nickel alloys.

Keywords: rhenium, alloying, mechanical properties, long-term strength, cast heat-resistant alloys, single crystal, VZhM4, ZhS32, aircraft blades, gas turbine engines

For citation: Min P.G., Vadeev V.E., Chemov D.A., Sankin R.V. Development and implementation of a rhenium-nickel alloy for alloying monocrystalline high-temperature nickel alloys. *Trudy VIAM*, 2026, no. 7 (161), pp. 76–90. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-76-90.

Введение

В 1980-х гг. рений произвел «революцию» в области теории жаропрочности [1]. Растворяясь в матрице никелевого сплава, он резко затормаживает диффузионные процессы, тем самым увеличивает работоспособность материала в составе изделия [2]. Разработанный во Всесоюзном институте авиационных материалов (в настоящее время – НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ) первый в мире монокристаллический жаропрочный ренийсодержащий никелевый сплав марки ЖС32 позволил значительно повысить эксплуатационные характеристики турбинных лопаток авиационных двигателей [3].

С тех пор развитие авиационной промышленности всегда сопровождалось разработкой новых литейных жаропрочных ренийсодержащих никелевых сплавов. Ведущие зарубежные компании разработали несколько десятков ренийсодержащих материалов серий CMSX, Rene, PWA, TMS и др. В НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ также создана серия монокристаллических жаропрочных рений- и рений-рутенийсодержащих никелевых сплавов (ВЖМ4, ВЖМ5, ВЖМ6, ВЖМ8, ВЖМ10 и др.) для применения в новейших российских двигателях ПД-8, ПД-14, ПД-35 и др., работоспособных при температуре газа перед турбиной >1800 К [4–11]. Это привело к устойчивому увеличению спроса на металлический рений. В настоящее время ~80 % (~40 из 62 т) мировой добычи рения направляется на производство данных материалов, что подчеркивает значимость этого уникального элемента в современной авиации (рис. 1) [12–20].

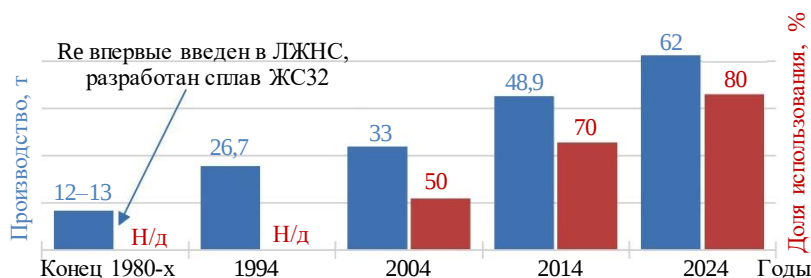


Рис. 1. Мировое производство и доля использования Re для изготовления литейных жаропрочных никелевых сплавов (ЛЖНС): н/д – данные отсутствуют

Чистота исходных шихтовых материалов (по содержанию вредных примесей и газов) является одним из ключевых факторов, влияющих на качество получаемых монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов. Образующиеся с участием примесных элементов оксиды, нитриды, карбонитриды, сульфиды и др. являются источниками гетерогенного зарождения «паразитных» зерен при направленной кристаллизации монокристаллических отливок и концентраторами напряжений, инициирующими зарождение трещин в процессе эксплуатации материала [21–25]. Поэтому примесные элементы, присутствуя даже в очень малых количествах, резко снижают прочностные характеристики и стабильность свойств монокристаллов и, как следствие, надежность и ресурс работы материала лопаток в составе изделий.

Рений, являясь тугоплавким тяжелым металлом [26, 27], склонен к ликвации и образованию топологически плотноупакованных фаз в процессе производства и эксплуатации монокристаллических жаропрочных высоколегированных никелевых сплавов [25]. Введение рения в виде высококачественной (с низким содержанием примесей и газов) лигатуры с никелем при вакуумной индукционной плавке данных материалов

позволит обеспечить его высокую усвояемость, стабильность химического состава и структуры сплава.

Цель работы – разработка технологии получения высококачественной рений-никелевой лигатуры с пониженным содержанием вредных примесей и газов и внедрение ее в серийное производство современных монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов.

Материалы и методы

Для изготовления рений-никелевой лигатуры марки РеНи-1 применяли карбонильную никелевую дробь марки ДНК-0 и металлический порошок рения марки Ре-0.

Рениевый порошок уплотняли методом прессования на гидравлическом прессе под давлением до 588,4 кН (60 тс) с применением пластификатора на глицериновом связующем.

Отжиг рениевого порошка осуществляли в вакуумной камерной электропечи, способной нагревать материал до 2500 °С при остаточном давлении ~0,0013 Па (10^{-5} мм рт. ст.).

Выплавку лигатуры проводили в атмосфере инертного газа (аргона) в вакуумной дуговой печи с нерасходуемым электродом, разработанной специалистами НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ. Установка предназначена для изготовления лигатур тугоплавких и активных металлов, необходимых при производстве жаропрочных сплавов. Печь оборудована эффективной системой очистки и осушения аргона, включающей фильтры и адсорбент на основе молекулярных сит. Для откачки воздуха использовали форвакуумный насос, обеспечивающий давление до 0,133 Па (10^{-3} мм рт. ст.).

Сплав ЖС32 выплавляли в вакуумной индукционной печи. Литье заготовок образцов с монокристаллической структурой ориентации <001> выполняли на установке направленной кристаллизации с жидкометаллическим охладителем (алюминием).

Химический состав сплава ЖС32, рений-никелевой лигатуры и рениевого порошка определяли с использованием следующих методов:

- микрорентгеноспектральный анализ – согласно ГОСТ 22309–2015;
- оптико-эмиссионная спектрометрия с искровым возбуждением пробы – в соответствии с МИ 1.2.061–2014;
- масс-спектрометрия – в соответствии с МИ 1.2.052–2013, МИ 1.2.053–2013 и МИ 1.2.054–2013;
- инфракрасная спектрометрия для определения углерода, серы и кислорода – согласно ГОСТ 24018.7–91, ГОСТ 24018.8–91 и ГОСТ 17745–90 соответственно;
- кондуктометрия для определения азота – согласно ГОСТ 17745–920.

Испытания на длительную прочность сплава ЖС32, полученного методом вакуумно-индукционной выплавки, проводили на монокристаллических образцах с кристаллографической ориентацией <001> без термической обработки согласно ГОСТ 10145–81.

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

Результаты и обсуждение

Рений является редким рассеянным элементом с высокими значениями температуры плавления и плотности, а его кларковое число составляет всего $7 \cdot 10^{-8}$ % [26]. Промышленное извлечение рения осуществляется попутно при переработке медных, молибденовых и урановых руд, что является сложным и трудозатратным процессом [27, 28]. При получении литейных жаропрочных никелевых сплавов в вакуумной индукционной печи рений добавляют в виде компактного материала – металлических

штабиков (в России) или пеллет (в США). При производстве обоих видов материалов из порошка металлического (чернового) рения получают предварительно спрессованную заготовку, которую затем спекают, удаляя газы и вредные примеси [29]. Однако традиционные способы ввода рения в расплав имеют недостатки. Высокая температура плавления ($\sim 3182^\circ\text{C}$) [30] и плотность ($21,02\text{ г/см}^3$) [31] затрудняют растворение рения и распределение в объеме расплава, поскольку температура плавки никелевых сплавов обычно составляет $1500\text{--}1600^\circ\text{C}$ [21], а плотность никеля равна $8,9\text{ г/см}^3$ [30].

Специалисты НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ предложили решение данной проблемы – введение рения в виде лигатуры, которая включает 75 % (по массе) рения и характеризуется соотношением содержаний (% (атомн.)) рения и никеля 1:1 (рис. 2). Такое соотношение улучшает условия растворения рения в никелевом расплаве, выравнивает его распределение по объему, что стабилизирует химический состав, физические и механические свойства сплава [32, 33].

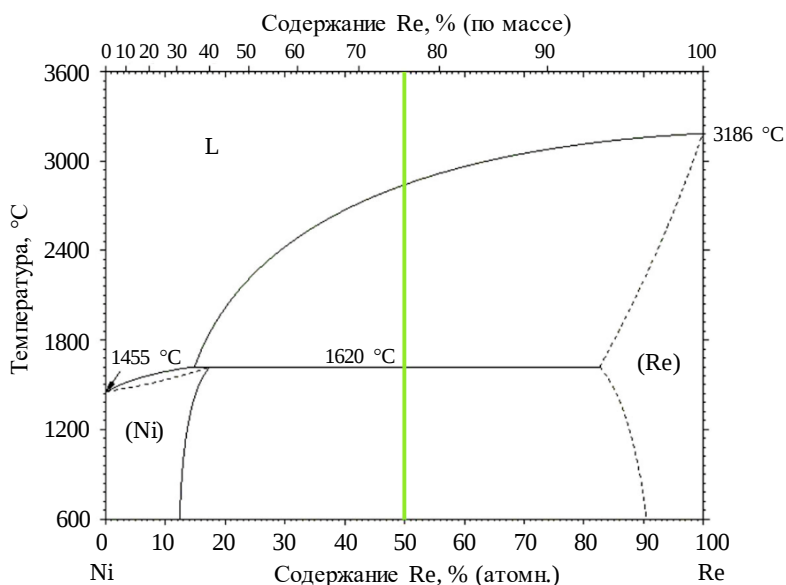


Рис. 2. Диаграмма состояния системы Re–Ni [34]

При плавке рениевого порошка в вакуумной дуговой печи в момент наведения дуги на материал образуется область с высоким давлением, из-за чего мелкие частицы рассеиваются по объему камеры. В результате происходят неизбежные потери металла, загрязняются важные компоненты установки, такие как смотровые стекла, вакуумные насосы и механизмы управления плавкой. Для предотвращения рассеивания частиц перед началом процесса плавки рениевый порошок следует подвергать компактированию.

Эксперимент по прессованию рениевого порошка в таблетки на прессе с усилием до $588,4\text{ кН}$ (60 тс) с применением пластификатора со связующим на основе глицерина не обеспечил ожидаемых результатов. Установлено, что достигаемого уровня давления недостаточно для получения плотной таблетки. Это связано с тем, что слой оксида Re_2O_7 , влага и газы на поверхности частиц порошка препятствуют его компактированию [26]. В производстве штабиков или пеллет прессование осуществляется при более высоком давлении, при этом получают только предварительно спрессованную заготовку, а ее дальнейшее уплотнение проходит в две стадии при спекании в атмосфере водорода при температурах $1100\text{--}1200$ и $2400\text{--}2850^\circ\text{C}$ [25, 26]. Из данных табл. 1 [27] следует, что при таких температурах оксиды удаляются из рениевого порошка за счет сублимации.

Таблица 1

Свойства оксидов рения [27]

Свойства	Значения свойств для оксида рения		
	ReO ₂	ReO ₃	Re ₂ O ₇
Температура, °С:			
плавления	1202	>500	300,3
кипения	1064	543,4	360,3
сублимации	1363	614	—
Плотность, г/см ³	11,4	7,2	6,14

Оксид Re₂O₇ возгоняется при низкой температуре [26], которая снижается с уменьшением давления (табл. 2).

Таблица 2

Зависимость температуры кипения Re₂O₇ от давления [26]

Температура, °С	214	230	238	250	265	276	295	300	310	325	340	350	360
Давление, Па	133	400	667	1453	3533	6666	17998	21331	27998	41598	59862	79993	94792

Удаление оксидов, влаги и газов с поверхности частиц порошка происходит при вакуумном отжиге, температура и время выдержки которого схожи с аналогичными параметрами спекания металлических заготовок (штабика и пеллет). Основными изменяемыми параметрами при разработке режима вакуумного отжига являлись температура, давление и время. Процесс нагрева выполняли поэтапно, постепенно увеличивая температуру до момента повышения давления, после чего поддерживали заданную температуру до последующего снижения давления. Давление увеличивалось из-за выделения газов, оксидов и влаги из порошка, по достижении рабочей температуры выдержки давление снижалось, что подтверждало полную дегазацию порошка. Исследована зависимость содержания газов в рениевом порошке от параметров вакуумного отжига (рис. 3). На графике приведены значения содержания кислорода в рениевом штабике, технические требования к штабику и порошку в России [35], а также к пеллетам в США [36].

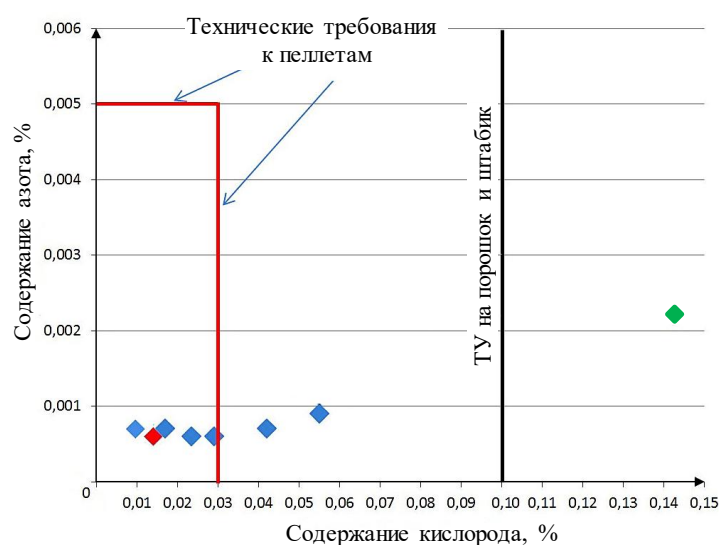


Рис. 3. Содержание кислорода и азота в металлическом рении до термической обработки (◆), после отжига по оптимальному (◆) и различным режимам (◆)

При оптимальных значениях температуры и времени отжига достигнуто снижение содержания азота в 3,5 раза в сравнении с исходным порошком, а кислорода – более чем в 10 раз. Увеличение времени выдержки и температуры не снижает содержания газов. На поверхности частиц порошка находится адсорбированный кислород, поэтому оценку газонасыщения целесообразно проводить по содержанию азота.

В процессе вакуумного отжига порошка по оптимальному режиму обнаружен эффект спекания частиц, благодаря чему исключена необходимость в предварительном формировании таблеток из порошка. Устранение поверхностных оксидов, влаги и газов способствует увеличению контактируемой поверхности чистых металлических частиц и их сцеплению друг с другом, таким образом достигается эффект спекания [37]. Несмотря на отсутствие полного слияния частиц в единый монолит, данная степень спекания достаточна для технологичной плавки ренийевого порошка (рис. 4) с никелем в вакуумной дуговой печи.



Рис. 4. Спеченный ренийевый порошок

По результатам проведенных исследований определена оптимальная технологическая схема производства рений-никелевой лигатуры – от добычи сырья до получения готового продукта. Для сравнения на рис. 5 дополнительно приведены схемы производства металлического штабика и пеллет.



Рис. 5. Технологическая схема получения компактных материалов из рения

Отожженный ренийевый порошок сплавляют с никелем в вакуумной дуговой печи с нерасходуемым электродом. При этом в процессе плавки внутри рабочей камеры может происходить распыление мелкодисперсных частиц, которые образуют нагар на смотровых стеклах и снижают выход годного металла. Кроме того, при проведении плавки на нижнюю часть электрода (рис. 6, *а*) попадают брызги жидкого металла (рис. 6, *б*), что вызывает его эрозию и нестабильное горение дуги, затрудняя управление процессом плавки.

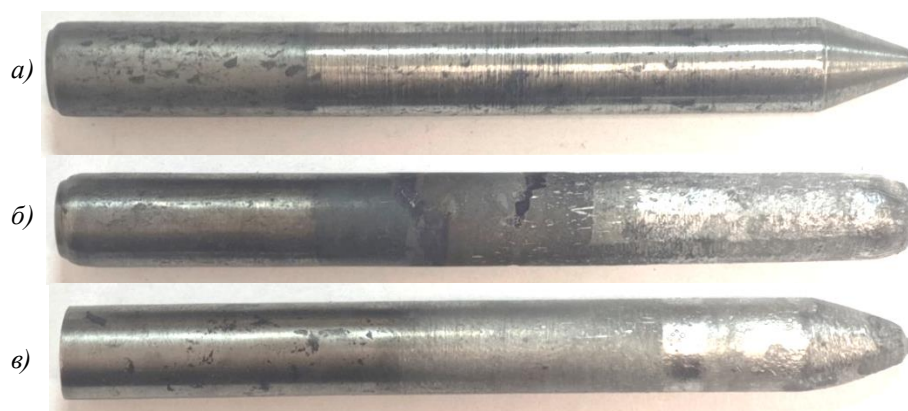


Рис. 6. Электроды в исходном состоянии перед плавкой (*а*), до (*б*) и после (*в*) отработки параметров плавки

Для решения указанных проблем проведены эксперименты по оптимизации базовых технологических параметров выплавки – давления аргона в камере печи и силы электрического тока, подаваемого на электрод. Помимо улучшения процесса плавки, необходимо обеспечить равномерный состав лигатуры, для чего слиток многократно переплавляли. Проведено 12 плавов с различными параметрами и количеством последовательных переплавов слитка (табл. 3).

Таблица 3

Технологические параметры опробованных режимов выплавки

Условный номер режима	Количество переплавов	Давление аргона	Сила тока	Выход годного, %
1–6	3	Пониженное или атмосферное	Повышенная или пониженная	99,70–99,90
7	5	Повышенное	Оптимальная	99,98
8	3		Пониженная	99,81
9	3		Повышенная	99,81
10–11	5	Повышенное	Оптимальная	99,85
12 (оптимальный)	5	Оптимальное	Оптимальная	100,00

Установлено, что при давлении аргона, меньшем или равном атмосферному, происходили интенсивные выбросы расплава, попадающие на поверхность электрода, вызывая его эрозию, что также отрицательно влияло на выход годного металла. При повышенном давлении аргона брызги металла на электрод не попадали (рис. 6, *в*), сокращалось количество осаждаемого нагара на смотровых стеклах, обеспечивался стабильно высокий выход годного металла. При пониженных значениях силы тока замедлялся процесс плавления шихты, увеличивалась продолжительность плавки. При повышенных значениях данного параметра происходило интенсивное покрытие смотровых стекол нагаром, из-за чего отсутствовала возможность полноценно наблюдать и регулировать процесс плавки.

Установленный оптимальный режим плавки рений-никелевой лигатуры в вакуумной дуговой печи с нерасходуемым электродом обеспечивает выход годного, равный 100 %, и низкую эрозию электрода. Для подтверждения равномерности распределения основных компонентов по объему слитка после каждого переплава по данному режиму отобрано по пять проб для определения химического состава. Данные химического анализа представлены на рис. 7.

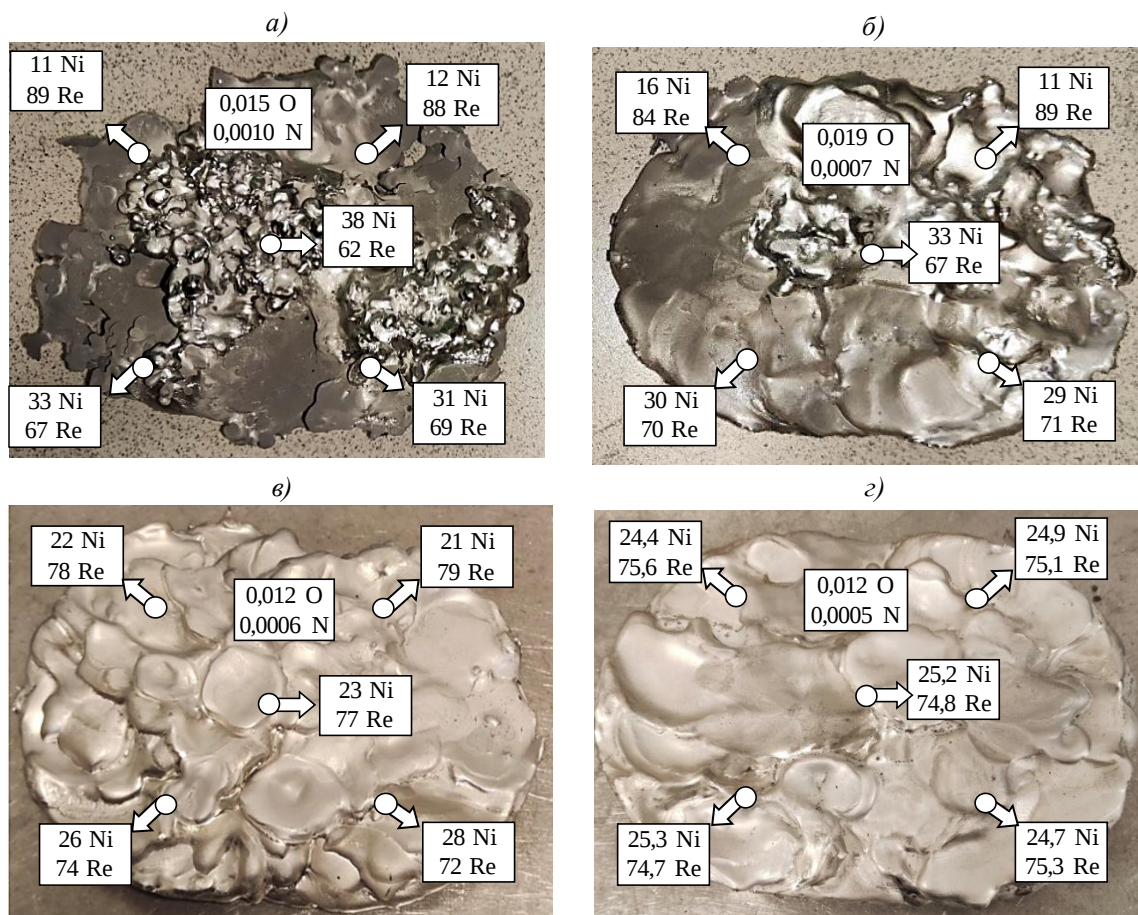


Рис. 7. Химический состав (% (по массе)) и внешний вид слитка, выплавленного по оптимальному режиму, после второго (а), третьего (б), четвертого (в) и пятого (з) переплавов

После пятого переплава химический состав рений-никелевой лигатуры совпадает с расчетным (75 и 25 % (по массе) Re и Ni соответственно) во всем объеме, а слиток стал плотным и однородным. Содержание азота после каждого переплава снижается и в результате составляет 0,0005 % (по массе). В табл. 4 приведено сравнение содержания вредных примесей в рениевом порошке и лигатуре.

Таблица 4

**Сравнение содержания вредных примесей
в рениевом порошке марки Re-0 и лигатуре марки ReNi-1**

Материал	Содержание элементов, % (по массе)									
	P	Zn	Te	Tl	Bi	Pb	Fe	B	O	N
Рениевый порошок	0,0022	0,0010	0,00003	0,00050	0,00020	0,00020	0,0120	0,0120	0,142	0,0022
Лигатура	<0,0005	<0,0005	<0,00001	0,00009	<0,00001	<0,00001	0,0076	<0,0001	0,012*	0,0005*

* Нестандартные образцы для анализа, фактическое содержание должно быть меньше.

За счет высокотемпературного вакуумного отжига ($>1200\text{ }^{\circ}\text{C}$) и воздействия электрической дуги ($>3300\text{ }^{\circ}\text{C}$) происходит дополнительная очистка рения от большинства примесей и газов, поэтому содержание фосфора, бора, железа, примесей цветных металлов, а также кислорода и азота в лигатуре значительно меньше, чем в рениевом порошке.

Микроструктура рений-никелевой лигатуры (рис. 8, *a*) состоит из твердого раствора рения с никелем (рис. 8, *б, в*) и равномерно распределенных по всему объему частиц фазы α -Ni (рис. 8, *з, д*). Это свидетельствует о высоком качестве изготовленной лигатуры. Согласно диаграмме состояния системы Re–Ni [34], при равном содержании (% (атомн.)) обоих металлов вероятно выделение твердой фазы β -рения, однако микрорентгеноспектральный анализ при увеличении $\times 100$ мкм подтвердил отсутствие данной фазы.

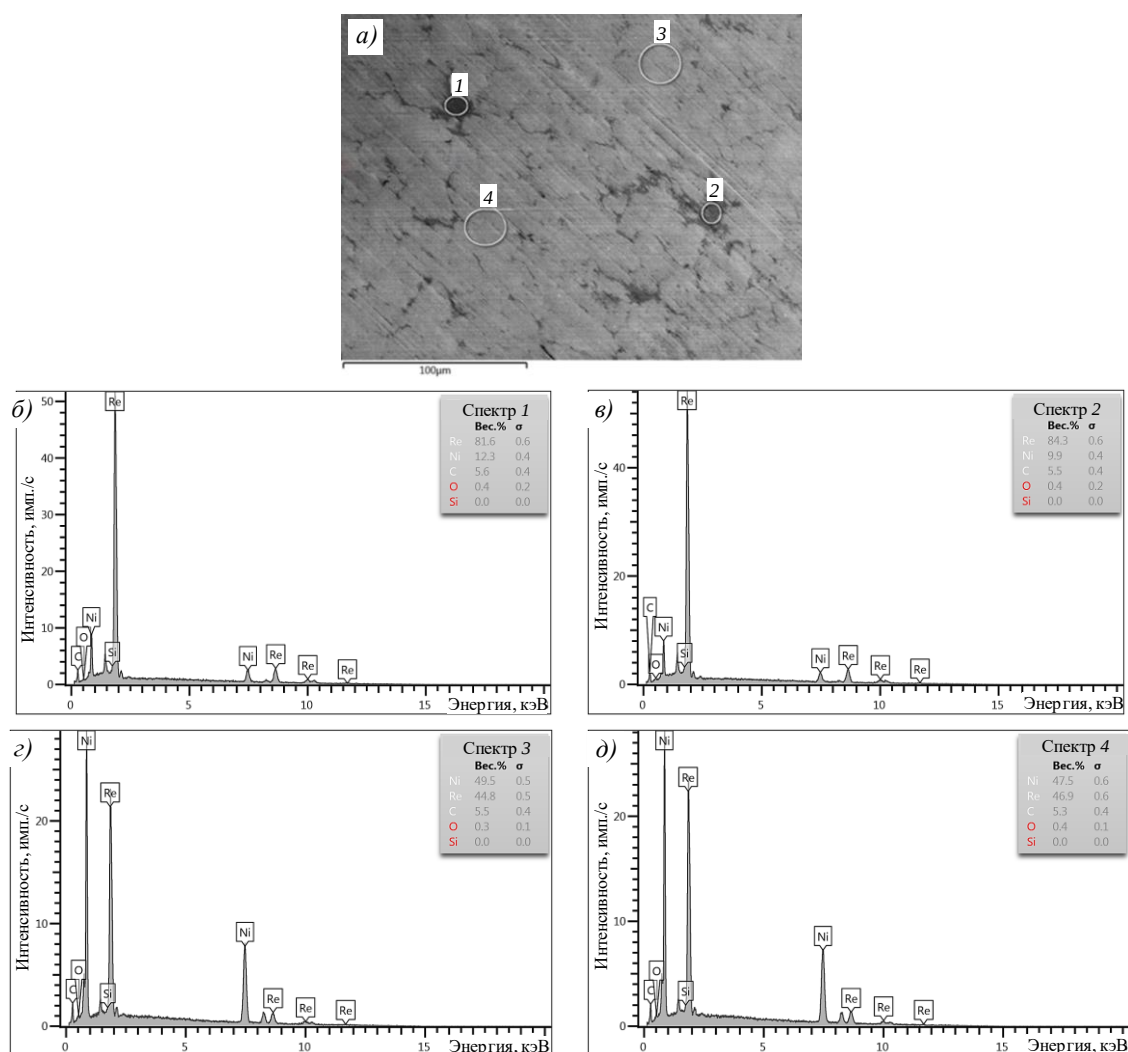


Рис. 8. Микроструктура (*a*) и результаты качественного микрорентгеноспектрального анализа лигатуры марки ReNi-1 (*б–д*)

В результате проведенных экспериментов разработан способ получения рений-никелевой лигатуры. Процесс состоит из следующих операций: предварительный вакуумный отжиг рениевого порошка, последующая плавка с никелем в вакуумной дуговой печи с нерасходуемым электродом, переворачивание слитка и серия повторных переплавок [38].

Изготовленная рений-никелевая лигатура марки РеНи-1 применена в производстве литейного жаропрочного никелевого сплава ЖС32. Выплавку проводили в вакуумной индукционной печи по стандартной серийной технологии с заменой традиционно применяемого рениевого штабика на лигатуру.

Получено высокое усвоение рения, введенного в виде лигатуры (содержание Re превышает расчетное значение на 0,12 %), по химическому составу сплав полностью соответствует требованиям ТУ. Для подтверждения уровня свойств полученного материала требованиям ТУ и паспортным значениям монокристаллические образцы из данного сплава испытаны на длительную прочность.

Среднее время до разрушения сплава ЖС32 при 975 °С и $\sigma = 294$ МПа составляет 83 ч, при 1000 °С и $\sigma = 275$ МПа достигает 57 ч, что полностью соответствует требованиям ТУ. При этом полученные результаты значительно превышают норму по ТУ (40 ч). Графики изменения длительной прочности сплава на базах испытания 100 и 500 ч при температурах 1000 и 1100 °С и паспортном уровне напряжения представлены на рис. 9.

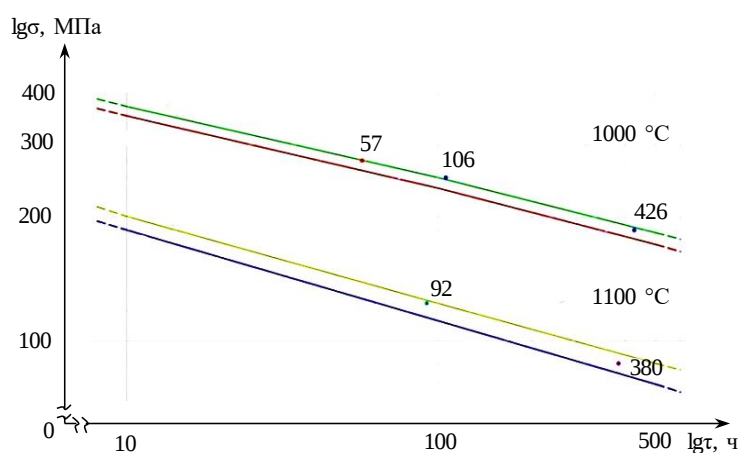


Рис. 9. Средние (—, —) и минимальные (---, ---) значения длительной прочности сплава ЖС32, выплавленного с применением разработанной лигатуры

Долговечность сплава при температуре 1000 °С на базах испытаний 100 и 500 ч (при напряжении 250 и 186 МПа соответственно) составляет 106 и 426 ч. При температуре 1100 °С на базах испытаний 100 и 500 ч (при напряжении 123,6 и 88 МПа соответственно) достигает 92 и 380 ч. Испытания на долговечность показали полное соответствие результатов паспортным характеристикам, что свидетельствует о высоком качестве сплава и применяемой рений-никелевой лигатуры марки РеНи-1.

На основании результатов испытаний сплава ЖС32 лигатура марки РеНи-1 одобрена в качестве шихтового материала при серийном производстве литейных жаропрочных никелевых сплавов. Более 300 кг изготовленной лигатуры применено при вакуумной индукционной плавке монокристаллического жаропрочного рений-рутения содержащего никелевого сплава ВЖМ4. Отмечено пониженное содержание примесей железа, фосфора, марганца, висмута, свинца и высокое усвоение рения. Химический состав и механические свойства сплава, полученного с применением лигатуры марки РеНи-1, полностью соответствуют установленным техническим требованиям.

Заключения

В производстве современных жаропрочных никелевых сплавов необходимо применять высококачественные шихтовые материалы, содержащие небольшое

количество вредных примесей и газов. Тугоплавкие и тяжелые металлы, в частности рений, целесообразно вводить в плавку в виде лигатур с никелем, поскольку лигатура и никелевый расплав имеют схожие физические параметры.

Разработанный метод производства высококачественной рений-никелевой лигатуры марки РеНи-1 предусматривает два ключевых этапа: вакуумный отжиг рениевого порошка с целью его дегазации и компактирования и последующую плавку с никелем в вакуумной дуговой печи с нерасходуемым электродом для получения однородного слитка с пониженным содержанием вредных примесей и газов.

Опытно-промышленное применение разработанной лигатуры реализовано при получении монокристаллического жаропрочного никелевого сплава ЖС32. Установлено, что химический состав и жаропрочность сплава соответствуют действующим ТУ и паспортным характеристикам. Рений-никелевая лигатура марки РеНи-1 успешно применяется в производстве монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов.

Благодарности

Авторы выражают благодарность сотрудникам НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ: литье заготовок под образцы проведено под руководством Е.М. Висик; микроструктурные исследования – Р.М. Дворецковым; определение содержания основных легирующих элементов, примесей и газов – П.С. Петровым, А.В. Алексеевым и Т.Н. Пахомкиной; испытания механических свойств – под руководством С.А. Голынца.

Список источников

1. Кишкин С.Т., Каблов Е.Н. Литейные жаропрочные сплавы для турбинных лопаток // *Авиационные материалы. Избранные труды ВИАМ 1932–2002*. М.: МИСИС; ВИАМ, 2002. С. 48–58.
2. Сидоров В.В., Подкопаева Л.А., Мин П.Г. Применение ренийсодержащей лигатуры при выплавке монокристаллических высокожаропрочных никелевых сплавов // *Металлург*. 2013. № 6. С. 77–81.
3. Сплав на основе никеля: пат. 1157865 СССР; заявл. 01.06.84; опубл. 10.06.97.
4. Логунов А.В., Быков Ю.Г. Проблемы проектирования и производства высокотемпературных литых лопаток авиационных ГТД: в 2 кн. М.: Наука и технологии, 2023. Кн. 2. Технология и производство. 640 с.
5. Мин П.Г., Вадеев В.Е., Мин М.Г. Разработка и освоение в производстве нового монокристаллического высокожаропрочного никелевого сплава для литья турбинных лопаток перспективного двигателя ПД-8 // *Авиационные материалы и технологии*. 2025. № 1 (78). С. 3–17. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 11.11.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-1-3-17.
6. Светлов И.Л., Петрушин Н.В., Епишин А.И., Карашаев М.М., Елютин Е.С. Монокристаллы жаропрочных никелевых сплавов, легированных рением и рутением (обзор). Часть 1 // *Авиационные материалы и технологии*. 2023. № 1 (70). С. 30–50. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 11.11.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-1-30-50.
7. Светлов И.Л., Петрушин Н.В., Епишин А.И., Карашаев М.М., Елютин Е.С. Монокристаллы никелевых жаропрочных сплавов, легированных рением и рутением (обзор). Часть 2 // *Авиационные материалы и технологии*. 2023. № 2 (71). С. 3–22. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 11.11.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-2-3-22.
8. 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). С. 30–41. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 11.11.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-3-30-41.

9. Каблов Е.Н., Бондаренко Ю.А., Сурова В.А. Особенности высокоградиентной направленной кристаллизации и оборудование для литья монокристаллических образцов и турбинных лопаток из жаропрочных сплавов, содержащих рений // Литейные жаропрочные сплавы. Эффект С.Т. Кишкина. М.: Наука, 2006. С. 194–205.
10. Мин П.Г., Горюнов А.В., Вадеев В.Е. Современные жаропрочные никелевые сплавы и эффективные ресурсосберегающие технологии их изготовления // Технология металлов. 2014. № 8. С. 12–23.
11. Бондаренко Ю.А., Ечин А.Б., Сурова В.А., Нарский А.Р. Развитие технологий и оборудования для получения лопаток горячего тракта газотурбинных двигателей из жаропрочных сплавов с направленной и монокристаллической структурой // Труды ВИАМ. 2023. № 7 (125). С. 3–14. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 11.11.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-7-3-14.
12. Giamei A.F., Anton D.L. Rhenium additions to a Ni-base superalloy: Effects on microstructure // Metallurgical transactions. 1985. Vol. 16. P. 1997–2005.
13. Blavette D., Caron P., Khan T. An atom probe investigation of the role rhenium additions in improving creep resistance of Ni-base superalloys // Scripta metallurgica. 1986. Vol. 20. No. 10. P. 1395–1400.
14. Петрушин Н.В., Оспенникова О.Г., Елютин Е.С. Рений в монокристаллических жаропрочных никелевых сплавах для лопаток газотурбинных двигателей // Авиационные материалы и технологии. 2014. № S5. С. 5–16. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-s5-5-16.
15. Оспенникова О.Г. Тенденции создания жаропрочных никелевых сплавов низкой плотности с поликристаллической и монокристаллической структурой (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2016. № 1 (40). С. 3–19. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-1-3-19.
16. Хрящев И.И., Данилов Д.В., Логунов А.В. Разработка экономнолегированного никелевого жаропрочного сплава для рабочих лопаток газовых турбин // Вестник Московского авиационного института. 2019. Т. 26. № 2. С. 205–218.
17. Anderson C., Taylor P., Anderson C. Extractive Metallurgy of Rhenium A Review // Minerals & Metallurgical Processing. 2013. Vol. 30. P. 59–73. DOI: 10.1007/BF03402342.
18. Mineral commodity summaries. Reston: U.S. Geological Survey, 2020. 200 p. DOI: 10.3133/mcs2020.
19. Касиков А.Г., Петрова А.М. Рециклинг рения. М.: РИОР; ИНФРА-М, 2014. 95 с. DOI: 10.12737/3285.
20. Игнатович А.С. Извлечение меди и рения из растворов аммиачного выщелачивания медных некондиционных концентратов: дис. ... канд. тех. наук. СПб., 2021. 118 с.
21. Сидоров В.В., Каблов Д.Е., Ригин В.Е. Металлургия литейных жаропрочных сплавов: технология и оборудование / под общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: ВИАМ, 2016. 368 с.
22. Каблов Д.Е. Закономерности поведения азота при получении монокристаллов жаропрочных никелевых сплавов и повышение их эксплуатационных свойств: автореф. дис. ... канд. тех. наук. М., 2012. 17 с.
23. Каблов Д.Е., Сидоров В.В., Мин П.Г. Закономерности поведения азота при получении монокристаллов жаропрочных никелевых сплавов и его влияние на их эксплуатационные свойства // Металловедение и термическая обработка металлов. 2014. № 1. С. 8–12.
24. Mitchel A. Nitrogen in Superalloys // High Temperature Materials and Processes. 2005. Vol. 24. No. 2. P. 101–109.
25. Логунов А.В., Михайлов А.М., Румянцева С.Б. Определение температурно-временных параметров растворения тугоплавких элементов в жидком расплаве с целью дальнейшего совершенствования технологии вакуумно-индукционной выплавки никелевых жаропрочных сплавов с применением комплекса лигатур // Специальная электрометаллургия. 2024. № 3. С. 2–13.
26. Зеликман А.Н., Коршунов Б.Г. Металлургия редких металлов: учеб. для вузов. 2-е изд., перераб. и доп. М: Металлургия, 1991. 432 с.
27. Петухов О.Ф., Санакулов К.С., Курбанов М.А., Шарафутдинов У.З. Рений. Навои, 2020. 397 с.

28. Venatovskij I.V. Study of the geotechnical conditions of uranium deposits of Uzbekistan during exploration work // Uranium in situ leaching: proceedings of a Technical Committee Meeting (Vienna, 5–8 October, 1992). Vienna: International Atomic Energy Agency, 1993. P. 95–103.
29. Палант А.А., Трошкина И.Д., Чекмарев А.М., Костылев А.И. Технология рения. М.: Галлея-Принт, 2015. 324 с.
30. Коровин С.С., Букин В.И., Федоров П.И., Резник А.М. Редкие и рассеянные элементы. Химия и технологии: в 3 т. / под общ. ред. С.С. Коровина. М.: МИСИС, 2003. Т. 3. С. 375.
31. Раков Э.Г., Трошкина И.Д. Рений // Химическая энциклопедия: в 5 т. / гл. ред. Н.С. Зефирова. М.: Большая Российская энциклопедия, 1995. Т. 4. Полимерные – Трипсин. С. 639.
32. Мин П.Г., Пителин Н.С., Вадеев В.Е. Разработка технологии получения гафний-никелевой лигатуры в вакуумной дуговой печи для легирования литейных жаропрочных никелевых сплавов // Технология металлов. 2022. № 7. С. 30–39.
33. Мин П.Г., Вадеев В.Е., Пителин Н.С. Технология производства лигатур тугоплавких металлов и их опробование при выплавке литейных жаропрочных никелевых сплавов // Металлург. 2022. № 11. С. 88–94.
34. Лякишев Н.П., Банных О.А., Рохлин Л.Л. и др. Диаграммы состояния двойных металлических систем: справочник в 3 т. М.: Машиностроение, 1997. Т. 2. С. 885–889.
35. ТУ 48-19-92–88. Рений металлический водородного восстановления. М., 1988. 21 с.
36. Rhenium (Superalloy grade). No 8112 9131. MMTA Consolidated Regulations. URL: <http://www.mmta.co.uk> (дата обращения: 11.11.2025).
37. Bradbury S. Powder Metallurgy Equipment Manual. Preston: Metal Powder Industries Federation, 1986. P. 113.
38. Способ изготовления лигатур в вакуумной дуговой печи с нерасходуемым электродом: пат. 2734220 Рос. Федерация; заявл. 27.02.20; опубл. 13.10.20.

References

1. Kishkin S.T., Kablov E.N. Casting heat-resistant alloys for turbine blades. *Aviation materials. Selected works of VIAM 1932–2002*. Moscow: MISiS; VIAM, 2002, pp. 48–58.
2. Sidorov V.V., Podkopaeva L.A., Min P.G. Use of rhenium-containing master alloy in smelting single-crystal high-heat-resistant nickel alloys. *Metallurg*, 2013, no. 6, pp. 77–81.
3. *Nickel-based alloy*: pat. 1157865 USSR; appl. 01.06.84; publ. 10.06.97.
4. Logunov A.V., Bykov Yu.G. *Problems of design and production of high-temperature cast blades for aircraft gas turbine engines*: in 2 books. Moscow: Nauka i tekhnologii, 2023, book 2: Technology and Production, 640 p.
5. Min P.G., Vadeev V.E., Min M.G. Development and implementation in production of the new single-crystal high-temperature nickel alloy for casting of gas turbine blades for the prospective engine PD-8. *Aviation materials and technologies*, 2025, no. 1 (78), pp. 3–17. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: November 11, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-1-3-17.
6. Svetlov I.L., Petrushin N.V., Epishin A.I., Karashaew M.M., Elyutin E.S. Single crystals of nickel-based superalloys alloyed with rhenium and ruthenium (review). Part 1. *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 1 (70), pp. 30–50. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: November 11, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-1-30-50.
7. Svetlov I.L., Petrushin N.V., Epishin A.I., Karashaew M.M., Elyutin E.S. Single crystals of nickel-based superalloys alloyed with rhenium and ruthenium (review). Part 2. *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 2 (71), pp. 3–22. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: November 11, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-2-3-22.
8. 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), pp. 30–41. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: November 11, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-3-30-41.

9. Kablov E.N., Bondarenko Yu.A., Surova V.A. Features of high-gradient directional solidification and equipment for casting single-crystal samples and turbine blades from heat-resistant alloys containing rhenium. *Casting heat-resistant alloys. Effect of S.T. Kishkin*. Moscow: Nauka, 2006, pp. 194–205.
10. Min P.G., Goryunov A.V., Vadeev V.E. Modern heat-resistant nickel alloys and efficient resource-saving technologies for their manufacture. *Tekhnologiya metallov*, 2014, no. 8, pp. 12–23.
11. Bondarenko Yu.A., Echin A.B., Surova V.A., Narsky A.R. Development of technologies and equipment for producing blades of the hot path of gas turbine engines from superalloys with directional and single-crystal structure. *Trudy VIAM*, 2023, no. 7 (125), pp. 3–14. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 11, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-7-3-14.
12. Giamei A.F., Anton D.L. Rhenium additions to a Ni-base superalloy: Effects on microstructure. *Metallurgical transactions*, 1985, vol. 16, pp. 1997–2005.
13. Blavette D., Caron P., Khan T. An atom probe investigation of the role rhenium additions in improving creep resistance of Ni-base superalloys. *Scripta metallurgica*, 1986, vol. 20, no. 10, pp. 1395–1400.
14. Petrushin N.V., Ospennikova O.G., Elyutin E.S. Rhenium in single crystal nickel-based superalloys for gas turbine engine blades. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2014, no. S5, pp. 5–16. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-s5-5-16.
15. Ospennikova O.G. Tendencies of development of heat-resistant nickel alloys of low density with polycrystalline and single-crystal structures (review). *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2016, no. 1 (40), pp. 3–19. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-1-3-19.
16. Khryashchev I.I., Danilov D.V., Logunov A.V. Development of an economically alloyed nickel heat-resistant alloy for gas turbine blades. *Vestnik Moskovskogo aviatsionnogo instituta*, 2019, vol. 26, no. 2, pp. 205–218.
17. Anderson C., Taylor P., Anderson C. Extractive Metallurgy of Rhenium A Review. *Minerals & Metallurgical Processing*, 2013, vol. 30, pp. 59–73. DOI: 10.1007/BF03402342.
18. *Mineral commodity summaries*. Reston: U.S. Geological Survey, 2020, 200 p. DOI: 10.3133/mcs2020.
19. Kasikov A.G., Petrova A.M. *Rhenium Recycling*. Moscow: RIOR; INFRA-M, 2014, 95 p. DOI: 10.12737/3285.
20. Ignatovich A.S. *Extraction of Copper and Rhenium from Ammonia Leaching Solutions of Substandard Copper Concentrates*: thesis, Cand. Sc. (Tech.). St. Petersburg, 2021, 118 p.
21. Sidorov V.V., Kablov D.E., Rigin V.E. *Metallurgy of Casting Heat-Resistant Alloys: Technology and Equipment*. Ed. E.N. Kablov. Moscow: VIAM, 2016, 368 p.
22. Kablov D.E. *Patterns of nitrogen behavior during the production of single crystals of heat-resistant nickel alloys and improving their performance properties*: thesis abstract, Cand. Sc. (Tech.). Moscow, 2012, 17 p.
23. Kablov D.E., Sidorov V.V., Min P.G. Patterns of nitrogen behavior during the production of single crystals of heat-resistant nickel alloys and its influence on their performance properties. *Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov*, 2014, no. 1, pp. 8–12.
24. Mitchel A. Nitrogen in Superalloys. *High Temperature Materials and Processes*, 2005, vol. 24, no. 2, pp. 101–109.
25. Logunov A.V., Mikhailov A.M., Rumyantseva S.B. Determination of temperature-time parameters of dissolution of refractory elements in a liquid melt for the purpose of further improvement of technology of vacuum-induction smelting of nickel heat-resistant alloys using a complex ligature. *Special electrometallurgy*, 2024, no. 3, pp. 2–13.
26. Zelikman A.N., Korshunov B.G. *Metallurgy of Rare Metals: A Textbook for Universities*. 2nd ed., rev. and add. Moscow: Metallurgy, 1991, 432 p.
27. Petukhov O.F., Sanakulov K.S., Kurbanov M.A., Sharafutdinov U.Z. *Reniy*. Navoi, 2020, 397 p.
28. Venatovskij I.V. Study of the geotechnical conditions of uranium deposits of Uzbekistan during exploration work. *Uranium in situ leaching: proceedings of a Technical Committee Meeting (Vienna, 5–8 October, 1992)*. Vienna: International Atomic Energy Agency, 1993, pp. 95–103.

29. Palant A.A., Troshkina I.D., Chekmarev A.M., Kostylev A.I. *Rhenium Technology*. Moscow: Galley-Print, 2015, 324 p.
30. Korovin S.S., Bukin V.I., Fedorov P.I., Reznik A.M. *Rare and Trace Elements. Chemistry and Technology*: in 3 vols. Ed. S.S. Korovin. Moscow: MISiS, 2003, vol. 3, p. 375.
31. Rakov E.G., Troshkina I.D. Rhenium. *Chemical Encyclopedia*: in 5 vols. Ed. N.S. Zefirov. Moscow: Great Russian Encyclopedia, 1995. Vol. 4. Polymer – Trypsin, p. 639.
32. Min P.G., Pitelin N.S., Vadeev V.E. Development of a Technology for Obtaining a Hafnium-Nickel Master Alloy in a Vacuum Arc Furnace for Alloying Heat-Resistant Nickel Casting Alloys. *Tekhnologiya metallov*, 2022, no. 7, pp. 30–39.
33. Min P.G., Vadeev V.E., Pitelin N.S. Technology for the Production of Refractory Metal Master Alloys and Their Testing in the Melting of Heat-Resistant Nickel Casting Alloys. *Metallurg*, 2022, no. 11, pp. 88–94.
34. Lyakishev N.P., Bannykh O.A., Rokhlin L.L. et al. *Phase diagrams of binary metallic systems: a handbook* in 3 vols. Moscow: Mashinostroenie, 1997, vol. 2, pp. 885–889.
35. TU 48-19-92–88. *Rhenium metal hydrogen reduction*. Moscow, 1988, 21 p.
36. *Rhenium (Superalloy grade)*. No 8112 9131. MMTA Consolidated Regulations. Available at: <http://www.mmta.co.uk> (accessed: November 11, 2025).
37. Bradbury S. *Powder Metallurgy Equipment Manual*. Preston: Metal Powder Industries Federation, 1986, p. 113.
38. *Method for producing ligatures in a vacuum arc furnace with a non-consumable electrode*: pat. 2734220 Rus. Federation; appl. 27.02.20; publ. 13.10.20.

Информация об авторах

Мин Павел Георгиевич, начальник сектора, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Вадеев Виталий Евгеньевич, ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Чемов Дмитрий Александрович, инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Санкин Роман Вадимович, инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Pavel G. Min, Head of Sector, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Vitaliy E. Vadeev, Leading Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Dmitriy A. Chemov, Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Roman V. Sankin, Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 18.03.2026; одобрена и принята к публикации после рецензирования 23.03.2026.

The article was submitted 18.03.2026; approved and accepted for publication after reviewing 23.03.2026.

Научная статья

УДК 669.017.15

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-91-100

ВЛИЯНИЕ ДИАМЕТРА ОБРАЗЦА И СКОРОСТИ ДЕФОРМАЦИИ НА ПАРАМЕТРЫ МОДЕЛИ ДЖОНСОНА–КУКА ВЫСОКОЭНТРОПИЙНОГО СПЛАВА СИСТЕМЫ NiCoCrWNbAlTiCRe

И.И. Власов¹, Г.С. Севальнев¹, О.А. Дьяченко¹, И.В. Валухова¹

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

Аннотация. Представлен комплексный анализ влияния размера образца и скорости деформации на параметры модели Джонсона–Кука для высокоэнтропийного сплава системы NiCoCrWNbAlTiCRe. Механические испытания на растяжение проведены на образцах диаметром 3, 5 и 7 мм при скоростях деформации от 0,25 до 10 мм/мин. Установлено, что диаметр образца существенно влияет на параметры модели: коэффициент деформационного упрочнения (B) изменяется от 660 МПа для образцов Ø5 мм до 915 МПа для образцов Ø3 мм, а предел текучести (A) варьируется от 462 до 596 МПа.

Ключевые слова: высокоэнтропийные сплавы, модель Джонсона–Кука, деформационное упрочнение, механические свойства, размерный эффект, скорость деформации

Для цитирования: Власов И.И., Севальнев Г.С., Дьяченко О.А., Валухова И.В. Влияние диаметра образца и скорости деформации на параметры модели Джонсона–Кука высокоэнтропийного сплава системы NiCoCrWNbAlTiCRe // Труды ВИАМ. 2026. № 7 (161). С. 91–100. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-91-100.

Scientific article

INFLUENCE OF SPECIMEN DIAMETER AND STRAIN RATE ON JOHNSON–COOK MODEL PARAMETERS OF A HIGH-ENTROPY ALLOY OF THE NiCoCrWNbAlTiCRe SYSTEM

I.I. Vlasov¹, G.S. Sevalnev¹, O.A. Dyachenko¹, I.V. Valuhova¹

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

Abstract. This paper presents a comprehensive analysis of the influence of specimen size and strain rate on the Johnson–Cook model parameters for a high-entropy alloy of the NiCoCrWNbAlTiCRe system. Tensile tests were performed on specimens with diameters of 3, 5, and 7 mm at strain rates from 0,25 to 10 mm/min. It was determined that specimen diameter significantly affects the model parameters: the strain hardening coefficient (B) varies from 660 MPa for Ø5 mm specimens to 915 MPa for Ø3 mm specimens, while the yield strength (A) ranges from 462 to 596 MPa.

Keywords: high-entropy alloys, Johnson–Cook model, strain hardening, mechanical properties, size effect, strain rate

For citation: Vlasov I.I., Sevalnev G.S., Dyachenko O.A., Valuhova I.V. Influence of specimen diameter and strain rate on Johnson–Cook model parameters of high-entropy alloy of the NiCoCrWNbAlTiCRe system. *Trudy VIAM*, 2026, no. 7 (161), pp. 91–100. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-91-100.

Введение

Развитие современных высокотемпературных материалов для авиационной и космической техники требует глубокого понимания их механического поведения при различных условиях нагружения [1, 2]. Высокоэнтропийные сплавы, представляющие собой многокомпонентные системы с близкими концентрациями элементов, демонстрируют уникальное сочетание прочности, пластичности и жаростойкости [3–8]. Концепция разработки высокоэнтропийного сплава основана на обеспечении высокой энтропии смешивания компонентов системы [7, 8], в результате чего открываются новые возможности для создания материалов с беспрецедентными свойствами [9]. Система NiCoCrWNbAlTiCrRe – перспективна для создания материалов, работающих в условиях высоких температур и механических нагрузок.

Модель Джонсона–Кука, предложенная в 1983 г., стала одной из наиболее широко используемых конститутивных моделей для описания поведения металлических материалов [10]. Модель позволяет отдельно учитывать влияние деформации, скорости деформации и температуры на напряжение течения:

$$\sigma = (A + B\varepsilon^n)(1 + C \ln(\frac{\varepsilon}{\varepsilon_0}))(1 - (\frac{T - T_0}{T_{\text{melt}} - T_0})^m),$$

где σ – напряжение течения; A – предел текучести; B – коэффициент деформационного упрочнения; n – показатель деформационного упрочнения; C – коэффициент скоростного упрочнения; m – показатель температурного размягчения; ε – пластическая деформация; ε_0 – скорость деформации; T – температура.

Влияние размера образца на механические свойства металлических материалов известно как размерный эффект [11, 12]. Для традиционных конструкционных материалов установлено, что уменьшение размера образца может приводить к изменению прочностных характеристик и характера деформационного упрочнения. Однако для высокоэнтропийных сплавов систематические исследования влияния геометрических размеров на параметры модели Джонсона–Кука ограничены.

Скорость деформации является критическим параметром, влияющим на механическое поведение материалов [13, 14]. Исследования показывают, что увеличение скорости деформации обычно приводит к повышению напряжения течения, что связано с ограниченным временем для релаксационных процессов в материале.

Цель данной работы – комплексное исследование влияния диаметра образца (3, 5 и 7 мм) и скорости деформации (0,25–10 мм/мин) на параметры модели Джонсона–Кука высокоэнтропийного сплава системы NiCoCrWNbAlTiCrRe при комнатной температуре.

Материалы и методы

В качестве объекта исследования использовали многокомпонентный высокоэнтропийный сплав системы NiCoCrWNbAlTiCrRe. Химический состав сплава характеризуется близкими концентрациями основных компонентов с суммарным содержанием легирующих элементов не более 7 % (по массе).

Образцы для механических испытаний изготавливали токарной обработкой с тремя различными диаметрами рабочей части: 3, 5 и 7 мм. Длина рабочей части составляла 25 мм для всех типов образцов. Геометрические параметры образцов соответствовали требованиям ГОСТ 1497–2023.

Механические испытания на растяжение проводили на универсальной испытательной машине с максимальным усилием 100 кН при комнатной температуре 20 ± 2 °С. Для каждого диаметра образца испытания проводили при четырех различных скоростях движения траверсы: 0,25; 0,5; 1,0 и 10 мм/мин.

Деформацию измеряли с помощью экстензометра с базой 25 мм и точностью $\pm 0,5$ %. Нагрузку регистрировали встроенным силоизмерительным датчиком с погрешностью не более 0,5 % от измеряемого значения. Данные записывали с частотой 10 Гц в течение всего испытания до разрушения образца.

По результатам испытаний определяли следующие характеристики:

- условный предел текучести ($\sigma_{0,2}$, МПа) при остаточной деформации 0,2 %;
- предел прочности (σ_b , МПа);
- относительное удлинение (δ_5 , %).

Параметры модели Джонсона–Кука определяли методом наименьших квадратов путем аппроксимации экспериментальных кривых деформирования в координатах «истинное напряжение–истинная деформация». Истинные напряжения и деформации рассчитывали по формулам:

$$\sigma_i = \sigma_n(1 + \varepsilon_n);$$

$$\varepsilon_i = \ln(1 + \varepsilon_n),$$

где σ_n и ε_n – номинальное напряжение и деформация.

Для определения параметров A , B и n использовали упрощенную форму модели Джонсона–Кука при комнатной температуре и постоянной скорости деформации:

$$\sigma = A + B\varepsilon^n.$$

Статистическую обработку результатов проводили с расчетом средних значений, стандартных отклонений и коэффициентов вариации. Доверительный интервал составлял 95 %.

Результаты и обсуждение

Результаты механических испытаний на растяжение высокоэнтропийного сплава системы NiCoCrWNbAlTiCr при различных скоростях деформации представлены в табл. 1. Испытания проводили на образцах трех диаметров (3, 5 и 7 мм) с целью оценки влияния размерного фактора на механические характеристики материала.

Таблица 1

Механические свойства образцов из высокоэнтропийного сплава NiCoCrWNbAlTiCr с различными диаметрами рабочей части и скоростью движения траверсы

Диаметр рабочей части d_0 , мм	Скорость движения траверсы, мм/мин	Предел текучести $\sigma_{0,2}$, МПа	Предел прочности σ_b , МПа	Относительное удлинение δ_5 , %
3	0,25	463	931	39
	0,5	469	935	47
	1	463	931	42
	10	498	940	42
Среднее значение	–	462±33	928±15	43±3
CV, %		7,2	1,6	7,0
5	0,25	430	918	51
	0,5	600	1015	51
	1	750	1000	48
	10	607	1000	49
Среднее значение	–	597±131	984±45	50±1
CV, %		22,0	4,6	2,0
7	0,25	494	967	45
	0,5	524	980	42
	1	469	918	38
	10	545	966	44
Среднее значение	–	499±34	952±26	42±3
CV, %		6,8	2,7	7,1

Примечание. CV – коэффициент вариации.

Условный предел текучести демонстрирует выраженную зависимость от диаметра образца. Максимальные значения получены для образцов $\varnothing 5$ мм, где средний предел текучести составляет 597 ± 131 МПа с диапазоном значений от 430 до 750 МПа. Такой значительный разброс ($CV = 22\%$) обусловлен высокой чувствительностью образцов данного размера к скорости деформации. Для образцов диаметров 3 и 7 мм средние значения предела текучести составляют 462 ± 33 и 499 ± 34 МПа соответственно с более низкими коэффициентами вариации (7,2 и 6,8 %). Значения предела текучести соответствуют типичным значениям для никелевых жаропрочных сплавов [15, 16].

Предел прочности повышается с увеличением диаметра образца – от 928 МПа для $\varnothing 3$ мм до 984 МПа для $\varnothing 5$ мм, с последующим небольшим снижением до 952 МПа для $\varnothing 7$ мм. Следует отметить, что предел прочности характеризуется минимальным разбросом значений: коэффициент вариации составляет от 1,6 до 4,6 %, что свидетельствует о высокой воспроизводимости результатов и незначительной зависимости этого параметра от скорости деформации.

Относительное удлинение варьируется от 38 до 51 %, что свидетельствует о хорошей пластичности исследуемого сплава. Максимальные значения пластичности характерны для образцов $\varnothing 5$ мм (среднее значение $50 \pm 1\%$), что, по-видимому, связано с оптимальным соотношением между поверхностными и объемными эффектами при данном размере образца. Образцы диаметрами 3 и 7 мм демонстрируют сопоставимые значения пластичности – соответственно 43 ± 3 и $42 \pm 3\%$.

Влияние скорости деформации на механические свойства проявляется по-разному для образцов различных диаметров. Для образцов $\varnothing 3$ мм увеличение скорости с 0,25 до 10 мм/мин приводит к повышению предела текучести на 8 % (с 463 до 498 МПа) и предела прочности на 1 % (с 931 до 940 МПа). Для образцов $\varnothing 5$ мм влияние скорости наиболее выражено: предел текучести при скорости 1 мм/мин достигает максимального значения 750 МПа, что на 74 % больше минимального значения при скорости 0,25 мм/мин. Образцы $\varnothing 7$ мм демонстрируют умеренное влияние скорости – с повышением предела текучести на 16 % в исследуемом диапазоне скоростей.

Полученные значения относительного удлинения сопоставимы с данными для других высокоэнтропийных сплавов с гранецентрированной кубической структурой. Например, сплав системы CoCrFeMnNi демонстрирует относительное удлинение до 60 % при комнатной температуре с выдающейся вязкостью разрушения при криогенных температурах [17, 18].

На основе экспериментальных кривых деформирования определены параметры модели Джонсона–Кука для всех исследованных режимов испытаний. Результаты представлены в табл. 2.

Параметр A представляет собой предел текучести материала по модели Джонсона–Кука. Средние значения составляют: 462 МПа – для образцов $\varnothing 3$ мм, 596 МПа – для образцов $\varnothing 5$ мм и 508 МПа – для образцов $\varnothing 7$ мм. Наблюдается немонотонная зависимость параметра A от диаметра с максимумом для образцов среднего размера.

Для образцов $\varnothing 3$ мм разброс значений параметра A составляет 417–498 МПа (19 %), что свидетельствует об умеренной чувствительности к скорости деформации. Образцы $\varnothing 5$ мм демонстрируют максимальный разброс 430–750 МПа (74 %), причем максимальное значение достигается при скорости 1 мм/мин. Это может быть связано с реализацией специфических механизмов деформации при данном сочетании размера образца и скорости нагружения. Образцы $\varnothing 7$ мм характеризуются относительно стабильным поведением с разбросом значений 16 %.

Немонотонная зависимость параметра A от диаметра может объясняться конкуренцией различных эффектов. Для образцов малого диаметра существенное значение имеют поверхностные эффекты и градиенты напряжений, которые могут снижать эффективный предел текучести. При среднем диаметре достигается оптимальное соотношение между

объемными и поверхностными эффектами, приводящее к максимальным значениям. Для крупных образцов могут проявляться эффекты структурной неоднородности на макроуровне.

Таблица 2

Параметры модели Джонсона-Кука высокоэнтропийного сплава NiCoCrWNbAlTiCrRe при разных диаметрах образца и скорости деформации

Скорость деформации, мм/мин	A , МПа	B , МПа	n	C , МПа	m	B/A
Образец Ø3 мм						
0,25	417	989	0,21	0,10	1,28	2,37
0,5	469	793	0,20	0,10	1,11	1,69
1	463	989	0,19	0,10	1,28	2,14
10	498	887	0,15	0,04	0,93	1,78
Среднее значение	462	915	0,19	0,09	1,15	1,99
Образец Ø5 мм						
0,25	430	887	0,19	0,07	1,11	2,06
0,5	599	584	0,20	0,09	1,12	0,97
1	750	584	0,14	0,03	1,09	0,78
10	606	584	0,19	0,05	1,05	0,96
Среднее значение	596	660	0,18	0,06	1,09	1,20
Образец Ø7 мм						
0,25	494	782	0,20	0,07	0,75	1,58
0,5	524	782	0,19	0,07	0,69	1,49
1	469	782	0,17	0,07	0,74	1,67
10	545	782	0,14	0,05	1,00	1,43
Среднее значение	508	782	0,18	0,07	0,80	1,54
Примечание. A – предел текучести; B – коэффициент деформационного упрочнения; n – показатель деформационного упрочнения; C – коэффициент скоростного упрочнения; m – показатель температурного размягчения; B/A – коэффициент интенсивности упрочнения.						

Коэффициент B характеризует способность материала к упрочнению в процессе пластической деформации. Установлена четкая зависимость параметра B от размера образца: максимальное значение 915 МПа – для образцов Ø3 мм, минимальное 660 МПа – для образцов Ø5 мм и промежуточное 782 МПа – для образцов Ø7 мм.

Образцы малого диаметра демонстрируют наивысшую способность к деформационному упрочнению. Значения параметра B варьируются от 793 до 989 МПа в зависимости от скорости деформации. Высокая способность к упрочнению, по-видимому, связана с более интенсивным накоплением дислокаций в условиях ограниченного объема материала и формированием градиентных дислокационных структур вблизи поверхности образца.

Характерной особенностью образцов Ø5 мм является резкое снижение параметра B при увеличении скорости деформации $>0,25$ мм/мин. При низкой скорости (0,25 мм/мин) параметр B равен 887 МПа, что близко к значениям для образцов Ø3 мм, однако при скорости $\geq 0,5$ мм/мин значение стабилизируется на уровне 584 МПа. Такое поведение нетипично для металлических материалов и может указывать на изменение доминирующих механизмов деформации.

Для образцов Ø7 мм параметр B остается постоянным (782 МПа) независимо от скорости деформации во всем исследованном диапазоне. Это свидетельствует о стабилизации механизмов деформационного упрочнения при достижении определенного критического размера образца, когда размерные эффекты становятся несущественными.

Параметр n определяет характер зависимости напряжения течения от степени деформации и для исследуемого сплава находится в диапазоне 0,14–0,21. Средние значения составляют: 0,19 – для образцов Ø3 мм и 0,18 – для образцов диаметрами 5 и 7 мм, что характерно для умеренного типа упрочнения никелевых жаропрочных сплавов.

Наблюдается общая закономерность снижения показателя n с увеличением скорости деформации для всех типов образцов. При максимальной скорости 10 мм/мин значения n достигают минимума 0,14–0,15 независимо от диаметра образца. Снижение показателя n при высоких скоростях указывает на более равномерный характер упрочнения, что, по-видимому, связано с ограниченным временем для локализации деформации и термически активируемых процессов.

Для образцов Ø3 мм показатель n варьируется от 0,21 при низкой скорости до 0,15 при высокой, демонстрируя наибольшую чувствительность к скорости деформации. Образцы диаметрами 5 и 7 мм показывают схожее поведение с несколько меньшим диапазоном изменения параметра n .

Значения параметра n в диапазоне 0,15–0,21 согласуются с научно-техническими литературными данными для жаропрочных никелевых сплавов [18, 19], где показатель упрочнения обычно находится в пределах 0,1–0,3. Более низкие значения n (~0,15) при высоких скоростях деформации указывают на переход к более линейному характеру упрочнения, типичному для условий динамического нагружения.

Отношение B/A является комплексной характеристикой, определяющей относительную способность материала к деформационному упрочнению по сравнению с исходным пределом текучести. Средние значения составляют: 1,99 – для образцов Ø3 мм; 1,20 – для образцов Ø5 мм и 1,54 – для образцов Ø7 мм.

Максимальный коэффициент B/A для образцов Ø3 мм (до 2,37) указывает на их способность к упрочнению. Это означает, что напряжение течения может увеличиться более чем в 2 раза относительно начального предела текучести в процессе деформации. Такое поведение характерно для материалов с высокой плотностью препятствий для движения дислокаций и активными механизмами дислокационного взаимодействия.

Образцы Ø5 мм демонстрируют поведение с коэффициентом $B/A < 1$ при высоких скоростях деформации (0,78–0,97 при скорости деформации $\geq 0,5$ мм/мин). Значения $B/A < 1$ означают, что коэффициент упрочнения меньше предела текучести, что не типично для обычных металлических материалов. Это может указывать на реализацию особых механизмов деформации, таких как динамическое разупрочнение или переориентация структуры при данном сочетании размера и скорости деформации.

Для образцов Ø7 мм коэффициент B/A стабилизируется в диапазоне 1,43–1,67, что типично для объемных металлических материалов с установившимися механизмами пластической деформации.

Параметр C характеризует чувствительность напряжения течения к логарифму скорости деформации. Полученные значения (0,03–0,10) указывают на относительно низкую скоростную чувствительность исследуемого высокоэнтропийного сплава при комнатной температуре.

Средние значения параметра C составляют: 0,09 – для образцов Ø3 мм; 0,06 – для образцов Ø5 мм и 0,07 – для образцов Ø7 мм. Образцы малого диаметра демонстрируют наибольшую скоростную чувствительность, что может быть обусловлено более выраженными градиентами напряжений и активацией дополнительных, скоростно-зависимых механизмов деформации.

Характерной особенностью для всех типов образцов является резкое снижение параметра C при максимальной скорости деформации (10 мм/мин). Значения параметра C при этой скорости снижаются до 0,04–0,05, что может указывать на смену доминирующих механизмов деформации. При высоких скоростях термически активируемые

процессы (переползание дислокаций, диффузионная аккомодация) не успевают реализоваться, что приводит к снижению скоростной зависимости.

Для образцов $\varnothing 7$ мм параметр C остается практически постоянным (0,07) в широком диапазоне скоростей 0,25–1,0 мм/мин, что свидетельствует о стабильном механизме скоростного упрочнения для крупных образцов в квазистатическом режиме нагружения.

Низкие значения параметра C ($<0,1$) являются типичными для металлических материалов при комнатной температуре и квазистатическом нагружении. Для сравнения: при динамическом нагружении (скорость деформации $>10^3 \text{ с}^{-1}$) значения параметра C для никелевых сплавов [19] могут достигать 0,02–0,05, а при высокотемпературной деформации: 0,1–0,2.

Параметр m определяет чувствительность материала к температуре по модели Джонсона–Кука. Несмотря на то что все испытания проводили при комнатной температуре, этот параметр определяли для полноты описания конститутивной модели на основе дополнительных допущений о температурной зависимости.

Средние значения параметра m составляют: 1,15 – для образцов $\varnothing 3$ мм; 1,09 – для образцов $\varnothing 5$ мм и 0,80 – для образцов $\varnothing 7$ мм. Наблюдается тенденция снижения параметра m с увеличением диаметра образца, что может косвенно указывать на улучшение термической стабильности при больших размерах образца.

Значения параметра m в диапазоне 1,0–1,3 для образцов диаметрами 3 и 5 мм соответствуют типичным значениям для никелевых сплавов [19]. Сниженные значения параметра m для образцов $\varnothing 7$ мм (0,69–1,00; среднее значение 0,80) могут указывать на меньшую чувствительность к температурным эффектам, что является благоприятным фактором для высокотемпературных применений.

Следует отметить, что для корректного определения параметра m необходимы испытания при различных температурах. Полученные в данной работе значения следует рассматривать как оценочные, требующие верификации при высокотемпературных испытаниях.

Наблюдаемые закономерности влияния диаметра образца на параметры модели Джонсона–Кука могут быть объяснены действием нескольких физических механизмов.

В образцах малого диаметра градиенты деформации и напряжений от поверхности к центру образца более выражены. Это приводит к формированию градиентных дислокационных структур с повышенной плотностью дислокаций вблизи поверхности. Геометрически необходимые дислокации, возникающие для аккомодации градиентов деформации, вносят дополнительный вклад в упрочнение, что объясняет более высокие значения параметра B для образцов $\varnothing 3$ мм.

Отношение площади поверхности к объему образца увеличивается с уменьшением диаметра. Свободная поверхность является источником дислокаций и облегчает их выход, что может влиять на процессы деформации и упрочнения. Для образцов $\varnothing 3$ мм это отношение в 2,3 раза больше, чем для образцов $\varnothing 7$ мм, что может объяснять различия в деформационном поведении.

В образцах большего объема вероятность присутствия структурных дефектов (пор, включений, неоднородностей) выше, что может приводить к более раннему зарождению микротрещин и изменению характера разрушения. Это может объяснять некоторое снижение прочностных характеристик для крупных образцов.

В образцах малого диаметра развитие полос скольжения ограничено геометрическими размерами, что может способствовать более однородному распределению деформации и повышению способности к упрочнению.

Комбинация этих эффектов определяет наблюдаемую немонотонную зависимость механических свойств и параметров модели от диаметра образца, с максимумом предела текучести для образцов среднего размера и максимальной способностью к упрочнению для образцов малого диаметра.

Заключения

Проведено комплексное исследование влияния диаметра образца и скорости деформации на параметры модели Джонсона–Кука высокоэнтропийного сплава системы NiCoCrWNbAlTiCrRe. Установлены следующие основные закономерности:

- размерный эффект существенно влияет на параметры модели Джонсона–Кука. Коэффициент деформационного упрочнения B максимален для образцов малого диаметра (915 МПа – для $\varnothing 3$ мм) и снижается до 660 МПа для образцов $\varnothing 5$ мм и 782 МПа для образцов $\varnothing 7$ мм. Параметр A (предел текучести) демонстрирует немонотонную зависимость с максимумом 596 МПа для образцов среднего диаметра;

- коэффициент интенсивности упрочнения B/A максимален для образцов малого диаметра (среднее значение 1,99), что указывает на их наибольшую способность к деформационному упрочнению. Для образцов диаметрами 5 и 7 мм этот коэффициент составляет 1,20 и 1,54 соответственно;

- показатель деформационного упрочнения n находится в диапазоне 0,14–0,21 для всех исследованных образцов, что характерно для умеренного типа упрочнения никелевых жаропрочных сплавов. Наблюдается устойчивая тенденция снижения параметра n с увеличением скорости деформации для всех типов образцов;

- скоростная чувствительность материала относительно низкая (параметр $C = 0,03–0,10$), что типично для квазистатического нагружения при комнатной температуре. Образцы малого диаметра демонстрируют наибольшую скоростную чувствительность (среднее значение $C = 0,09$);

- образцы $\varnothing 5$ мм демонстрируют аномальное поведение при высоких скоростях деформации с резким снижением коэффициента B и достижением значений $B/A < 1$, что нетипично для металлических материалов и требует дальнейшего исследования физических механизмов;

- образцы $\varnothing 7$ мм характеризуются наибольшей стабильностью параметров: постоянное значение $B = 782$ МПа независимо от скорости деформации, стабильный коэффициент $C = 0,07$ в широком диапазоне скоростей, что свидетельствует о минимизации размерных эффектов.

Полученные результаты имеют важное практическое значение для корректного применения модели Джонсона–Кука при численном моделировании процессов обработки давлением высокоэнтропийных сплавов. Установлено, что параметры модели зависят от размера образца, что необходимо учитывать при масштабировании результатов лабораторных испытаний на реальные изделия. Для образцов наименьшего размера ($\varnothing 3$ мм) характерна максимальная способность к деформационному упрочнению, что может быть использовано при проектировании тонкостенных конструкций. Образцы среднего размера ($\varnothing 5$ мм) демонстрируют максимальный предел текучести, но требуют особого внимания из-за аномального поведения при высоких скоростях деформации. Крупные образцы ($\varnothing 7$ мм) показывают наиболее стабильное и предсказуемое поведение, близкое к объемным материалам.

Список источников

1. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Вершков А.В. Редкие металлы и редкоземельные элементы – материалы современных и будущих высоких технологий // *Авиационные материалы и технологии*. 2013. № S2. С. 3–10.
2. Каблов Е.Н. Материалы для изделия «Буран» – инновационные решения формирования шестого технологического уклада // *Авиационные материалы и технологии*. 2013. № S1. С. 3–9.
3. Севальнев Г.С. Бериллийсодержащие стали – перспективный материал с высоким уровнем физико-механических свойств // *Авиационные материалы и технологии*. 2023. № 3 (72). С. 15–29. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 25.07.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-3-15-29.

4. Капланский Ю.Ю., Мазалов П.Б. Мировые тенденции развития тугоплавких высокоэнтропийных сплавов для теплонагруженных узлов аэрокосмической техники (обзор) // *Авиационные материалы и технологии*. 2022. № 2 (67). С. 30–42. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 17.10.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-2-30-42.
5. Севальнев Г.С., Коробова Е.Н., Дворецков Р.М. и др. Влияние степени дисперсности структуры мартенсита и размера карбидной фазы на фрикционное взаимодействие в условиях сухого трения скольжения высокоуглеродистой комплексно-легированной стали // *Труды ВИАМ*. 2022. № 6 (112). С. 15–26. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 25.07.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-6-15-26.
6. Севальнев Г.С., Громов В.И., Дульнев К.В., Севальнева Т.Г. Контактная выносливость азотистых аустенито-мартенситных сталей с различным механизмом упрочнения // *Авиационные материалы и технологии*. 2024. № 2 (75). С. 3–14. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 25.07.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-2-3-14.
7. George E.P., Raabe D., Ritchie R.O. High-entropy alloys // *Nature Reviews Materials*. 2019. Vol. 4. P. 515–534.
8. Yeh J.W., Chen S.K., Lin S.J. et al. Nanostructured high-entropy alloys with multiple principal elements: Novel alloy design concepts and outcomes // *Advanced Engineering Materials*. 2004. Vol. 6 (5). P. 299–303.
9. Miracle D.B., Senkov O.N. A critical review of high entropy alloys and related concepts // *Acta Materialia*. 2017. Vol. 122. P. 448–511.
10. Johnson G.R., Cook W.H. A constitutive model and data for metals subjected to large strains, high strain rates and high temperatures // *Proceedings of the 7th International Symposium on Ballistics*. 1983. Vol. 21. P. 541–547.
11. Armstrong R.W., Walley S.M. High strain rate properties of metals and alloys // *International Materials Reviews*. 2008. Vol. 53 (3). P. 105–128.
12. Voyiadjis G.Z., Abed F.H. Microstructural based models for bcc and FCC metals with temperature and strain rate dependency // *Mechanics of Materials*. 2005. Vol. 37. P. 355–378.
13. Meyers M.A., Mishra A., Benson D.J. Mechanical properties of nanocrystalline materials // *Progress in Materials Science*. 2006. Vol. 51. P. 427–556.
14. Khan A.S., Huang S. Continuum theory of plasticity. John Wiley & Sons, 1995. 420 p.
15. Kolsky H. An investigation of the mechanical properties of materials at very high rates of loading // *Proceedings of the Physical Society B*. 1949. Vol. 62 (11). P. 676–700.
16. Lin Y.C., Chen X.M. A critical review of experimental results and constitutive descriptions for metals and alloys in hot working // *Materials & Design*. 2011. Vol. 32. P. 1733–1759.
17. Gludovatz B., Hohenwarter A., Catoor D. et al. A fracture-resistant high-entropy alloy for cryogenic applications // *Science*. 2014. Vol. 345 (6201). P. 1153–1158.
18. Otto F., Dlouhý A., Somsen C. et al. The influences of temperature and microstructure on the tensile properties of a CoCrFeMnNi high-entropy alloy // *Acta Materialia*. 2013. Vol. 61. P. 5743–5755.
19. McQueen H.J., Ryan N.D. Constitutive analysis in hot working // *Materials Science and Engineering A*. 2002. Vol. 322. P. 43–63.

References

1. Kablov E.N., Ospennikova O.G., Vershkov A.V. Rare metals and rare-earth elements are materials for modern and future high technologies. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2013, no. S2, pp. 3–10.
2. Kablov E.N. Materials for «Buran» spaceship – innovative solutions of formation of the sixth technological mode. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2013, no. S1, pp. 3–9.
3. Sevalnev G.S. Beryllium-containing steels – perspective material with a high level of physical and mechanical properties. *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 3 (72), pp. 15–29. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: July 25, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-3-15-29.
4. Kaplanskii Yu.Yu., Mazalov P.B. World trends in the development of refractory high-entropy alloys for heat-loaded units of aerospace technics (review). *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 2 (67), pp. 30–42. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: October 17, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-2-30-42.

5. Sevalnev G.S., Korobova E.N., Dvoreckov R.M. et al. Influence of the degree of martensitic structure dispersion and size of carbide phase on the frictional interaction under conditions of dry sliding friction of high-carbon complex alloy steel. *Trudy VIAM*, 2022, no. 6 (112), pp. 15–26. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: July 25, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-6-15-26.
6. Sevalnev G.S., Gromov V.I., Dulnev K.V., Sevalneva T.G. Contact endurance of nitrogenous austenitic-martensitic steels with different hardening mechanism. *Aviation materials and technologies*, 2024, no. 2 (75), pp. 3–14. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: July 25, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-2-3-14.
7. George E.P., Raabe D., Ritchie R.O. High-entropy alloys. *Nature Reviews Materials*, 2019, vol. 4, pp. 515–534.
8. Yeh J.W., Chen S.K., Lin S.J. et al. Nanostructured high-entropy alloys with multiple principal elements: Novel alloy design concepts and outcomes. *Advanced Engineering Materials*, 2004, vol. 6 (5), pp. 299–303.
9. Miracle D.B., Senkov O.N. A critical review of high entropy alloys and related concepts. *Acta Materialia*, 2017, vol. 122, pp. 448–511.
10. Johnson G.R., Cook W.H. A constitutive model and data for metals subjected to large strains, high strain rates and high temperatures. *Proceedings of the 7th International Symposium on Ballistics*, 1983, vol. 21, pp. 541–547.
11. Armstrong R.W., Walley S.M. High strain rate properties of metals and alloys. *International Materials Reviews*, 2008, vol. 53 (3), pp. 105–128.
12. Voyiadjis G.Z., Abed F.H. Microstructural based models for bcc and FCC metals with temperature and strain rate dependency. *Mechanics of Materials*, 2005, vol. 37, pp. 355–378.
13. Meyers M.A., Mishra A., Benson D.J. Mechanical properties of nanocrystalline materials. *Progress in Materials Science*, 2006, vol. 51, pp. 427–556.
14. Khan A.S., Huang S. *Continuum theory of plasticity*. John Wiley & Sons, 1995, 420 p.
15. Kolsky H. An investigation of the mechanical properties of materials at very high rates of loading. *Proceedings of the Physical Society B*, 1949, vol. 62 (11), pp. 676–700.
16. Lin Y.C., Chen X.M. A critical review of experimental results and constitutive descriptions for metals and alloys in hot working. *Materials & Design*, 2011, vol. 32, pp. 1733–1759.
17. Gludovatz B., Hohenwarter A., Catoor D. et al. A fracture-resistant high-entropy alloy for cryogenic applications. *Science*, 2014, vol. 345 (6201), pp. 1153–1158.
18. Otto F., Dlouhý A., Somsen C. et al. The influences of temperature and microstructure on the tensile properties of a CoCrFeMnNi high-entropy alloy. *Acta Materialia*, 2013, vol. 61, pp. 5743–5755.
19. McQueen H.J., Ryan N.D. Constitutive analysis in hot working. *Materials Science and Engineering A*, 2002, vol. 322, pp. 43–63.

Информация об авторах

Власов Иван Игоревич, инженер 2 категории, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Севальнев Герман Сергеевич, начальник лаборатории, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Дьяченко Ольга Александровна, ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Валухова Ирина Владимировна, техник, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Ivan I. Vlasov, Second Category Engineer, Candidate of Science (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

German S. Sevalnev, Head of Laboratory, Candidate of Science (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

Irina V. Valuhova, Technician, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 28.11.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 03.02.2026.

The article was submitted 28.11.2025; approved and accepted for publication after reviewing 03.02.2026.

Обзорная статья

УДК 669.018.44:669.24

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-101-118

ИРИДИЙ В МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ЖАРОПРОЧНЫХ НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВАХ С РЕНИЕМ (обзор)

Н.В. Петрушин¹, Э.Г. Римша¹, Е.С. Елютин¹, С.А. Луцкая¹

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

Аннотация. Проведен анализ научно-технических литературных данных по влиянию иридия на структурно-фазовые характеристики, фазовую стабильность и высокотемпературную длительную прочность монокристаллических Re- и Re–Ru-содержащих жаропрочных никелевых сплавов (ЖНС). Установлено, что иридий в ренийсодержащих ЖНС более эффективно, чем добавка рутения, стабилизирует γ/γ' -микроструктуру в интервале температур 900–1100 °С, задерживая начало образования топологически плотноупакованной (ТПУ) фазы. В результате монокристаллические ренийсодержащие ЖНС, легированные иридием, имеют более длительный ресурс сопротивления высокотемпературной ползучести, чем таковые сплавы с рутением.

Ключевые слова: монокристаллические жаропрочные никелевые сплавы, фазовая стабильность, ТПУ-фаза, длительная прочность, иридий, рутений, рений

Для цитирования: Петрушин Н.В., Римша Э.Г., Елютин Е.С., Луцкая С.А. Иридий в монокристаллических жаропрочных никелевых сплавах с рением (обзор) // Труды ВИАМ. 2026. № 7 (161). С. 101–118. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-101-118.

Review article

IRIDIUM IN SINGLE CRYSTAL NICKEL BASED SUPERALLOYS WITH RHENIUM (review)

N.V. Petrushin¹, E.G. Rimsha¹, E.S. Elyutin¹, S.A. Lutskaya¹

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 analysis of the scientific and technical literature data on the influence of iridium on the structural phase characteristics, phase stability, and high temperature long term strength creep of single crystal Re- and Re–Ru-containing nickel based superalloys (NBSAs) has been carried out. It is established that the addition of iridium to rhenium-containing NBSAs is more effective than the addition of ruthenium, has a stabilizing effect on γ - and γ' -phases, delaying the formation of harmful TCP phases in the temperature range of 900–1100 °C. As a result, single crystal rhenium containing NBSAs alloyed with iridium have a longer high-temperature creep life than alloys with ruthenium.

Keywords: single crystal nickel based superalloys, phase stability, TCP phase, long-term strength creep, iridium, ruthenium, rhenium

For citation: Petrushin N.V., Rimsha E.G., Elyutin E.S., Lutskaya S.A. Iridium in single crystal nickel based superalloys with rhenium (review). *Trudy VIAM*, 2026, no. 7 (161), pp. 101–118. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-101-118.

Введение

Развитие современных авиационных газотурбинных двигателей привело к необходимости создания специальных жаропрочных никелевых сплавов (ЖНС) для изготовления методом направленной кристаллизации монокристаллических лопаток газовых турбин. Решение этой задачи оказалось возможным путем легирования ЖНС рением и рутением. В результате разработаны монокристаллические ЖНС поколений IV–VI (табл. 1) марок ВЖМ4, ВЖМ8, ВЖМ10 (НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ), EPM-102/MX-4/PWA1497 (General Electric/Pratt & Whitney/NASA), MC-NG (ONERA), TMS-138, TMS-196, TMS-238 (NIMS/IHI) [1–12]. Температурная работоспособность этих сплавов за 1000 ч при напряжении 137 МПа на 50–60 °С выше, а ресурс в 1,5–2 раза больше, чем у сплавов предыдущих поколений [1, 13, 14].

Таблица 1

Химический состав монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов поколений IV–VI для рабочих лопаток ГТД

Сплав	Содержание элементов, % (по массе)									
	Cr	Ti	Mo	W	Ta	Al	Co	Hf	Re	Ru
Сплавы IV поколения										
ВЖМ4*	2,7	–	4,0	4,0	4,5	6,0	6,0	–	6,0	4,0
MC-NG	4,0	0,5	1,0	5,0	5,0	6,0	–	0,1	4,0	4,0
TMS-138	3,2	–	2,8	5,9	5,6	5,7	5,8	0,1	5,0	2,0
EPM-102 (MX-4/PWA1497)	2,0	–	2,0	6,0	8,25	5,55	16,5	0,15	5,95	3,0
Сплавы V поколения										
ВЖМ8**	3,0	–	3,5	4,2	6,0	5,7	5,5	–	6,3	6,0
TMS-196	4,6	–	2,4	5,0	5,6	5,6	4,6	0,1	6,4	5,0
Сплавы VI поколения										
TMS-238	4,6	–	1,1	4,0	7,6	5,9	6,5	0,1	6,4	5,0
ВЖМ10	(Re + Ru) > 12									
* Патент № 2293782 от 15.08.2005.										
** Патент № 2402624 от 16.06.2009.										

Монокристаллы ЖНС поколений IV–VI в термически обработанном состоянии имеют двухфазную γ/γ' -микроструктуру, состоящую из упрочненного Cr, Co, Mo, W, Re и Ru γ -твердого раствора никеля (матричная γ -фаза) и микроскопических кубоидных частиц γ' -фазы на основе интерметаллида $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ta})$ (структура L_{12}). Кристаллические гранецентрированные кубические (ГЦК) решетки фаз γ и γ' сплавов изоморфны, но существенно различаются по абсолютной величине периодов решеток. Их размерное несоответствие (γ/γ' -мисфит) составляет при комнатной температуре $|0,4-0,6|\%$ (период решетки γ -твердого раствора больше, чем γ' -фазы), что в 2–3 раза больше, чем у сплавов предыдущих поколений, и является одним из существенных факторов формирования на начальной стадии высокотемпературной ползучести так называемой рафт-структуры, состоящей из ориентированных перпендикулярно направлению растягивающего напряжения пластин γ' -фазы (рис. 1), обеспечивающей высокую температурную работоспособность $\langle 001 \rangle$ монокристаллов этих сплавов [1, 2, 13]. Этот эффект обусловлен легированием сплавов ключевыми элементами – рением, молибденом и рутением, которые концентрируются преимущественно в матричной γ -фазе и в меньшей степени в γ' -фазе. Кроме того, легирование рением значительно повысило термическую стабильность частиц γ' -фазы, температуру солидус и сопротивление высокотемпературной ползучести монокристаллических ЖНС [14, 15], что связано с низкой диффузионной подвижностью атомов рения в никелевом γ -твердом растворе сплавов [16–18]. Установлено, что основной причиной «рениевого эффекта» в ЖНС является сегрегация

атомов рения в ядра дислокаций и образование атмосфер Коттрелла в процессе высокотемпературной ползучести, которые тормозят движение межфазных γ/γ' -границ в рафт-структуре [19–21].

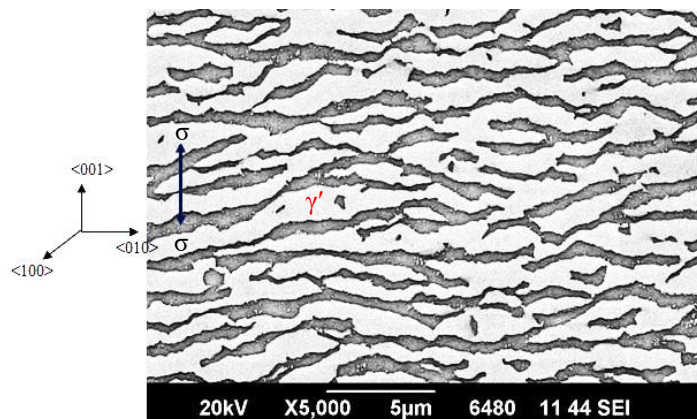


Рис. 1. Рафт-структура γ' -фазы, сформировавшаяся в $\langle 001 \rangle$ монокристалле жаропрочного никелевого сплава VI поколения за 1074 ч при температуре 1150 °C и напряжении $\sigma = 80$ МПа [13]

Однако рений потенциально является элементом, дестабилизирующим фазовую структуру ЖНС, способствуя образованию при высоких температурах вредных топологически плотноупакованных (ТПУ) фаз. Общепринятый механизм, по которому ТПУ-фазы снижают длительную прочность и ресурс монокристаллов ЖНС, основан на том факте, что при выделении ТПУ-фаз в процессе высокотемпературной ползучести происходит значительное обеднение γ -твердого раствора сплавов тугоплавкими элементами (Mo, W, Re, Ru), которые переходят в состав ТПУ-фаз. Следовательно, образование ТПУ-фаз в структуре ЖНС сопровождается снижением твердорастворного упрочнения, что уменьшает их длительную прочность и ресурс. Напротив, рутений повышает фазовую стабильность ренийсодержащих ЖНС, замедляя скорость выделения ТПУ-фаз [22]. Совместное легирование ЖНС рением и рутением оказывает синергическое влияние на повышение высокотемпературной длительной прочности монокристаллов ЖНС [23, 24].

Большой научный и практический интерес для дальнейшего развития монокристаллических ЖНС вызывает использование в качестве легирующего элемента тугоплавкого элемента иридия (Ir) в связи с его уникальными физико-химическими характеристиками, важными для твердорастворного упрочнения никелевой основы жаропрочных сплавов, а также потенциальной способностью улучшать их фазовую стабильность и сопротивление ползучести.

Цель данного обзора – охарактеризовать роль иридия как легирующего элемента и оценить перспективность разработки новых монокристаллических иридийсодержащих ЖНС, уделяя особое внимание влиянию иридия на фазовую стабильность γ/γ' -микроструктуры, высокотемпературную длительную прочность и эффективность (по сравнению с легированием рением и рутением).

Упрочнение γ -твердого раствора

В табл. 2 приведены физико-химические характеристики иридия, важные для твердорастворного упрочнения никеля, в сравнении с подобными характеристиками других тугоплавких γ -упрочняющих элементов ЖНС – молибдена, вольфрама, рения, рутения и осмия [25].

Физико-химические характеристики никеля и тугоплавких элементов

Характеристики	Значения характеристик для элементов						
	Ni	Mo	Ru	W	Re	Os	Ir
Атомный номер	28	42	44	74	75	76	77
Атомная масса, а. е. м.	58,69	95,94	101,07	183,85	186,207	190,2	192,22
Атомный радиус r_i , нм	0,1245	0,140	0,134	0,1368	0,1373	0,135	0,1357
Размерный фактор Δr^* , %	–	+12,4	+7,6	+9,9	+10,3	+8,4	+9,0
Температура плавления, К	1728	2890	2523	3660	3450	3320	2720
Кристаллическая структура (период решетки, нм)	ГЦК ($a = 0,352387$)	ОЦК ($a = 0,311737$)	ГПУ ($a = 0,27053$; $c = 0,42820$)	ОЦК ($a = 0,316524$)	ГПУ ($a = 0,27609$; $c = 0,44583$)	ГПУ ($a = 0,27338$; $c = 0,43195$)	ГЦК ($a = 0,38389$)
Плотность ^{**} , г/см ³	8,897	10,218	12,437	19,263	21,033	22,581	22,654
Модуль растяжения поликристалла E при температуре 20 °С, ГПа	196	317,8	447	393,8	467	–	528
Коэффициенты распределения элементов K_{ri}^{***} между γ - и γ' -фазами в многокомпонентном сплаве [26–28]	–	2,2–3,1	2,1–2,6	1,2–2,0	10,0–12,5	3,8	0,9–1,0

* $\Delta r = (r_i - r_{Ni})/r_{Ni}$, где r_i , r_{Ni} – атомные радиусы соответственно элемента i и никеля.
** Плотность рентгеновская.
*** $K_{ri} = C_{\gamma i}/C_{\gamma' i}$, где $C_{\gamma i}$, $C_{\gamma' i}$ – концентрации (%) (атомн.) элемента i соответственно в γ - и γ' -фазах.
Примечание. ГЦК – гранецентрированная кубическая, ОЦК – объемно-центрированная кубическая, ГПУ – гексагональная плотноупакованная.

Отметим, что к наиболее важным факторам, обеспечивающим эффективность твердорастворного упрочнения сплавов, относятся различия атомных размеров и упругих постоянных (модули упругости) атомов элемента – основы и растворенного элемента [29]. Из данных табл. 2 видно, что элементы Ir, Re, Ru и Os имеют высокие температуры плавления – соответственно 2720, 3450, 2523 и 3320 К, а их атомные радиусы (соответственно 0,1357, 0,1373, 0,134 и 0,135 нм) значительно больше, чем у базового элемента Ni (0,1245 нм); размерное несоответствие (мисфит) атомов элементов Ir, Re, Ru и Os относительно атомов никеля составляет соответственно +9,0, +10,3, +7,6 и +8,4. Следовательно, по эффективности твердорастворного упрочнения никеля иридий уступает рению, однако значительно превосходит рутений и осмий. По модулю упругости иридий значительно превосходит указанные тугоплавкие элементы.

Иридий – переходный элемент VIII группы Периодической системы элементов Д.И. Менделеева, имеющий ГЦК кристаллическую решетку, и, как следует из двойной фазовой диаграммы системы Ni–Ir (рис. 2), образует с никелем непрерывный ряд твердых растворов [30]. Сплавы системы Ni–Ir во всем интервале составов имеют ГЦК-структуру. Предполагается, что в двойных сплавах системы Ni–Ir в пределах твердого раствора возможно упорядочение с образованием трех интерметаллидных фаз Ni_3Ir , $NiIr$ и $NiIr_3$ (рис. 2). Можно полагать, что фазы Ni_3Ir и $NiIr$ по кристаллической структуре аналогичны соответственно упорядоченным интерметаллидным фазам Ni_3Al и $NiAl$ в системе Ni–Al [31], являющейся базовой для разработки ЖНС.

Рений, рутений и осмий – переходные элементы соответственно VII и VIII групп Периодической системы элементов Д.И. Менделеева обладают гексагональными плотноупакованными (ГПУ) кристаллическими решетками. Двойные фазовые диаграммы сплавов никеля с рением, рутением и осмием близки между собой и относятся к диаграммам состояния перитектического типа (рис. 3–5) [31–33].

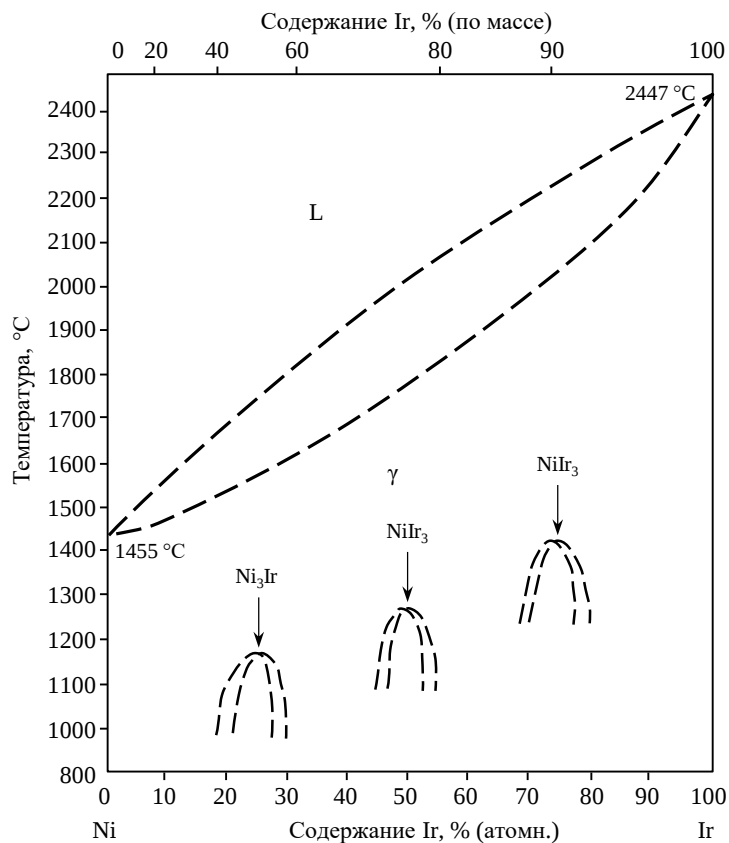


Рис. 2. Диаграмма состояния двойной системы Ni–Ir [30]

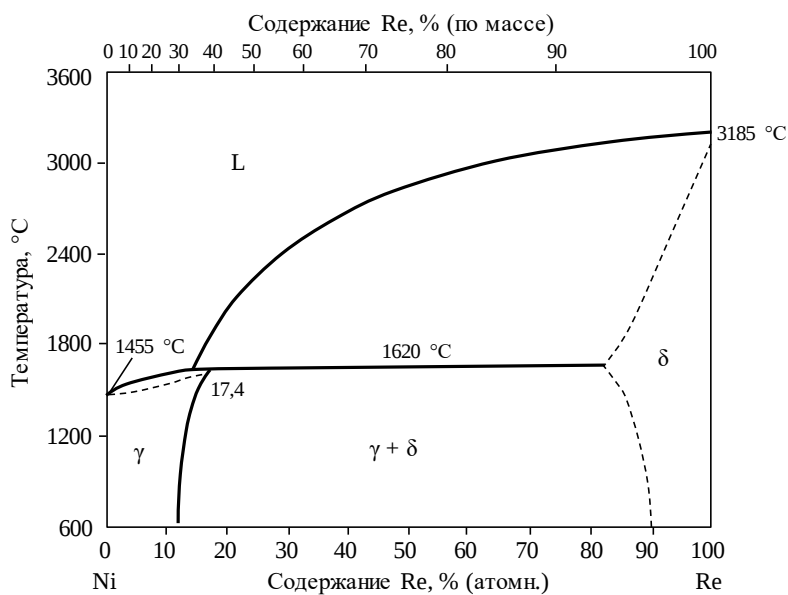


Рис. 3. Диаграмма состояния двойной системы Ni–Re [31]

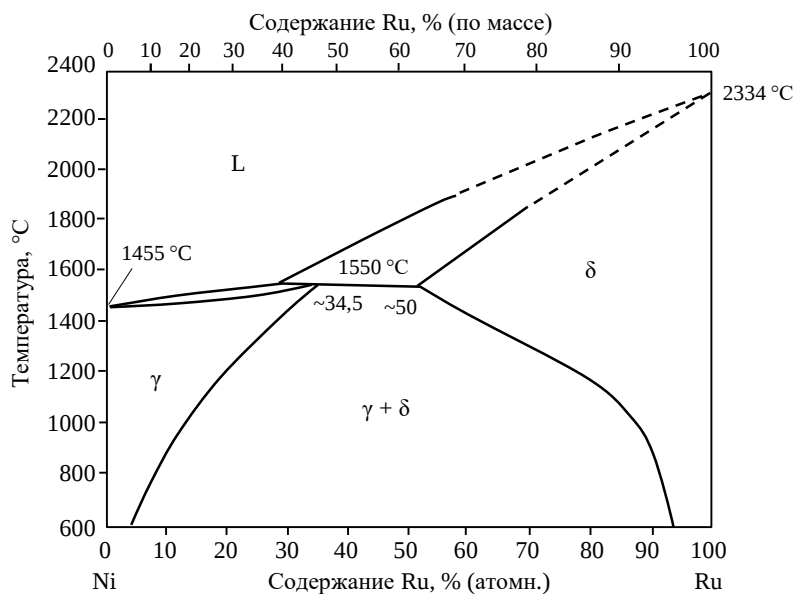


Рис. 4. Диаграмма состояния двойной системы Ni–Ru [31]

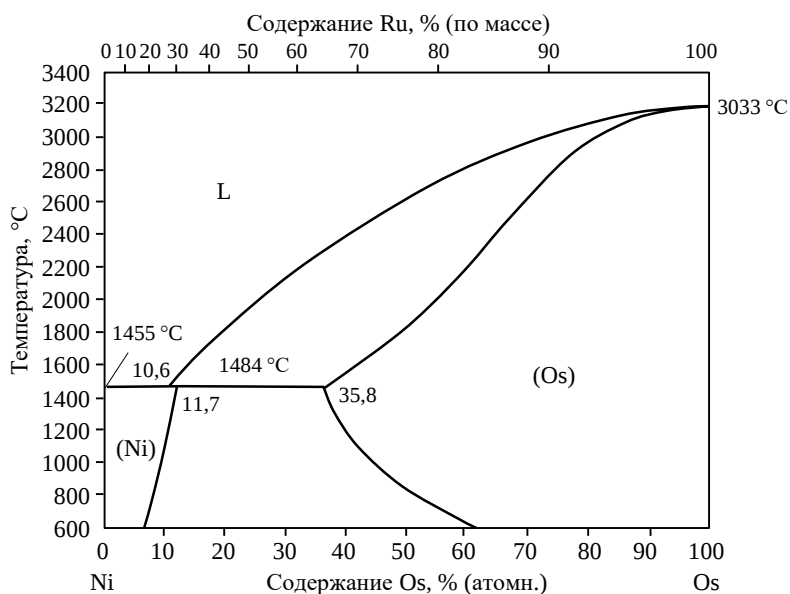


Рис. 5. Диаграмма состояния двойной системы Ni–Os [32, 33]

В двойных системах Ni–Re, Ni–Ru и Ni–Os элементы Re, Ru и Os образуют с никелем ГЦК-твердые растворы с ограниченной растворимостью. Предельная растворимость этих элементов в твердом никеле при перитектической температуре составляет соответственно 17,4 (1620 °C), 34,5 (1550 °C), 11,7 (1484 °C) % (атомн.). В сплавах систем Ni–Re, Ni–Ru и Ni–Os образуются ТПУ δ-фазы (твердые растворы на основе рения, рутения и осмия) с ГПУ-структурой. При этом в сплавах системы Ni–Ir ТПУ-фазы не образуются (рис. 2).

В соответствии с диаграммами состояния двойных систем Ni–Ir, Ni–Re, Ni–Ru и Ni–Os элементы Ir, Re, Ru и Os повышают температуры солидус и ликвидус соответствующих никелевых сплавов, при этом иридий оказывает большее влияние, а осмий незначительное влияние на эти параметры. Отметим, что в соответствии с известным соотношением между коэффициентом диффузии и температурой плавления металлов

$D = D_0 \exp\left(-\frac{A}{T_{\text{гом}}}\right)$ (где $T_{\text{гом}} = T/T_S$ – гомологическая температура; T_S – температура со-

лидус; $A = \text{const}$ [34]), Ir-содержащие ЖНС, по сравнению с Re-, Ru- и Os-содержащими сплавами, должны обладать более низкой гомологической температурой и, следовательно, меньшей диффузионной подвижностью атомов компонентов и, при прочих равных условиях, повышенным сопротивлением высокотемпературной ползучести.

В тройных системах на основе никеля влияние Ir и Ru на температуры ликвидус и солидус такое же, как в бинарных никелевых сплавах, но в меньшей степени. На рис. 6 показана зависимость температуры ликвидус для трехкомпонентных никелевых сплавов системы Ni–19 % (атомн.) Al–Me (где Me: Ir, Ru, Rh, Pt, Pd) от содержания элементов платиновой группы [35]. Видно, что из указанных элементов Ir более значительно повышает температуру ликвидус этого сплава.

Таким образом, твердорастворное упрочнение никелевых сплавов иридием более эффективно, чем рутением, хотя и уступает рению.

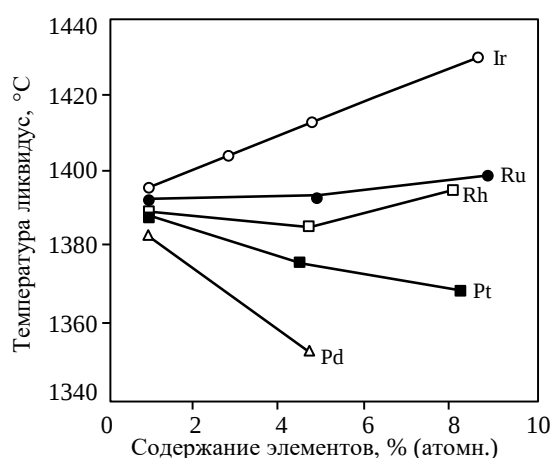


Рис. 6. Влияние элементов платиновой группы Ir, Ru, Rh, Pt, Pd на температуру ликвидус трехкомпонентных никелевых сплавов Ni–19 % (атомн.) Al–Me [35]

Коэффициенты распределения легирующих элементов

Наиболее показательными параметрами, характеризующими фазовые составы ЖНС, являются коэффициенты распределения i -х легирующих элементов между γ - и γ' -фазами: $K_{pi} = C_{\gamma i}/C_{\gamma' i}$, где $C_{\gamma i}$, $C_{\gamma' i}$ – концентрации (% (атомн.)) элемента i соответственно в γ - и γ' -фазах. Легирующие элементы Re и Ru в γ' -фазе ЖНС растворяются незначительно, они преимущественно концентрируются в γ -фазе и имеют $K_{pi} > 1$ – например, для ЖНС марки RR2101: $K_{Re} = 16,7$; $K_{Ru} \approx 3,2$ [36]. Согласно данным работы [35], иридий в сплаве Ni–19 % (атомн.) Al при концентрациях до 3 % (атомн.) обогащает γ -фазу (рис. 7). Однако при больших концентрациях в этом трехкомпонентном никелевом сплаве он имеет тенденцию к приблизительно равному распределению между γ - и γ' -фазами: коэффициент распределения иридия изменяется от $K_{Ir} \approx 1,5$ для сплава Ni–19Al–1,0Ir (% (атомн.)) до $K_{Ir} \approx 1$ для сплава Ni–19Al–3,5Ir (% (атомн.)). Такую же закономерность наблюдали авторы работы [37] при исследовании монокристаллического ЖНС марки TMS-238Ir (Ni–6,99Co–5,60Cr–0,73Mo–1,38W–13,85Al–2,66Ta–0,04Hf–2,18Re–3,13Ir % (атомн.)).

По данным работы [38] в многокомпонентном ЖНС марки TMS-79 состава (% (атомн.)) Ni–12,6Al–7,7Cr–4,6Mo–2,7Ta–1,8Ir иридий обогащает γ -фазу с коэффициентом распределения $K_{Ir} = 1,1$ –1,5.

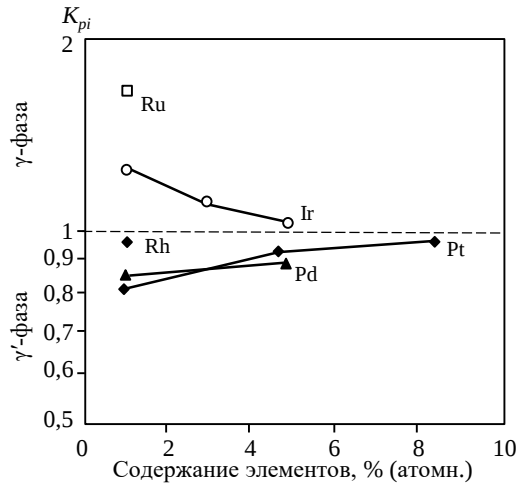


Рис. 7. Коэффициенты распределения элементов платиновой группы Ir, Ru, Rh, Pt, Pd в трехкомпонентных никелевых сплавах Ni–19 % (атомн.) Al–Me [35]

В порядке уменьшения коэффициенты распределения K_{pi} γ -стабилизирующих элементов можно расположить в следующий ряд: $K_{Re} > K_{Cr} > K_{Mo} > K_{Ru} > K_{Co} > K_W > K_{Ir}$ [35, 39]. Следует отметить некоторую условность такой ранжировки, поскольку коэффициенты распределения элементов зависят от химического состава сплавов [21].

Таким образом, легирование ЖНС иридием представляет особый интерес поскольку он приблизительно в равном количестве обогащает γ - и γ' -фазы и как элемент с большим размером атома увеличивает их периоды кристаллических решеток, что определяет высокую степень твердорастворного упрочнения этих фаз и является одним из факторов высокой длительной прочности монокристаллов ЖНС.

Фазовая стабильность γ/γ' -микроструктуры

В некоторых работах, например [40–42], экспериментально установлено, что не только рутений, но и иридий оказывает стабилизирующее действие на γ - и γ' -фазы, подавляя образование ТПУ-фаз в монокристаллических ренийсодержащих ЖНС.

На рис. 8 показаны диаграммы температурно-временных условий выделения ТПУ-фазы в дендритах Re–Ru- и Re–Ir-содержащих ЖНС марок TMS-238, TMS-238Ir, TMS-238+ReRu и TMS-238+ReIr [41]. Химический состав этих сплавов приведен в табл. 3.

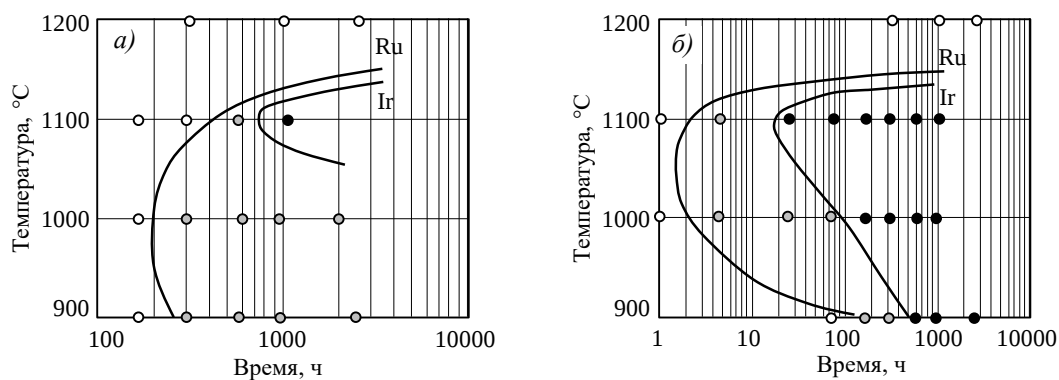


Рис. 8. Температурно-временные диаграммы выделения ТПУ-фаз в дендритах монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов марок TMS-238 и TMS-238Ir (а) и TMS-238+ReRu и TMS-238+ReIr (б) [41]

Таблица 3

Химический состав монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов [41]

Сплав	Содержание элементов, % (атомн.)									
	Cr	Mo	W	Ta	Al	Co	Hf	Re	Ru	Ir
TMS-238	5,60	0,73	1,38	2,66	13,85	6,99	0,04	2,18	3,13	—
TMS-238Ir	5,60	0,73	1,38	2,66	13,85	6,99	0,04	2,18	—	3,13
TMS-238+ReRu	5,70	0,74	1,40	2,70	14,08	7,10	0,04	2,56	4,46	—
TMS-238+ReIr	5,70	0,74	1,4	2,70	14,08	7,10	0,04	2,56	—	4,46

Светлые точки на графиках (рис. 8) показывают, что выделения ТПУ-фазы не наблюдались ни в сплаве с добавкой Ru (TMS-238), ни в сплаве с добавкой Ir (TMS-238Ir). Серые точки на графиках показывают, что выделения ТПУ-фазы наблюдались только в сплаве с большей добавкой Ru (TMS-238+ReRu). Черные точки на графиках показывают, что выделения ТПУ-фаз наблюдались в обоих сплавах TMS-238+ReRu и TMS-238+ReIr. В работе [41] авторы предположили, что поскольку равновесные объемные доли γ' - и ТПУ-фаз в сплаве с добавкой Ir такие же, как и в сплаве с добавкой Ru (рис. 9), то задержка образования ТПУ-фазы обусловлена снижением диффузионной подвижности легирующих элементов из-за замены Ru на Ir. Данное предположение основано на том, что, согласно работе [43], коэффициент взаимной диффузии атомов элементов в бинарных сплавах системы Ir–Ni на ~25 и на ~17 % меньше, чем у бинарных сплавов системы Ru–Ni при температурах 1100 и 900 °С соответственно. Меньший коэффициент диффузии атомов Ir может оказывать снижающее влияние на подвижность атомов других легирующих элементов в сплавах с добавкой Ir и кинетику выделения ТПУ-фазы.

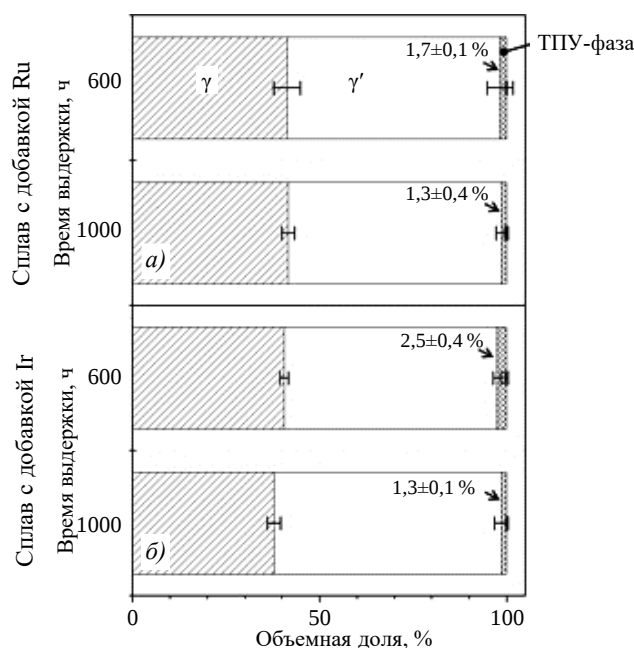


Рис. 9. Объемные доли фаз γ , γ' и ТПУ в сплавах TMS-238 (а) и TMS-238Ir (б) после выдержки при температуре 1100 °С [41]

Таким образом, основываясь на рассмотренных научно-технических литературных данных, можно ожидать, что иридий в ренийсодержащих ЖНС имеет более важное значение, чем рутений, в качестве стабилизатора фазового состава γ/γ' -микроструктуры этих сплавов.

Механические свойства

Наиболее важным и показательным является влияние иридия на механические свойства монокристаллов ЖНС, в частности длительную прочность. К сожалению, в научно-технической литературе отсутствуют систематические и надежные данные по этому вопросу, поэтому трудно провести сравнительный анализ длительной прочности иридийсодержащих сплавов.

В работе [44] впервые было выполнено исследование влияния иридия и рения на длительную прочность при температурах 700–800 °С поликристаллического никелевого жаропрочного сплава марки ХН77ТЮ состава (% (по массе)) Ni–0,03C–20,2Cr–2,5Ti–0,8Al. Результаты этих исследований приведены на рис. 10.

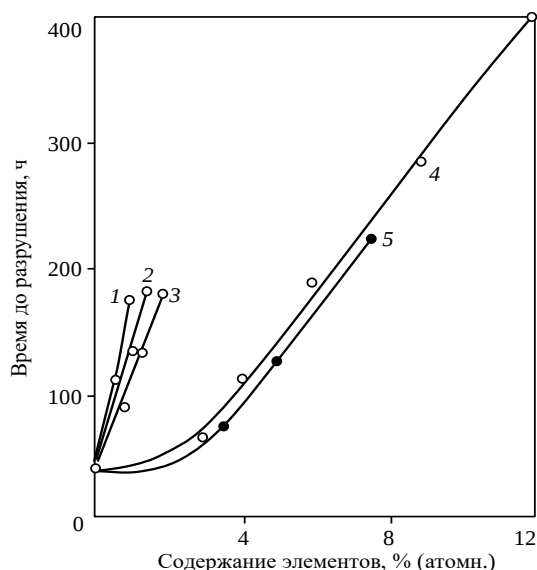


Рис. 10. Зависимость длительной прочности сплава типа ХН77ТЮ при температуре 700 °С и $\sigma = 392,8$ МПа от легирования его тугоплавкими элементами: Nb (1); Ir (2); Re (3); Mo (4); W (5) [44]

Авторы работы [44] установили, что из тугоплавких элементов (Mo, W, Re, Ir), обладающих достаточно большой растворимостью в γ -твердых растворах никелевых сплавов на основе системы Ni–Cr, наиболее сильное влияние на длительную прочность оказывают иридий и рений. При испытании на длительную прочность при температуре 700 °С и напряжении $\sigma = 392,8$ МПа по степени увеличения времени до разрушения сплавов элементы располагаются в следующий ряд: W < Mo < Re < Ir.

В табл. 4–6 приведены полученные авторами работ [38, 40, 45] результаты по длительной прочности группы монокристаллических ЖНС: не содержащих и содержащих Re, Ru и Ir, содержащих только Re или Ir, а также содержащих и Re, и Ru.

Из данных табл. 4 следует, что добавка 1,8 % (атомн.) Ir в сплав TMS-63 (сплав TMS-79) повышает в 1,67 раза долговечность монокристаллического сплава [38]. Однако по сравнению с Ir влияние Re более эффективно. В то же время результаты исследований, полученные другой группой авторов [40], показали, что введение иридия в количестве 3 % (по массе) в ренийсодержащий жаропрочный никелевый сплав TMS-80 не привело к увеличению его длительной прочности по сравнению со сплавом-аналогом TMS-75 (табл. 5).

Значительный практический интерес представляют данные, полученные в работе [45] (табл. 6), по длительной прочности монокристаллических ЖНС типа TMS-238 с иридием. Эти результаты показывают, что экспериментальные монокристаллические жаропрочные ренийсодержащие сплавы, дополнительно легированные иридием в количестве 3 % (по массе), имеют более длительный высокотемпературный (1150 °С) ресурс при ползучести, чем ренийсодержащий сплав TMS-238 с 5 % (по массе) рутения.

Таблица 4

**Химический состав и длительная прочность
монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов [38]**

Сплав	Содержание элементов, % (атомн.)							Время до разрушения, ч, при 1000 °C и $\sigma = 245$ МПа
	Cr	Mo	Ta	Al	Co	Re	Ir	
TMS-63	7,8	4,6	2,8	12,8	–	–	–	77,0
TMS-71	6,9	4,0	2,8	12,7	6,1	0,8	–	232,3
TMS-79	7,7	4,6	2,7	12,6	–	–	1,8	128,6

Таблица 5

**Химический состав и длительная прочность
монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов [40]**

Сплав	Содержание элементов, % (по массе)									T, °C	σ , МПа	Время до разрушения, ч
	Cr	Mo	W	Ta	Al	Co	Hf	Re	Ir			
TMS-75	3,0	2,0	6,0	6,0	6,0	12,0	0,1	5,0	–	900	392	961
										1000	176	1264
										1000	245	329
										1040	137	1526
										1100	137	227
										1150	98	196
TMS-80	2,9	1,9	5,8	5,8	5,8	11,6	0,1	4,9	3,0	900	392	949
										1000	245	334
										1040	137	1315
										1100	98	1324
										1100	137	157
										1150	98	199

Таблица 6

**Химический состав и длительная прочность
монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов [45]**

Сплав	Содержание элементов, % (по массе)										Время до разрушения, ч, при 1150 °С и σ = 137 МПа
	Cr	Mo	W	Ta	Al	Co	Hf	Re	Ir	Ru	
TMS-238	4,6	1,1	4,0	7,6	5,9	6,5	0,1	6,4	–	5,0	94
TMS-238+1Mo2Ru	4,6	2,1	4,0	7,6	5,9	6,5	0,1	6,4	–	7,0	272
TMS-238+0,5Mo3Ir	4,5	1,6	3,9	7,4	5,8	6,4	0,1	6,3	3,0	4,9	142
TMS-238+1Mo3Ir	4,5	2,1	3,9	7,4	5,8	6,3	0,1	6,3	3,0	4,9	208

Дальнейшие исследования длительной прочности иридийсодержащего ЖНС марки TMS-238MoIr проведены в работе [42]. Этот сплав разработан с целью повышения характеристик длительной прочности сплава TMS-238 путем легирования иридием и увеличения содержания молибдена. На рис. 11 представлены результаты испытаний на ползучесть термически обработанных <001> монокристаллов сплава TMS-238MoIr при следующих температурах и напряжениях: 1100 °C/137 МПа, 1000 °C/245 МПа, 900 °C/392 МПа и 800 °C/735 МПа, в сравнении со сплавами TMS-238 и TMS-238MoRu, а также промышленных ЖНС марок CMSX-4 и CMSX-10. Химические состав и характеристики иридий- и рутенийсодержащих сплавов приведены в табл. 7.

Как следует из данных рис. 11, а сплав TMS-238MoIr по сравнению с базовым сплавом TMS-238 при 1100 °C/137 МПа показал очень высокую долговечность, которая может достигать 4044 ч. При 1000 °C/245 МПа сплавы TMS-238 и TMS-238MoIr имеют схожую долговечность. При более низких температурах 900 °C/392 МПа и 800 °C/735 МПа сплав TMS-238MoIr имеет в ~2 раза меньшую долговечность по сравнению с базовым сплавом TMS-238. Сплав TMS-238MoRu показал самую низкую среди исследуемых

сплавов (TMS-238 и TMS-238MoIr) долговечность при всех режимах испытаний. Исследования микроструктуры разрушенных при испытании на ползучесть при 1100 °C/137 МПа образцов сплавов показали следующее. В образце базового сплава TMS-238 (разрушение через 1284 ч) присутствует небольшое количество выделений ТПУ-фазы (поверхностная доля ~0,3 %), которые окружены оболочкой из γ' -фазы. В отличие от базового сплава, в образце сплава TMS-238MoRu (разрушение через 870 ч) наблюдалось значительное количество ТПУ-фазы (поверхностная доля ~6,5 %). В образце сплава TMS-238MoIr даже спустя 4000 ч испытаний образовалось лишь небольшое количество выделений ТПУ-фазы.

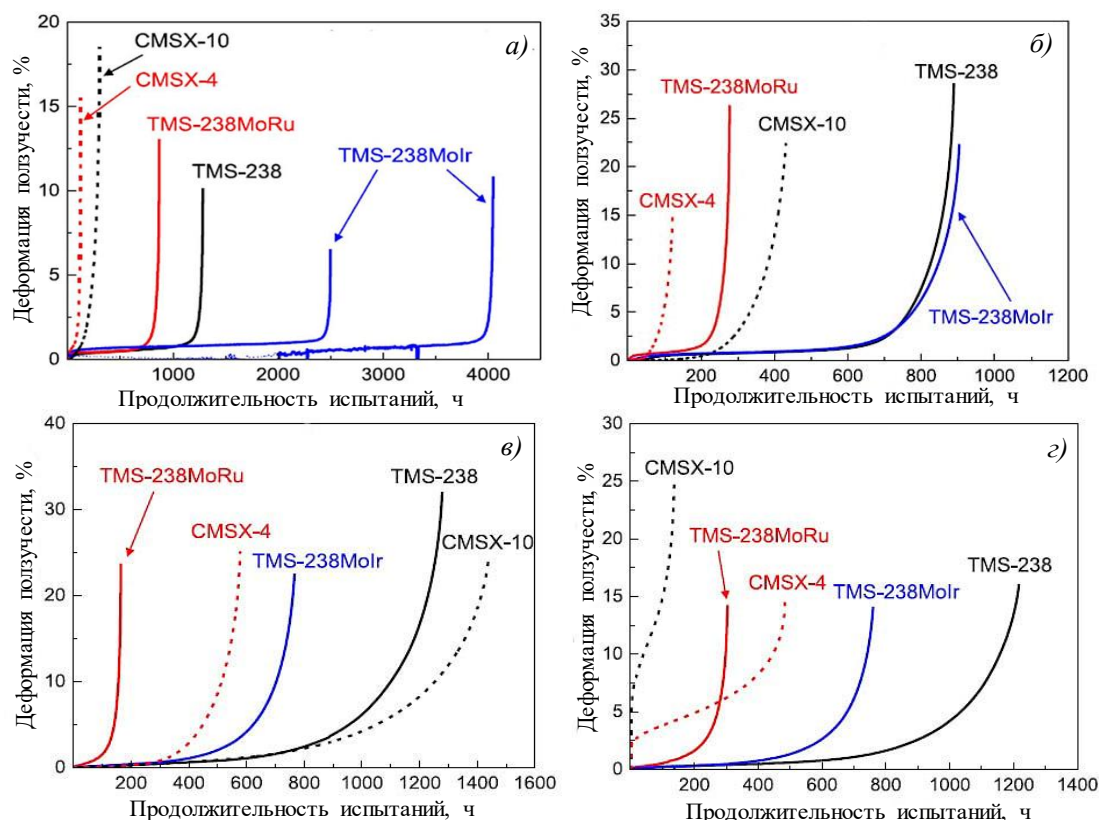


Рис. 11. Кривые ползучести сплавов TMS-238, TMS-238MoRu и TMS-238MoIr при следующих температурах и напряжениях: 1100 °C/137 МПа (а), 1000 °C/245 МПа (б), 900 °C/392 МПа (в), 800 °C/735 МПа (г); для сравнения приведены кривые ползучести типичных промышленных сплавов CMSX-4 и CMSX-10 [42].

Таблица 7

**Химический состав и характеристики
монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов [42]**

Сплав	Содержание элементов, % (атомн.)/% (по массе)										γ/γ' -мисфит δ^* (1100 °C), %	d , г/см ³
	Cr	Mo	W	Ta	Al	Co	Hf	Re	Ir	Ru		
TMS-238	<u>5,6</u> 4,6	<u>0,7</u> 1,1	<u>1,4</u> 4,0	<u>2,7</u> 7,6	<u>13,9</u> 5,9	<u>7,0</u> 6,5	<u>0,04</u> 0,1	<u>2,2</u> 6,4	–	<u>3,1</u> 5,0	–0,34	8,99
TMS-238MoRu	<u>5,6</u> 4,5	<u>2,2</u> 3,2	<u>1,4</u> 3,9	<u>2,7</u> 7,4	<u>13,9</u> 5,45	<u>7,0</u> 6,4	<u>0,04</u> 0,1	<u>2,2</u> 6,2	–	<u>5,1</u> 8,0	–0,50	9,09
TMS-238MoIr	<u>5,6</u> 4,4	<u>2,2</u> 3,1	<u>1,4</u> 3,8	<u>2,7</u> 7,2	<u>13,9</u> 5,3	<u>7,0</u> 6,2	<u>0,04</u> 0,1	<u>2,2</u> 6,1	<u>2,0</u> 5,8	<u>3,1</u> 4,8	–0,41	9,36

* Мисфит γ - и γ' -фаз рассчитывали по формуле $\delta = \frac{\alpha_{\gamma'} - \alpha_{\gamma}}{0,5(\alpha_{\gamma'} + \alpha_{\gamma})}$, где $\alpha_{\gamma'}$ и α_{γ} – периоды кристаллических решеток γ' -фазы и γ -твердого раствора соответственно.
Примечание. δ – γ/γ' -мисфит (период решетки γ -твердого раствора больше, чем γ' -фазы); d – плотность.

Авторы работы [42] пришли к следующему выводу: высокая долговечность сплава TMS-238MoIr при температуре 1100 °С и напряжении 137 МПа является следствием формирования мелкочаистой дислокационной сетки на границе γ - и γ' -фаз рафт-структуры за счет повышения абсолютного значения γ/γ' -мисфита при добавлении Мо и подавления иридием выделения ТПУ-фазы, а это объясняется синергетическим эффектом высокого значения отрицательного γ/γ' -мисфита и повышенной фазовой стабильностью γ/γ' -структуры данного сплава, что препятствовало выделению ТПУ-фазы. В то же время высокие когерентные напряжения на границе раздела γ - и γ' -фаз, а также низкая энергия дефектов упаковки в сплавах TMS-238MoIr и TMS-238MoRu привели к образованию в матричном γ -твердом растворе дефектов упаковки уже на стадии термообработки, т. е. до испытаний на ползучесть. Образовавшиеся дефекты упаковки – это центры зарождения ТПУ-фаз при температурах <900 °С, следовательно, повышенная деформация, вызванная выделением ТПУ-фаз, явилась причиной значительного сокращения долговечности обоих сплавов при температуре 900 °С и напряжении 392 МПа. Данные результаты показывают, что для достижения высоких характеристик ползучести в широком диапазоне температур при разработке перспективных ЖНС значение γ/γ' -мисфита должно быть тщательно сбалансировано с энергией дефектов упаковки и стабильностью γ - и γ' -фаз.

Заключения

Легирование иридием вместо и совместно с рутением монокристаллических ренийсодержащих ЖНС является одним из перспективных способов повышения температуры и ресурса эксплуатации турбинных лопаток из этих сплавов.

Иридий, добавляемый в ренийсодержащие ЖНС, повышает температуру солидус и периоды кристаллических решеток γ - и γ' -фаз, снижает скорость диффузии легирующих элементов, что является одним из определяющих факторов длительной прочности монокристаллов этих сплавов при высоких температурах.

Иридий в ренийсодержащих ЖНС более эффективно задерживает зарождение и рост ТПУ-фаз по сравнению с аналогами, легированными рутением.

Иридий увеличивает время до разрушения при высокотемпературной (>1000 °С) ползучести монокристаллов ренийсодержащих ЖНС путем упрочнения матричного γ -твердого раствора и меньшей скорости роста ТПУ-фазы.

Для более полного понимания причин положительной роли иридия необходимо определить его влияние на физико-химические и структурно-фазовые характеристики, а также комплекс механических свойств монокристаллических ЖНС.

Использование добавки иридия в жаропрочном сплаве приводит к существенным экономическим издержкам из-за высокой стоимости и ограниченного производства этого металла.

Список источников

1. Петрушин Н.В., Оспенникова О.Г., Светлов И.Л. Монокристаллические жаропрочные никелевые сплавы для турбинных лопаток перспективных ГТД // Авиационные материалы и технологии. 2017. № S. С. 72–103. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-72-103.
2. Елютин Е.С. Разработка жаропрочных никелевых сплавов V и VI поколений с повышенной длительной прочностью для монокристаллических лопаток перспективных авиационных ГТД: автореф. дис. ... к.т.н. М., 2023. 28 с.
3. Авиационные материалы: справочник в 13 т., 7-е изд., перераб. и доп. / под общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, 2022. Т. 3: Литейные жаропрочные и интерметаллидные сплавы на никелевой основе. 192 с.
4. Walston S., Cetel A., MacKay R. et al. Joint development of a fourth generation single crystal superalloy // Superalloys 2004. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2004. P. 15–24.

5. Caron P. High γ' solvus new generation nickel-based superalloys for single crystal turbine blade applications // *Superalloys 2000*. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2000. P. 737–746.
6. Argence D., Vernault C., Desvallées Y., Fournier D. MC-NG: A 4th generation single-crystal superalloy for future aeronautical turbine blades and vanes // *Superalloys 2000*. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2000. P. 829–837.
7. Koizumi Y., Kobayashi T., Yokokawa T. et al. Development of next-generation Ni-base single crystal superalloys // *Superalloys 2004*. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2004. P. 35–43.
8. Fifth generation nickel base single crystal superalloy TMS-196 / Developed under NIMS/IHI collaboration. 2006. 4 p. URL: <http://sakimori.nims.go.jp> (дата обращения: 24.01.2025).
9. Sato A., Harada H., Yeh An-C. et al. A 5th generation SC superalloy with balanced high temperature properties and processability // *Superalloys 2008*. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2008. P. 131–138.
10. Kawagishi K., Yeh An-C., Yokokawa T. et al. Development of an oxidation-resistant high-strength sixth-generation single-crystal superalloy TMS-238 // *Superalloys 2012*. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2012. P. 189–195.
11. Yokokawa T., Harada H., Kawagishi K. et al. Advanced alloy design program and improvement of sixth-generation Ni-base single crystal superalloy TMS-238 // *Superalloys 2020*. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2020. P. 122–130. DOI: 10.1007/978-3-030-51834-9_12.
12. Бондаренко Ю.А., Ечин А.Б., Сурова В.А., Нарский А.Р. Развитие технологий и оборудования для получения лопаток горячего тракта газотурбинных двигателей из жаропрочных сплавов с направленной и монокристаллической структурой // *Труды ВИАМ*. 2023. № 7 (125). С. 3–14. URL: <http://www.viam-works.ru>. (дата обращения: 28.11.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-7-3-14.
13. Svetlov I.L., Petrushin N.V., Zaitsev D.V. et al. Evolution of microstructure and phase composition of single crystals of nickel-based superalloy in the process of high-temperature creep // *Physics of Metals and Metallography*. 2025. Vol. 126. No. 1. P. 35–41. DOI: 10.1134/S0031918X24602592.
14. Harada H. Development of Superalloys for 1700 °C ultra-efficient gas turbines // *Proceedings of 9th Liege Conference «Materials for Advanced Power Engineering 2010»*. Belgium: University of Liège, 2010. P. 604–614.
15. Huang M., Zhu J. An overview of rhenium effect in single-crystal superalloys // *Rare Metals*. 2016. Vol. 35. No. 2. P. 127–139. DOI: 10.1007/s12598-015-0597-z.
16. Neubauer C.M., Mari D., Dunand D.C. Diffusion in nickel-rhenium system // *Scripta Metallurgica at Materialia*. 1994. Vol. 31. No. 1. P. 99–104. DOI: 10.1016/0956-716X(94)90102-3.
17. Петрушин Н.В., Светлов И.Л., Епишин А.И., Елютин Е.С. Развитие метода направленной кристаллизации для решения задач физического металловедения никелевых и кобальтовых жаропрочных сплавов. Часть 2 // *Труды ВИАМ*. 2025. № 6 (148). С. 13–30. URL: <http://www.viamworks.ru> (дата обращения: 11.12.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-6-13-30.
18. Епишин А.И., Родин А.О., Бокштейн Б.С., Светлов И.Л. Взаимная диффузия в бинарных сплавах системы Ni–Re // *Физика металлов и металловедение*. 2015. Т. 116. № 2. С. 184–190. DOI: 10.7868/S0015323015020138.
19. Ding Q., Li S., Chen L.-Q. et al. Re segregation at interfacial dislocation network in nickel-base superalloys // *Acta Materialia*. 2018. Vol. 154. P. 137–146. DOI: 10.1016/j.actamat.2018.05.025.
20. Светлов И.Л., Петрушин Н.В., Епишин А.И., Карашаев М.М., Елютин Е.С. Монокристаллы жаропрочных никелевых сплавов, легированных рением и рутением (обзор). Часть 1 // *Авиационные материалы и технологии*. 2023. № 1 (70). С. 30–50. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 11.12.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-1-30-50.
21. Светлов И.Л., Петрушин Н.В., Епишин А.И., Карашаев М.М., Елютин Е.С. Монокристаллы никелевых жаропрочных сплавов, легированных рением и рутением (обзор). Часть 2 // *Авиационные материалы и технологии*. 2023. № 2 (71). С. 3–22. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 11.12.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-2-3-22.
22. Matuszewski K., Rettig R., Singer R. The effect of Ru on precipitation of topologically close packed phases in Re-containing Ni base superalloys: quantitative FIB-SEM investigation and 3D image modeling // *Proceedings of 2nd European Symposium on Superalloys and their Applications (Eurosuperalloys 2014)*. MATEC Web of Conferences. 2014. Vol. 14. DOI: 10.1051/matecconf/20141409001.

23. Yu X.X., Wang C.Y., Zhang X.N. et al. Synergistic effect of rhenium and ruthenium in nickel-base superalloys // *Journal of Alloys and Compounds*. 2004. Vol. 51. P. 327–331. DOI: 10.1016/j.jallcom.2013.07.201.
24. Светлов И.Л., Петрушин Н.В., Епишин А.И., Елютин Е.С. Синергическое влияние рения и рутения на длительную прочность монокристаллов никелевых жаропрочных сплавов III–IV поколений // *Физика металлов и металловедение*. 2022. Т. 123. № 8. С. 888–894. DOI: 10.31857/S0015323022080137.
25. Свойства элементов: справочник в 2 ч. 2-е изд. М.: Металлургия, 1976. Ч. 1: Физические свойства. 600 с.
26. Yuan Y., Kawagishi K., Koizumi Y. et al. Creep deformation of a 6th generation Ni-base single crystal superalloy at 800 °C and 735 MPa // *Superalloys 2016*. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2016. P. 675–682.
27. Ryczak F., Devrient B., Mughrabi H. The effects of different alloying elements on the thermal expansion coefficients, lattice constants and misfit of nickel-based superalloys investigated by X-ray diffraction // *Superalloys 2004*. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2004. P. 827–836.
28. Wei B., Lin Y., Huang Z. et al. A novel Re-free Ni-based single-crystal superalloy with enhanced creep resistance and microstructure stability // *Acta Materialia*. 2022. Vol. 240. Art. 118336. DOI: 10.1016/j.actamat.2022.118336.
29. Ханикомб Р. Пластическая деформация металлов. М.: Мир, 1972. 408 с.
30. Диаграммы состояния двойных металлических систем: справочник в 3 т. М.: Машиностроение, 1999. Т. 3, кн. 1. 872 с.
31. Барабаш О.М., Коваль Ю.Н. Кристаллическая структура металлов и сплавов. Киев, Наукова думка, 1986. 598 с.
32. Velikanova T.Ya., Mazhuga T.G., Semonova O.L. et al. Phase Diagram of the Ni-Os System // *Metallurgical Metal Ceramics*. 2002. Vol. 41 (5–6). P. 288–295.
33. Okamoto H. Ni-Os (Nickel-Osmium) // *Journal Equilibria and Diffusion*. 2009. Vol. 30. P. 662. URL: <https://himikatus.ru/art/phase-diagr1/Ni-Os> (дата обращения: 22.12.2025).
34. Бокштейн Б.С., Бокштейн С.З., Жуховицкий А.А. Термодинамика и кинетика диффузии в твердых телах М.: Металлургия, 1974. 279 с.
35. Murakami H., Honma T., Koizumi Y., Harada H. Distribution of platinum group in Ni-base single-crystal superalloys // *Superalloys 2000*. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2000. P. 747–756.
36. Reed R.C., Yeh A.C., Tin S. et al. Identification of the partitioning characteristics of ruthenium in single crystal superalloys using atom probe tomography // *Scripta Materialia*. 2004. Vol. 51. P. 327–333. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2004.04.019.
37. Mori Y., Yokokawa T., Kobayashi T. et al. Microstructure and creep strength of the Ni-base single crystal superalloys containing Ir substituting for Ru // *The 9th Pacific Rim International Conference on Advanced Materials and Processing (PRICM9)*. The Japan Institute of Metals and Materials, 2016. P. 765–769.
38. Murakami H., Osawa M., Yokokawa T. et al. The location of atoms in Ir-containing Ni-base single-crystal superalloys // *Materials for Advanced Power Engineering 1998: Proceeding of the 6th Liège Conference*. Universite de Liège, 1998. P. 1139–1145.
39. Yokokawa T., Osawa M., Nishida K. et al. Partitioning behavior of platinum group metals on the γ and γ' phases of Ni-base superalloys at high temperatures // *Scripta Materialia*. 2003. Vol. 49. P. 1041–1046.
40. Kobayashi T., Koizumi Y., Nakazawa S. et al. Design of high rhenium containing single-crystal superalloys with balanced intermediate and high temperature creep strengths // *Proceedings of the Fourth International Charles Parsons Turbine Conference on «Advances in Turbine Materials, Design and Manufacturing»*. Newcastle upon Tyne, UK, 1997. P. 766–773. URL: <https://sakimori.nims.go.jp/documents/990225c.html> (дата обращения: 11.12.2025).
41. Mori Y., Yokokawa T., Kobayashi T. et al. Phase stability of nickel-base single-crystal superalloys containing iridium substituting for ruthenium // *Materials Transactions*. 2016. Vol. 57. P. 1845–1848. DOI: 10.2320/matertrans.MAW201606.

42. Utada S., Yokokawa T., Kobayashi T. et al. Challenging the limit of strengthening by γ/γ' lattice misfit on the high temperature creep properties of Ni-base single crystal superalloy // *Metallurgical and Material Transaction A*. 2026. Vol. 57. P. 1794–1812. DOI: 10.1007/s11661-025-08089-5.
43. Karunaratne M.S.A., Reed R.C. Interdiffusion of the platinum group metals in nickel at elevated temperatures // *Acta Materialia*. 2003. Vol. 51. Is. 10. P. 2905–2919. DOI: 10.1016/S1359-6454(03)00105-8.
44. Эстулин Г.В., Свистунова Т.В. Влияние рения и иридия на свойства жаропрочных никелевых сплавов // *Исследование стали и сплавов*. М.: Наука, 1964. С. 194–198.
45. Yokokawa T., Harada H., Mori Y. et al. Design of nest generation Ni-base single-crystal superalloy containing Ir: towards 1150 °C temperature capability // *Superalloys 2016*. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2016. P. 123–130.

References

1. Petrushin N.V., Ospennikova O.G., Svetlov I.L. Single-crystal Ni-based superalloys for turbine blades of advanced gas turbine engines. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2017, no. S, pp. 72–103. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-72-103.
2. Elyutin, E.S. *Development of Heat-Resistant Nickel Alloys of Generations V and VI with Increased Long-Term Strength for Single-Crystal Blades of Advanced Aircraft Gas Turbine Engines*: thesis abstract, Moscow, 2023, 28 p.
3. *Aviation Materials*: reference book in 13 vols. Ed. E.N. Kablov. 7th ed., rev. and add. Moscow: NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, 2022, vol. 3: Casting Heat-Resistant and Intermetallic Nickel-Based Alloys, 192 p.
4. Walston S., Cetel A., MacKay R. et al. Joint development of a fourth generation single crystal superalloy. *Superalloys 2004*. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2004, pp. 15–24.
5. Caron P. High γ' solvus new generation nickel-based superalloys for single crystal turbine blade applications. *Superalloys 2000*. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2000, pp. 737–746.
6. Argence D., Vernault C., Desvallées Y., Fournier D. MC-NG: A 4th generation single-crystal superalloy for future aeronautical turbine blades and vanes. *Superalloys 2000*. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2000, pp. 829–837.
7. Koizumi Y., Kobayashi T., Yokokawa T. et al. Development of next-generation Ni-base single crystal superalloys. *Superalloys 2004*. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2004, pp. 35–43.
8. *Fifth generation nickel base single crystal superalloy TMS-196*. Developed under NIMS/IHI collaboration. 2006. 4 p. Available at: <http://sakimori.nims.go.jp> (accessed: January 24, 2025).
9. Sato A., Harada H., Yeh An-C. et al. A 5th generation SC superalloy with balanced high temperature properties and processability. *Superalloys 2008*. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2008, pp. 131–138.
10. Kawagishi K., Yeh An-C., Yokokawa T. et al. Development of an oxidation-resistant high-strength sixth-generation single-crystal superalloy TMS-238. *Superalloys 2012*. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2012, pp. 189–195.
11. Yokokawa T., Harada H., Kawagishi K. et al. Advanced alloy design program and improvement of sixth-generation Ni-base single crystal superalloy TMS-238. *Superalloys 2020*. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2020, pp. 122–130. DOI: 10.1007/978-3-030-51834-9_12.
12. Bondarenko Yu.A., Echin A.B., Surova V.A., Narsky A.R. Development of technologies and equipment for producing blades of the hot path of gas turbine engines from superalloys with directional and single-crystal structure. *Trudy VIAM*, 2023, no. 7 (125), pp. 3–14. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 28, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-7-3-14.
13. Svetlov I.L., Petrushin N.V., Zaitsev D.V. et al. Evolution of microstructure and phase composition of single crystals of nickel-based superalloy in the process of high-temperature creep. *Physics of Metals and Metallography*, 2025, vol. 126, no. 1, pp. 35–41. DOI: 10.1134/S0031918X24602592.
14. Harada H. Development of Superalloys for 1700 °C ultra-efficient gas turbines. *Proceedings of 9th Liege Conference «Materials for Advanced Power Engineering 2010»*. Belgium: University of Liège, 2010, pp. 604–614.

15. Huang M., Zhu J. An overview of rhenium effect in single-crystal superalloys. *Rare Metals*, 2016, vol. 35, no. 2, pp. 127–139. DOI: 10.1007/s12598-015-0597-z.
16. Neubauer C.M., Mari D., Dunand D.C. Diffusion in nickel-rhenium system. *Scripta Metallurgica at Materialia*, 1994, vol. 31, no. 1, pp. 99–104. DOI: 10.1016/0956-716X(94)90102-3.
17. Petrushin N.V., Svetlov I.L., Epishin A.I., Elyutin E.S. Development of directional solidification method to solve the problems of physical metallurgy of nickel- and cobalt-based superalloys. Part 2. *Trudy VIAM*, 2025, no. 6 (148), pp. 13–30. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: December 11, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-6-13-30.
18. Epishin A.I., Rodin A.O., Bokshteyn B.S., Svetlov I.L. Mutual diffusion in binary alloys of the Ni–Re system. *Fizika metallov i metallovedenie*, 2015, vol. 116, no. 2, pp. 184–190. DOI: 10.7868/S0015323015020138.
19. Ding Q., Li S., Chen L.-Q. et al. Re segregation at interfacial dislocation network in nickel-base superalloys. *Acta Materialia*, 2018, vol. 154, pp. 137–146. DOI: 10.1016/j.actamat.2018.05.025.
20. Svetlov I.L., Petrushin N.V., Epishin A.I., Karashaew M.M., Elyutin E.S. Single crystals of nickel-based superalloys alloyed with rhenium and ruthenium (review). Part 1. *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 1 (70), pp. 30–50. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: December 11, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-1-30-50.
21. Svetlov I.L., Petrushin N.V., Epishin A.I., Karashaew M.M., Elyutin E.S. Single crystals of nickel-based superalloys alloyed with rhenium and ruthenium (review). Part 2. *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 2 (71), pp. 3–22. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: December 11, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-2-3-22.
22. Matuszewski K., Rettig R., Singer R. The effect of Ru on precipitation of topologically close packed phases in Re-containing Ni base superalloys: quantitative FIB-SEM investigation and 3D image modeling. *Proceedings of 2nd European Symposium on Superalloys and their Applications (Eurosuperalloys 2014)*. MATEC Web of Conferences, 2014, vol. 14. DOI: 10.1051/mateconf/20141409001.
23. Yu X.X., Wang C.Y., Zhang X.N. et al. Synergistic effect of rhenium and ruthenium in nickel-base superalloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 2004, vol. 51, pp. 327–331. DOI: 10.1016/j.jallcom.2013.07.201.
24. Svetlov I.L., Petrushin N.V., Epishin A.I., Elyutin E.S. Synergistic effect of rhenium and ruthenium on the long-term strength of single crystals of nickel-based heat-resistant alloys of III–IV generations. *Fizika metallov i metallovedenie*, 2022, vol. 123, no. 8, pp. 888–894. DOI: 10.31857/S0015323022080137.
25. *Properties of the Elements*: handbook in 2 parts. 2nd ed. Moscow: Metallurgy, 1976, part 1: Physical Properties, 600 p.
26. Yuan Y., Kawagishi K., Koizumi Y. et al. Creep deformation of a 6th generation Ni-base single crystal superalloy at 800 °C and 735 MPa. *Superalloys 2016*. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2016, pp. 675–682.
27. Pyczak F., Devrient B., Mughrabi H. The effects of different alloying elements on the thermal expansion coefficients, lattice constants and misfit of nickel-based superalloys investigated by X-ray diffraction. *Superalloys 2004*. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2004, pp. 827–836.
28. Wei B., Lin Y., Huang Z. et al. A novel Re-free Ni-based single-crystal superalloy with enhanced creep resistance and microstructure stability. *Acta Materialia*, 2022, vol. 240, art. 118336. DOI: 10.1016/j.actamat.2022.118336.
29. Honeycomb R. *Plastic Deformation of Metals*. Moscow: Mir, 1972, 408 p.
30. *Phase Diagrams of Binary Metallic Systems: A Handbook* in 3 vols. Moscow: Mashinostroenie, 1999, vol. 3, book 1, 872 p.
31. Barabash O.M., Koval Yu.N. *Crystal Structure of Metals and Alloys*. Kyiv: Naukova Dumka, 1986, 598 p.
32. Velikanova T.Ya., Mazhuga T.G., Semonova O.L. et al. Phase Diagram of the Ni–Os System. *Metallurgical Metal Ceramics*, 2002, vol. 41 (5–6), pp. 288–295.
33. Okamoto H. Ni–Os (Nickel–Osmium). *Journal Equilibria and Diffusion*, 2009, vol. 30, p. 662. Available at: <https://himikatus.ru/art/phase-diagr1/Ni-Os> (accessed: December 22, 2025).

34. Bokshiteyn B.S., Bokshiteyn S.Z., Zhukhovitsky A.A. *Thermodynamics and kinetics of diffusion in solids*. Moscow: Metallurgiya, 1974, 279 p.
35. Murakami H., Honma T., Koizumi Y., Harada H. Distribution of platinum group in Ni-base single-crystal superalloys. *Superalloys 2000*. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2000, pp. 747–756.
36. Reed R.C., Yeh A.C., Tin S. et al. Identification of the partitioning characteristics of ruthenium in single crystal superalloys using atom probe tomography. *Scripta Materialia*, 2004, vol. 51, pp. 327–333. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2004.04.019.
37. Mori Y., Yokokawa T., Kobayashi T. et al. Microstructure and creep strength of the Ni-base single crystal superalloys containing Ir substituting for Ru. *The 9th Pacific Rim International Conference on Advanced Materials and Processing (PRICM9)*. The Japan Institute of Metals and Materials, 2016, pp. 765–769.
38. Murakami H., Osawa M., Yokokawa T. et al. The location of atoms in Ir-containing Ni-base single-crystal superalloys. *Materials for Advanced Power Engineering 1998: Proceeding of the 6th Liège Conference*. Universite de Liège, 1998, pp. 1139–1145.
39. Yokokawa T., Osawa M., Nishida K. et al. Partitioning behavior of platinum group metals on the γ and γ' phases of Ni-base superalloys at high temperatures. *Scripta Materialia*, 2003, vol. 49, pp. 1041–1046.
40. Kobayashi T., Koizumi Y., Nakazawa S. et al. Design of high rhenium containing single-crystal superalloys with balanced intermediate and high temperature creep strengths. *Proceedings of the Fourth International Charles Parsons Turbine Conference on «Advances in Turbine Materials, Design and Manufacturing»*. Newcastle upon Tyne, UK, 1997, pp. 766–773. Available at: <https://sakimori.nims.go.jp/documents/990225c.html> (accessed: December 11, 2025).
41. Mori Y., Yokokawa T., Kobayashi T. et al. Phase stability of nickel-base single-crystal superalloys containing iridium substituting for ruthenium. *Materials Transactions*, 2016, vol. 57, pp. 1845–1848. DOI: 10.2320/matertrans.MAW201606.
42. Utada S., Yokokawa T., Kobayashi T. et al. Challenging the limit of strengthening by γ/γ' lattice misfit on the high temperature creep properties of Ni-base single crystal superalloy. *Metallurgical and Material Transaction A*, 2026, vol. 57, pp. 1794–1812. DOI: 10.1007/s11661-025-08089-5.
43. Karunaratne M.S.A., Reed R.C. Interdiffusion of the platinum group metals in nickel at elevated temperatures. *Acta Materialia*, 2003, vol. 51, is. 10, pp. 2905–2919. DOI: 10.1016/S1359-6454(03)00105-8.
44. Estulin G.V., Svistunova T.V. The influence of rhenium and iridium on the properties of heat-resistant nickel alloys. *Study of steel and alloys*. Moscow: Nauka, 1964, pp. 194–198.
45. Yokokawa T., Harada H., Mori Y. et al. Design of next generation Ni-base single-crystal superalloy containing Ir: towards 1150 °C temperature capability. *Superalloys 2016*. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2016, pp. 123–130.

Информация об авторах

Петрушин Николай Васильевич, главный научный сотрудник, д.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Римша Эльвира Гайсаевна, начальник сектора, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Елютин Евгений Сергеевич, ведущий инженер, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Луцкая София Алексеевна, инженер 1 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Nikolay V. Petrushin, Chief Researcher, Doctor of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Elvira G. Rimsha, Head of Sector, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Evgeny S. Elyutin, Leading Engineer, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Sofia A. Lutskaya, First Engineer Category, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 23.01.2026; одобрена и принята к публикации после рецензирования 29.01.2026.
The article was submitted 23.01.2026; approved and accepted for publication after reviewing 29.01.2026.

Научная статья

УДК 66.017

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-119-133

ОСНОВНЫЕ МЕТОДЫ ПОЛУЧЕНИЯ НИТЕВИДНЫХ КРИСТАЛЛОВ ТУГОПЛАВКИХ СОЕДИНЕНИЙ

В.Г. Бабашов¹, В.В. Викулин¹, Н.М. Варрик¹, Т.А. Карасева¹

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

Аннотация. Нитевидные кристаллы тугоплавких соединений обладают высокими термомеханическими свойствами. Благодаря небольшим размерам и бездефектной структуре они имеют высокие прочность и модуль упругости, что делает их ценным армирующим наполнителем для композиционных материалов. В данной статье рассмотрены основные механизмы модели роста усов оксида алюминия и методы их получения. В последнее время отмечен возрастающий интерес к технологиям получения нитевидных кристаллов. Усы муллита и оксида алюминия могут быть востребованы при производстве композиционных материалов.

Ключевые слова: нитевидные кристаллы, тугоплавкие соединения, оксид алюминия, муллит, механизмы роста кристаллов, композиционный материал

Для цитирования: Бабашов В.Г., Викулин В.В., Варрик Н.М., Карасева Т.А. Основные методы получения нитевидных кристаллов тугоплавких соединений // Труды ВИАМ. 2026. № 7 (161). С. 119–133. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-119-133.

Scientific article

MAIN METHODS FOR OBTAINING WHISKERS OF REFRACTORY COMPOUNDS

V.G. Babashov¹, V.V. Vikulin¹, N.M. Varrik¹, T.A. Karaseva¹

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

Abstract. Whiskers of refractory compounds have high thermomechanical properties. Due to their small size and defect-free structure, they have high strength and high elastic modulus, which makes them a valuable reinforcing filler for composite materials. This article discusses the main mechanisms of the aluminum oxide whiskers growth model and methods for their production. There is a growing interest in production technology of refractory compound whiskers. Mullite and alumina oxide whiskers will be in demand in the production of composite materials.

Keywords: whiskers, refractory compounds, aluminum oxide, mullite, crystal growth mechanisms, composite material

For citation: Babashov V.G., Vikulin V.V., Varrik N.M., Karaseva T.A. Main methods for obtaining whiskers of refractory compounds. *Trudy VIAM*, 2026, no. 7 (161), pp. 119–133. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-119-133.

Введение

Технический прогресс сопровождается инновациями в создании новых материалов с заданными свойствами и технологий их получения. Многофункциональные композиционные материалы, сочетающие компоненты, обеспечивающие высокие температуры эксплуатации, высокую химическую стойкость, высокие теплофизические свойства, являются приоритетом в развитии материаловедения [1, 2].

В качестве армирующих наполнителей композиционных материалов используют различные виды тугоплавких частиц, придающих готовому продукту повышенные теплофизические свойства. В последние десятилетия созданы дисперсно-упрочненные материалы и защитные покрытия на основе металлических, керамических и полимерных матриц, которые содержат тугоплавкие компоненты в качестве армирующих наполнителей [3, 4].

Нитевидные кристаллы – это монокристаллы в форме иголок и волокон, которые могут быть получены из тугоплавких соединений, таких как карбид и нитрид кремния, оксид алюминия, и других высокотемпературных материалов. Нитевидные кристаллы тугоплавких соединений обладают высокими термомеханическими свойствами. В частности, благодаря небольшим размерам монокристаллов с бездефектной структурой, они имеют высокие прочность и модуль упругости, которые сохраняют до высоких температур, так как в них отсутствуют процессы рекристаллизации, из-за которых обычно снижается прочность поликристаллов. Нитевидные кристаллы тугоплавких соединений сохраняют также химическую инертность по отношению ко многим металлическим, полимерным и керамическим материалам до весьма высоких температур, что делает их ценным армирующим наполнителем для композиционных материалов.

Существуют различные методы получения нитевидных кристаллов, такие как осаждение из газовой фазы, сопровождающееся химическими реакциями, физическое испарение с последующей конденсацией, кристаллизация растворов, направленная кристаллизация сплавов, рост нитевидных кристаллов на пористых мембранах, электроформование и лазерный синтез [5–25].

Развитие технологий получения нитевидных кристаллов, обеспечивающее удешевление продукта, воспроизводимость и повышение его свойств, способствует все более широкому использованию нитевидных кристаллов различных соединений во многих областях промышленности. В частности, полупроводниковые кристаллы нашли применение в оптоэлектронных устройствах и высокоскоростной СВЧ-электронике, кроме того, нитевидные кристаллы используются в химическом катализе, биомедицине и при преобразовании энергии.

Исследования и разработки последних лет показывают, что нитевидные кристаллы могут использоваться в композиционных материалах, износостойких резинах, герметиках и т. д. в качестве армирующего компонента.

Эти работы выдвигают на первый план проблемы относительно дешевого, технологичного экологически чистого производства нитевидных кристаллов. В настоящее время как за рубежом, так и в России определилось достаточно большое количество методов выращивания кристаллов наиболее перспективных соединений, таких как SiC, Al₂O₃, Si₃N₄, AlN, B₄C, MgO и ряд других. В значительных объемах производятся нитевидные кристаллы карбида кремния (и отчасти нитрида алюминия), что связано с существованием технологичных способов производства данных нитевидных кристаллов. В России существует опытно-промышленное производство нитевидных кристаллов SiC и ZnO в газовом потоке на гомогенно-конденсируемых подложках.

Поисковые работы в области создания композиционных материалов, упрочненных нитевидными кристаллами, начаты еще в 1960-х гг. Однако представляющие интерес металлические композиционные материалы с нитевидными кристаллами получены

только методом направленной кристаллизации эвтектических расплавов, в которых присутствие незначительного (5–10 % (объемн.)) количества кристаллов в матрицах на основе кобальта и никеля позволяет значительно повысить кратковременную и длительную прочность при температурах ~1000 °C [8].

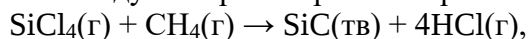
Модели механизма роста нитевидных кристаллов

Для нитевидных кристаллов тугоплавких соединений, имеющих высокие температуры плавления, не растворяющихся в большинстве обычных растворителей и, как правило, диссоциирующих при температурах ниже температуры плавления, основным методом получения служит метод осаждения из газовой фазы [9–11]. Применяющийся иногда метод кристаллизации из расплавов является наиболее сложным, дорогим и применение его ограничивается относительно узким кругом кислородных соединений.

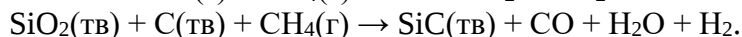
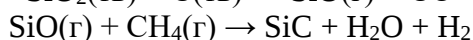
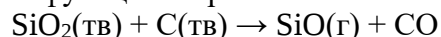
Метод осаждения из газовой фазы состоит в том, что нитевидный кристалл нужного соединения конденсируют из парогазовой фазы, содержащей образующие кристалл элементы в виде паров или их газообразные (при температуре роста) соединения, которые способны в результате химического взаимодействия с компонентами парогазовой смеси выделять искомое соединение в виде твердой фазы. Процессы и реакции, используемые для роста эпитаксиальных пленок, для покрытий и порошков могут использоваться при получении нитевидных кристаллов – например, для выращивания кристаллов карбида кремния по реакции пиролиза метилсиланов:



или по реакциям замещения между четыреххлористым кремнием и углеводом



а также по реакциям с образованием промежуточных летучих соединений, например субоксида SiO, выполняющих функцию переносчика в газовой фазе:



Существует несколько теоретических подходов для объяснения механизма одностороннего роста нитевидных кристаллов на подложках.

В середине 1950-х гг. была предложена диффузно-дислокационная модель роста нитевидных кристаллов [15]. Исходя из этой модели, считалось, что рост нитевидных кристаллов, в том числе и тугоплавких соединений, возможен при наличии выходов винтовых дислокаций на поверхность подложки. Предполагалось, что рост нитевидных кристаллов идет преимущественно за счет пристройки атомов к незарастающей ступеньке на выходе дислокации. По мере вращения ступеньки кристалл поднимается над поверхностью и быстро удлиняется в осевом направлении, совпадающем с направлением вектора Бюргерса дислокации. Исходя из диффузно-дислокационного механизма, необходимыми и достаточными условиями конденсации вещества в форме нитевидных кристаллов должны быть низкие пересыщения при конденсации, не превышающие минимально необходимые для двумерного зародышеобразования, и наличие на подложке из того же вещества или структурно похожего вещества выходов винтовых дислокаций.

Диффузно-дислокационный механизм очень хорошо объясняет уникальную морфологию нитевидных кристаллов, их быстрый осевой рост и рост при низких пересыщениях, явно недостаточных для роста с участием двумерного зародышеобразования. Поэтому долгое время эта модель привлекалась для объяснения почти всех явлений, связанных с ростом нитевидных кристаллов. Даже противоречащие дислокационному механизму явления пытались объяснить с позиций этой теории. Например, отсутствие винтовых дислокаций в нитевидных кристаллах объясняли выходом их из кристалла в процессе роста или после его окончания.

Но предложенная теория не могла дать практически никаких технологических рекомендаций по вопросам, возникающим при разработке методов и технологии получения нитевидных кристаллов.

Иной механизм роста нитевидных кристаллов предложен в середине 1960-х гг. в работах [16, 17], который получил название механизма «пар–жидкость–твердая фаза» (ПЖТ). Основная идея этой теории состоит в том, что конденсация при росте нитевидных кристаллов идет не прямым путем из паровой фазы в твердую, а через промежуточную жидкую фазу. Необходимым и обязательным условием роста нитевидных кристаллов по этому механизму является наличие на подложке капель жидкой фазы.

Создатели ПЖТ-механизма считали, что при росте нитевидных кристаллов тугоплавких соединений капля жидкой фазы должна быть образована одним из элементов, составляющих данное соединение – например, кремнием при росте кристаллов SiC или алюминием для усов оксида алюминия. Однако последующие исследования показали, что возможен способ выращивания нитевидных кристаллов с введением в зону роста присадок элементов-растворителей, которые способны образовывать жидкие тройные растворы с элементами осаждаемого соединения и выделять это соединение кристаллизацией из раствора в твердую фазу [21–23]. В этом случае равновесное состояние капли расплава не зависит от колебания состава газовой фазы, так как регулируется путем изменения своего состава. Определенные требования к элементам-растворителям позволяют проводить их выбор для выращивания кристаллов того или иного соединения, опираясь только на диаграммы состояния тройных систем. Анализ показал, что в качестве элементов-растворителей тугоплавких соединений могут использоваться вполне доступные материалы, например: для кристаллов карбида кремния – никель, железо, алюминий; для кристаллов оксида алюминия – кремний, железо, свинец и т. д.

В 1967 г. в работе [19] предложена модель роста нитевидных кристаллов, не зависящая от наличия винтовых дислокаций и не требующая дислокационных ступенек и наличия примесей, образующих жидкую фазу.

Как и в диффузно-дислокационной модели рост нитевидных кристаллов связывается с явлениями поверхностной диффузии атомов. Отличие механизма состоит в том, что диффундирующие атомы встраиваются не в ступеньку винтовой дислокации, а закладываются поверхностными ростовыми ступеньками, преобразующими у нитевидных кристаллов форму круговых концентрических ступенек. Стимулятором роста нитевидных кристаллов может служить любой дефект реальной поверхности – например, конус или любое другое возвышение. Согласно данному механизму, нитевидные кристаллы должны быть бездислокационными, вершины должны иметь вид ступенчатого конуса, а закон удлинения должен подчиняться тому же закону, что и рост по диффузно-дислокационному механизму.

Рост нитевидных кристаллов можно разделить на два процесса: зародышеобразование и собственно рост кристаллов. Рост кристаллов может происходить и по диффузно-дислокационному механизму, но зародышеобразование из газовой фазы идет по ПЖТ-механизму, который является определяющим для роста нитевидных кристаллов.

После открытия ПЖТ-механизма проведено большое количество исследований как в СССР, так и за рубежом; получены нитевидные кристаллы из различных материалов – кремния, германия, карбида кремния, углерода, оксида алюминия, бора, а также проведены исследования кинетики роста и механизма образования кристаллов.

В работах ученых НИЦ «Курчатовский институт – ВИАМ» в 1970-х гг. установлено, что при осаждении тугоплавких соединений по ПЖТ-механизму с участием химических реакций закономерности кинетики осевого роста оказываются значительно более сложными, чем при росте кристаллов элементов из атмосферы собственного пара. При этом присутствие жидкой фазы в качестве активного катализатора открывает возможности интенсификации процессов роста [18–25].

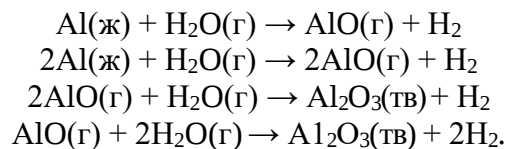
С начала 2000-х гг. интерес к нитевидным кристаллам начал возрастать благодаря новым возможностям исследований и практическому применению нанокристаллов. В частности, исследования полупроводниковых нитевидных кристаллов стали одной из самых интенсивно развивающихся областей [5–9, 26].

Группа ученых из Воронежского технического университета под руководством В.А. Небольсина сообщает о современном состоянии дел в области роста нитевидных кристаллов и критическом пересмотре взглядов на механизмы их роста. Авторы предлагают новую теорию капельного механизма роста нанокристалла, констатируя, что ПЖТ-механизм имеет прочную методологическую основу и хорошо исследован, однако недостаточно изучены активирующая роль жидкой капли и механизм ее движения вверх от подложки и вытягивания за собой кристалла. Согласно предложенной авторами теории капельного механизма, рост нанокристалла активируется жидкой каплей металла-катализатора и обусловлен работой сил поверхностного натяжения капли и анизотропией свободной поверхностной энергии кристаллизующего материала. Отличие капельного механизма от диффузно-дислокационной и ПЖТ-модели роста в том, что сфероидизирующая капля служит облегчающим кристаллизацию источником свободной энергии [27, 28].

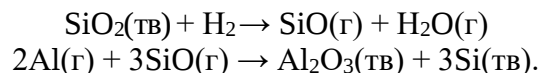
Нитевидные кристаллы оксида алюминия востребованы для создания композиционных материалов, поэтому наблюдается также рост публикационной активности по изучению процессов роста кристаллов $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ и муллита.

Применяемые методы получения нитевидных кристаллов оксида алюминия

Основной способ получения нитевидных кристаллов оксида алюминия [29, 30] опубликован еще в 1957 г. и получил название метода окисления во влажном водороде. Первоначально предполагалось, что образование нитевидных кристаллов идет путем поэтапного окисления алюминия содержащейся в водороде влагой с образованием промежуточных летучих соединений AlO или Al_2O по реакциям:



Позднее выяснилось [31, 32], что для роста кристаллов оксида алюминия необходимо проводить его в муллитовой керамике, содержащей SiO_2 . В связи с этим возникло предположение, что окислителем алюминия является не влага в водороде, а моноксид кремния, образующийся в результате восстановления водородом в муллите оксида кремния:



Дальнейшие исследования [21] показали, что эта точка зрения недостаточно обоснована. Основная роль муллита сводится, по-видимому, к образованию жидких капель с составами систем Si-Al , Fe-Al , Fe-Si-Al путем восстановления водородом оксидов SiO_2 и Fe_2O_3 в муллите. Рост усюв оксида алюминия идет из капель указанных составов по ПЖТ-механизму. Известно также применение в дальнейшем процессе в качестве элементов-растворителей присадок в зоне роста олова [33], железа [34] и других элементов.

В работе [14] нитевидные кристаллы оксида алюминия получены при температурах 1250–1300 °С в водороде с влажностью, соответствующей точке росы, и содержанием 0,05–0,10 % кислорода. В качестве источника алюминия использовали алюминиевые порошки.

Процесс осуществляли в ростовых сборках, схема которых приведена на рис. 1.

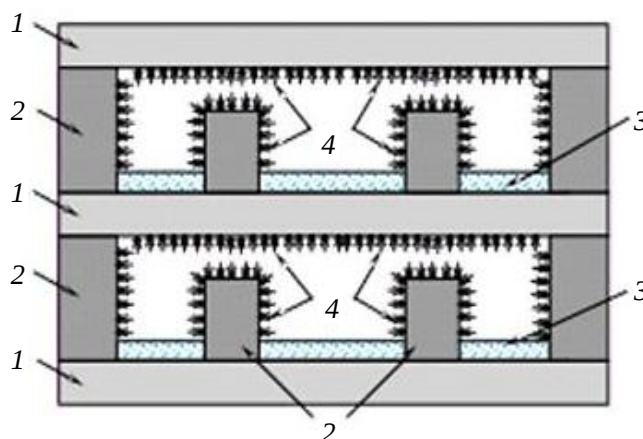
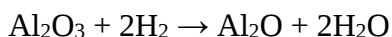


Рис. 1. Ростовая сборка для выращивания нитевидных кристаллов $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$: 1 – плита высокоглиноземистая; 2 – продольная перегородка; 3 – алюминиевый порошок; 4 – нитевидные кристаллы $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ [32]

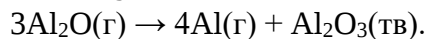
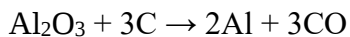
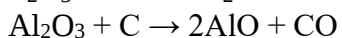
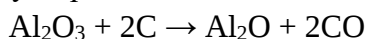
В зависимости от габарита рабочего пространства печи каждая такая сборка содержит от двух до пяти плоскопараллельных плит 1 из высокоглиноземистого огнеупора, пространство между которыми делится продольными перегородками 2, вдоль которых продувается водород. Алюминиевый порошок 3 засыпается в пространство между перегородками. Кристаллы 4 вырастают в основном в местах, показанных на схеме: в верхней части перегородок на их углах и на крышке над перегородками, образованной плитой следующего этапа сборки. Сборки подобной конструкции можно использовать в периодических печах и в печах с непрерывным перемещением сборок через рабочую зону.

Другим способом получения нитевидных кристаллов является так называемый хлоридный метод выращивания кристаллов. Подобный способ разработан У. Кэмпбеллом [20], который предложил смешивать газообразные реагенты в кристаллизационной камере. В такой камере скорость осаждения материала регулируют скоростью подачи газов и их температурой либо дозируют парциальные давления реагентов и продуктов реакции, обеспечивая непрерывный рост кристаллов.

В производстве нитевидных кристаллов оксида алюминия важное значение имеет процесс высокотемпературного восстановления оксида алюминия до промежуточного моно- или полуоксида с последующей конденсацией корунда в виде нитевидных кристаллов при более низкой температуре. Пересыщение в подобного рода процессах создается перепадом температур между зонами восстановления и конденсации. Контроль температурного градиента позволяет направленно влиять на степень пересыщения и тем самым регулировать ход процесса в зоне конденсации, кинетику роста и количество кристаллов [23]. При этом методе получения нитевидных кристаллов используются следующие реакции:



или восстановление алюминия углеродом



Установлено, что процесс восстановления, идущий с применением углерода, более эффективен и позволяет улучшить морфологию выросших кристаллов.

Большинство процессов выращивания нитевидных кристаллов позволяет достаточно надежно и в широких пределах варьировать длину и диаметр кристаллов в зависимости от их назначения. Так, длиноволокнистые нитевидные кристаллы получают для переработки в пряжу, коротковолокнистые – для изотропных и ориентированных матов и бумаги.

Основным недостатком известных способов получения нитевидных кристаллов является их низкая производительность. Для всех наиболее разработанных процессов она приблизительно одинакова и составляет 0,05–0,1 г/ч на литр объема рабочего пространства с учетом только времени работы печи в режиме роста кристаллов. Практически это означает 150–200 кг в год для печи объемом $\sim(1-2) \text{ м}^3$. Это приемлемая величина пока идут опытные работы, но для промышленного производства она очень низкая.

Один из способов решения этой проблемы – разработка соответствующей аппаратуры для создания непрерывного процесса производства нитевидных кристаллов.

Так, фирмой «Дженерал Электрик» предложен способ непрерывного производства нитевидных кристаллов оксида алюминия в установке, принципиальная схема которой приведена на рис. 2 [35].

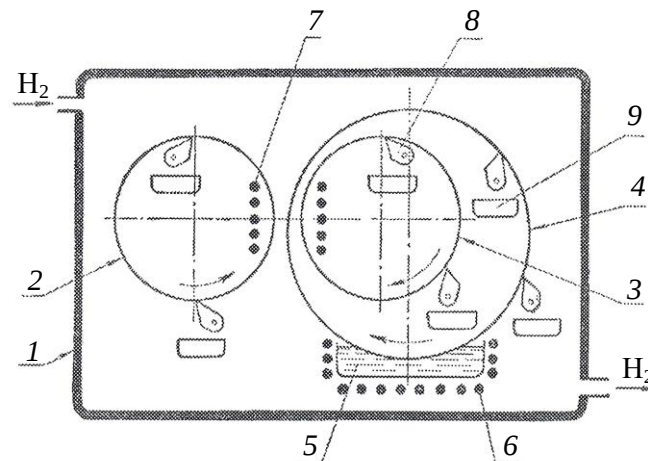


Рис. 2. Схема непрерывного выращивания нитевидных кристаллов $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$: 1 – камера; 2–4 – вращающийся обод; 5 – ванна с алюминием; 6 – нагреватель; 7 – индуктор; 8 – ножи; 9 – накопительный контейнер

В герметичной камере 1 продуваемой водородом, на трех отдельных валах вращаются ободы (2–4). Средний обод 4 в нижней части проходит через помещенную в нагреватель 6 ванну 5 с расплавленным алюминием, где покрывается пленкой алюминия. Все три обода близко сходятся внутри индуктора 7, в котором на них идет рост кристаллов. Образующиеся кристаллы снимают ножами 8 и принимают в накопительный контейнер 9. По сообщениям фирмы срок непрерывной работы установки достигает 1 мес. [35].

В патенте британской компании Atomic Energy Authority [31] предложен вариант непрерывной работы установки для получения нитевидных кристаллов оксида алюминия, представленной на рис. 3.

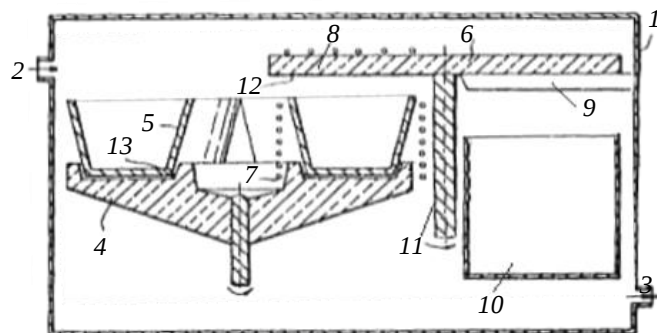


Рис. 3. Установка для производства нитевидных кристаллов оксида алюминия: 1 – герметичный контейнер; 2, 3 – впускное и выпускное отверстия для прохождения водорода; 4 – огнеупорный блок; 5 – тигель; 6 – диск; 7, 8 – нагреватели; 9 – скребок; 10 – приемный контейнер; 11 – вращающийся стержень; 12 – поверхность роста нитевидных кристаллов; 13 – углубление для тигля [31]

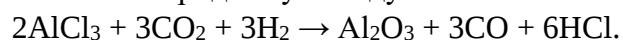
Герметичный контейнер 1 снабжен впускным 2 и выпускным 3 отверстиями для прохождения через него газообразного водорода, а также огнеупорным блоком 4, имеющим углубление 13 для размещения тигля 5. Диск 6, соединенный с коаксиальным стержнем 11, выполнен с возможностью вращения вокруг оси стержня; электронагревательные резисторы 7 и 8 установлены в фиксированном положении для нагрева сплава в тигле 5 и поверхности 12 диска 6 соответственно; внутри контейнера закреплен скребок 9 для удаления выросших усов с поверхности 12 подложки, которые собираются с помощью приемного контейнера 10, расположенного под скребком. Огнеупорный блок 4 обычно изготавливают из инертного огнеупорного материала. Тигель 5 выполнен из силлиманита, а диск 6 представляет собой литую конструкцию, выполненную из муллита и соединенную с муллитовым стержнем 11. Сплав доводится до расплавленного состояния в непрерывном потоке газообразного водорода с помощью электрических резисторов 7. Алюминий напыляют на поверхность 12 подложки, где зарождается рост нитевидных кристаллов, при этом на поверхности 12 подложки с помощью резисторных нагревателей 8 поддерживается постоянная температура $\sim 1500^\circ\text{C}$.

Группа тиглей 5, содержащих сплав, расположена с интервалами; поворотный стол транспортирует каждый тигель по очереди в зону плавления под диском 6, где сплав расплавляется и доводится до указанного температурного диапазона с помощью резистивных нагревателей 7, после чего рост на поверхности подложки 12 из предыдущего тигля прекращается. Возможность загружать группу тиглей в контейнер 1 позволяет повысить производительность процесса производства нитевидных кристаллов.

В опытно-промышленных условиях для производства нитевидных кристаллов Al_2O_3 также используются стандартные полуметодические печи, оборудованные толкательными механизмами для перемещения ростовых сборок через реакционную зону. Выращивание производится в ростовых сборках, похожих по конструкции на сборку, изображенную на рис. 1.

Основными недостатками подобных печей применительно к производству нитевидных кристаллов являются сравнительно небольшая величина полезного объема ростовой зоны относительно общих размеров печи и значительные затраты труда на обслуживание, загрузку и выгрузку сборок, шлюзование сборок в форкамерах и т. д.

Принципиально иной способ выращивания нитевидных кристаллов оксида алюминия предложен У. Кэмпбэллом [20]. Процесс заключается в выращивании кристаллов в газовом потоке на взвешенных частицах. Рост осуществляется на частицах порошка оксида алюминия по хлоридному методу:



Блок-схема установки для осуществления процесса приведена на рис. 4.

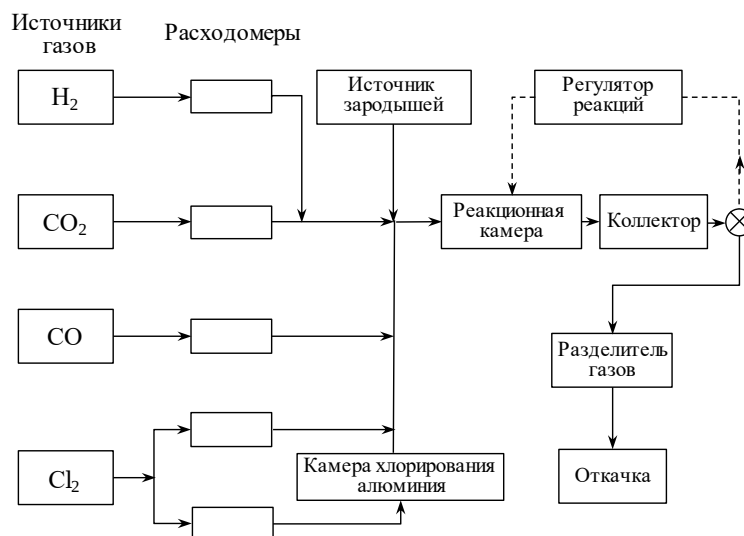


Рис. 4. Блок-схема установки У. Кэмпбелла для непрерывного получения нитевидных кристаллов оксида алюминия в газовом потоке на микроподложках

Порошок вводят вместе с газовым потоком в верхнюю часть вертикального реактора, нагретого до температуры 1300–1500 °С.

Взвешенные в потоке частицы порошка служат центрами кристаллизации, на которых по мере их осаждения происходит рост и удлинение кристаллов. На выходе из реактора кристаллы улавливаются на фильтре. Однако если исходить из концепции ПЖТ-механизма, частицы твердого порошка оксида алюминия не могут служить центрами кристаллизации для нитевидных кристаллов при отсутствии на них жидкой фазы [25]. Видимо поэтому до сих пор нет данных о применении этого процесса для выращивания нитевидных кристаллов.

Следует отметить, что интерес к нитевидным кристаллам тугоплавких соединений постоянно возрастает. Прогресс в технологиях и методах исследования механизмов направленного роста кристаллов позволяет использовать новые подходы к получению монокристаллических тугоплавких соединений, в частности оксида алюминия. Начиная с 1960-х гг. и до настоящего времени постоянно появляются запатентованные решения методов получения усов на основе тугоплавких оксидов.

В качестве примеров можно отметить патенты американских компаний Union Carbide [36], General Electric [35], Horizons Inc. [37], General Technologies Corp. [38]. Среди британских заявителей отмечены патенты на получение усов оксида алюминия компаний Atomic Energy Authority [31] и Hepworth & Grandage Limited [39].

В последние два десятилетия интерес к данной теме возрастает, разработчики совершенствуют методы получения нитевидных кристаллов оксида алюминия и муллита, добиваясь высокого качества кристаллов, упрощения и удешевления технологии.

В частности, в патенте американской компании Dow Chemical предложен способ получения нитевидных кристаллов муллита путем нагрева нестехиометрической смеси, содержащей алюминий и кремний, до температуры 500–950 °С в присутствии газа SiF₄ для образования фтортопаза и последующего нагрева до 800–1500 °С для превращения фтортопаза в муллит [40].

Отмечены публикации китайских разработчиков, касающиеся разработки методов получения нитевидных кристаллов оксида алюминия и муллита и изучения

механизмов их роста: изучены гидротермальные методы (Qinghai Institute of Salt Lakes, Chinese Academy of Sciences) [41–44], метод карботермического восстановления (University Kunming Science and Technology) [45] и термообработки нитевидных прекурсоров (Southwest Jiaotong University) [46], (Wuhan Institute of Technology) [47].

В частности, в Qinghai Institute of Salt Lakes (Chinese Academy of Sciences) разработан метод получения нитевидных кристаллов оксида алюминия из очень дешевого и легкодоступного сырья при относительно низкой температуре [42]. Нитевидные кристаллы Al_2O_3 средней длиной 5 мкм синтезированы из гидротермального раствора. Нитрат алюминия ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) и мочевины смешивали и помещали в автоклав из нержавеющей стали с тефлоновой облицовкой и обрабатывали при температуре 120 °С для получения нитевидных кристаллов-прекурсоров $\text{NH}_4\text{Al}(\text{OH})_2\text{CO}_3$ (AACH), которые после промывки и сушки нагревали в печи до 1200 °С с получением нитевидных кристаллов Al_2O_3 .

Нитевидные кристаллы муллита получают из прекурсоров муллита с последующей термообработкой в присутствии катализаторов. При этом разработчики находят способы получения муллитовых нитевидных кристаллов путем переработки отходов, богатых кремнеземом, в условиях низких температур, чтобы максимально снизить стоимость продукта. В частности, в Wuhan Institute of Technology предложен способ получения нитевидных кристаллов оксида алюминия, который включает добавление по каплям геля гидроксида алюминия в раствор фторида аммония для получения нитевидного прекурсора оксида алюминия и обжиг нитевидного прекурсора оксида алюминия в условиях подачи водяного пара с получением нитевидных кристаллов оксида алюминия. Авторы обращают внимание, что благодаря низкой температуре синтеза снижается стоимость продукта, технология проста и экологична [47]. Запатентованные решения вторичной переработки сырья предложены компаниями Shandong University [48] и Zibo Zhongxiao New Materials Co Ltd [49].

В работе [50], выполненной совместно несколькими китайскими вузами, приведены результаты эксперимента по созданию метода получения муллитовых нитевидных кристаллов из отходов производства силиконово-алюминиевого клея. В качестве источника алюминия использовали $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$, в качестве катализаторов кристаллизации были выбраны Na_2SO_4 и $\text{AlF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$. Исходную смесь подвергали влажному помолу в шаровой мельнице, сушили при 110 °С в течение 12 ч, после чего обжигали в электропечи при температуре 700–1000 °С со скоростью нагрева 5 °С/мин и выдерживали в этом температурном диапазоне в течение 5 ч. Образцы охлаждали естественным путем до комнатной температуры в печи и промывали 5–7 раз деионизированной водой (рис. 5).

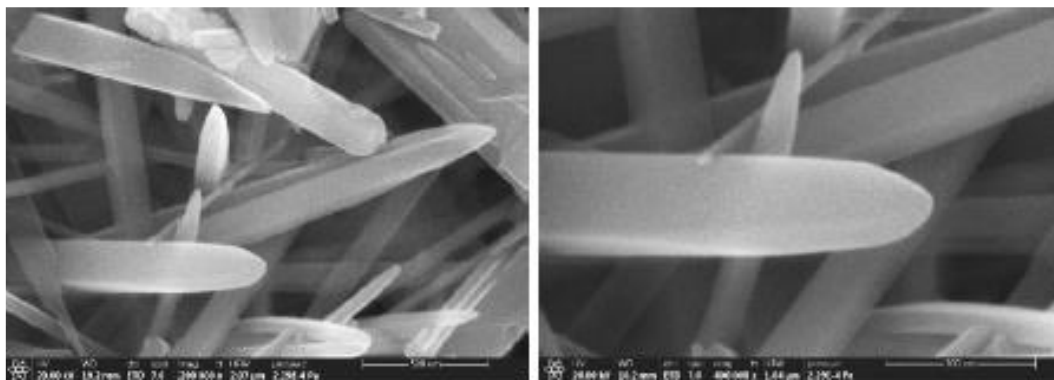


Рис. 5. Муллитовые нитевидные кристаллы (СЭМ), полученные при использовании 10 % сульфата натрия и 5 % $\text{AlF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, при температуре обжига 825 °С и выдержке 5 ч [50]

Заключения

Изучение научно-технической литературы в области методов получения нитевидных кристаллов тугоплавких соединений показало, что ПЖТ-механизм роста монокристаллических усов, открытый в 1960-е гг., является основным моментом в понимании их образования, однако в 1990-х гг. технология каталитического роста нитевидных кристаллов позволила расширить ассортимент производимых монокристаллов и усовершенствовать процессы их производства. Если в некоторых областях, таких как микроэлектроника, биотехнологии, полупроводники, нитевидные кристаллы уже прочно заняли свое место, то монокристаллические усы муллита и оксида алюминия будут востребованы при производстве керамических и металлических композиционных материалов. Для создания непрерывного процесса получения нитевидных кристаллов оксида алюминия с ростом в определенном кристаллографическом направлении необходимо создание аппаратного оформления и, главное, подбор соответствующей подложки для эпитаксиального роста кристаллов.

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. Ерасов В.С., Сибяев И.Г. Схема разработки и оценки свойств конструкционных авиационных композиционных материалов // Авиационные материалы и технологии. 2023. № 1 (70). С. 61–81. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 10.02.2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-1-61-81.
3. Доронин О.Н., Артеменко Н.И., Стехов П.А., Воронов В.А. Нанесение керамических слоев теплозащитных покрытий на основе систем $Gd_2O_3-ZrO_2-HfO_2$ и $Sm_2O_3-Y_2O_3-HfO_2$ // Авиационные материалы и технологии. 2022. № 3 (68). С. 108–119. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 10.02.2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-3-108-119.
4. Каблов Е.Н., Щетанов Б.В., Большакова А.Н., Ефимочкин И.Ю., Щербаков Е.Н. Ниобий, армированный волокнами $\alpha-Al_2O_3$. Часть 1. Двухкомпонентные композиции // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 3 (64). С. 58–77. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 10.02.2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-3-58-77.
5. Дубровский В.Г., Цырлин Г.Э. Полупроводниковые нитевидные кристаллы: рост, физические свойства и приложения. Учебное издание. СПб.: Ун-т ИТМО, 2019. 128 с.
6. Козенков О.Д., Сычев И.В., Санников В.Г. Лабораторная технология роста нитевидных кристаллов кремния для датчиков радиотехнических систем // Вестник Воронежского института МВД России. 2022. № 4. С. 152–159.
7. Сидоров Д.В., Грунин А.А., Шавнев А.А. Реализация технологии химического газофазного осаждения карбида кремния в электронике. Часть 1 // Труды ВИАМ. 2024. № 3 (133). С. 101–116. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 10.02.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-3-101-116.
8. Петрушин Н.В., Елютин Е.С., Чабина Е.Б. Фазовые и структурные превращения при направленной кристаллизации с плоским фронтом интерметаллидных эвтектических сплавов на основе никеля // Труды ВИАМ. 2020. № 3 (87). С. 13–29. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 18.03.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-3-13-29.
9. Способ выращивания нитевидных кристаллов кремния: пат. 2550732 Рос. Федерация; заявл. 29.06.20; опубл. 01.07.21.
10. Бабашов В.Г., Варрик Н.М., Карасева Т.А. О возможности получения нитевидных кристаллов нитрида титана из газовой фазы // Стекло и керамика. 2021. Т. 94. № 5. С. 19–25.
11. Бабашов В.Г., Варрик Н.М., Карасева Т.А. Получение нитевидных кристаллов нитрида титана из газовой фазы // Стекло и керамика. 2021. Т. 94. № 1. С. 12–21.

12. Abramov D.V., Arakelian S.M., Kochuyev D.A. et al. Laser synthesis of metal oxide crystals with the use of carbon nanotubes // *Open Journal of Composite Materials*. 2013. Vol. 3. P. 16–20. DOI: 10.4236/ojcm.2013.32A003.
13. Yu P.-C., Yang R.-J., Tsai Y.-Y. et al. Growth mechanism of single-crystal α -Al₂O₃ nanofibers fabricated by electrospinning techniques // *Journal of the European Ceramic Society*. 2011. Vol. 31. No. 5. P. 723–731.
14. DeVries R.C., Sears G.W. Growth of aluminum oxide whiskers by vapor deposition // *The Journal of Chemical Physics*. 1959. Vol. 31. No. 5. P. 1256–1257.
15. Sears G.W. Mercury Whiskers // *Acta Metallurgica*. 1953. Vol. 1. No. 4. P. 457–459.
16. Wagner R.S., Ellis W.C. Vapor-liquid-solid mechanism of single crystal growth // *Applied Physics Letters*. 1964. Vol. 4. No. 5. P. 89–90. DOI: 10.1063/1.1753975.
17. Wagner R.S., Ellis W.C. Vapor-liquid-solid mechanism of single crystal growth and its application to silicon // *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*. 1965. Vol. 233. P. 1053–1064.
18. Туманов А.Т., Портной К.И., Грибков В.Н. и др. Кинетика осевого роста нитевидных кристаллов карбида кремния // *Доклады Академии наук СССР. Сер.: Кристаллография*. 1974. Т. 218. № 5. С. 1089–1092.
19. Schwoebel R.L. A diffusion model for filamentary crystal growth // *Journal Applied Physics*. 1967. Vol. 38. No. 4. P. 1759–1765.
20. Монокристалльные волокна и армированные ими материалы: сб. тр. / пер. Б.Г. Арабея, Е.И. Гиваргизова, С.Т. Милейко; под ред. А.Т. Туманова. М.: Мир, 1973. 464 с.
21. Грибков В.Н., Исайкин А.С., Уманцев Э.Л., Щетанов Б.В. Рост усов α -Al₂O₃ при окислении алюминия // *Известия Академии наук СССР. Сер.: Неорганические материалы*. 1972. Т. 8. № 7. С. 1249–1253.
22. Щетанов Б.В., Грибков В.Н., Исайкин А.С., Силаев В.А. Выращивание нитевидных кристаллов α -Al₂O₃ по механизму пар – жидкость – твердая фаза // *Порошковая металлургия*. 1972. № 4. С. 12–15.
23. Щетанов Б.В., Исайкин А.С., Грибков В.Н. и др. Рост нитевидных кристаллов окси алюминия при восстановлении окси алюминия // *Физика и химия обработки материалов*. 1973. № 1. С. 112–119.
24. Способ получения нитевидных кристаллов α -окси алюминия: а.с. 404502 СССР; заявл. 03.10.69; опубл. 22.10.73.
25. Грибков В.Н., Исайкин А.С., Портной К.И. и др. Методы получения нитевидных кристаллов тугоплавких соединений // *Материалы Второй Всесоюз. конф. «Композиционные металлические материалы»* / под ред. А.Т. Туманова, К.И. Портного. М., 1971. С. 159–176.
26. Yang P., Yan R., Fardy M. Semiconductor nanowire: What's next? // *Nano Letters*. 2010. Vol. 10. No. 5. P. 1529–1536.
27. Небольсин В.А. Исторический взгляд на механизм роста нитевидных кристаллов пар – жидкость – кристалл: историография проблемы // *Bulletin Social-Economic and Humanitarian Research*. 2025. Vol. 25 (27). P. 49–65.
28. Небольсин В.А., Воробьев А.Ю., Swaikat N. Новое понимание механизма роста нитевидных нанокристаллов пар – жидкая капля – кристалл // *Неорганические материалы*. 2020. Т. 56. № 4. С. 364–370.
29. Webb W.W., Forgend W.D. Growth and defect structure of sapphire microcrystals // *Journal Applied Physics*. 1957. Vol. 28. No. 12. P. 1449–1454.
30. Process for preparing virtually perfect alumina crystals: pat. 3011870 US; appl. 05.09.58; publ. 05.12.61.
31. Improvements in or relating to productions of alumina whiskers: pat. 1188662 GB; appl. 04.11.66; publ. 22.04.70.
32. Иванов Д.А., Ситников А.И., Шляпин С.Д. Дисперсноупрочненные волокнистые и слоистые неорганические композиционные материалы: учеб. пособие для студентов вузов / под ред. А.А. Ильина. М.: Московск. гос. индустриальный ун-т, 2010. 228 с.
33. Process for producing α -alumina whiskers: pat. 3505014 US; appl. 02.05.69; publ. 07.04.70.
34. Productions of α -alumina whiskers: pat. 1189632; appl. 12.06.66; publ. 29.04.70.
35. Apparatus for growing whiskers: pat. 3147085 US; appl. 14.09.61; publ. 01.09.64.

36. Process for preparing virtually perfect alumina crystals: pat. 3011870 US; appl. 05.09.58; publ. 05.12.61.
37. Preparation of sapphire fibers: pat. 3077380 US; appl. 24.07.59; publ. 12.02.63.
38. Method of growing alpha-alumina and beta-silicon carbide whiskers: pat. 3409395 US; appl. 05.04.65; publ. 05.11.68.
39. Production of a form of alumina whiskers: pat. 3947562 US; appl. 04.04.75; publ. 30.03.76.
40. Preparation and use of mullite whiskers networks: pat. 9211219 WO; appl. 13.12.91; publ. 09.07.92.
41. Gong W., Li X.-C., Zhu B.-Q. Modeling and Synthesis of Alumina Whiskers Based on the Vapor Deposition Process // *Materials*. 2017. Vol. 10 (10). Art. 1192. DOI: 10.3390/ma10101192.
42. Li J., Li W., Nai X. et al. Synthesis and formation of alumina whiskers from hydrothermal solution // *Journal of Material Sciences*. 2010. Vol. 45. P. 177–181.
43. Hydrothermal preparation method for aluminum oxide whiskers at low temperature: pat. 101338448 CN; appl. 12.08.08; publ. 07.01.09.
44. Process for producing aluminum oxide crystal whisker: pat. 101109106 CN; appl. 25.07.07; publ. 23.01.08.
45. Method of preparing alpha-Al₂O₃ crystal whisker by carbothermal reduction: pat. 101974782 CN; appl. 19.11.10; publ. 16.02.11.
46. Method for preparing alumina whiskers by controlling atmosphere: pat. 108130595A CN; appl. 22.12.17; publ. 08.06.18.
47. Preparation method of aluminum oxide whiskers: pat. 110904494 CN; appl. 20.12.19; publ. 24.03.20.
48. Preparation method of mullite whiskers: pat. 1303037 CN; №200510044907; appl. 18.10.05; publ. 07.03.07.
49. Preparation method of mullite whiskers: pat. 115216829 CN; appl. 07.07.22; publ. 21.10.22.
50. Gu X., Chen P., Wang T. et al. Analysis of Influencing Factors in the Preparation of Mullite Whiskers from Recovering Silicon-Rich Waste under Low-Temperature Conditions // *Nanomaterials*. 2023. Vol. 13. Art. 1143. DOI: 10.3390/nano13071143.

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. Erasov V.S., Sibayev I.G. Scheme for the development and evaluation of properties of structural aviation composite materials. *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 1 (70), pp. 61–81. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: February 10, 2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-1-61-81.
3. Doronin O.N., Artemenko N.I., Stekhov P.A., Voronov V.A. Deposition of ceramic layers of heat protection coatings based on the system Gd₂O₃–ZrO₂–HfO₂ and Sm₂O₃–Y₂O₃–HfO₂. *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 3 (68), pp. 108–119. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: February 10, 2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-3-108-119.
4. Kablov E.N., Shchetanov B.V., Bolshakova A.N., Efimochkin I.Yu., Shcherbakov E.M. Niobium reinforced by α-Al₂O₃ fibers. Part 1. Two-Component Compositions. *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 3 (64), pp. 58–77. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: February 10, 2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-3-58-77.
5. Dubrovsky V.G., Tsyrlin G.E. *Semiconductor whiskers: growth, physical properties, and applications*: Study guide. St. Petersburg: ITMO University, 2019, 128 p.
6. Kozenkov O.D., Sychev I.V., Sannikov V.G. Laboratory technology for growing silicon whiskers for sensors in radio engineering systems. *Vestnik Voronezhskogo instituta MVD Rossii*, 2022, no. 4, pp. 152–159.
7. Sidorov D.V., Grunin A.A., Schavnev A.A. Implementation of technology for chemical vapor deposition of silicon carbide in electronics. Part 1. *Trudy VIAM*, 2024, no. 3 (133), pp. 101–116. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: February 10, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-3-101-116.

8. Petrushin N.V., Elyutin E.S., Chabina E.B. Phase and structural transformations in directionally solidified with plant front intermetallic eutectic Ni-based alloys. *Trudy VIAM*, 2020, no. 3 (87), pp. 13–29. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: March 18, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-3-13-29.
9. *Method for growing silicon whiskers*: pat. 2550732 Rus. Federation; appl. 29.06.20; publ. 01.07.21.
10. Babashov V.G., Varrik N.M., Karaseva T.A. On the possibility of obtaining titanium nitride whiskers from the gas phase. *Steklo i keramika*, 2021, vol. 94, no. 5, pp. 19–25.
11. Babashov V.G., Varrik N.M., Karaseva T.A. Obtaining titanium nitride whiskers from the gas phase. *Steklo i keramika*, 2021, vol. 94, no. 1, pp. 12–21.
12. Abramov D.V., Arakelian S.M., Kochuyev D.A. et al. Laser synthesis of metal oxide crystals with the use of carbon nanotubes. *Open Journal of Composite Materials*, 2013, vol. 3, pp. 16–20. DOI: 10.4236/ojcm.2013.32A003.
13. Yu P.-C., Yang R.-J., Tsai Y.-Y. et al. Growth mechanism of single-crystal α -Al₂O₃ nanofibers fabricated by electrospinning techniques. *Journal of the European Ceramic Society*, 2011, vol. 31, no. 5, pp. 723–731.
14. DeVries R.C., Sears G.W. Growth of aluminum oxide whiskers by vapor deposition. *The Journal of Chemical Physics*, 1959, vol. 31, no. 5, pp. 1256–1257.
15. Sears G.W. Mercury Whiskers. *Acta Metallurgica*, 1953, vol. 1, no. 4, pp. 457–459.
16. Wagner R.S., Ellis W.C. Vapor-liquid-solid mechanism of single crystal growth. *Applied Physics Letters*, 1964, vol. 4, no. 5, pp. 89–90. DOI: 10.1063/1.1753975.
17. Wagner R.S., Ellis W.C. Vapor-liquid-solid mechanism of single crystal growth and its application to silicon. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, 1965, vol. 233, pp. 1053–1064.
18. Tumanov A.T., Portnoy K.I., Gribkov V.N. et al. Kinetics of axial growth of silicon carbide whiskers. *Doklady Akademii nauk SSSR. Ser.: Kristallografiya*, 1974, vol. 218, no. 5, pp. 1089–1092.
19. Schwoebel R.L. A diffusion model for filamentary crystal growth. *Journal Applied Physics*, 1967, vol. 38, no. 4, pp. 1759–1765.
20. *Single-crystal fibers and materials reinforced with them*: Coll. Works. Ed. A.T. Tumanov. Moscow: Mir, 1973, 464 p.
21. Gribkov V.N., Isaikin A.S., Umancev E.L., Shchetanov B.V. Growth of α -Al₂O₃ whiskers during aluminum oxidation. *Izvestiya Akademii nauk SSSR. Ser.: Neorganicheskiye materialy*, 1972, vol. 8, no. 7, pp. 1249–1253.
22. Shchetanov B.V., Gribkov V.N., Isaikin A.S., Silaev V.A. Growing α -Al₂O₃ whiskers by the vapor–liquid–solid mechanism. *Poroshkovaya metallurgiya*, 1972, no. 4, pp. 12–15.
23. Shchetanov B.V., Isaikin A.S., Gribkov V.N. et al. Growth of aluminum oxide whiskers during aluminum oxide reduction. *Fizika i khimiya obrabotki materialov*, 1973, no. 1, pp. 112–119.
24. *Method for producing α -aluminum oxide whiskers*: a.s. 404502 USSR; appl. 03.10.69; publ. 22.10.73.
25. Gribkov V.N., Isaikin A.S., Portnoy K.I. et al. Methods for obtaining whiskers of refractory compounds. *Proceedings of the Second All-Union Conf. «Composite Metallic Materials»*. Ed. A.T. Tumanov, K.I. Portnoy. Moscow, 1971, pp. 159–176.
26. Yang P., Yan R., Fardy M. Semiconductor nanowire: What's next? *Nano Letters*, 2010, vol. 10, no. 5, pp. 1529–1536.
27. Nebolsin V.A. Historical view on the growth mechanism of whisker crystals vapor-liquid-crystal: historiography of the problem. *Bulletin Social-Economic and Humanitarian Research*, 2025, vol. 25 (27), pp. 49–65.
28. Nebolsin V.A., Vorobyov A.Yu., Swaikat N. New understanding of the growth mechanism of vapor-liquid droplet-crystal nanowires. *Neorganicheskiye materialy*, 2020, vol. 56, no. 4, pp. 364–370.
29. Webb W.W., Forgend W.D. Growth and defect structure of sapphire microcrystals. *Journal Applied Physics*, 1957, vol. 28, no. 12, pp. 1449–1454.
30. *Process for preparing virtually perfect alumina crystals*: pat. 3011870 US; appl. 05.09.58; publ. 05.12.61.

31. *Improvements in or relating to productions of alumina whiskers*: pat. 1188662 GB; appl. 04.11.66; publ. 22.04.70.
32. Ivanov D.A., Sitnikov A.I., Shlyapin S.D. *Dispersion-strengthened fibrous and layered inorganic composite materials*: a textbook for university students. Ed. A.A. Ilyin. Moscow: Moscow State Industrial Univ., 2010, 228 p.
33. *Process for producing α -alumina whiskers*: pat. 3505014 US; appl. 02.05.69; publ. 07.04.70.
34. *Productions of α -alumina whiskers*: pat. 1189632; appl. 12.06.66; publ. 29.04.70.
35. *Apparatus for growing whiskers*: pat. 3147085 US; appl. 14.09.61; publ. 01.09.64.
36. *Process for preparing virtually perfect alumina crystals*: pat. 3011870 US; appl. 05.09.58; publ. 05.12.61.
37. *Preparation of sapphire fibers*: pat. 3077380 US; appl. 24.07.59; publ. 12.02.63.
38. *Method of growing alpha-alumina and beta-silicon carbide whiskers*: pat. 3409395 US; appl. 05.04.65; publ. 05.11.68.
39. *Production of a form of alumina whiskers*: pat. 3947562 US; appl. 04.04.75; publ. 30.03.76.
40. *Preparation and use of mullite whiskers networks*: pat. 9211219 WO; appl. 13.12.91; publ. 09.07.92.
41. Gong W., Li X.-C., Zhu B.-Q. Modeling and Synthesis of Alumina Whiskers Based on the Vapor Deposition Process. *Materials*, 2017, vol. 10 (10), art. 1192. DOI: 10.3390/ma10101192.
42. Li J., Li W., Nai X. et al. Synthesis and formation of alumina whiskers from hydrothermal solution. *Journal of Material Sciences*, 2010, vol. 45, pp. 177–181.
43. *Hydrothermal preparation method for aluminum oxide whiskers at low temperature*: pat. 101338448 CN; appl. 12.08.08; publ. 07.01.09.
44. *Process for producing aluminum oxide crystal whisker*: pat. 101109106 CN; appl. 25.07.07; publ. 23.01.08.
45. *Method of preparing alpha- Al_2O_3 crystal whisker by carbothermal reduction*: pat. 101974782 CN; appl. 19.11.10; publ. 16.02.11.
46. *Method for preparing alumina whiskers by controlling atmosphere*: pat. 108130595A CN; appl. 22.12.17; publ. 08.06.18.
47. *Preparation method of aluminum oxide whiskers*: pat. 110904494 CN; appl. 20.12.19; publ. 24.03.20.
48. *Preparation method of mullite whiskers*: pat. 1303037 CN; №200510044907; appl. 18.10.05; publ. 07.03.07.
49. *Preparation method of mullite whiskers*: pat. 115216829 CN; appl. 07.07.22; publ. 21.10.22.
50. Gu X., Chen P., Wang T. et al. Analysis of Influencing Factors in the Preparation of Mullite Whiskers from Recovering Silicon-Rich Waste under Low-Temperature Conditions. *Nanomaterials*, 2023, vol. 13, art. 1143. DOI: 10.3390/nano13071143.

Информация об авторах

Бабашов Владимир Георгиевич, начальник лаборатории, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Викулин Владимир Васильевич, помощник генерального директора по науке, д.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Варрик Наталья Мироновна, ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Карасева Татьяна Александровна, инженер 1 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Vladimir G. Babashov, Head of the Laboratory, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Vladimir V. Vikulin, Assistant to the General Director for Science, Doctor of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Natalia M. Varrik, Leading Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Tatiana A. Karaseva, First Category Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 03.04.2026; одобрена и принята к публикации после рецензирования 14.04.2026.

The article was submitted 03.04.2026; approved and accepted for publication after reviewing 14.04.2026.

Научная статья

УДК 666.7

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-134-144

ЖИДКОФАЗНОЕ СПЕКАНИЕ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ Si_3N_4 С КОМПЛЕКСНЫМИ ОКСИДНЫМИ ДОБАВКАМИ

В.В. Холодова¹, Д.И. Вершинин¹, Н.Е. Щеголева¹

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

Аннотация. Исследовано влияние состава и концентрации спекающих добавок на процесс спекания, формируемую микроструктуру и физико-механические свойства керамики на основе нитрида кремния. Установлено, что повышение концентрации комплексов добавок с 5 до 15 % (по массе) способствует увеличению средней плотности и уровня физико-механических свойств керамики на основе Si_3N_4 . В ходе спекания наблюдается полное превращение $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ в $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ с образованием вытянутых кристаллов. Характер спекания и формируемая микроструктура в значительной степени зависят от состава и свойств расплава добавок.

Ключевые слова: нитрид кремния, жидкофазное спекание, спекающие добавки, активация спекания, свободное спекание, уплотнение

Для цитирования: Холодова В.В., Вершинин Д.И., Щеголева Н.Е. Жидкофазное спекание керамики на основе Si_3N_4 с комплексными оксидными добавками // Труды ВИАМ. 2026. № 7 (161). С. 134–144. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-134-144.

Scientific article

LIQUID-PHASE SINTERING OF CERAMICS BASED ON Si_3N_4 WITH COMPLEX OXIDE ADDITIVES

V.V. Kholodova¹, D.I. Vershinin¹, N.E. Shchegoleva¹

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 study investigates the influence of sintering additive concentrations on sintering process, resulting microstructure, physical and mechanical properties of silicon nitride based ceramics. It has been established that increasing the concentration of additive complexes from 5 to 15 wt. % increases the average density and the level of physical and mechanical properties of Si_3N_4 based ceramics. During sintering, complete transformation of $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ into $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ is observed with formation of elongated crystals. The nature of sintering process and formed microstructure are largely depend on the composition and properties of the molten additives.

Keywords: silicon nitride, liquid-phase sintering, sintering additives, activation of sintering, free sintering, high densification

For citation: Kholodova V.V., Vershinin D.I., Shchegoleva N.E. Liquid-phase sintering of ceramics based on Si_3N_4 with complex oxide additives. *Trudy VIAM*, 2026, no. 7 (161), pp. 134–144. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-134-144.

Введение

В машиностроении, электронной и авиационной промышленности наблюдается высокий спрос на конструкционные материалы, которые обладают повышенной эффективностью, надежностью, длительным сроком службы, а также устойчивостью и стабильностью физико-механических свойств при различных условиях эксплуатации. В качестве альтернативы металлам и сплавам в последние годы широко рассматривается и изучается бескислородная керамика, которая способна длительно служить в конструкциях при температурах $>1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ [1–12].

Перечисленным требованиям отвечает керамика на основе нитрида кремния, так как сочетает высокую прочность, твердость, термостойкость и низкую плотность. Однако при всех преимуществах нитрид кремния характеризуется ионно-ковалентным типом связи и, соответственно, низким коэффициентом диффузии, поэтому получение высокоплотной керамики на его основе затруднено [13–15].

Для активации спекания нитрида кремния рассмотрены различные способы: повышение площади удельной поверхности исходного порошка Si_3N_4 [16], спекание под давлением [17–21], введение спекающих добавок [22].

Методы спекания с применением высокого внешнего давления для получения высокоплотной нитридокремниевой керамики являются эффективными, но трудоемкими и затратными, к тому же не позволяют получать изделия сложной формы. Дополнительный помол коммерческих порошков нитрида кремния, удельная поверхность которых зависит от способа их получения, не эффективен, так как не обеспечивает размер частиц $<0,6\text{ }\mu\text{m}$ [23]. При этом мелкодисперсные порошки характеризуются повышенным содержанием кислорода, что в дальнейшем способствует увеличению доли формируемых легкоплавких фаз. Поэтому изучению спекающих добавок уделено наибольшее внимание в научно-технической литературе.

При использовании добавок спекание нитрида кремния происходит по жидкофазному механизму. При температуре $\sim 1450\text{ }^{\circ}\text{C}$ в расплаве осуществляется необратимый переход нитрида кремния из α -модификации в β -модификацию [24]. Наиболее вероятно, что процесс перехода осуществляется путем растворения частиц нитрида кремния в расплаве спекающих добавок с последующей кристаллизацией. Следует отметить, что при кристаллизации β - Si_3N_4 форма кристаллов может различаться в значительной степени – от изометрической до игольчатой. В последнем случае наблюдается самоармирование материала. Сообщается [12, 24, 25], что степень превращения $\alpha \rightarrow \beta$ и морфология кристаллов β - Si_3N_4 в большой степени зависят от температурно-временных условий процесса термообработки, состава и свойств расплава спекающих добавок. В свою очередь высокая вязкость расплава и его малое количество способствуют формированию частиц с большим соотношением размеров сторон [24]. При этом имеется информация, что снижение вязкости расплава способствует переходу $\alpha \rightarrow \beta$ [26]. На поздних стадиях спекания происходит рост кристаллов нитрида кремния. При охлаждении расплав застывает и формирует либо стеклофазу, либо вторичные кристаллические фазы.

Изучено влияние спекающих добавок, как оксидных [27–29], в том числе оксидов редкоземельных элементов [30, 31], так и неоксидных [26, 32, 33], которые позволяют получать керамику на основе нитрида кремния высокой плотности. Однако следует также обратить внимание на образование аморфных фаз на границах кристаллов и формируемую микроструктуру керамики, что в дальнейшем влияет на физико-механические свойства.

Таким образом, для достижения высокого уровня свойств керамики на основе нитрида кремния следует учитывать взаимосвязи и взаимовлияние в системе «состав–

структура–свойство–технология» и использовать высокодисперсные исходные порошки. При подборе спекающих добавок и их концентрации следует учитывать, что их применение во многом определяет уровень свойств керамики, так как, помимо активации спекания и растворения-кристаллизации нитрида кремния, приводит к формированию микроструктуры с межзеренными прослойками вторичных фаз, которые ускоряют пластическую деформацию в материалах при повышенных температурах [14, 34]. Поэтому все свойства нитридокремниевых материалов, особенно при повышенных температурах, в значительной степени зависят от вида используемых спекающих добавок, их концентрации, конечного фазового состава керамики и микроструктуры, формируемой в ходе спекания. С точки зрения технологии при подборе режима обжига необходимо учитывать температуру образования расплава жидкой фазы, его состав и свойства, а также принимать меры для снижения или предотвращения диссоциации нитрида кремния при температурах >1600 °С.

Цель работы – изучение влияния спекающих добавок и их концентрации на спекание, физико-механические свойства и микроструктуру керамики на основе Si_3N_4 .

Материалы и методы

В данной работе использовали порошок нитрида кремния с размером частиц $d_{50} = 0,93$ мкм, по результатам рентгенофазового анализа (РФА) содержание α - и β - Si_3N_4 составляет 92,6 и 7,4 % соответственно (рис. 1).

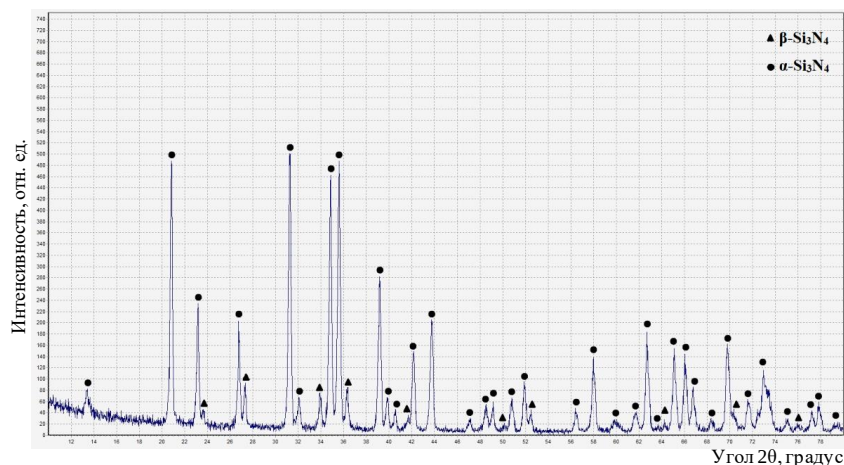


Рис. 1. Результаты рентгенофазового анализа исходного порошка Si_3N_4

В качестве активаторов спекания керамики на основе нитрида кремния для состава 1 использовали порошки оксида магния и оксида алюминия, для состава 2 дополнительно вводили микронные и наноразмерные порошки ряда модифицирующих добавок. Смеси получали путем смешивания исходных порошков нитрида кремния и добавок с учетом стехиометрии в валковой мельнице по мокрому способу. Концентрация добавок при этом составила 5, 10 и 15 % (здесь и далее – % (по массе)). Полученные суспензии высушивали, затем проводили дезагрегацию через сито № 007. Для дальнейшего формования вводили временную технологическую связку, образцы прессовали в виде балок размером $80 \times 50 \times 50$ мм при одинаковом давлении. Отформованные образцы обжигали методом свободного спекания при температуре 1750 °С в потоке азота.

Для оценки структурных и физико-механических свойств керамических образцов рассчитывали относительную линейную усадку $\Delta l/l$, определяли среднюю плотность $\rho_{\text{ср}}$ и открытую пористость Π_0 методом гидростатического взвешивания, а также

оценивали физико-механические свойства, а именно: предел прочности при четырехточечном изгибе $\sigma_{изг}$ и микротвердость по методу Виккерса HV. Кроме того, изучили фазовый состав керамики с помощью РФА, микроструктуру – методом сканирующей электронной микроскопии.

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

Результаты

На рис. 2, *а* представлены зависимости относительной линейной усадки $\Delta l/l$ от концентрации комплекса спекающих добавок. Согласно полученным результатам, для керамики обоих составов наблюдается схожая тенденция – с увеличением концентрации спекающих добавок с 5 до 15 % усадка возрастает: для состава 1 – с 13,0 до 15,0 %, для состава 2 – с 10,0 до 16,2 %, и достигает максимального значения.

На рис. 2, *б, в* представлены результаты определения средней плотности и открытой пористости. С увеличением концентрации добавок с 5 до 15 % плотность керамики обоих составов возрастает. При этом для состава 1 плотность увеличивается с 2,45 до 2,95 г/см³, для состава 2 – с 2,24 до 2,98 г/см³. При концентрации спекающих добавок 15 % плотность достигает максимального значения. С увеличением концентрации комплекса добавок открытая пористость в обоих случаях закономерно уменьшается, однако для состава 1 при содержании 15 % пористость достигает наименьшего значения, составляющего 1,2 %. Для состава 2 пористость снижается с 29,5 до 1,6 %.

Таким образом, увеличение концентрации спекающих добавок способствует спеканию керамики обоих составов, что обусловлено образованием расплавов и интенсификацией спекания по жидкофазному механизму.

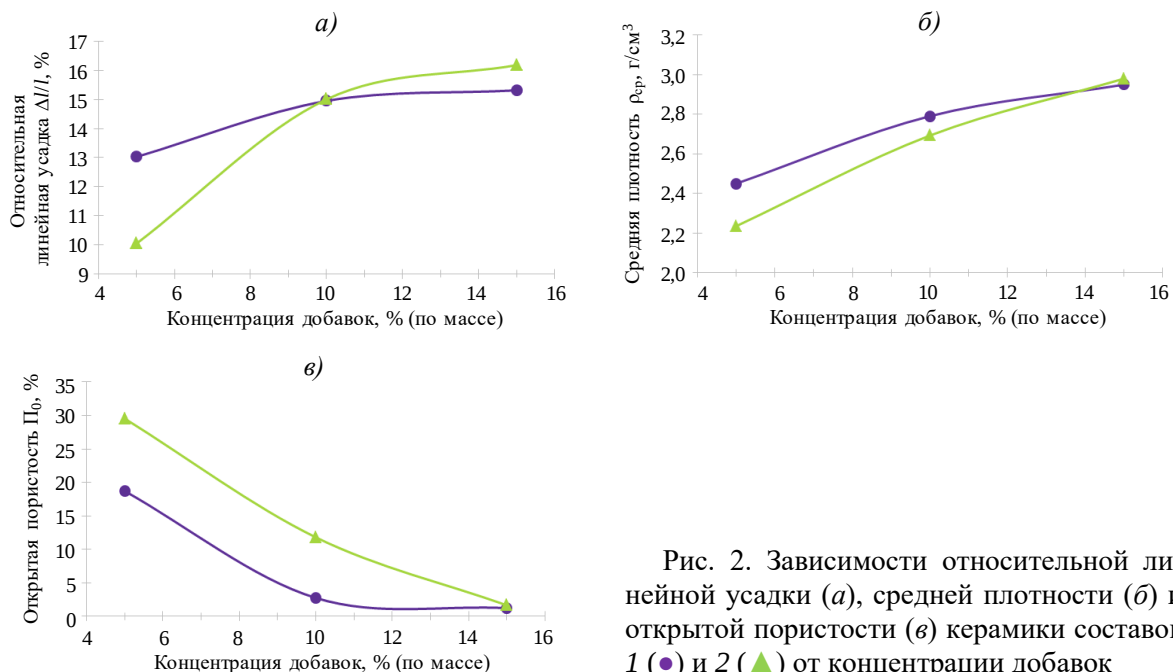


Рис. 2. Зависимости относительной линейной усадки (*а*), средней плотности (*б*) и открытой пористости (*в*) керамики составов 1 (●) и 2 (▲) от концентрации добавок

Предел прочности при четырехточечном изгибе для керамики состава 1 с повышением концентрации добавок с 5 до 10 % возрастает и достигает 313,2 МПа, затем при увеличении концентрации до 15 % уменьшается до 297,5 МПа (рис. 3, *а*), что, вероятно,

связано с формируемой микроструктурой. Для керамики состава 2 с повышением концентрации добавок наблюдается планомерное увеличение прочности с 148,0 МПа до максимального значения 320,5 МПа, превышающего прочность образца состава 1.

При повышении концентрации спекающих добавок микротвердость образцов обоих составов возрастает (рис. 3, б), при этом для состава 1 значения увеличиваются с 4,9 до 14,0 ГПа, для состава 2 – с 3,8 до 15,4 ГПа, достигая максимального значения при концентрации спекающих добавок 15 %, что согласуется с результатами определения средней плотности.

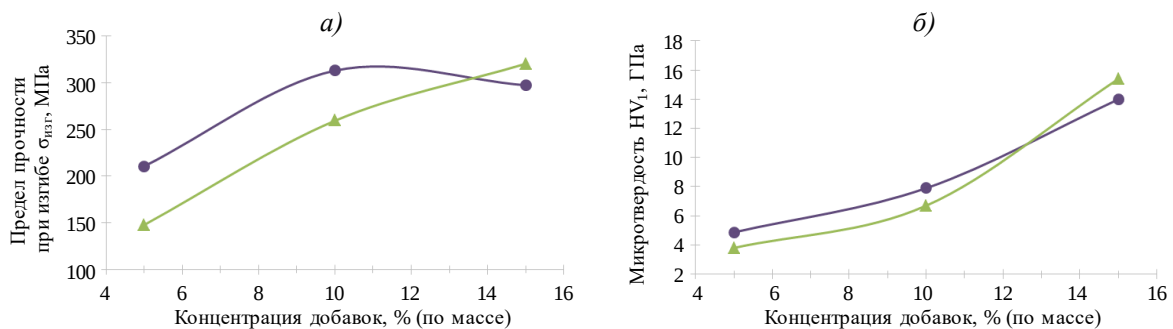


Рис. 3. Зависимости предела прочности при четырехточечном изгибе (а) и микротвердости (б) керамики составов 1 (●) и 2 (▲) от концентрации добавок

На рис. 4 представлены микроструктуры образцов составов 1 и 2 при концентрации добавок 10 и 15 %. Для образцов состава 1 микроструктура (рис. 4, а) представлена зернами изометрической формы, размер которых варьируется от 0,4 до 1,9 мкм. При этом между зернами нитрида кремния наблюдается закристаллизовавшийся расплав спекающих добавок. Следует отметить, что в технологических порах видна игольчатая морфология кристаллов нитрида кремния. С увеличением концентрации добавок до 15 % структура становится более плотной, количество закристаллизовавшегося расплава увеличивается, при этом видна пористость размером от 2,0 до 9,7 мкм (рис. 4, б).

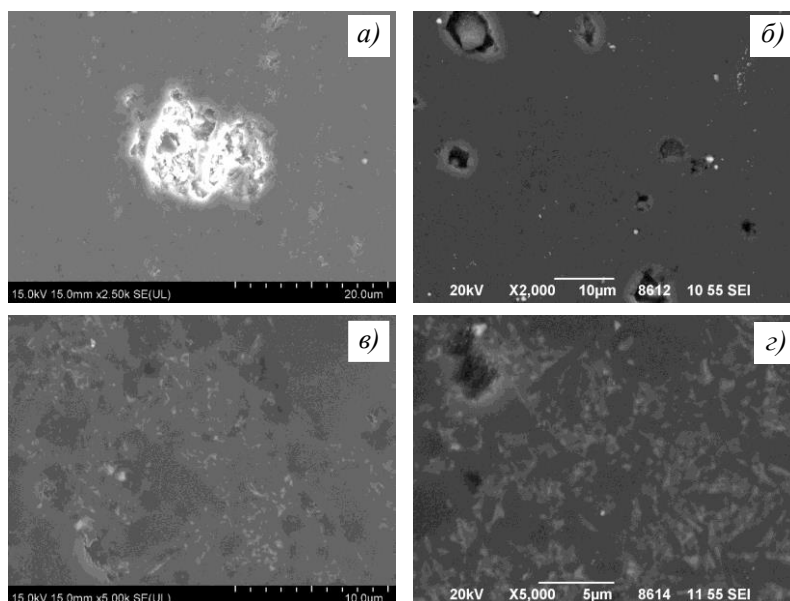


Рис. 4. Результаты сканирующей электронной микроскопии образцов составов 1 (а, б) и 2 (в, г) после обжига при температуре 1750 °С при концентрации добавок 10 (а, в) и 15 % (б, г)

Микроструктура керамики состава 2 с концентрацией добавки 10 % (рис. 4, в) отличается от состава 1, помимо изометрических зерен наблюдается большое количество вытянутых зерен нитрида кремния длиной от 2,0 до 5,9 мкм. При концентрации добавки 15 % размер изометрических зерен возрастает с 6,2 до 9,7 мкм (рис. 4, г), при этом наблюдается большое количество вытянутых зерен длиной до 10,6 мкм. Размер межкристаллических пор не превышает 3,0 мкм.

На рис. 5 представлены результаты РФА образцов керамики после обжига.

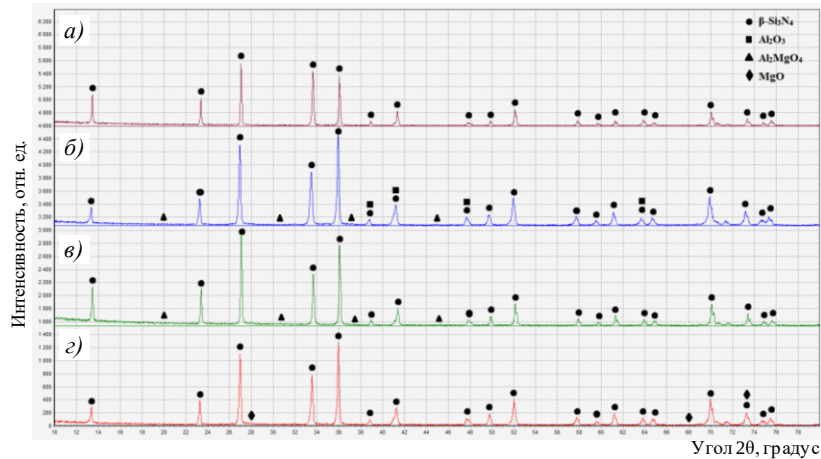


Рис. 5. Результаты рентгенофазового анализа образцов керамики составов 1 (а, б) и 2 (в, г) после обжига при температуре 1750 °С при концентрации добавок 10 (а, в) и 15 % (б, г)

Керамика состава 1 представлена основной фазой β - Si_3N_4 , при этом при концентрации добавки 15 % дополнительно наблюдаются дифракционные пики малой интенсивности, соответствующие остаточному Al_2O_3 и вторичной фазе Al_2MgO_4 в малых количествах. Для керамики состава 2 при концентрации комплекса спекающих добавок 10 % наблюдаются пики фаз β - Si_3N_4 и Al_2MgO_4 . При увеличении концентрации добавки до 15 % дополнительно выявлена только фаза MgO . Отсутствие дифракционных пиков для ряда оксидов комплексных добавок свидетельствует об образовании рентгеноаморфной вторичной фазы во всех образцах керамики.

Обсуждение и заключения

Согласно результатам определения физико-механических свойств, с увеличением концентрации комплекса добавок для керамики обоих составов возрастают относительная линейная усадка, средняя плотность и закономерно уменьшается открытая пористость. При этом наибольшее значение средней плотности $2,98 \text{ г/см}^3$ получено для керамики состава 2 при концентрации добавки 15 %. Следует отметить, что для образца состава 1 плотность отличается незначительно и составляет $2,95 \text{ г/см}^3$, а открытая пористость достигает наименьшего значения среди изученных составов 1,2 %. Увеличение концентрации спекающих добавок способствует спеканию керамики обоих составов, что обусловлено образованием расплавов SiO_2 , находящегося на поверхности частиц нитрида кремния, и оксидов добавок. Это в свою очередь приводит к интенсификации спекания керамики на основе нитрида кремния по жидкофазному механизму. Активность уплотнения при этом связана с составом и свойствами образующихся при термообработке расплавов, в первую очередь с их вязкостью. Спекание нитрида кремния подразумевает уплотнение за счет растворения α - Si_3N_4 в расплаве добавок с последующей кристаллизацией из расплава в виде β - Si_3N_4 , поэтому вязкость расплава влияет на

скорость процесса растворения-кристаллизации и, соответственно, спекания. Менее вязкие расплавы лучше и равномернее распределяются по межзеренным границам при малых концентрациях добавок. Таким образом, при малых концентрациях расплава добавок спекание протекает тем активнее, чем меньше вязкость расплава (при условии близкой или равной смачивающей способности).

Керамика состава 1 в сравнении с керамикой состава 2 спекается активнее при концентрациях добавки 5–10 %. Тем не менее при концентрации 15 % степень уплотнения керамики состава 2 достигает максимума и незначительно превосходит значения для состава 1. Указанный характер зависимости свойств от концентрации добавок свидетельствует о том, что керамика состава 1 спекается активнее ввиду меньшей вязкости расплава добавок.

При изучении микроструктуры выявлено, что для керамики обоих составов процесс активации спекания происходит за счет жидкой фазы, которая образуется при взаимодействии добавок с SiO_2 , находящимся на поверхности частиц нитрида кремния, в дальнейшем расплав насыщается нитридом кремния из твердой фазы и выкристаллизовывается из расплава в виде кристаллов различной формы. Жидкофазный механизм, реализующийся путем растворения-кристаллизации, способствует не только уплотнению, но и фазовому переходу из $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ в $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$. При этом формирующиеся кристаллы $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ образуются в виде вытянутых кристаллов игольчатой формы. Образование таких кристаллов приводит к эффекту самоармирования. Результаты РФА полученных образцов керамики подтверждают превращение $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ в $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$. Следует отметить, что для состава 1 при повышении концентрации добавок до 15 % уменьшается эффект самоармирования, так как образуются зерна изометрической формы в большом количестве, что связано с меньшей вязкостью образуемого расплава. Для состава 2, наоборот, при повышении концентрации добавок наблюдается большее количество кристаллов $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ игольчатой формы, образование которых связано с большей вязкостью расплава и меньшей скоростью перекристаллизации нитрида кремния. Полученная микроструктура позволяет ограничить распространение трещин, что в дальнейшем положительно сказывается как на прочности, так и на ударной вязкости керамики.

Результаты определения предела прочности при четырехточечном изгибе согласуются со значениями средней плотности, открытой пористости и формируемой микроструктурой керамики. Так, для образцов состава 1 наблюдается перегиб на кривой прочности при концентрации добавок 10 %. Несмотря на высокую плотность $2,95 \text{ г/см}^3$, предел прочности при концентрации 15 % снижается до 297,5 МПа, что связано с формированием микроструктуры с меньшей долей вытянутых зерен нитрида кремния. Для керамики состава 2 с повышением концентрации добавок до 15 % за счет достижения высокой плотности и формирования структуры с большей долей вытянутых зерен $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ предел прочности при четырехточечном изгибе повышается и достигает максимального значения (320,5 МПа).

Таким образом, введение комплекса спекающих добавок способствует активации процесса спекания керамики на основе Si_3N_4 , при этом наилучшие свойства получены для состава 2 при концентрации добавок 15 %.

Список источников

1. Klemm H. Silicon nitride for high-temperature applications // Journal of the American Ceramic Society. 2010. Vol. 93. No. 6. P. 1501–1522.
2. Kita H., Hirao K., Hyuga H. et al. Review and overview of silicon nitride and SiAlON, including their applications // Handbook of Advanced Ceramics: Materials, Applications, Processing, and Properties. Elsevier Inc., 2013. 1213 p.

3. Hampshire S. Silicon nitride ceramics – review of structure, processing and properties // *Journal of achievements in materials and manufacturing engineering*. 2007. Vol. 24. No. 1. P. 43–50.
4. Tan D.W., Zhu L.L., Wei W.X. et al. Performance improvement of Si_3N_4 ceramic cutting tools by tailoring of phase composition and microstructure // *Ceramics International*. 2020. Vol. 46. No. 16. P. 26182–26189.
5. Nakashima Y., Zhou Y., Tanabe K. et al. Effect of microstructures on dielectric breakdown strength of sintered reaction-bonded silicon nitride ceramics // *Journal of the American Ceramic Society*. 2023. Vol. 106. No. 2. P. 1139–1148.
6. Каблов Е.Н. Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года // *Авиационные материалы и технологии*. 2012. № 5. С. 7–17.
7. Громов В.И., Якушева Н.А., Востриков А.В., Черкашнева Н.Н. Высокопрочные конструкционные стали для валов газотурбинных двигателей (обзор) // *Авиационные материалы и технологии*. 2021. № 1 (62). С. 3–12. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 20.02.2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-3-12.
8. Ерасов В.С., Сибяев И.Г. Схема разработки и оценки свойств конструкционных авиационных композиционных материалов // *Авиационные материалы и технологии*. 2023. № 1 (70). С. 61–81. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 20.02.2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-1-61-81.
9. Евдокимов С.А., Щеголева Н.Е., Качаев А.А. Способы соединения керамических композиционных материалов на основе SiC с керамическими и металлическими материалами (обзор) // *Авиационные материалы и технологии*. 2022. № 3 (68). С. 75–83. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 20.02.2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-3-75-83.
10. Бабинова А.А., Князев А.В., Беляченков И.О., Сорокин О.Ю. Испытания на стойкость керамических материалов к высокотемпературной коррозии при температуре 900 °С // *Авиационные материалы и технологии*. 2025. № 1 (78). С. 99–110. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 20.02.2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-1-99-110.
11. Беляченков И.О., Щеголева Н.Е., Чайникова А.С., Ваганова М.Л., Шавнев А.А. Влияние спекающих и модифицирующих добавок на процесс спекания и свойства нитридокремневой керамики // *Авиационные материалы и технологии*. 2020. № 1 (58). С. 70–78. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-1-70-78.
12. Викулин В.В. Производство изделий на основе Si_3N_4 и их применение в авиационно-космической промышленности // *Перспективные материалы*. 2006. № 5. С. 14–19.
13. Андриевский Р.А., Спивак И.И. Нитрид кремния и материалы на его основе. М.: Металлургия, 1984. 137 с.
14. Косолапов Т.Я., Андреев Т.В., Бартницкая Т.Б. и др. Неметаллические тугоплавкие соединения. М.: Металлургия, 1985. 224 с.
15. Kumar A., Gokhale A., Ghose S., Aravindan S. Effect of nano-sized sintering additives on microstructure and mechanical properties of Si_3N_4 ceramics // *Materials Science and Engineering: A*. 2019, vol. 750, pp. 132–140.
16. Перевислов С.Н., Чупов В.Д. Получение высокоплотных материалов на основе ультрадисперсного порошка нитрида кремния // *Огнеупоры и техническая керамика*. 2010. № 3. С. 17–23.
17. Attia M.A.A., Ewais E.M.M. Hot pressed Si_3N_4 ceramics using $\text{MgO-Al}_2\text{O}_3$ as sintering additive for vehicle engine parts // *Refractories and Industrial Ceramics*. 2020. Vol. 61. No. 4. P. 384–392.
18. Wang W., Pan Y., Zeng Y.P. et al. Effect of sintering aids content and powder characteristics on gas pressure sintered Si_3N_4 ceramics // *Ceramics International*. 2024. Vol. 50. No. 5. P. 8260–8268.
19. Jiang Q.G., Guo W.M., Liu W. et al. Influence of powder characteristics on hot-pressed Si_3N_4 ceramics // *Science of Sintering*. 2017. Vol. 49. No. 1. P. 81–89.
20. Zhao C.C., Kim M.J., Lee J.W. et al. Mechanical properties and stability of Si_3N_4 ceramics treated by hot isostatic pressing // *Ceramics International*. 2025. Vol. 51. No. 24. P. 41474–41481.

21. Santos C., Strecker K., Baldacim S.A. et al. Influence of additive content on the anisotropy in hot-pressed Si_3N_4 ceramics using grain orientation measurements // *Ceramics International*. 2004. Vol. 30. No. 5. P. 653–659.
22. Перевислов С.Н. Механизм жидкофазного спекания карбида и нитрида кремния с оксидными активирующими добавками // *Стекло и керамика*. 2013. Т. 86. № 7. С. 34–38.
23. Перевислов С.Н. Материалы на основе карбида и нитрида кремния с оксидными активирующими добавками для изделий конструкционного назначения: автореф. дис. ... д-ра техн. наук. СПб, 2018. 203 с.
24. Лысенков А.С. Конструкционная керамика на основе нитрида кремния с добавкой алюминатов кальция: дис. ... канд. техн. наук. М., 2014. 139 с.
25. Lee H.M., Tatami J., Kim D.K. Microstructural evolution of Si_3N_4 ceramics from starting powders with different α -to- β ratios // *Journal of the Ceramic Society of Japan*. 2016. Vol. 124. No. 8. P. 800–807.
26. Tatami J., Toyama M., Noguchi K. et al. Effect of TiO_2 and AlN additions on the sintering behavior of the Si_3N_4 - Y_2O_3 - Al_2O_3 System // *Key Engineering Materials*. 2003. Vol. 247. P. 83–86.
27. Yu F.L., Bai Y., Han P.D. et al. Spark plasma sintering of α/β Si_3N_4 ceramics with MgO - Al_2O_3 and MgO - Y_2O_3 as sintering additives // *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2016. Vol. 25. No. 12. P. 5220–5224.
28. Andreev P., Drozhilkin P., Alekseeva L. et al. Spark plasma sintering of Si_3N_4 ceramics with Y_2O_3 - Al_2O_3 (3 %–10 % wt.) as sintering additive // *Coatings*. 2023. Vol. 13. No. 2. P. 240.
29. Lysenkov A.S., Ivicheva S.N., Titov D.D. et al. Silicon nitride ceramics with light-melting sintering additive in CaO - TiO_2 system // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2019. Vol. 525. No. 1. P. 012080.
30. Satet R.L., Hoffmann M.J., Cannon R.M. Experimental evidence of the impact of rare-earth elements on particle growth and mechanical behavior of silicon nitride // *Materials Science and Engineering: A*. 2006. Vol. 422. No. 1–2. P. 66–76.
31. Marchi J., Guedes e Silva C.C., Silva B.B. et al. Influence of additive system (Al_2O_3 - RE_2O_3 , $\text{RE} = \text{Y}, \text{La}, \text{Nd}, \text{Dy}, \text{Yb}$) on microstructure and mechanical properties of silicon nitride-based ceramics // *Materials Research*. 2009. Vol. 12. P. 145–150.
32. Tatami J., Chen I.W., Yamamoto Y. et al. Fracture resistance and contact damage of TiN particle reinforced Si_3N_4 ceramics // *Journal of the Ceramic Society of Japan*. 2006. Vol. 114. No. 1335. P. 1049–1053.
33. Huang J.W., Dong X.F., Lv X.A. et al. Microstructure and mechanical properties of highly dense Si_3N_4 ceramics with ZrN - AlN - Re_2O_3 ($\text{Re} = \text{Yb}, \text{Y}, \text{Nd}, \text{Ce}, \text{La}$) additives // *Ceramics International*. 2024. Vol. 50. No. 1. P. 429–437.
34. Tatami J., Katashima T., Komeya K., Meguro T., Wakihara T. Electrically conductive CNT-dispersed silicon nitride ceramics // *Journal of the American Ceramic Society*. 2005. No. 88 (10). P. 2889–2893.

References

1. Klemm H. Silicon nitride for high-temperature applications. *Journal of the American Ceramic Society*, 2010, vol. 93, no. 6, pp. 1501–1522.
2. Kita H., Hirao K., Hyuga H. et al. Review and overview of silicon nitride and SiAlON , including their applications. *Handbook of Advanced Ceramics: Materials, Applications, Processing, and Properties*. Elsevier Inc., 2013, 1213 p.
3. Hampshire S. Silicon nitride ceramics – review of structure, processing and properties. *Journal of achievements in materials and manufacturing engineering*, 2007, vol. 24, no. 1, pp. 43–50.
4. Tan D.W., Zhu L.L., Wei W.X. et al. Performance improvement of Si_3N_4 ceramic cutting tools by tailoring of phase composition and microstructure. *Ceramics International*, 2020, vol. 46, no. 16, pp. 26182–26189.
5. Nakashima Y., Zhou Y., Tanabe K. et al. Effect of microstructures on dielectric breakdown strength of sintered reaction-bonded silicon nitride ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, 2023, vol. 106, no. 2, pp. 1139–1148.

6. Kablov E.N. The strategic directions of development of materials and technologies of their processing for the period to 2030. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2012, no. S, pp. 7–17.
7. Gromov V.I., Yakusheva N.A., Vostrikov A.V., Cherkashneva N.N. High strength structural steels for gas-turbine engine shafts (review). *Aviation materials and technology*, 2021, no. 1 (62), pp. 3–12. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: February 20, 2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-3-12.
8. Erasov V.S., Sibayev I.G. Scheme for the development and evaluation of properties of structural aviation composite materials. *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 1 (70), pp. 61–81. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: February 20, 2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-1-61-81.
9. Evdokimov S.A., Shchegoleva N.E., Kachaev A.A. Methods for joining ceramic composite materials based on SiC with ceramic and metallic materials (review). *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 3 (68), pp. 75–83. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: February 20, 2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-3-75-83.
10. Babinova A.A., Knyazev A.V., Belyachenkov I.O., Sorokin O.Yu. Testing the resistance of ceramics materials to high temperatur corrosion at a temperature of 900 °C. *Aviation materials and technologies*, 2025, no. 1 (78), pp. 99–110. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: February 20, 2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-1-99-110.
11. Belyachenkov I.O., Schegoleva N.E., Chainikova A.S., Vaganova M.L., Shavnev A.A. The influence of sintering and modifying additives on the sintering process and the properties of silicon nitride ceramics. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2020, no. 1 (58), pp. 70–78. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-1-70-78.
12. Vikulin V.V. Production of Si₃N₄-Based Products and Their Application in the Aerospace Industry. *Perspektivnye materialy*, 2006, no. 5, pp. 14–19.
13. Andrievsky R.A., Spivak I.I. *Silicon Nitride and Materials Based on It*. Moscow: Metallurgiya, 1984, 137 p.
14. Kosolapov T.Ya., Andreev T.V., Bartnitskaya T.B. et al. *Non-metallic Refractory Compounds*. Moscow: Metallurgiya, 1985, 224 p.
15. Kumar A., Gokhale A., Ghose S., Aravindan S. Effect of nano-sized sintering additives on microstructure and mechanical properties of Si₃N₄ ceramics. *Materials Science and Engineering: A*, 2019, vol. 750, pp. 132–140.
16. Perevislov S.N., Chupov V.D. Production of high-density materials based on ultra-dispersed silicon nitride powder. *Ogneupory i tekhnicheskaya keramika*, 2010, no. 3, pp. 17–23.
17. Attia M.A.A., Ewais E.M.M. Hot pressed Si₃N₄ ceramics using MgO–Al₂O₃ as sintering additive for vehicle engine parts. *Refractories and Industrial Ceramics*, 2020, vol. 61, no. 4, pp. 384–392.
18. Wang W., Pan Y., Zeng Y.P. et al. Effect of sintering aids content and powder characteristics on gas pressure sintered Si₃N₄ ceramics. *Ceramics International*, 2024, vol. 50, no. 5, pp. 8260–8268.
19. Jiang Q.G., Guo W.M., Liu W. et al. Influence of powder characteristics on hot-pressed Si₃N₄ ceramics. *Science of Sintering*, 2017, vol. 49, no. 1, pp. 81–89.
20. Zhao C.C., Kim M.J., Lee J.W. et al. Mechanical properties and stability of Si₃N₄ ceramics treated by hot isostatic pressing. *Ceramics International*, 2025, vol. 51, no. 24, pp. 41474–41481.
21. Santos C., Strecker K., Baldacim S.A. et al. Influence of additive content on the anisotropy in hot-pressed Si₃N₄ ceramics using grain orientation measurements. *Ceramics International*, 2004, vol. 30, no. 5, pp. 653–659.
22. Perevislov S.N. Mechanism of liquid-phase sintering of silicon carbide and nitride with oxide activating additives. *Steklo i keramika*, 2013, vol. 86, no. 7, pp. 34–38.
23. Perevislov S.N. *Materials based on silicon carbide and nitride with oxide activating additives for structural products*: thesis abstract, Dr Sc. (Tech.). St. Petersburg, 2018, 203 p.
24. Lysenkov A.S. *Structural ceramics based on silicon nitride with the addition of calcium aluminates*: thesis, Cand. Sc. (Tech.). Moscow, 2014, 139 p.
25. Lee H.M., Tatami J., Kim D.K. Microstructural evolution of Si₃N₄ ceramics from starting powders with different α -to- β ratios. *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 2016, vol. 124, no. 8, pp. 800–807.

26. Tatami J., Toyama M., Noguchi K. et al. Effect of TiO_2 and AlN additions on the sintering behavior of the $\text{Si}_3\text{N}_4\text{--Y}_2\text{O}_3\text{--Al}_2\text{O}_3$ System. *Key Engineering Materials*, 2003, vol. 247, pp. 83–86.
27. Yu F.L., Bai Y., Han P.D. et al. Spark plasma sintering of α/β Si_3N_4 ceramics with $\text{MgO--Al}_2\text{O}_3$ and $\text{MgO--Y}_2\text{O}_3$ as sintering additives. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2016, vol. 25, no. 12, pp. 5220–5224.
28. Andreev P., Drozhilkin P., Alekseeva L. et al. Spark plasma sintering of Si_3N_4 ceramics with $\text{Y}_2\text{O}_3\text{--Al}_2\text{O}_3$ (3 %–10 % wt.) as sintering additive. *Coatings*, 2023, vol. 13, no. 2, p. 240.
29. Lysenkov A.S., Ivicheva S.N., Titov D.D. et al. Silicon nitride ceramics with light-melting sintering additive in CaO--TiO_2 system. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2019, vol. 525, no. 1, p. 012080.
30. Satet R.L., Hoffmann M.J., Cannon R.M. Experimental evidence of the impact of rare-earth elements on particle growth and mechanical behavior of silicon nitride. *Materials Science and Engineering: A*, 2006, vol. 422, no. 1–2, pp. 66–76.
31. Marchi J., Guedes e Silva C.C., Silva B.B. et al. Influence of additive system ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{--RE}_2\text{O}_3$, $\text{RE} = \text{Y, La, Nd, Dy, Yb}$) on microstructure and mechanical properties of silicon nitride-based ceramics. *Materials Research*, 2009, vol. 12, pp. 145–150.
32. Tatami J., Chen I.W., Yamamoto Y. et al. Fracture resistance and contact damage of TiN particle reinforced Si_3N_4 ceramics. *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 2006, vol. 114, no. 1335, pp. 1049–1053.
33. Huang J.W., Dong X.F., Lv X.A. et al. Microstructure and mechanical properties of highly dense Si_3N_4 ceramics with $\text{ZrN--AlN--Re}_2\text{O}_3$ ($\text{Re} = \text{Yb, Y, Nd, Ce, La}$) additives. *Ceramics International*, 2024, vol. 50, no. 1, pp. 429–437.
34. Tatami J., Katashima T., Komeya K., Meguro T., Wakiyama T. Electrically conductive CNT-dispersed silicon nitride ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, 2005, no. 88 (10), pp. 2889–2893.

Информация об авторах

Холодова Вероника Владимировна, техник 1 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Вершинин Дмитрий Игоревич, ведущий научный сотрудник, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Щеголева Наталья Евгеньевна, начальник сектора, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Veronika V. Kholodova, First Category Technician, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Dmitry I. Vershinin, Leading Researcher, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Natalia E. Shchegoleva, Head of Sector, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 03.04.2026; одобрена и принята к публикации после рецензирования 22.04.2026.
The article was submitted 03.04.2026; approved and accepted for publication after reviewing 22.04.2026.

Обзорная статья

УДК 621.822:621.891:620.22

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-145-154

ПЕРСПЕКТИВНЫЕ МЕТАЛЛОКОМПОЗИТЫ В ПОДШИПНИКОВЫХ УЗЛАХ: ОБЗОР МАТЕРИАЛОВЕДЧЕСКИХ РЕШЕНИЙ

Часть 1

Е.С. Пастух¹, Н.В. Севостьянов¹, А.А. Шавнев¹

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

Аннотация. Выбор материалов для узлов трения требует комплексного подхода. Традиционно применялись стали, бронзы и чугуны, однако полимеры, благодаря низкому коэффициенту трения и невысокой стоимости, также показали свою эффективность. Тем не менее ресурс полимеров ограничен высокими нагрузками и жесткими условиями эксплуатации. В связи с этим актуальна разработка металломатричных композиционных материалов, уже зарекомендовавших себя в промышленности. Данная статья содержит анализ исследований материалов для подшипниковых узлов за последние 10 лет.

Ключевые слова: коэффициент трения, износ, композиционный материал, подшипники, материаловедение, износостойкость

Для цитирования: Пастух Е.С., Севостьянов Н.В., Шавнев А.А. Перспективные металлокомпозиты в подшипниковых узлах: обзор материаловедческих решений. Часть 1 // Труды ВИАМ. 2026. № 7 (161). С. 145–154. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-145-154.

Review article

PERSPECTIVE METAL COMPOSITES IN BEARING ASSEMBLIES: AN OVERVIEW OF MATERIALS SCIENCE SOLUTIONS

Part 1

E.S. Pastukh¹, N.V. Sevostyanov¹, A.A. Shavnev¹

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 choice of materials for friction units requires an integrated approach. Traditionally, steels, bronzes and cast irons have been used, but polymers, due to their low friction coefficient and low cost, have also shown their effectiveness. However, the polymer life is limited by high loads and harsh operating conditions. In this regard, the development of metal matrix composite materials, which have already proven themselves in industry, is relevant. This article analyzes researches on materials for bearing assemblies over the past 10 years.

Keywords: coefficient of friction, wear, composite material, bearings, material science, wear resistance

For citation: Pastukh E.S., Sevostyanov N.V., Shavnev A.A. Perspective metal composites in bearing assemblies: an overview of materials science solutions. Part 1. *Trudy VIAM*, 2026, no. 7 (161), pp. 145–154. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-145-154.

Введение

На протяжении многих десятилетий не только в России, но и во всем мире разрабатываются новые и модернизируются имеющиеся материалы антифрикционного назначения. Трение – сложный процесс, включающий в себя разного рода факторы, которые могут быть стабильными на протяжении всей эксплуатации узла, а могут варьироваться, что зачастую негативно сказывается на ресурсе ответственного изделия. Изучением процессов, возникающих в процессе трения, занимается трибология. Трибология довольно обширная отрасль в науке, которая также имеет свои разделы. Еще Аристотель в своих трудах по «механике подлунных тел» писал о сопротивлении внешней среды движению тел [1]. Прогнозирование износостойкости при различных видах изнашивания – достаточно сложная задача из-за отсутствия простого и надежного комплекса факторов, связанного с механическими и технологическими характеристиками металлов и сплавов, с внешним действием сил, характером движения и среды [2]. Трибология затрагивает изучение взаимодействия контактирующих твердых тел при взаимном перемещении в различных условиях трения (при повышенных температурах, в жидкостной и сухой средах), а также их износ. Основываясь на трудах исследователей по данной тематике, можно выделить три фундаментальных направления в трибологии:

- повышение экономической выгоды благодаря увеличению износостойкости материала;
- обеспечение высоких показателей энергоемкости и снижение энергетических потерь на трение;
- достижение требуемых значений износостойкости, жесткости, надежности и долговечности трибосопряжений.

При разработке антифрикционного материала должны учитываться будущие механические и эксплуатационные свойства. Большим преимуществом такого материала будет оптимальное сочетание и тех, и других свойств на должном уровне. Однако, как показывает многолетняя практика, подобные требования труднодостижимы. Триботехнические материалы включают различные классы материалов, поэтому это не только композиты, но и различные покрытия и сплавы. Однако в настоящее время актуальны композиционные материалы с металлическими матрицами, которые имеют перспективу в трибологии и доказали свое преимущество в таких ответственных отраслях, как авиационная и космическая.

Эволюция типов подшипников и ключевые эксплуатационные требования к материалам

Для антифрикционных материалов, которые применяются в подшипниковых узлах, ключевыми являются триботехнические параметры: коэффициент трения, линейный износ, износ по массе, износостойкость, скорость и степень изнашивания [3, 4]. Как следствие, при достижении необходимых значений данных величин повышается надежность узлов триботехнического назначения. Узлы трения подразделяют на несколько видов [5]:

- узлы трения покоя, в которых применяются фрикционные материалы, предотвращающие относительное перемещение тел – например, в тормозных системах (коэффициент трения при этом $>0,2$);
- узлы трения скольжения/качения, для которых применяются антифрикционные материалы с коэффициентом трения $<0,2$.

Еще с древних времен использовали системы, схожие с современными узлами трения. Для этого применяли простые материалы и натуральные смазки –

масла растительного и животного происхождения. Только в XVII–XVIII вв. появились первые патенты на подшипник качения и осевой шариковый подшипник, разработанные в Англии [6, 7]. Но в XIX в. начались уже массовые разработки подшипников и внедрение их в узлы трения. Лидерами в то время стали США, Франция и Швеция. В XX в. в данном направлении начали развиваться и другие зарубежные страны – основными компаниями по производству подшипников стали: Svenska Kullagerfabriken (Швеция), Torrington Co, Timken (США), Schaeffler (Германия), NTN, NSK, Koyo (Япония). В таблице приведена краткая классификация по развитию инженерных решений, начиная с древности.

Этапы развития конструкции подшипников

Период	Тип подшипника	Ключевые изобретатели или компании	Примечание
До 1500 г.	Деревянные ролики, втулки	Древний Египет, Рим	Подшипники скольжения и примитивные ролики
1500 г.	Шариковые и роликовые (чертежи)	Леонардо да Винчи	Теоретические конструкции
1794 г.	Осевой шариковый	Philip Vaughan	Получен первый патент
1869–1899 гг.	Радиальный шариковый, конический	Jules Suriray, Henry Timken, Sven Wingquist	Начало применения подшипников современного типа
1907–1930 гг.	Массовое производство	SKF, FAG, Timken	Стандартизация и расчетные методы
С 1950 г. по настоящее время	Керамические, магнитные, интеллектуальные	SKF, Schaeffler, NSK, NASA и др.	Высокотехнологичные решения

Узлы трения скольжения и качения представляют собой подшипники, которые также подразделяются по своей конструкции (см. рисунок). Подшипники трения качения – это подшипники (кольца) с шариками различного диаметра, называемые шариковыми подшипниками. По признаку направления главной воспринимаемой нагрузки их делят на радиальные, радиально-упорные и упорные. Помимо этого, есть роликовые подшипники, которые тоже относятся к группе подшипников качения. Они в свою очередь классифицируются по форме роликов: цилиндрические, конические и т. д. Третий вид подшипников – это подшипники скольжения, которые обычно представляют собой два элемента с соприкасающимися друг с другом поверхностями – корпус и вкладыш/втулка. Такие подшипники применяются в тяжелонагруженных системах, работающих при малых скоростях. Новое направление в разработке подшипников – магнитные подшипники, гибридные и комбинированные опоры [7–9].



Подшипники скольжения (а) и качения (б)

Материал для подшипниковых узлов должен обеспечивать несущую способность и контактную выносливость в заданных условиях: высокое сопротивление усталости при многократном циклическом нагружении (для подшипников качения – контакт Херца, выкрашивание дорожек; для подшипников скольжения – усталостное разрушение антифрикционного слоя), достаточную статическую прочность и жесткость, размерную стабильность при рабочих температурах [4, 8]. Критичны также трение и износ. Необходимо обеспечивать низкий коэффициент трения на рабочих режимах (особенно при граничной и смешанной смазке), высокую износостойкость и стойкость к задирам, хорошую прирабатываемость поверхностей. Для подшипников скольжения дополнительно важны способность материала поглощать твердые частицы и конформность (способность подстраиваться под форму вала без разрушения), что снижает чувствительность к загрязнению и погрешностям монтажа. В подшипниках качения, напротив, требуется высокая твердость и минимизация поверхностных дефектов при сохранении достаточной вязкости, чтобы избежать хрупкого разрушения дорожек [8, 9].

С учетом того, что узлы трения зачастую находятся в агрессивной среде, важны их тепловые и коррозионные свойства. Материал подшипника должен эффективно отводить тепло от зоны контакта (достаточная теплопроводность, допустимая рабочая температура без потери прочности), быть совместимым со смазочным материалом и рабочей средой, обладать коррозионной стойкостью либо допускать нанесение защитных покрытий. Для высокоскоростных и высокотемпературных узлов (турбомашины и др.) все чаще применяют жаростойкие сплавы, металлокерамические и композиционные материалы, способные сохранять структуру и трибологические характеристики при повышенных температурах [10, 11].

Наконец, важны технологичность и экономичность: возможность получения требуемой структуры по выбранной технологии; обрабатываемость, ремонтпригодность и приемлемая стоимость при массовом производстве. В этом контексте перспективные металлокомпозиты для подшипников оценивают не только по трибологическим и механическим характеристикам, но и по совместимости с существующими конструкциями и технологиями изготовления узлов [12].

Традиционные материалы подшипников и предпосылки к использованию металлокомпозитов

Развитие материаловедения в подшипниковой отрасли берет свое начало еще в раннем периоде древних цивилизаций, когда из материалов были доступны лишь древесина, камень и бронза. Однако даже из таких простых материалов старались сделать узлы с высоким показателем скольжения. Это требовалось для самых разных задач – от рукоделия до перемещения крупных и тяжелых предметов. Конструкция подшипников тогда была самой простой, основной акцент делали на смазках – животных или растительных маслах. С развитием человеческого общества увеличивались и его потребности, а значит, появлялись новые идеи, заключающиеся в оптимизации конструкций и повышении эффективности работы. В XIX в. произошла индустриальная революция, в ходе которой появились новые материалы – чугун и баббиты. Их применение стало востребованным в узлах трения из-за хорошей прирабатываемости и работе при граничной смазке. Конструкция подшипниковых узлов также претерпела изменения: появилось понимание о трибологических требованиях на границе «мягкий антифрикционный слой–твердая опора». В конце XIX в. уже начали появляться подшипниковые стали, которые являются актуальными материалами для узлов трения до настоящего времени. Они имеют высокую твердость, прочность и достаточную вязкость, чтобы обеспечивать хорошую контактную выносливость [8, 13]. Параллельно с разработкой

подшипниковых сталей получили развитие работы по поиску пористых и самосмазывающихся материалов: синтерованных бронз, железных и бронзографитовых материалов, пропитанных маслом. Такие материалы нашли применение в малых и тихоходных узлах трения – например, в бытовой технике. В целом с конца XIX до начала XX в. распространяется технология упрочнения материалов путем термической обработки, поэтому стали становятся наиболее подходящими материалами для применения в трибологии и имеют в настоящее время преимущество перед остальными материалами.

Конец XX в. – период, когда в трибологии массово разрабатывались и внедрялись самые разные типы материалов, в том числе полимерные, которые стали инновационным и грандиозным открытием и до сегодняшнего дня остаются перспективными материалами для многих отраслей промышленности. Основные преимущества полимерных материалов – низкий коэффициент трения, коррозионная стойкость, малая масса и работа без смазки. Но, к сожалению, они имеют недостатки: сниженная рабочая температура, ползучесть, меньшая несущая способность по сравнению со сталями и бронзами, что ограничивает применение данных материалов [14–16]. В это же время начали разрабатывать керамические материалы, которые обладают высокой твердостью, малой плотностью, термо- и коррозионной стойкостью. Именно керамические материалы возможно применять в узлах трения, непрерывно работающих при относительно невысоких нагрузках, но с большой скоростью [17, 18]. Одни из самых распространенных в этой категории материалов – нитрид и карбид кремния. Последними инновациями в трибологическом материаловедении считаются материалы с приставкой нано-, а также специальные покрытия, композиционные материалы и аддитивные технологии [19]. Существенный резерв для повышения ресурса связан с инженерией поверхности: модификацией приповерхностного слоя деталей подшипников (колец, тел качения, вкладышей) путем термохимической обработки, нанесения тонких твердых покрытий и твердосмазочных пленок. В материаловедении различают следующие типы покрытий, которые в той или иной степени актуальны для трибологии [12, 20, 21]:

- термохимически модифицированные слои (азотирование, карбонитрирование и др.);
- физико- и химико-вакуумные твердые покрытия (PVD/CVD) на основе нитридов, карбидов, оксидов переходных металлов;
- алмазоподобные углеродные (DLC) покрытия различных типов;
- покрытия с твердыми смазками (MoS_2 , WS_2 , графит, мягкие металлы, полимерные связи);
- градиентные и многослойные системы, в том числе с комбинацией износостойких и смазочных слоев.

Самые распространенные покрытия получены термохимическим способом. Благодаря им повышается прочность поверхностного слоя, а также одновременно снимаются остаточные сжимающие напряжения в основном материале. Покрытия типа PVD/CVD применяются в подшипниках качения при высоких скоростях скольжения, однако такие покрытия довольно хрупкие и высок риск их отслоения. Алмазоподобные покрытия в основном наносят на узлы трения, работающие при граничной смазке и в условиях сухого трения. Твердые смазки в качестве покрытий актуальны в условиях небольшого количества основной смазки, в вакууме и при экстремальных температурах. Покрытия в принципе являются довольно универсальной отраслью в материаловедении. Разработать технологию получения покрытия, которое будет выполнять определенную функцию, возможно практически для любого материала-основы, поэтому в трибологии существует значительное количество разработок, связанных именно с нанесением упрочняющих и износостойких покрытий на уже давно известные марки сталей.

При обилии разного рода материалов исследователи в конце концов начали уделять больше внимания конструкции подшипников. Так появились гибридные подшипники, состоящие из двух и более деталей, схожих или отличающихся по материалам [17]. Таким образом, возникла необходимость в подборе оптимальных и высокоэффективных пар трения. Перед исследователями стоит задача: имея арсенал множества сплавов и композиций, подобрать пары трения с наиболее выгодными эксплуатационными характеристиками под определенный трибологический узел или же тестировать новые технологии обработки имеющихся материалов, проводить модификацию составов и разрабатывать новые технологии (подбирать комплекс условий) изготовления самих узлов.

Основными материалами для тяжело нагруженных подшипников уже многие годы являются стали и их сплавы, причем наибольшее распространение получили высокоуглеродистые хромистые стали марки ШХ, а также хромистые стали марки ЭИ. Несмотря на повышенную прочность и довольно высокую износостойкость сталей, их триботехнические характеристики продолжают повышать с помощью упрочнения поверхности – например, азотирования [22]. Исследования показали, что азотирование сталей снижает коэффициент трения в паре «сталь–сталь» на 5–8 %, а интенсивность изнашивания при контактном давлении до 830 МПа – до 85 %. Однако применение сталей в некоторых узлах трения не всегда выгодно с точки зрения долговечности. Износостойкость материала имеет прочностную основу и от твердости не зависит, поэтому структура оказывает прямое влияние на ее показатели. В связи с этим в ранних исследованиях доказано, что высоколегированные специальные и коррозионностойкие стали не всегда достигают нужного уровня износостойкости из-за небольшой возможности управления структурой на этапе создания материала [2, 23].

Применение подшипников огромно и затрагивает множество отраслей, в том числе и те отрасли (судостроение, сельское хозяйство, авиа- и космическое строение), где материал должен обладать не только хорошими триботехническими показателями, но и стойкостью к окислению в агрессивных средах или при высоких температурах. При таких условиях эксплуатации хорошо зарекомендовали себя цветные сплавы, а именно бронзы. Цветные сплавы на основе меди в большинстве случаев являются антифрикционными материалами. За счет их структуры, которая обладает высокими показателями к сжимающим нагрузкам и теплопроводностью, узлы трения из бронзы исправно работают долгие годы. Распространенными марками бронз в узлах трения являются: оловянистые бронзы БрОЦС5-5-5, БрОЦС6-6-3, БрОЦС4-4-2; алюможелезистые бронзы БрАЖ9-4, БрАЖМц1-3-1,5 и свинцовистые бронзы типа БрС-30. Узлы трения из бронз легки в изготовлении, легко обрабатываются и совместимы с другими материалами. Только в опорных роликах гусеничной тележки экскаватора марки ЭО-5111 используются 24 бронзовые втулки, в поддерживающих роликах – шесть втулок, а в ведущих и направляющихся колесах – до 10 шт. [24].

При этом совершенствование материалов для узлов трения продолжается. В настоящее время стали широко использоваться композиционные материалы (КМ), которые состоят из двух и более самостоятельных материалов, обладающих собственным комплексом физико-механических свойств. Композиционные материалы классифицируют по типу матрицы (металлическая, полимерная, углеродная, керамическая) и армирующих компонентов (слоистые, волокнистые, дисперсно-упрочненные) [25].

Более распространенными являются подшипники, изготовленные с применением керамических КМ, которые сочетают высокую износостойкость с твердостью и теплостойкостью [26]. Обычно за основу берут неоксидную керамику – нитрид или карбид кремния. Однако керамические КМ для подшипников являются довольно хрупким

материалом, что делает их применение в тяжело нагруженных узлах трения невозможным. Российские керамические подшипники на основе SiC имеют предел прочности при изгибе в диапазоне 220–550 МПа, а коэффициент теплопроводности при 100 °С составляет 70–180 Вт/(м·К) [27].

Если рассматривать крупногабаритные машины, в которых узлы трения работают в тяжелых условиях, то керамические КМ не всегда возможно применять, поэтому на первый план выходят металлические КМ (МКМ). Они более прочные и имеют запас вязкости, что дает им преимущество в сроке эксплуатации. Но следует учесть, что пара «металл–металл» при сухом трении – одна из самых «жестких» пар, имеющая свои недостатки. При трении двух металлических элементов при циклических нагрузках и высоких скоростях образуются дефекты, которые препятствуют дальнейшей работе узла. Одним из решений при этом является добавление смазочного материала. Но иногда конструкция узла этого не предусматривает, что оставляет открытым вопрос выбора материалов для пары трения. Дисперсно-упрочненные МКМ – одни из популярных материалов в трибологии. В ведущих институтах России ведутся разработки МКМ на основе металлических матриц, которые зарекомендовали себя как наиболее подходящие антифрикционные материалы. Оптимальным вариантом для решения поставленной задачи являются КМ с Co–Ni матрицей. Система Co–Ni образует твердые растворы, максимальная прочность которых выше прочности индивидуальных компонентов. Матричные КМ системы Co–Ni перспективны при изготовлении подшипников скольжения, работающих при высоких нагрузках и скоростях, так как даже при повышении температуры рассматриваемые материалы сохраняют удовлетворительные показатели триботехнических характеристик [28].

При разработке новых материалов всегда учитывается их востребованность и экономическая целесообразность. Безусловно, получение нового состава дает ряд преимуществ, которые могут пригодиться в определенной отрасли, однако этот процесс многоэтапный и требует участия со стороны специалистов из смежных областей.

Заключения

Материаловедение в области триботехники обширно и имеет ряд проблем, которые необходимо решать комплексно. Узлы трения присутствуют практически во всех сферах деятельности человека, что делает разработку новых триботехнических материалов актуальной. В первой части статьи рассмотрены аспекты эволюции подшипниковых узлов и материалов для них с историческим уклоном. Успех в разработке нового антифрикционного материала отчасти зависит от предшествующего опыта исследователей и их идей. Обращая внимание на развитие составов, можно оценить перспективу текущих исследований и скорректировать курс поиска.

С развитием человечества развиваются и идеи в области авиации, машиностроения, ракетостроения и других ответственных отраслей. Но вместе с этим усложняются конфигурации узлов. Одной из первостепенных целей исследователей является эффективность и оптимизация процессов, однако не всегда получается совместить данные показатели с малыми габаритами и простотой исполнения изделий. Поэтому разработка новых КМ позволяет комбинировать уже существующие материалы, повышая комплекс физических и механических свойств, а также не усложнять конструкцию самого узла.

Во второй части статьи предполагается рассмотреть методы получения МКМ, востребованность и экономическую целесообразность таких материалов на рынке, а также проанализировать разработки как отечественных, так и зарубежных исследователей за последние 10 лет.

Список источников

1. Скорнякова Л.В., Минеев-Ли В.Е., Исмаилов Г.М. Перспективные направления современной трибологии // Моя профессиональная карьера. 2019. Т. 2. № 5. С. 156–162.
2. Петровский В.А., Рубан А.Р., Хоменко Т.В., Мельников А.В. Износостойкость и совместимость исследуемых материалов для шарнирного узла черпаковой цепи // Вестник Астраханского государственного технического университета. Сер.: Морская техника и технология. 2023. № 3. С. 7–18. DOI: 10.24143/2073-1574-2023-3-7-18.
3. ГОСТ 27674–88. Трение, изнашивание и смазка. Термины и определения. М.: Стандартинформ, 1988. 20 с.
4. Бурковская Н.П., Севостьянов Н.В. Металлокерамические композиционные материалы для подшипников скольжения (обзор) // Труды ВИАМ. 2023. № 3 (121). С. 84–94. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 21.01.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-3-84-94.
5. Берковский И.И., Громаковский Д.Г. Трибология. Физические основы, механика и технические приложения: учеб. для вузов / под ред. Д.Г. Громаковского. Самара: Самарский ГТУ, 2000. 268 с.
6. Dowson D. History of Tribology. 2nd ed. London: Professional Engineering Publishing, 1998. 768 p.
7. Harris T.A., Kotzalas M.N. Rolling Bearing Analysis. 5th ed. Boca Raton: CRC Press, 2006. 760 p.
8. Крагельский И.В., Комбалов В.С. Трение, износ и смазка (Трибология). М.: Машиностроение, 1978. 263 с.
9. Крагельский И.В., Добычин М.Н., Комбалов В.С. Основы расчета на трение и износ. М.: Машиностроение, 1977. 526 с.
10. Каблов Е.Н. Авиационное материаловедение в XXI веке. Перспективы и задачи // Авиационные материалы. Избранные труды ВИАМ 1932–2002. М.: МИСИС – ВИАМ, 2002. С. 23–47.
11. Севостьянов Н.В., Бурковская Н.П. Современные аспекты развития триботехнического материаловедения тяжело нагруженных узлов сухого трения (обзор) // Труды ВИАМ. 2022. № 10 (116). С. 76–89. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 19.01.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-10-76-89.
12. Севостьянов Н.В., Буданова Е.С., Хватов В.Д., Фомичев А.Н. Триботехнические особенности металлических композиционных материалов, армированных нитридами // Труды ВИАМ. 2025. № 2 (144). С. 100–111. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 19.01.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-2-100-111.
13. Modern Tribology Handbook: in 2 vols / B. Bhushan. Boca Raton: CRC Press, 2001. 1760 p.
14. ASM Handbook. Materials Park, OH: ASM International, 1992. Vol. 18: Friction, Lubrication, and Wear Technology. 944 p.
15. Harnoy A. Bearing Design in Machinery: Engineering Tribology and Lubrication. Boca Raton: CRC Press, 2003. 664 p.
16. Polymer Composites for Tribological Applications / K. Friedrich. Amsterdam: Elsevier, 1989. 430 p.
17. Friedrich K., Schlarb A.K. Tribology of Polymeric Nanocomposites. 2nd ed. Amsterdam: Elsevier, 2013. 533 p.
18. Каблов Е.Н., Гращенков Д.В., Исаева Н.В., Солнцев С.С. Перспективные высокотемпературные керамические композиционные материалы // Российский химический журнал. 2010. Т. 54. № 1. С. 20–24.
19. Tribology of Mechanical Systems / S. Jahanmir, H. Heshmat, K.L. Doelling. New York: ASME Press, 1999. 336 p.
20. Advanced Tribology / J.S.C. Jang, H. Weng-Sing. Berlin: Springer, 2009. 1056 p.
21. ASM Handbook. Materials Park, OH: ASM International, 1994. Vol. 5: Surface Engineering. 1039 p.
22. Балякин В.Б., Филиппов А.А., Долгих Д.Е. Повышение износостойкости шарнирных сферических подшипников за счет азотирования // Известия Самарского научного центра РАН. 2025. Т. 27. № 3. С. 40–45. DOI: 10.37313/1990-5378-2025-27-3-40-45.
23. Севальнев Г.С., Севальнева Т.Г., Колмаков А.Г., Дульнев К.В., Крылов С.А. Исследование триботехнических характеристик коррозионностойких сталей с различным механизмом объемного упрочнения // Труды ВИАМ. 2021. № 10 (104). С. 3–11. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 23.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-10-3-11.

24. Orikbai A.K., Toigonbaev S.K. Adaptations for restoration of bearings of sliding // International journal of professional science. 2019. No. 11. P. 155–162.
25. Hutchings I.M., Shipway P. Tribology: Friction and Wear of Engineering Materials. 2nd ed. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2017. 412 p.
26. Сильченко О.Б. Исследование керамического подшипника скольжения с одновременным вращением наружного и внутреннего колец // СТИН. 2023. № 11. С. 12–15.
27. Куличков С.В. Обзор исследований керамических подшипников на предмет возможности их применения в технологических и энергетических машинах // Научные труды Дальрыбвтуза, 2020. Т. 54. № 4. С. 43–49.
28. Фарафонов Д.П., Мигунов В.П., Алешина Р.Ш. Исследование триботехнических характеристик материалов, применяемых для упрочнения бандажных полок рабочих лопаток турбин ГТД // Авиационные материалы и технологии. 2016. № S1 (43). С. 24–30. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-S1-24-30.

References

1. Skornyakova L.V., Mineev-Li V.E., Ismailov G.M. Promising Directions in Modern Tribology. *Moya professionalnaya karyera*, 2019, vol. 2, no. 5, pp. 156–162.
2. Petrovsky V.A., Ruban A.R., Khomenko T.V., Melnikov A.V. Wear Resistance and Compatibility of the Studied Materials for the Bucket Chain Hinge Unit. *Vestnik Astrakhanskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta. Ser.: Morskaya tekhnika i tekhnologiya*, 2023, no. 3, pp. 7–18. DOI: 10.24143/2073-1574-2023-3-7-18.
3. State Standard 27674–88. *Friction, Wear and Lubrication. Terms and Definitions*. Moscow: Standartinform, 1988, 20 p.
4. Burkovskaya N.P., Sevostyanov N.V. Cermets for plain bearings (review). *Trudy VIAM*, 2023, no. 3 (121), pp. 84–94. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: January 21, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-3-84-94.
5. Berkovsky I.I., Gromakovsky D.G. *Tribology. Physical principles, mechanics and technical applications: textbook for universities*. Ed. D.G. Gromakovsky. Samara: Samara State Technical Univ., 2000, 268 p.
6. Dowson D. *History of Tribology*. 2nd ed. London: Professional Engineering Publishing, 1998, 768 p.
7. Harris T.A., Kotzalas M.N. *Rolling Bearing Analysis*. 5th ed. Boca Raton: CRC Press, 2006, 760 p.
8. Kragelskii I.V., Kombalov V.S. *Friction, Wear, and Lubrication (Tribology)*. Moscow: Mashinostroenie, 1978, 263 p.
9. Kragelskii I.V., Dobychin M.N., Kombalov V.S. *Fundamentals of Friction and Wear Calculation*. Moscow: Mashinostroenie, 1977, 526 p.
10. Kablov E.N. Aviation Materials Science in the 21st Century. Prospects and Challenges. *Aviation Materials. Selected Works of VIAM 1932–2002*. Moscow: MISIS – VIAM, 2002, pp. 23–47.
11. 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), pp. 76–89. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: January 19, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-10-76-89.
12. Sevostyanov N.V., Budanova E.S., Khvatov V.D., Fomichev A.N. Tribotechnical features of metal composite materials reinforced with nitrides. *Trudy VIAM*, 2025, no. 2 (144), pp. 100–111. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: January 19, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-2-100-111.
13. *Modern Tribology Handbook*: in 2 vols. Ed. B. Bhushan. Boca Raton: CRC Press, 2001, 1760 p.
14. *ASM Handbook*. Materials Park, OH: ASM International, 1992, vol. 18: Friction, Lubrication, and Wear Technology, 944 p.
15. Harnoy A. *Bearing Design in Machinery: Engineering Tribology and Lubrication*. Boca Raton: CRC Press, 2003, 664 p.

16. *Polymer Composites for Tribological Applications*. Ed. K. Friedrich. Amsterdam: Elsevier, 1989, 430 p.
17. Friedrich K., Schlarb A.K. *Tribology of Polymeric Nanocomposites*. 2nd ed. Amsterdam: Elsevier, 2013, 533 p.
18. Kablov E.N., Grashchenkov D.V., Isaeva N.V., Solntsev S.S. Promising high-temperature ceramic composite materials. *Rossiyskiy khimicheskiy zhurnal*, 2010, vol. 54, no. 1, pp. 20–24.
19. *Tribology of Mechanical Systems*. Ed. S. Jahanmir, H. Heshmat, K.L. Doelling. New York: ASME Press, 1999, 336 p.
20. *Advanced Tribology*. Eds. J.S.C. Jang, H. Weng-Sing. Berlin: Springer, 2009, 1056 p.
21. *ASM Handbook*. Materials Park, OH: ASM International, 1994, vol. 5: Surface Engineering, 1039 p.
22. Balyakin V.B., Filippov A.A., Dolgikh D.E. Increasing the wear resistance of spherical plain bearings through nitriding. *Izvestiya Samarskogo nauchnogo tsentra RAN*, 2025, vol. 27, no. 3, pp. 40–45. DOI: 10.37313/1990-5378-2025-27-3-40-45.
23. Sevalnev G.S., Sevalneva T.G., Kolmakov A.G., Dulnev K.V., Krylov S.A. Study of the tribotechnical characteristics of corrosion-resistant steels with different mechanisms of volumetric hardening. *Trudy VIAM*, 2021, no. 10 (104), pp. 3–11. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 23, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-10-3-11.
24. Orikbai A.K., Toigonbaev S.K. Adaptations for restoration of bearings of sliding. *International journal of professional science*, 2019, no. 11, pp. 155–162.
25. Hutchings I.M., Shipway P. *Tribology: Friction and Wear of Engineering Materials*. 2nd ed. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2017, 412 p.
26. Silchenko O.B. Study of a ceramic plain bearing with simultaneous rotation of the outer and inner rings. *STIN*, 2023, no. 11, pp. 12–15.
27. Kulichkov S.V. Review of studies of ceramic bearings for the possibility of their application in technological and power machines. *Nauchnye trudy Dalrybvtuza*, 2020, vol. 54, no. 4, pp. 43–49.
28. Farafonov D.P., Migunov V.P., Aleshina R.Sh. Tribotechnical characteristics research of materials used for gas turbine engines blade shroud hardening. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2016, no. S1, pp. 24–30. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-S1-24-30.

Информация об авторах

Пастух Екатерина Сергеевна, инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Севостьянов Николай Владимирович, начальник сектора, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Шавнев Андрей Александрович, заместитель начальника Научно-исследовательского отделения, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Ekaterina S. Pastukh, Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Nikolay V. Sevostyanov, Head of Sector, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

Статья поступила в редакцию 03.04.2026; одобрена и принята к публикации после рецензирования 10.04.2026.

The article was submitted 03.04.2026; approved and accepted for publication after reviewing 10.04.2026.

Обзорная статья

УДК 543.51:669.294

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-155-166

СОВРЕМЕННЫЕ СТЕКЛОПЛАСТИКОВЫЕ ТРУБЫ: МАТЕРИАЛЫ, СВОЙСТВА, ТЕХНОЛОГИИ ИЗГОТОВЛЕНИЯ И ОБЛАСТИ ПРИМЕНЕНИЯ (обзор)

Д.А. Мельников¹, А.Ю. Албагачиев², А.В. Славин¹, А.А. Рыбин¹, А.В. Хрульков¹

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

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт машиноведения им. А.А. Благонравова Российской академии наук», Москва, Россия; info@imash.ru

Аннотация. Рассмотрены материалы, свойства, технологии изготовления и области применения стеклопластиковых труб. Представлены основные виды технологий изготовления стеклопластиковых труб и отрасли, в которых они применяются. Приведены основные свойства стеклопластиковых труб. Показано, что одной из важных причин снижения прочностных характеристик является пористость. Поры являются концентраторами напряжений и снижают диффузионную стойкость. Для снижения пористости предложен способ намотки с применением вибровоздействия.

Ключевые слова: стеклопластиковые трубы, связующие, наполнители, свойства, намотка, пористость, вибрационное воздействие

Для цитирования: Мельников Д.А., Албагачиев А.Ю., Славин А.В., Рыбин А.А., Хрульков А.В. Современные стеклопластиковые трубы: материалы, свойства, технологии изготовления и области применения (обзор) // Труды ВИАМ. 2026. № 7 (161). С. 155–166. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-155-166.

Review article

MODERN FIBERGLASS PIPES: MATERIALS, PROPERTIES, MANUFACTURING TECHNOLOGIES AND APPLICATIONS (review)

D.A. Melnikov¹, A.Yu. Albagachiev², A.V. Slavin¹, A.A. Rybin¹, A.V. Khrulkov¹

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

²Mechanical Engineering Research Institute of the Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia; info@imash.ru

Abstract. This article examines the materials, properties, manufacturing technologies and applications of fiberglass pipes. There are presented main types of fiberglass pipe manufacturing technologies and the industries, in which they are applied. The article gives the main properties of fiberglass pipes, highlighting that porosity is the significant reason for reduced strength properties. Pores act as stress concentrators and reduce diffusion resistance. A winding method using vibration is proposed to reduce porosity.

Keywords: fiberglass pipes, binders, fillers, properties, winding, porosity, vibration

For citation: Melnikov D.A., Albagachiev A.Yu., Slavin A.V., Rybin A.A., Khrulkov A.V. Modern fiberglass pipes: materials, properties, manufacturing technologies and applications (review). *Trudy VIAM*, 2026, no. 7 (161), pp. 155–166. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-155-166.

Введение

Полимерные композиционные материалы (ПКМ) все шире применяются в самых различных областях и их потребление постоянно растет [1–3].

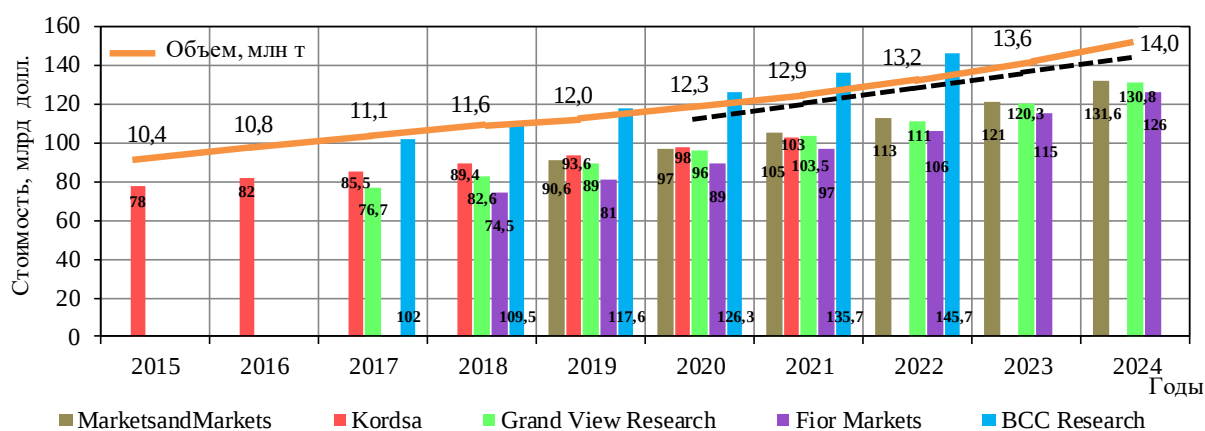


Рис. 1. Оценка мирового рынка полимерных композиционных материалов [4]

На рис. 1 показан рост применения ПКМ по оценкам различных экспертов. На рис. 2 представлена структура рынка ПКМ по типам армирующего волокна и полимерной матрицы. Доля рынка стекловолокна в 2024 г. в общем объеме композитов составила 87 %, а в строительстве достигла ~31 %.

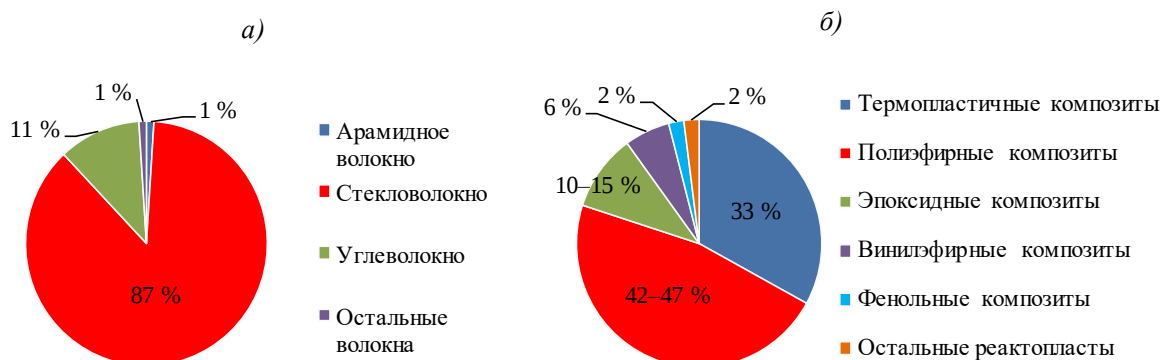


Рис. 2. Структура рынка полимерных композитов по типам армирующего волокна (а) и полимерной матрицы (б) [4]

В настоящее время продолжают работы по созданию новых композиционных материалов и проводятся исследования по изучению их технологических и эксплуатационных свойств [5–7].

Большой объем конструкций из ПКМ изготавливают из стеклопластиков, что объясняется теми свойствами, которыми они обладают:

- высокие удельные механические свойства – прочность при растяжении 150–750 МПа, а у однонаправленных стеклопластиков может превышать и 1700 МПа, модуль упругости 15–55 ГПа;
- высокая устойчивость к воздействию кислот и щелочей;
- объемное электрическое сопротивление 10^{12} – 10^{14} Ом·см, диэлектрическая проницаемость 3,5–5,0 [8].

Для современной инфраструктуры – нефтегазопроводов, систем водоснабжения и водоотведения, химической промышленности и энергетики – требуются трубопроводы, устойчивые к коррозии, агрессивным средам, обладающие долгим сроком службы, легкостью монтажа и эксплуатации [9–12].

Стеклопластиковые трубы (композиты на основе стекловолокна и полимерной матрицы), особенно изготовленные методом непрерывной намотки, являются основной альтернативой традиционным металлическим и железобетонным трубам.

Первая стеклопластиковая труба была изготовлена в 1961 г. (рис. 3) и она до сих пор эксплуатируется в деривационном водоводе в сложных условиях окружающей среды, хотя прошло уже более 65 лет [13].



Рис. 3. Фотография стеклопластиковой трубы, изготовленной в 1961 г.

Стеклопластиковые трубы, представляют собой композитные конструкции на основе полимерной матрицы, армированной стекловолокном, и разработаны из-за острой потребности в коррозионностойких и долговечных трубопроводных системах. В середине XX в. их промышленное применение неразрывно связано с развитием химии термореактивных смол (прежде всего – эпоксидных и полиэфирных) и технологий переработки стекловолокна. Первооткрывателем стала американская компания Ameron, разработавшая в 1960-х гг. первые напорные трубы для нефтедобычи, способные работать при давлении до 30 МПа в агрессивных средах, содержащих сероводород (H_2S) и солевые рассолы. Эта технологическая революция позволила решить проблему катастрофической коррозии стальных трубопроводов, особенно актуальную для транспортировки агрессивных сред. К 1980-м гг. стеклопластиковые трубы перешли из категории экзотических решений в разряд стандартизованных изделий, чему способствовала разработка международных (ISO, ASTM) и национальных (ГОСТ) стандартов, регламентирующих их производство и применение.

Таким образом, применение в будущем стеклопластиковых труб в различных отраслях – только вопрос времени [14–17].

Материалы и технология

Для изготовления стеклопластиков применяются различные связующие (в основном – полиэфирные и эпоксидные), а в качестве наполнителей используются стеклонити и стекложгуты, при этом основным видом изготовления является намотка [18, 19].

Для стеклопластиковой трубы, изготавливаемой методом непрерывной намотки, применяются следующие материалы:

- непрерывный стеклоровинг E-glass, который широко используется в производстве стеклопластиковых изделий, обладает высокой прочностью и хорошей адгезией к полимерным матрицам; угол 3–5 градусов обеспечивает оптимальную ориентацию волокон для восприятия осевых и кольцевых нагрузок;
- рубленый стеклоровинг, который используется для армирования структурного слоя и обеспечивает хорошую вязкость, а также повышает прочность при сдвиге;

– кварцевый песок, который используется в качестве наполнителя для снижения стоимости и придания плотности структурному слою, обеспечивает достаточную прочность и износостойкость; фракция песка 0,2–0,8 мм обеспечивает оптимальное соотношение между прочностью и технологичностью;

– ненасыщенная полиэфирная смола, главными параметрами которой являются вязкость 450 ± 50 мПа·с (при температуре 25 °С) и время гелеобразования 23 ± 2 мин.

Виды намотки и другие способы изготовления стеклопластиковых труб

По видам укладки материала при намотке можно дать следующую классификацию:

– *спирально-кольцевая* – укладочный механизм перемещается вдоль оси вращающейся оправки, обеспечивая укладку непрерывных волокон по винтовым траекториям (рис. 4). Угол армирования регулируется соотношением скорости вращения мандрели и поступательного движения укладчика – от 5 до 88 градусов относительно оси трубы. Такая укладка позволяет получать трубы устойчивые к высокому давлению;

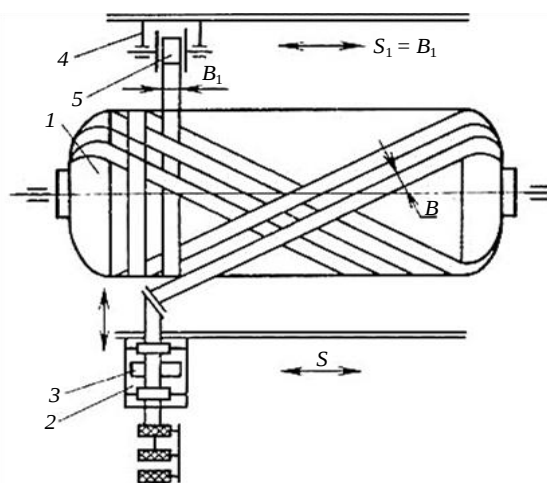


Рис. 4. Схема спирально-кольцевой намотки: 1 – оправка; 2, 3 – вертлюг для продольных лент; 4 – подвижная каретка с катушками для кольцевой намотки; 5 – катушки для кольцевой ленты

– *продольно-поперечная* – стеклянная лента с нахлестом укладывается на оправку с одновременной прикаткой роликом (рис. 5). Такая схема обеспечивает плотную укладку и минимальную толщину слоя связующего между волокнами;

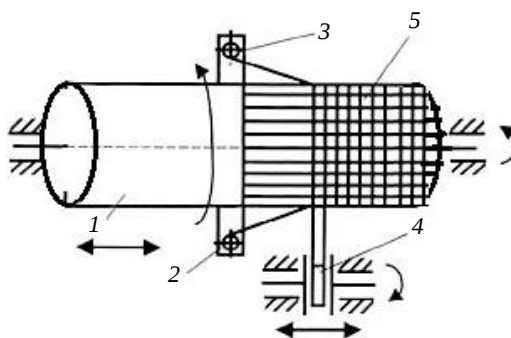


Рис. 5. Схема продольно-поперечной намотки. 1 – оправка; 2, 3 – вертлюг для продольных лент; 4 – катушки для кольцевой ленты; 5 – намотанный слой

– *поперечная (кольцевая)* – препрег в виде лент укладывается в плоскости, перпендикулярной оси вращения оправки;

– *продольная (осевая)* – арматура укладывается вдоль оси изделия.

Содержание стекловолокна достигает 75–85 % (по массе).

Рассмотрим другие способы изготовления труб:

– центробежное формование применяется преимущественно для безнапорных и слабонапорных труб большого диаметра (канализация, коллекторы). Связующее с рубленым волокном (и часто песком) заливается во вращающуюся форму, где под действием центробежных сил формируется плотная, часто многослойная стенка (рис. 6). Такая технология характеризуется высокой производительностью и хорошей геометрической точностью, но ограниченной прочностью;

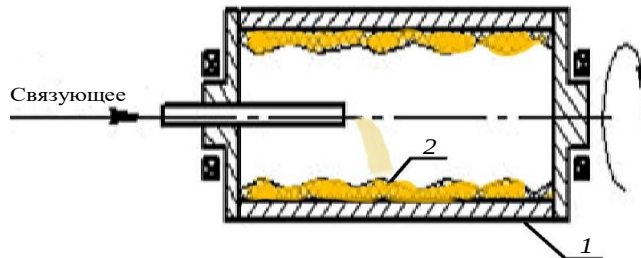


Рис. 6. Центробежное формование: 1 – оправка; 2 – связующее

– другим видом технологии является *пултрузия*, которая используется для труб относительно малых диаметров постоянного сечения (опоры, корпуса). Процесс заключается в непрерывном протягивании пропитанных волокон через нагретую фильеру. Получают изделия с высоким содержанием волокна и отличными продольными характеристиками, но небольшой кольцевой прочностью. Схема пултрузионной установки представлена на рис. 7;

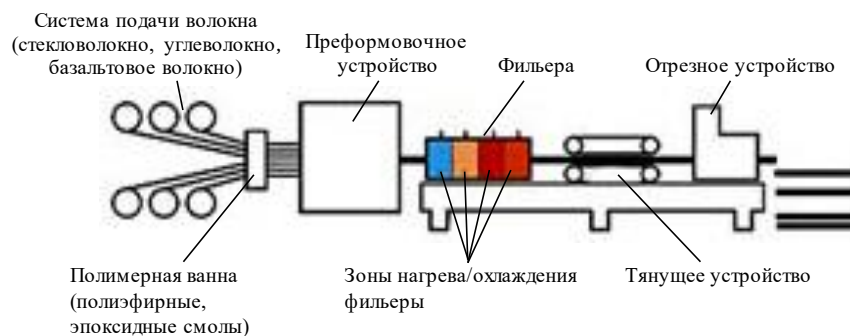


Рис. 7. Схема пултрузионной установки

– *аддитивные методы* (включая 3D-печать) позволяют создавать сложные геометрические формы с высокой точностью. Для стеклопластиковых труб это может означать возможность изготовления изделий с нестандартными сечениями, встроенными элементами или переменной толщиной стенки. Технологии FDM (Fused Deposition Modeling) или SLS (Selective Laser Sintering) с использованием композиционных материалов на основе стекловолокна и полимеров могут стать решением для прототипирования и мелкосерийного производства. Преимущества включают сокращение времени на подготовку производства и минимизацию отходов.

Отдельно рассмотрим процесс непрерывной намотки. *Непрерывная (филаментная) намотка* – основная технология для изготовления напорных труб средних и больших диаметров (50–4000 мм), при которой непрерывные нити стеклоровинга, пропитанные связующим, укладываются на вращающуюся оправку (мандрел) под заданным углом и натяжением.

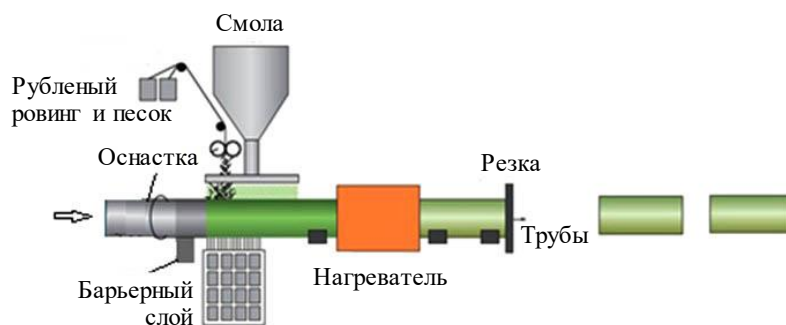


Рис. 8. Схема непрерывной намотки

Технология непрерывной намотки (рис. 8) хорошо освоена в РФ и за рубежом. На рис. 9 представлено фото стеклопластиковой трубы, изготовленной по технологии непрерывной намотки.



Рис. 9. Стеклопластиковая труба, изготовленная по технологии непрерывной намотки

Технология изготовления стеклопластиковой трубы методом непрерывной намотки определяется ее конструктивной особенностью. Схема слоев стеклопластиковой трубы и ее структура приведены на рис. 10.

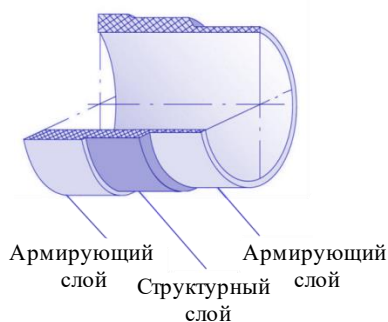


Рис. 10. Схема слоев стеклопластиковой трубы

Основанием для намотки композита служит оправка, которая может быть изготовлена из стали, алюминия или композиционных материалов. На рис. 10 показаны слои стеклопластиковой трубы:

– внутренний барьерный слой предотвращает проникновение связующего в оправку и обеспечивает гладкую поверхность для последующих слоев, содержит стеклоровинг, намотанный под углом 5 градусов. Этот слой толщиной 4–10 мм обеспечивает прочность и жесткость трубы под действием внутренних и внешних нагрузок;

– средний структурный слой (массовая доля песка 60 %) толщиной 4–80 мм обеспечивает необходимую толщину и жесткость стенки трубы, наполнение песком снижает стоимость и плотность композита;

– внешний армирующий слой толщиной 4–10 мм (угол намотки непрерывного стекловолокна 5 градусов) обеспечивает прочность и жесткость трубы под действием внутренних и внешних нагрузок. Оптимальный угол намотки 5 градусов обеспечивает максимальную прочность при кольцевых нагрузках. Наружный слой покрыт полимерным связующим для защиты от ультрафиолета и влаги.

Изготовление труб по технологии непрерывной намотки предусматривает постоянное армирование будущей трубы стекловолокном по окружности при продвижении оправки. Эта технология позволяет получать более качественный продукт по более низкой цене. При этом создается очень плотный ламинат, в котором максимально используется потенциал трех основных видов сырья: непрерывного ровинга из стекловолокна, рубленого ровинга и кварцевого песка, которые обеспечивают высокую прочность при кручении и осевом армировании, а песчаный наполнитель повышает жесткость за счет увеличения толщины. Благодаря системе подачи смол, на оборудовании можно наносить специальную внутреннюю полимерную прослойку для защиты от сильной коррозии, используя при этом стандартную смолу для структурной и внешней частей ламината. Для повышения износостойкости, химической стойкости и улучшения внешнего вида трубы можно использовать другие материалы, например стеклянную или полиэфирную пленку.

Установка для непрерывной намотки состоит из цельной стальной оправки, поддерживаемой цилиндрическими балками. При вращении балок стальная лента натягивается за счет трения, а роликовый подшипник позволяет ленте двигаться в продольном направлении, благодаря чему вся оправка непрерывно движется по спиральной траектории к выходному узлу. По мере вращения оправки на нее непрерывно с помощью электронных датчиков подаются композиционные материалы в точных количествах. Сначала наносится разделительная пленка, затем – стекловолокно различных форм и узоров, пропитанное матрицей из полиэфирной смолы. Конструкционные слои состоят только из стекла и смолы, а средний слой – из рубленого стекловолокна, кварцевого песка и смолы. После того как труба сформирована на оправке, ее отверждают, а затем обрезают до нужной длины. Концы трубы калибруют под муфту.

На рис. 11 показана установка для изготовления стеклопластиковых труб.



Рис. 11. Установка для непрерывной намотки стеклопластиковых труб

Свойства стеклопластиковых труб

Рассмотрим, какие свойства имеют стеклопластиковые трубы.

Рабочее давление (Pressure Nominal – PN) – стандартизованный ряд (PN4, PN6, PN10, PN16, PN25), указывающий на максимально допустимое рабочее давление при

температуре 20 °С – например, параметр PN16 соответствует давлению 16 бар (1,6 МПа). Выбор параметра PN зависит от гидравлического расчета системы. Долговременные (Long Term Hydrostatic Pressure – LTHP) и кратковременные (Rapid Tank Pressure – RTP) испытания материала доказывают способность выдерживать рабочее давление в течение всего срока службы (50 лет и более) без разрушения или существенной деформации.

Прочность при растяжении и сжатии критична для напорных труб:

- для эпоксидных стеклопластиковых труб высокого давления при растяжении 180–240 МПа, при сжатии 200–300 МПа;
- для полиэфирных труб с песком при растяжении 80–120 МПа, при сжатии 150–200 МПа.

Ударная вязкость (по Шарпи) важна для стойкости к транспортировке и монтажу в диапазоне значений 70–120 кДж/м² [11].

Кольцевая жесткость (Stiffness Nominal – SN) определяет способность трубы сопротивляться внешним нагрузкам (грунта, транспорта) без чрезмерной деформации. Кольцевая жесткость выражается в Н/м² (ГОСТ Р 54560–2015: SN2500, SN5000, SN10000) или в psi (ASTM: PS20, PS40, PS80). Например, SN10000 означает, что труба выдерживает внешнюю нагрузку, вызывающую деформацию не более 5 % при нагрузке 10000 Н/м². Для разных условий эксплуатации предъявляются различные требования к кольцевой жесткости – например, классов SN5000 и SN10000. Требуется строгое соответствие заявленному классу, так как отклонения от нормы могут привести к потере несущей способности трубы и аварийным ситуациям. Обеспечение кольцевой жесткости позволяет применять трубы в различных условиях прокладки, включая подземную бестраншейную прокладку, надземную прокладку с опорами и подводную эксплуатацию. Подбор труб с соответствующей кольцевой жесткостью требует учета геологических условий, глубины заложения и предполагаемых нагрузок.

Температурный рабочий диапазон эксплуатации труб определяется типом связующего: полиэфирные смолы общего назначения работоспособны от –60 до +80 °С, винилэфирные – от –60 до +110 °С, эпоксидные – от –60 до +130 °С. Однако длительное воздействие температур, близких к верхнему пределу, приводит к деградации матрицы и снижению прочности.

Химическая стойкость – характеризует способность материала сохранять свои физико-механические свойства при длительном контакте с транспортируемой средой, а также критична для труб, используемых при транспортировке агрессивных сред, таких как кислоты, щелочи, растворители, нефть. Разрушение материала под действием химически активной среды может происходить в результате коррозии, растворения, набухания или других химических реакций. Материалы обязательно должны тестироваться на стойкость к конкретным транспортируемым средам при рабочих температурах и концентрациях. Потеря прочности не должна превышать 20–30 % после длительной экспозиции. Важно учитывать изменение не только прочности, но и других параметров, таких как модуль упругости и температурный коэффициент линейного расширения.

Диффузионная стойкость – характеризует способность материала препятствовать проникновению транспортируемой среды через стенку трубы, что особенно важно для газов и летучих углеводородов, так как проникновение среды может приводить к утечкам, загрязнению окружающей среды и снижению давления в системе. Диффузия зависит от пористости материала, типа полимера и характеристик транспортируемой среды. Недопустимо чрезмерное проникновение среды через стенку трубы. Коэффициент проницаемости должен быть ниже установленных норм. Высокая диффузионная стойкость гарантирует герметичность трубопровода, отсутствие утечек транспортируемой среды и

сохранение ее чистоты. Для достижения высокой диффузионной стойкости необходимо применять материалы с низкой пористостью и создавать барьерные слои, препятствующие проникновению газов и жидкостей.

Стойкость к ползучести – характеризует способность материала сохранять свою форму и размеры под действием постоянной нагрузки в течение длительного времени, что особенно важно для трубопроводов, эксплуатируемых под высоким давлением и при повышенных температурах, где деформации ползучести могут приводить к изменению геометрической формы трубы и снижению ее пропускной способности. Обеспечение высокой стойкости к ползучести позволяет использовать трубы в системах, работающих под постоянной нагрузкой, гарантируя сохранение их геометрической формы и функциональности в течение всего срока эксплуатации. Для достижения высокой стойкости к ползучести необходимо использовать материалы с высокой термостойкостью и низкой скоростью релаксации напряжений.

Области применения стеклопластиковых труб

Актуальность применения стеклопластиковых труб, полученных методом непрерывной намотки, перед металлическими и железобетонными трубами определяют следующие основные преимущества:

- выдающаяся коррозионная стойкость – не подвержены ржавчине, электрохимической коррозии, устойчивы к широкому ряду химикатов;
- высокая удельная прочность (прочность/масса), поэтому снижаются затраты на транспортировку и монтаж;
- долговечность – срок службы более 50 лет при правильной эксплуатации;
- экологическая безопасность – инертность и отсутствие выделения вредных веществ.

Благодаря тем свойствам, которые присущи стеклопластику по сравнению с металлом или железобетоном, стеклопластиковые трубы нашли широкое применение в различных отраслях промышленности.

Так, в нефтегазовой отрасли они обеспечивают надежную работоспособность при воздействии высоких давлений и агрессивных сред, применяются в наземных и подземных трубопроводах для сырой нефти, газового конденсата, пластовой воды, ингибиторов коррозии. Успешно используются для насосно-компрессорных труб в добывающих скважинах и технологических линиях на нефтеперерабатывающих заводах.

В жилищно-коммунальном хозяйстве стеклопластиковые трубы используются в магистральных и распределительных сетях холодного и горячего водоснабжения, в безнапорной и напорной канализации, ливневых стоках, в системах пожаротушения и мелиорации.

В отличие от металлических материалов, полимерные композиты, используемые в стеклопластиковых трубах, не подвержены электрохимической коррозии, так как не содержат свободных электронов, обеспечивающих протекание окислительно-восстановительных реакций на поверхности материала. Это устраняет необходимость в катодной защите и других методах предотвращения коррозии. Полимерная матрица композиционного материала химически инертна к большинству агрессивных сред: H_2S и CO_2 , кислоты, щелочи, соли. Это обусловлено высокой химической стойкостью полимера и отсутствием металлических включений, которые могли бы подвергаться химической деградации. Данное свойство представляет существенное преимущество по сравнению с металлическими материалами.

Благодаря этому они применяются в химической промышленности при транспортировке концентрированных кислот (H_2SO_4 , HCl , HNO_3), щелочей и солевых растворов; в энергетике и строительстве.

Пористость и способ ее снижения методом вибрации

Несмотря на все достоинства стеклопластиковых труб и технологию непрерывной намотки, существует такая проблема, как пористость.

Повышенное значение объемной доли пор (пористости) в стеклопластиковых трубах – распространенная причина возникновения дефектов. Причины возникновения высокой пористости в стеклопластиковых трубах следующие:

- неполная пропитка плотных пучков волокон или хаотичного мата;
- захват воздуха между слоями нитей или на границе слоев с разным составом (особенно между структурным и наполненным песком слоями);
- испарение летучих компонентов связующего или усадка при полимеризации.

Поры являются концентраторами напряжений, снижая прочность (особенно межслойную и усталостную долговечность) на 20–50 %, ухудшают герметичность (риск протечек, диффузии газов), служат каналами для проникновения агрессивных сред, ускоряя деградацию материала. Наполненные песком слои особенно уязвимы из-за высокой вязкости смеси и сложности удаления воздуха.

Поры также могут являться причиной, приводящей к расслоениям (деламинации). Отслоение слоев друг от друга происходит из-за плохой адгезии, остаточных напряжений или технологических нарушений. При этом резко снижается прочность при сдвиге и стойкость к циклическим нагрузкам.

Неправильная ориентация волокон – отклонение от заданных углов укладки при намотке – ведет к анизотропии свойств и несоответствию проектным нагрузкам [18, 19].

Традиционные методы борьбы с пористостью при непрерывной намотке (оптимизация вязкости связующего, точный контроль натяжения и скорости, вакуумная обработка) имеют свои пределы эффективности и технологические сложности, особенно для наполненных слоев. Это создает предпосылки для поиска и разработки новых физических методов воздействия на процесс формования, таких как вибрационное воздействие на оправку.

Заключения

Анализ научно-технических литературных данных однозначно свидетельствует о том, что стеклопластиковые трубы являются высокотехнологичным и востребованным продуктом, с помощью которого можно решать сложные инженерные задачи в жилищно-коммунальном хозяйстве и нефтегазовой промышленности благодаря уникальному сочетанию коррозионной стойкости, долговечности и гидравлической эффективности. Однако их широкое внедрение (особенно при наличии высокого давления и агрессивных сред) сдерживается ограничениями по жесткости, температурной стойкости и, что наиболее критично с технологической точки зрения, проблемой пористости и расслоения, возникающих в процессе изготовления, особенно в сложных многослойных структурах с наполнителями типа кварцевого песка.

Для снижения пористости в дальнейшем будет рассмотрена технология вибрационного воздействия на оправку, направленная на интенсификацию дегазации и уплотнения структуры на этапе пропитки и укладки слоев.

Список источников

1. Каблов Е.Н. Композиты: сегодня и завтра // Металлы Евразии. 2015. № 1. С. 36–39.
2. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения и цифровые технологии их переработки // Вестник Российской академии наук. 2020. Т. 90. № 4. С. 331–334.
3. Начаркина А.В., Валуева М.И., Зеленина И.В., Шошева А.Л. Высокотемпературные углепластики на основе бисмалеинимидных связующих // Авиационные материалы и технологии. 2024. № 4 (77). С. 43–61. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 19.05.2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-4-43-61.

4. Дориомедов М.С. Российский и мировой рынок полимерных композитов (обзор) // Труды ВИАМ. 2020. № 6–7 (89). С. 29–37. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 03.04.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-67-29-37.
5. Старцев В.О., Антипов В.В., Славин А.В., Горбовец М.А. Современные отечественные полимерные композиционные материалы для авиастроения (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2023. № 2 (71). С. 122–144. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 03.04.2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-2-122-144.
6. Некрасов И.К., Абдуллин И.Ш., Сагитова Ф.Р. Повышение прочностных характеристик композиционного материала на основе сверхвысокомолекулярного полиэтилена с помощью модификации плазмой высокочастотного емкостного разряда пониженного давления // Авиационные материалы и технологии. 2025. № 2 (79). С. 114–127. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 28.05.2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-2-114-127.
7. Вешкин Е.А., Славин А.В., Постнова М.В., Апалькова А.В. Роль температурно-временных условий отверждения в формировании свойств однонаправленного и равнопрочного углепластиков // Авиационные материалы и технологии. 2025. № 2 (79). С. 59–71. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 24.07.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-2-59-71.
8. Киселев Б.А. Стеклопластики. М.: Госхимиздат, 1961. 240 с.
9. ГОСТ Р 53201–2023. Трубы и фитинги композитные полимерные с резьбовыми соединениями для напорных и безнапорных трубопроводов. Технические условия. М.: РСТ, 2023. 54 с.
10. ГОСТ Р 56277–2014. Трубы и фитинги композитные полимерные для внутрипромышленных трубопроводов. Технические условия. М.: Стандартинформ, 2015. 39 с.
11. ГОСТ Р 55075–2012. Сегменты трубопроводов, изготовленные из композиционных материалов, предназначенные для открытой прокладки и ремонта систем водоснабжения и водоотведения. Технические условия. М.: Стандартинформ, 2014. 28 с.
12. Гудыно М.Л. Применение стеклопластиковых труб на железных дорогах // Путь и путевое хозяйство. 2025. № 6. С. 19–21.
13. Мустафин Ф.М., Быков Л.И., Гумеров А.Г. Промысловые трубопроводы и оборудование. М.: Недра, 2004. 662 с.
14. Стеклопластиковые трубы GRP Pipe Systems URL: <https://vks.engineering/pipesystems/stekloplastikovye-truby-grp> (дата обращения: 15.01.2025).
15. Аминов Л.А. Использование стеклопластиковых труб для совершенствования трубопроводной системы // Актуальные проблемы военно-научных исследований. 2022. № 1 (19). С. 201–206.
16. Стеклопластиковые трубы могут решить проблемы коммуникаций // Жилищное строительство. 2007. № 12. С. 18–20.
17. Аврасин Я.Д., Бородин М.Я., Киселев Б.А. Стеклопластики в авиастроении // Авиационная промышленность. 1982. № 8. С. 80–84.
18. Полимерные композиционные материалы: структура, свойства, технология / под ред. академика А.А. Берлина. СПб.: Профессия, 2009. 560 с.
19. Михайлин Ю.А. Конструкционные полимерные композиционные материалы. СПб.: Научные основы и технологии, 2008. 822 с.

References

1. Kablov E.N. Composites: Today and Tomorrow. *Metally Evrazii*, 2015, no. 1, pp. 36–39.
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. Nacharkina A.V., Valueva M.I., Zelenina I.V., Shosheva A.L. High-temperature carbon fiber reinforced plastics based on bismaleinimide binders. *Aviation materials and technologies*, 2024, no. 4 (77), pp. 43–61. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: May 19, 2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-4-43-61.
4. Doriomedov M.S. Russian and world market of polymer composites (review). *Trudy VIAM*, 2020, no. 6–7 (89), pp. 29–37. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: April 03, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-67-29-37.
5. Startsev V.O., Antipov V.V., Slavin A.V., Gorbovet M.A. Modern domestic polymer composite materials for aviation industry (review). *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 2 (71), pp. 122–144. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: April 03, 2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-2-122-144.

6. Nekrasov I.K., Abdullin I.Sh., Sagitova F.R. Increase of strength characteristics of composite material on the basis of UHMWPE fabric by means of modification with CCP plasma of low-pressure discharge. *Aviation materials and technologies*, 2025, no. 2 (79), pp. 114–127. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: May 28, 2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-2-114-127.
7. Veshkin E.A., Slavin A.V., Postnova M.V., Apalkova A.V. The role of temperature-time curing conditions in the formation of unidirectional and equally strong carbon fiber plastics properties. *Aviation materials and technologies*, 2025, no. 2 (79), pp. 59–71. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: July 24, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-2-59-71.
8. Kiselev B.A. *Fiberglass*. Moscow: Goskhimizdat, 1961, 240 p.
9. State Standard R 53201–2023. *Composite polymer pipes and fittings with threaded connections for pressure and gravity pipelines. Specifications*. Moscow: RST, 2023, 54 p.
10. State Standard R 56277–2014. *Composite polymer pipes and fittings for in-field pipelines. Specifications*. Moscow: Standartinform, 2015, 39 p.
11. State Standard R 55075–2012. *Composite pipe segments intended for open installation and repair of water supply and sanitation systems. Specifications*. Moscow: Standartinform, 2014, 28 p.
12. Gudyno M.L. Use of Fiberglass Pipes on Railways. *Put i putevoye khozyaystvo*, 2025, no. 6, pp. 19–21.
13. Mustafin F.M., Bykov L.I., Gumerov A.G. *Field Pipes and Equipment*. Moscow: Nedra, 2004, 662 p.
14. *Fiberglass Pipes GRP Pipe Systems*. Available at: <https://vks.engineering/pipesystems/stekloplastikovye-truby-grp> (accessed: January 15, 2025).
15. Aminov L.A. Using fiberglass pipes to improve the pipeline system. *Aktualnye problemy voyenno-nauchnykh issledovaniy*, 2022, no. 1 (19), pp. 201–206.
16. Fiberglass pipes can solve communications problems. *Zhilishchnoye stroitelstvo*, 2007, no. 12, pp. 18–20.
17. Avrasin Ya.D., Borodin M.Ya., Kiselev B.A. Fiberglass in aircraft construction. *Aviatsionnaya promyshlennost*, 1982, no. 8, pp. 80–84.
18. *Polymer composite materials: structure, properties, technology*. Ed. A.A. Berlin. St. Petersburg: Profession, 2009, 560 p.
19. Mikhailin Yu.A. *Structural polymer composite materials*. St. Petersburg: Scientific foundations and technologies, 2008, 822 p.

Информация об авторах

Мельников Денис Александрович, начальник лаборатории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Албагачиев Али Юсупович, заведующий отделом, д.т.н., ИМАШ РАН, info@imash.ru

Славин Андрей Вячеславович, начальник Научно-исследовательского отделения, д.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Рыбин Александр Александрович, ведущий инженер, д.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Хрульков Александр Владимирович, ведущий инженер-технолог, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Denis A. Melnikov, Head of Laboratory, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Ali Yu. Albagachiev, Head of Department, Doctor of Sciences (Tech.), IMASH RAN, info@imash.ru

Andrey V. Slavin, Head of Scientific-Research Bureau, Doctor of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Aleksandr A. Rybin, Leading Engineer, Doctor of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Aleksandr V. Khrulkov, Leading Engineer-technologist, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 17.06.2026; одобрена и принята к публикации после рецензирования 18.06.2026.

The article was submitted 17.06.2026; approved and accepted for publication after reviewing 18.06.2026.

Научная статья

УДК 629.7.023:620.193.2

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-167-176

ИССЛЕДОВАНИЕ ЗАЩИТНЫХ СВОЙСТВ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ ПРИ ИСПЫТАНИИ НА КОРРОЗИОННУЮ УСТАЛОСТЬ

В.А. Кузнецова¹, В.В. Емельянов¹, Г.Г. Шаповалов¹, В.Г. Железняк¹

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

Аннотация. Для деталей авиационной техники характерны случаи одновременного воздействия коррозионной среды и механических напряжений, возникающих при постоянных и переменных нагрузках. Изучены защитные свойства систем лакокрасочных покрытий при испытании на коррозионную усталость. Определена адгезионная прочность лакокрасочных покрытий при нормальном отрыве в исходном состоянии и после циклических испытаний на коррозионную усталость. Для испытаний выбраны системы покрытий на основе дисперсно-армированной эрозионностойкой эмали ЭП-5236 с различными грунтовками в сравнении с серийной системой покрытий на основе эмали ЭП-140.

Ключевые слова: лакокрасочные покрытия, долговечность при циклическом изгибе, прочность при разрыве, эластичность покрытия, адгезионная прочность, коррозионная усталость

Для цитирования: Кузнецова В.А., Емельянов В.В., Шаповалов Г.Г., Железняк В.Г. Исследование защитных свойств лакокрасочных покрытий при испытании на коррозионную усталость // Труды ВИАМ. 2026. № 7 (161). С. 167–176. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-167-176.

Scientific article

RESEARCH OF PROTECTIVE PROPERTIES OF PAINT COATINGS DURING CORROSION FATIGUE TESTING

V.A. Kuznetsova¹, V.V. Emelyanov¹, G.G. Shapovalov¹, V.G. Zheleznyak¹

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 details of aviation engineering are characterized by cases of simultaneous influence of the corrosion environment and mechanical stresses which can arise at influence of permanent and alternating loads. The protective properties of systems of paint and varnish coatings, when testing for corrosion fatigue, and also to determination of adhesive durability of paint and varnish coatings at normal separation in initial condition and after cyclic tests for corrosion fatigue were studied. For tests, systems of coverings on the basis of disperse reinforced erosion-resistant enamels EP-5236 with different primers were selected in comparison with serial system of coverings on the basis of EP-140 enamel.

Keywords: paint coatings, durability at cyclic bend, durability at gap, elasticity of covering, adhesive durability, corrosion fatigue

For citation: Kuznetsova V.A., Emelyanov V.V., Shapovalov G.G., Zheleznyak V.G. Research of protective properties of paint coatings during corrosion fatigue testing. *Trudy VIAM*, 2026, no. 7 (161), pp. 167–176. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-167-176.

Введение

Повышение ресурса работы изделий авиационной техники является приоритетным направлением, связанным с разработкой защитных лакокрасочных покрытий (ЛКП), эксплуатируемых в различных климатических зонах. Материалы, используемые в конструкции планера современных самолетов, отличаются высокой надежностью при работе в условиях воздействия знакопеременных механических нагрузок [1–4].

Особенностями конструкций летательных аппаратов являются небольшая толщина металлических панелей и деталей, а также наличие значительных механических напряжений в процессе эксплуатации.

Для деталей авиационной техники характерны случаи одновременного воздействия коррозионной среды и механических напряжений, которые могут возникать при воздействии постоянных и переменных нагрузок. В результате такого комплексного воздействия в ряде случаев может развиваться коррозия под напряжением, которая приводит к снижению прочности конструкций. Различают коррозию при постоянной растягивающей (приводит к коррозионному растрескиванию) и знакопеременной циклической (вызывает коррозионную усталость металла) нагрузке.

Особую опасность коррозия под напряжением представляет для высоконагруженных деталей самолетов (лопатки компрессора, лопасти воздушных винтов и др.). В процессе эксплуатации в условиях значительных знакопеременных нагрузок частотой до 50 Гц эти детали подвергаются коррозии, эрозионному воздействию песка и пыли при взлете и посадке, атмосферных осадков в виде дождя и снега, солнечной радиации и других факторов.

При защите конструкций от коррозии, в том числе коррозии под напряжением, необходимо исключить контакт поверхности металла с коррозионной средой. Наиболее эффективными по технологичности и надежности являются ЛКП в сочетании с неорганическими неметаллическими покрытиями [5–9]. В процессе эксплуатации ЛКП, используемые для защиты высоконагруженных элементов, подвергаются таким же механическим нагрузкам, как и окрашенное изделие. Механические нагрузки, которые испытывают высоконагруженные элементы, могут снижать защитные свойства ЛКП за счет ослабления адгезии, уменьшения механической прочности и эластичности, что связано с процессами старения [10–24].

Надежность, долговечность и декоративный вид покрытия определяются целым рядом факторов: свойствами лакокрасочного материала, схемой построения системы защитного покрытия, условиями и режимом формирования каждого слоя. Все эти факторы совместно и каждый в отдельности оказывают влияние на качество получаемого покрытия [25–32].

Данная работа посвящена изучению защитных свойств при испытании на коррозионную усталость, а также адгезионной прочности систем ЛКП при нормальном отрыве в исходном состоянии и после циклических испытаний на коррозионную усталость.

Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 17. «Комплексная антикоррозионная защита, упрочняющие, износостойкие защитные и теплозащитные покрытия», комплексной научной проблемы 17.7. «Лакокрасочные материалы и покрытия на полимерной основе» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [32].

Материалы и методы

Испытания систем ЛКП на основе дисперсно-армированной эрозионностойкой эмали ЭП-5236 с антикоррозионными грунтовками (ЭП-076, ЭП-0215, ЭП-0214 и ВГ-28) проводили в сравнении с системой покрытий АК-070 + ЭП-140, которая широко применяется для защиты от коррозии алюминиевых сплавов [20–26].

Защитные свойства покрытий в условиях коррозионно-усталостного воздействия изучали на образцах из сплавов Д1-Т Ан.Окс.нхр и 1163 Ан.Окс.нхр прямоугольного (3×22 мм) и круглого (Ø10 мм) сечения соответственно. Сравнительные испытания на коррозионную усталость проводили в условиях чистого изгиба образца при симметричном цикле нагружения. В качестве коррозионной среды использовали 3%-ный раствор NaCl в воде, который каплями подавали на образец. Плоские образцы прямоугольного сечения испытывали при частоте нагружения 25 Гц и амплитуде напряжений цикла 117,6 и 137,2 МПа, образцы круглого сечения – при 50 Гц и 196 МПа соответственно. При этом определяли долговечность образцов с покрытием до разрушения.

Лакокрасочные материалы наносили на образцы методом пневматического распыления, отверждение покрытий осуществляли по режимам, приведенным в нормативной документации.

Качество покрытий оценивали с помощью стандартных методик: прочность при ударе – по ГОСТ 4765–2024 на приборе У-1А, эластичность при изгибе – по ГОСТ 31974–2012, относительную твердость – по ГОСТ 5233–2021. Адгезионную прочность систем покрытий при нормальном отрыве определяли в соответствии с ГОСТ 32299–2025 в исходном состоянии и после длительных циклических испытаний на изгиб при амплитуде изгибающих напряжений $\sigma_{\max} = 78,4$ МПа с наработкой 10^6 циклов. Свободные пленки ЛКП изготовлены в соответствии с ГОСТ 14243–78.

Результаты и обсуждение

Изучено влияние ЛКП на сопротивление усталости алюминиевого сплава Д1-Т Ан.Окс.нхр при циклическом изгибе. В табл. 1 приведены механические свойства грунтовок при испытании на растяжение.

Таблица 1

Свойства грунтовочных покрытий в исходном состоянии

Грунтовочное покрытие	Толщина, мкм	Прочность при разрыве, МПа	Относительное удлинение при разрыве, %	Твердость, отн. ед.	Прочность при ударе, Дж	Эластичность при изгибе, мм
ЭП-0215	50	37,5	1,6	0,40	5,0	3
ЭП-0214	45	28,7	12,8	0,20		1
ЭП-076	50	36,4	1,3	0,35		3
ВГ-28	50	35,6	5,6	0,30		1

Согласно данным табл. 1, грунтовочные покрытия отличаются как по механической прочности σ_r , так и по эластичности, которая характеризуется относительным удлинением при разрыве ϵ_r . Наиболее эластичной из всех исследованных покрытий является грунтовка ЭП-0214 ($\sigma_r = 28,7$ МПа, $\epsilon_r = 12,8$ %, эластичность при изгибе 1 мм), а наиболее прочным – грунтовка ЭП-0215 ($\sigma_r = 37,5$ МПа, $\epsilon_r = 1,6$ %, эластичность при изгибе 3 мм). Покрытие ЭП-076 по механическим характеристикам (σ_r и ϵ_r) сопоставимо с покрытием ЭП-0215 и обладает высокой прочностью и твердостью.

Грунтовочное покрытие ВГ-28 характеризуется высоким уровнем прочности при разрыве и эластичности.

На рис. 1 и 2 приведены результаты испытаний на коррозионную усталость плоских образцов из сплава Д1-Т Ан.Окс.нхр, окрашенных грунтовками ЭП-0214, ВГ-28, ЭП-0215, ЭП-076, и эластичность данных грунтовок (относительное удлинение при разрыве свободных пленок).

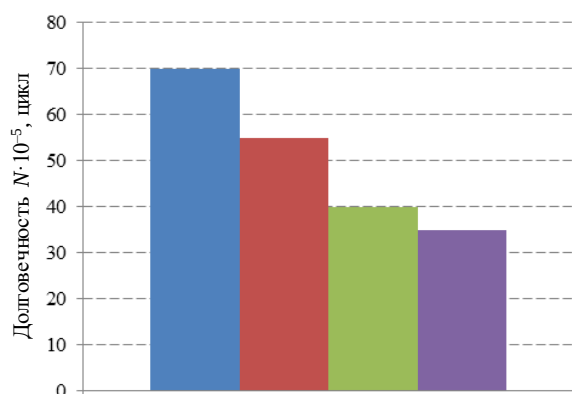


Рис. 1. Долговечность образцов с антикоррозионными грунтовочными покрытиями ЭП-0214 (■), ВГ-28 (■), ЭП-0215 (■) и ЭП-76 (■) при испытании на коррозионную усталость

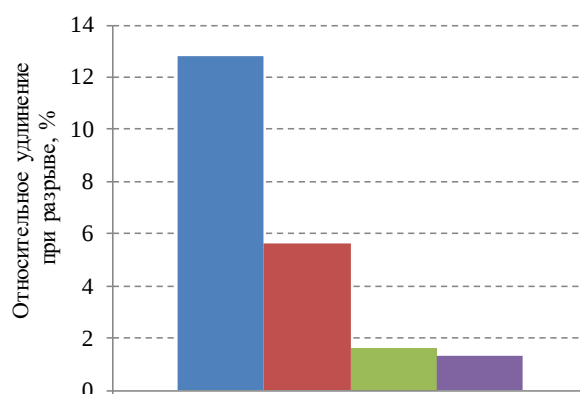


Рис. 2. Относительное удлинение при разрыве свободных пленок грунтовочных покрытий ЭП-0214 (■), ВГ-28 (■), ЭП-0215 (■) и ЭП-76 (■)

Долговечность образцов, окрашенных грунтовками, при испытании на коррозионную усталость существенно зависит от эластичности. Эластичная грунтовка способствует релаксации напряжений, возникающих в грунтовочном покрытии и на границе раздела «подложка–покрытие» в условиях чистого изгиба при симметричном цикле нагружения. Релаксация напряжений в покрытии при механическом нагружении образца происходит за счет проявления вязкоупругих свойств грунтовок, модифицированных эластомером (ЭП-0214 и ВГ-28).

Испытания образцов, окрашенных грунтовками ЭП-0215 и ЭП-076 с небольшой эластичностью ($\epsilon_p = 1,3\text{--}1,6\%$) и высокой прочностью ($\sigma_p = 36,4\text{--}37,5$ МПа), показали, что жесткие покрытия обеспечивают существенно меньшую долговечность. Это связано с тем, что в таких покрытиях при циклических испытаниях на изгиб возникают микротрещины, переходящие в макротрещины. В зоне образования трещин происходят разрушение и отслаивание покрытия с проникновением коррозионной среды (NaCl). В результате образуются очаги коррозии, способствующие разрушению образца.

Исследована долговечность образцов, окрашенных системами покрытий на основе эластичных грунтовок и эрозионностойкой эмали ЭП-5236, в сравнении с серийной системой ЛКП. Свойства исследованных систем ЛКП представлены в табл. 2.

Таблица 2

Адгезия и физико-механические свойства систем лакокрасочных покрытий (ЛКП) на образцах из сплава Д1-Т Ан.Окс.нхр

Система ЛКП	Толщина, мкм	Адгезия, балл		Прочность при ударе, Дж	Эластичность при изгибе, мм	Прочность при растяжении, мм
		в исходном состоянии	после 7 сут увлажнения			
ЭП-0214 + ЭП-5236	105–110	1	1	5,0	1	6,9
АК-070 + ЭП-140	105–110		2		2	5,0
ВГ-28 + ЭП-5236	115–120		1		1	6,5

На рис. 3 и 4 приведены результаты испытаний систем ЛКП на коррозионную усталость образцов прямоугольного и круглого сечения.

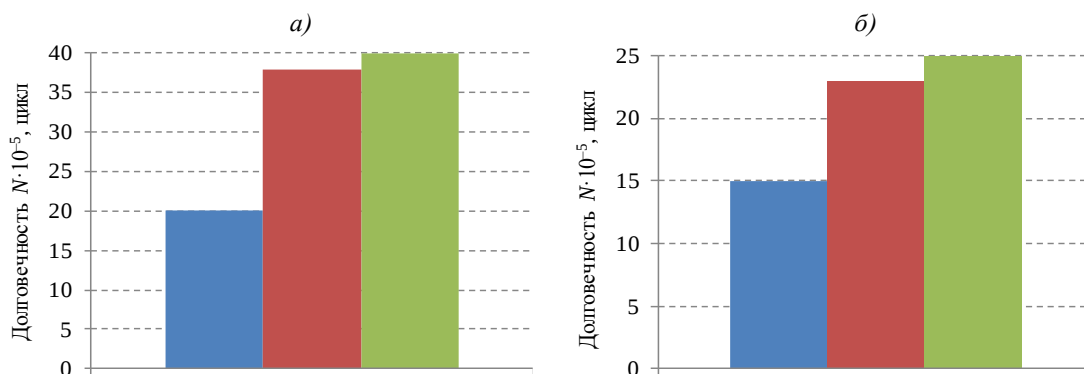


Рис. 3. Долговечность систем лакокрасочных покрытий АК-070 + ЭП-140 (■), ЭП-0214 + ЭП-5236 (■), ВГ-28 + ЭП-5236 (■) при испытании на коррозионную усталость образцов прямоугольного сечения из сплава Д1-Т Ан.Окс.нхр при частоте циклов 25 Гц и амплитуде напряжений 117,6 (а) и 137,2 МПа (б)

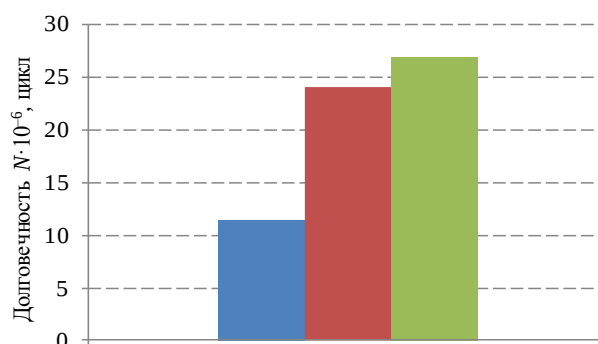


Рис. 4. Долговечность систем лакокрасочных покрытий АК-070 + ЭП-140 (■), ЭП-0214 + ЭП-5236 (■), ВГ-28 + ЭП-5236 (■) при испытании на коррозионную усталость образцов круглого сечения из сплава 1163 Ан.Окс.нхр при частоте циклов 50 Гц и амплитуде напряжений 196 МПа

Долговечность образцов алюминиевых сплавов при циклических испытаниях на изгиб существенно зависит от применяемой системы ЛКП. Результаты, полученные при испытаниях на изгиб как плоских, так и цилиндрических образцов, показали, что покрытие на основе эмали ЭП-5236 в системе с эластичными грунтовками ЭП-0214 и ВГ-28 в $\sim(1,9-2,0)$ раза более стойкие к коррозионному воздействию, чем система покрытий АК-070 + ЭП-140. Невысокая стойкость при испытании на коррозионную усталость образцов с покрытием АК-070 + ЭП-140 обусловлена значительным снижением адгезии грунтовочного покрытия АК-070 в области развития усталостной трещины. Это связано с тем, что механические напряжения, возникающие в покрытии и на границе раздела «подложка–покрытие», приводят к образованию микротрещин в самом покрытии, а также к снижению адгезии, вызывающему отслаивание покрытия в зоне разрушения образца.

Следует отметить, что очагами разрушения на всех исследованных плоских образцах являлись трещины в анодной пленке, расположенные параллельно друг другу с разной плотностью. Отслаивание покрытия наблюдали на образцах как прямоугольного, так и круглого сечения. На плоских образцах, окрашенных системами покрытий на основе эмали ЭП-5236, в зоне излома также обнаружено незначительное отслаивание, однако площадь разрушения значительно меньше, чем на образцах с ЛКП на основе эмали ЭП-140.

На следующем этапе определены изменения адгезионной прочности плоских образцов после длительных циклических испытаний на изгиб. Амплитуда изгибающих напряжений составила $\sigma_{\max} = 78,4$ МПа при длительности испытаний 10^6 циклов. Адгезионную прочность определяли на плоских образцах в зоне максимальных напряжений.

На рис. 5 приведены результаты определения адгезионной прочности при нормальном отрыве систем ЛКП в исходном состоянии и после циклических испытаний на изгиб.

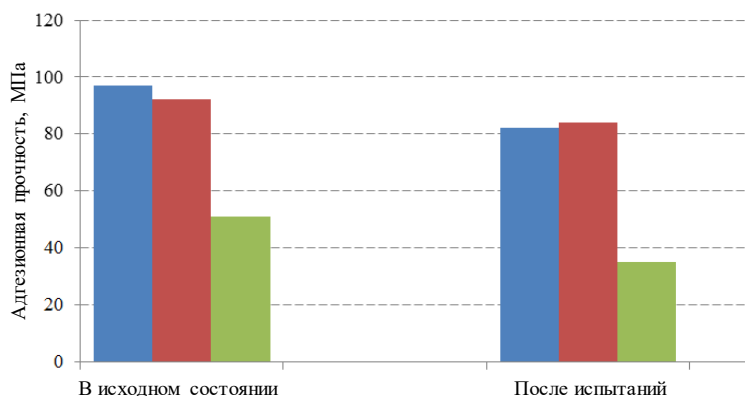


Рис. 5. Адгезионная прочность систем лакокрасочных покрытий ВГ-28 + ЭП-5236 (■), ЭП-0214 + ЭП-5236 (■), АК-070 + ЭП-140 (■) в исходном состоянии и после испытаний на циклический изгиб

Циклический изгиб приводит к снижению адгезионной прочности систем покрытий ВГ-28 + ЭП-5236, ЭП-0214 + ЭП-5236 и АК-070 + ЭП-140 на ~15,5; ~8,7 и ~31,4 %.

Анализируя полученные результаты можно предположить, что на стабильность адгезионной прочности при испытании на циклический изгиб оказывают существенное влияние механические характеристики грунтовочных покрытий. Применение эластичных грунтовок с эрозионнотойкой эмалью ЭП-5236 способствует повышению устойчивости ЛКП к динамическим нагрузкам, что достигается за счет релаксации напряжений, возникающих при механическом воздействии [33].

Заключения

Исследовано влияние ЛКП на сопротивление усталости алюминиевых сплавов при циклическом изгибе. Показано, что при одинаковых условиях испытаний на коррозионную усталость долговечность образцов из алюминиевых сплавов, окрашенных грунтовками ЭП-0214, ВГ-28, ЭП-0215 и ЭП-076, зависит от механических характеристик покрытий.

За счет вязкоупругих свойств эластичные грунтовки (ЭП-0214 и ВГ-28) способствуют релаксации напряжений, возникающих в покрытии и на границе раздела «подложка–покрытие».

Образцы, окрашенные грунтовками ЭП-0215 и ЭП-076 с невысокой эластичностью, имели меньшую долговечность. Это связано с тем, что в таких жестких покрытиях при циклических испытаниях на изгиб возникают микротрещины, переходящие в макротрещины. В зоне образования трещин происходят разрушение и отслаивание покрытия, проникает коррозионная среда (NaCl), возникают очаги коррозии, способствующие разрушению образца.

При испытании на коррозионную усталость исследованы защитные свойства систем ЛКП на основе эрозионнотойкой эмали ЭП-5236 с эластичными грунтовками ЭП-0214 и ВГ-28 в сравнении с серийной системой АК-070 + ЭП-140. Установлено, что долговечность образцов алюминиевых сплавов при циклических испытаниях на изгиб существенно зависит от применяемой системы ЛКП. Показано, что системы покрытий на основе эмали ЭП-5236 с эластичными грунтовками ЭП-0214 и ВГ-28 в ~(1,9–2,0) раза более коррозионнотойкие, чем система АК-070 + ЭП-140.

Определена адгезионная прочность при нормальном отрыве систем ЛКП в исходном состоянии и после циклических испытаний на изгиб. Установлено, что циклический изгиб приводит к снижению адгезионной прочности ЛКП. Механические характеристики грунтовок влияют на стабильность адгезионной прочности при испытании на циклический изгиб. Повысить устойчивость ЛКП на основе эрозионностойкой эмали ЭП-5236 к динамическим нагрузкам можно за счет применения эластичных грунтовок.

Список источников

1. История авиационного материаловедения. ВИАМ – 80 лет: годы и люди / под общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: ВИАМ, 2012. 520 с.
2. Железняк В.Г. Современные лакокрасочные материалы для применения в изделиях авиационной техники // Труды ВИАМ. 2019. № 5 (77). С. 62–67. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 14.01.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-5-62-67.
3. Проблемы защитных ЛКМ: Обзор материалов европейской конференции «Защитные покрытия» (Protective coating), Дюссельдорф (Германия) // Лакокрасочные материалы и их применение. 2013. № 9. С. 33–35.
4. Павлюк Б.Ф. Основные направления в области разработки полимерных функциональных материалов // Авиационные материалы и технологии. 2017. № S. С. 388–392. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-388-392.
5. Соснина С.А., Кулешова И.Д. Регулирование взаимодействия компонентов в наполненных лакокрасочных композициях // Лакокрасочные материалы и их применение. 2011. № 1. С. 60–62.
6. Каблов Е.Н., Семенова Л.В., Еськов А.А., Лебедева Т.А. Комплексные системы лакокрасочных покрытий для защиты металлических полимерных композиционных материалов, а также их контактных соединений от воздействия агрессивных факторов // Лакокрасочные материалы и их применение. 2016. № 6. С. 32–35.
7. Розенфельд И.Л., Рубинштейн Ф.И., Жигалова К.А. Защита металлов от коррозии лакокрасочными покрытиями. М.: Химия, 1987. 224 с.
8. Каблов Е.Н., Кутырев А.Е., Козлов И.А., Афанасьев-Ходыкин А.Н., Вдовин А.И. Исследование возможности возникновения контактной коррозии в паяных соединениях, используемых в конструкции двигателей авиационной техники // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 4 (65). С. 3–13. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 10.02.2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-3-13.
9. Кондрашов Э.К., Козлова А.А. Эффективность противокоррозионной защиты кремнийорганическими эмалями сварных соединений из сталей ВНС-2 и ВНС-5 // Труды ВИАМ. 2024. № 3 (133). С. 117–124. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 22.12.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-3-117-124.
10. Ерасов В.С., Орешко Е.И. Испытания на усталость металлических материалов (обзор). Часть 1. Основные определения, параметры нагружения, представление результатов испытаний // Авиационные материалы и технологии. 2020. № 4 (61). С. 59–70. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-4-59-70.
11. Ерасов В.С., Орешко Е.И. Механические испытания и свойства конструкционных авиационных металлических материалов: учеб. пособие / под общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, 2023. 344 с.
12. Луценко А.Н., Славин А.В., Ерасов В.С., Хацкий К.К. Прочностные испытания и исследования авиационных материалов // Авиационные материалы и технологии. 2017. № S. С. 527–546. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-527-546.
13. Каблов Е.Н., Хмелева К.М., Заварзин С.В., Козлов И.А., Лонский С.Л. Влияние термической обработки на характеристики алюмоцинковых покрытий, полученных методом ХГН // Авиационные материалы и технологии. 2022. № 1 (66). С. 78–91. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 12.01.2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-1-78-91.
14. Старцев О.В., Коваль Т.В., Кротов А.С., Двирная Е.В., Велигодский И.М. Исследование свойств углепластика с покрытиями после 8 и 13 лет старения в умеренно теплом климате. Часть 2. Состояние защитных лакокрасочных покрытий // Труды ВИАМ. 2024. № 11 (141). С. 113–124. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 12.02.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-11-113-124.

15. Каблов Е.Н., Старцев В.О. Измерение и прогнозирование температуры образцов материалов при экспонировании в различных климатических зонах // *Авиационные материалы и технологии*. 2020. № 4 (61). С. 47–58. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-4-47-58.
16. 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.
17. Юловская В.Д. Олигомеры. Каучук – олигомерные композиции, структура и свойства: учеб. пособие. М., 2008. 46 с.
18. Розенфельд И.Л., Рубинштейн Ф.И. Антикоррозионные грунтовки и ингибированные лакокрасочные покрытия. М.: Химия, 1980. 196 с.
19. Кузнецова В.А., Деев И.А., Кузнецов Г.В., Кондрашов Э.К. Влияние наполнителя на усталостную прочность и микроструктуру свободных полимерных пленок при циклическом растяжении // *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2014. Т. 80. № 5. С. 35–39.
20. Коврижкина Н.А., Кузнецова В.А., Силаева А.А., Марченко С.А. Способы улучшения свойств лакокрасочных покрытий с помощью введения различных наполнителей (обзор) // *Авиационные материалы и технологии*. 2019. № 4 (57). С. 41–48. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-4-41-48.
21. Смехов Ф.М. Повышение адгезионной прочности покрытий путем регулирования полярности и сегментальной подвижности молекул пленкообразователей // *Лакокрасочные материалы и их применение*. 1986. № 1. С. 23–25.
22. Сорокин М.Ф., Кочнова З.А., Захарова А.А., Голова Н.А. Отверждение эпоксидных олигомеров аминоксиланами // *Лакокрасочные материалы и их применение*. 1986. № 5. С. 24–28.
23. Чалых А.Е., Кочнова З.А., Жаворонок Е.С. Совместимость и диффузия в системах эпоксидные олигомеры – жидкие карбоксилатные каучуки // *Высокомолекулярные соединения. Серия А*. 2001. Т. 43. № 12. С. 1–9.
24. Каблов Е.Н. Роль химии в создании материалов нового поколения для сложных технических систем // *Тез. докл. XX Менделеевского съезда по общей и прикладной химии*. УрО РАН, 2016. С. 25–26.
25. Шишелова Т.И., Степанова Н.Е., Плынская Д.А., Беляева М.А. Нитевидные кристаллы // *Успехи современного естествознания*. 2009. № 8. С. 12–13.
26. Берлин А.А., Басин В.Е. Основы адгезии полимеров. М: Химия, 1969. 319 с.
27. Семенова Л.В., Нефедов Н.И. Применение эпоксидных модифицированных грунтовок в системах ЛКП // *Авиационные материалы и технологии*. 2014. № 3. С. 38–44. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-03-38-44.
28. Козлова Л.С., Сибилева С.В., Чесноков Д.В., Кутырев А.Е. Ингибиторы коррозии (обзор) // *Авиационные материалы и технологии*. 2015. № 2 (35). С. 67–75. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-2-67-75.
29. Кочнова З.А., Жаворонок Е.С., Котова А.В. Особенности получения эпоксидно-каучуковых композиций на основе жидких бутадиеннитрильных каучуков и эпоксидных олигомеров // *Лакокрасочные материалы и их применение*. 1998. № 11. С. 27–28.
30. Фабуляк Ф.Г. Молекулярная подвижность в поверхностных слоях. Киев: Наукова думка, 1983. 144 с.
31. Липатов Ю.С. Межфазные явления в полимерах. Киев: Наукова думка, 1980. 260 с.
32. 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.
33. Кузнецова В.А., Железняк В.Г., Силаева А.А. Влияние механических характеристик грунтовочных покрытий на устойчивость систем эрозионностойких дисперсно-армированных покрытий к циклическим механическим нагрузкам // *Труды ВИАМ*. 2018. № 6 (66). С. 59–67. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 12.12.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-6-59-67.

References

1. *History of Aviation Materials Science. VIAM – 80 years: years and people*. Ed. E.N. Kablov. Moscow: VIAM, 2012, 520 p.
2. Zheleznyak V.G. Modern paint and varnish materials for use in aviation equipment products. *Trudy VIAM*, 2019, no. 5 (77), pp. 62–67. Available at: <http://www.viam-works.ru>. (accessed: January 14, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-5-62-67.
3. Problems of protective paints and varnishes: Review of the materials of the European conference «Protective coating», Dusseldorf (Germany). *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 2013, no. 9, pp. 33–35.
4. Pavlyuk B.Ph. The main directions in the field of development of polymeric functional materials. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2017, no. S, pp. 388–392. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-388-392.
5. Sosnina S.A., Kuleshova I.D. Regulation of the interaction of components in filled paint and varnish compositions. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 2011, no. 1, pp. 60–62.
6. Kablov E.N., Semenova L.V., Eskov A.A., Lebedeva T.A. Complex paint and varnish coating systems for the protection of metal polymer composite materials, as well as their contact joints from the effects of aggressive factors. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 2016, no. 6, pp. 32–35.
7. Rosenfeld I.L., Rubinstein F.I., Zhigalova K.A. *Protection of metals from corrosion with paint and varnish coatings*. Moscow: Khimiya, 1987, 224 p.
8. Kablov E.N., Kuttyrev A.E., Vdovin A.I., Kozlov I.A., Afanasyev-Khodykin A.N. The research of possibility of galvanic corrosion in brazed connections used in aviation engine construction. *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 4 (65), pp. 3–13. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: February 10, 2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-3-13.
9. Kondrashov E.K., Kozlova A.A. Efficiency of anticorrosive protection by organic silicon enamels of welded connections of VNS-2 and VNS-5 steels. *Trudy VIAM*, 2024, no. 3 (133), pp. 117–124. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: December 22, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-3-117-124.
10. Erasov V.S., Oreshko E.I. Fatigue tests of metal materials (review). Part 1. Main definitions, loading parameters, representation of results of tests. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2020, no. 4 (61), pp. 59–70. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-4-59-70.
11. Erasov V.S., Oreshko E.I. *Mechanical testing and properties of structural aircraft metal materials*: textbook. Ed. E.N. Kablov. Moscow: NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, 2023, 344 p.
12. Lutsenko A.N., Slavin A.V., Erasov V.S., Khvackij K.K. Strength tests and researches of aviation materials. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2017, no. S, pp. 527–546. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-527-546.
13. Kablov E.N., Khmeleva K.M., Zavarzin S.V., Kozlov I.A., Lonskii S.L. The effect of heat treatment on the characteristics of aluminium-zinc coatings obtained by the cold spray method. *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 1 (66), pp. 78–91. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: January 12, 2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-1-78-91.
14. Startsev O.V., Koval T.V., Krotov A.S., Dvirnaya E.V., Veligodsky I.M. Investigation of the properties of carbon fiber reinforced plastic with coatings after 8 and 13 years of aging in moderately warm climate. Part 2. Condition of protective paint and varnish coatings. *Trudy VIAM*, 2024, no. 11 (141), pp. 113–124. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: February 12, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-11-113-124.
15. Kablov E.N., Startsev V.O. Measurement and forecasting of materials samples' temperature during weathering in different climatic zones. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2020, no. 4 (61), pp. 47–58. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-4-47-58.
16. 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 tehnologii*, 2020, no. 2 (59), pp. 56–62. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-2-56-62.
17. Yulovskaya V.D. *Oligomers. Rubber – oligomeric compositions, structure and properties*: textbook. Moscow, 2008, 46 p.
18. Rosenfeld I.L., Rubinstein F.I. *Anticorrosive primers and inhibited paint and varnish coatings*. Moscow: Khimiya, 1980, 196 p.

19. Kuznetsova V.A., Deev I.A., Kuznetsov G.V., Kondrashov E.K. Effect of filler on the fatigue strength and microstructure of free-flowing polymer films under cyclic tension. *Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov*, 2014, vol. 80, no. 5, pp. 35–39.
20. Kovrizhkina N.A., Kuznetsova V.A., Silaeva A.A., Marchenko S.A. Ways to improve the properties of paint coatings by adding different fillers (review). *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2019, no. 4 (57), pp. 41–48. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-4-41-48.
21. Smekhov F.M. Increasing the adhesive strength of coatings by regulating the polarity and segmental mobility of film-forming molecules. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 1986, no. 1, pp. 23–25.
22. Sorokin M.F., Kochnova Z.A., Zakharova A.A., Golova N.A. Curing of epoxy oligomers with aminoalkoxysilanes. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 1986, no. 5, pp. 24–28.
23. Chalykh A.E., Kochnova Z.A., Zhavoronok E.S. Compatibility and diffusion in epoxy oligomer – liquid carboxylate rubber systems. *Vysokomolekulyarnyye soyedineniya. Seriya A*, 2001, vol. 43, no. 12, pp. 1–9.
24. Kablov E.N. The Role of Chemistry in the Creation of Next-Generation Materials for Complex Technical Systems. *Abstracts of the Reports of the XX Mendeleev Congress on General and Applied Chemistry*. UB of RAS, 2016, pp. 25–26.
25. Shishelova T.I., Stepanova N.E., Plynskaya D.A., Belyaeva M.A. Whiskers. *Uspekhi sovremennogo yestestvoznaniya*, 2009, no. 8, pp. 12–13.
26. Berlin A.A., Basin V.E. *Basics of Polymer Adhesion*. Moscow: Khimiya, 1969, 319 p.
27. Semenova L.V., Nefedov N.I. Application of modified epoxy primers in the painting systems. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2014, no. 3, pp. 38–44. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-03-38-44.
28. Kozlova L.S., Sibileva S.V., Chesnokov D.V., Kutyrev A.E. Corrosion inhibitors (review). *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2015, no. 2 (35), pp. 67–75. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-2-67-75.
29. Kochnova Z.A., Zhavoronok E.S., Kotova A.V. Features of the Production of Epoxy-Rubber Composites Based on Liquid Nitrile-Butadiene Rubbers and Epoxy Oligomers. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 1998, no. 11, pp. 27–28.
30. Fabulyak F.G. *Molecular Mobility in Surface Layers*. Kyiv: Naukova Dumka, 1983, 144 p.
31. Lipatov Yu.S. *Interfacial Phenomena in Polymers*. Kyiv: Naukova Dumka, 1980, 260 p.
32. 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.
33. Kuznetsova V.A., Zheleznyak V.G., Silaeva A.A. Influence of mechanical characteristics of priming coverings on stability to cyclic mechanical loads of systems of the erosion resistant disperse reinforced coatings. *Trudy VIAM*, 2018, no. 6 (66), pp. 59–67. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: December 12, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-6-59-67.

Информация об авторах

Кузнецова Вера Аркадьевна, начальник сектора, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Емельянов Виктор Владимирович, ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Шаповалов Георгий Геннадьевич, ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Железняк Вячеслав Геннадьевич, начальник лаборатории, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Vera A. Kuznetsova, Head of Sector, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Victor V. Emelyanov, Leading Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Georgiy G. Shapovalov, Leading Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Vyacheslav G. Zheleznyak, Head of Laboratory, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 05.03.2026; одобрена и принята к публикации после рецензирования 16.03.2026.

The article was submitted 05.03.2026; approved and accepted for publication after reviewing 16.03.2026.

Научная статья

УДК 629.7.023.222:632.15

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-177-192

ТОКСИЧНОСТЬ МИКРОЧАСТИЦ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ***Часть 3. Оценка рисков, регулирование и перспективные материалы**А.Б. Лаптев¹, Г.Г. Матишов², Н.И. Булышева², А.А. Кривушина¹, В.О. Старцев¹¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», Москва, Россия; admin@viam.ru²Федеральный исследовательский центр Южный научный центр Российской академии наук, Ростов-на-Дону, Россия; ssc-ras@ssc-ras.ru

Аннотация. Заключительная часть цикла статей посвящена оценке токсикологических рисков, современным мерам регулирования и разработке менее опасных лакокрасочных покрытий (ЛКП). Проанализированы данные о токсичности современных и перспективных составов ЛКП для судов, выявлены ключевые опасные компоненты. Представлен план управления рисками загрязнения микропластиком. Обсуждаются перспективы создания экологически безопасных ЛКП, включая водные дисперсии, бесбицидные, гидрофобные противообрастающие и содержащие наночастицы материалы.

Ключевые слова: биоцид, деградация покрытий, лакокрасочные материалы, микропластик, старение полимеров, токсичность, экология

Для цитирования: Лаптев А.Б., Матишов Г.Г., Булышева Н.И., Кривушина А.А., Старцев В.О. Токсичность микрочастиц лакокрасочных покрытий. Часть 3. Оценка рисков, регулирование и перспективные материалы // Труды ВИАМ. 2026. № 7 (161). С. 177–192. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-177-192.

Scientific article

TOXICITY OF MICROPARTICLES OF PAINT COATINGS**Part 3. Risk assessment, regulation and prospective materials**A.B. Laptev¹, G.G. Matishov², N.I. Bulysheva², A.A. Krivushina¹, V.O. Startsev¹¹Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific-Research Institute of Aviation Materials» of National Research Center «Kurchatov Institute», Moscow, Russia; admin@viam.ru²Federal Research Center Southern Scientific Center of the Russian Academy of Sciences, Rostov-on-Don, Russia; ssc-ras@ssc-ras.ru

Abstract. The final part of the series of articles is devoted to the assessment of toxicological risks, modern regulatory measures and the development of less dangerous paint and varnish coatings. Data on the toxicity of modern and promising paint compositions for ships is analyzed, and key dangerous components are identified. A microplastic pollution risk management plan is presented. Prospects of creating environmentally friendly coatings, including aqueous dispersions, biocide-free and hydrophobic antifouling coatings, and nanoparticle materials, are discussed.

Keywords: biocide, degradation of coatings, paints and varnishes, microplastics, polymer aging, toxicity, ecology

For citation: Laptev A.B., Matishov G.G., Bulysheva N.I., Krivushina A.A., Startsev V.O. Toxicity of microparticles of paint coatings. Part 3. Risk assessment, regulation and prospective materials. *Trudy VIAM*, 2026, no. 7 (161), pp. 177–192. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-177-192.

* Часть 1 – см. «Труды ВИАМ», № 5 (159), 2026; часть 2 – см. «Труды ВИАМ», № 6 (160), 2026.

Введение

Современные подходы к снижению токсичности лакокрасочных покрытий (ЛКП) требуют комплексного решения, включающего как совершенствование нормативно-правовой базы, так и разработку новых безопасных материалов и технологий их применения. Возрастающая озабоченность проблемой загрязнения окружающей среды микропластиком, в том числе частицами ЛКП, обуславливает необходимость пересмотра традиционных подходов к разработке состава красок и управлению рисками на всех этапах их жизненного цикла.

Особо актуальна оценка совокупного токсического воздействия сложных смесей химических веществ, высвобождающихся из ЛКП. Существующие методы оценки риска, как правило, ориентированы на отдельные химические вещества, в то время как в реальных условиях окружающей среды организмы подвергаются воздействию сложных смесей загрязнителей. Это требует разработки новых методологических подходов и критериев оценки безопасности ЛКП.

В данной работе представлены анализ современных тенденций в области регулирования содержания опасных веществ в ЛКП и оценка токсикологических характеристик перспективных составов, а также рассмотрены планы управления рисками, направленные на минимизацию негативного воздействия микрочастиц ЛКП на окружающую среду и здоровье человека.

Меры по сокращению токсичности лакокрасочных покрытий

Регламент по охране окружающей среды (контролю за вредными веществами) 1992 г. ввел в действие директиву 89/677/ЕЕС, распространяющуюся на карбонат и сульфат свинца, а не на весь спектр свинцовых пигментов и осушителей. Годом позже в Великобритании приняли аналогичный документ, касающийся содержания кадмия в красках, который заменен Положениями о контроле за опасными веществами и препаратами 2006 г. и последующими поправками.

Регламент EC REACH (Registration, Evaluation, Authorisation and Restriction of Chemical – Регистрация, оценка, разрешение и ограничение химических веществ) вступил в силу в 2007 г., приложение XVII к регламенту – в 2009 г. Великобритания и страны ЕС приняли регламент REACH, который основан на более сложном подходе и не устанавливает максимальные нормы содержания свинца в строительных красках, однако разрешает использование соединений свинца с учетом ограничений, указанных на маркировке. Другие страны придерживались прагматичной точки зрения, признающей, что вредное воздействие оказывают именно ионы свинца, и ограничили общее содержание свинца в красках от 0,009 до 0,06 % (от 90 до 600 мг/кг), учитывая наличие примесей в ингредиентах [1].

Хромат свинца, желтый сульфохромат свинца и сульфат молибдата хромата свинца подлежат разрешительной процедуре, которая в настоящее время все еще допускает их специальное использование (например, для дорожной разметки).

Получены данные, подтверждающие, что при удалении краски с содержанием свинца $\leq 0,25$ % может образовываться недопустимый уровень свинцовой пыли [2].

Важно отметить, что свинец, содержащийся в красках или лаках в количестве 1 % (10000 мг/кг) или даже 0,1 % (1000 мг/кг), все равно опасен. Масштаб риска также зависит от уровня и типов других присутствующих токсичных и тяжелых металлов, количества и толщины слоя краски, используемого метода ее нанесения или удаления, а также от мер, принимаемых для защиты персонала, деятельность которого связана с такими красками, или от уровня загрязнения, возникающего в результате этой работы.

Если факторы риска известны, можно применить стандартные модели для надежной оценки риска и определения мер, необходимых для его минимизации на конкретном объекте (например, Постановление о контроле за опасными веществами

(Control of Substances Hazardous to Health – COSHH)). При высокой степени опасности следует поддерживать воздействия на низком уровне. Степень снижения зависит от вероятности причинения вреда и осведомленности о вредных последствиях воздействия. Меры контроля должны быть направлены на устранение как острых, так и хронических рисков для здоровья.

Подходы к оценке риска при загрязнении окружающей среды приведены на рисунке.

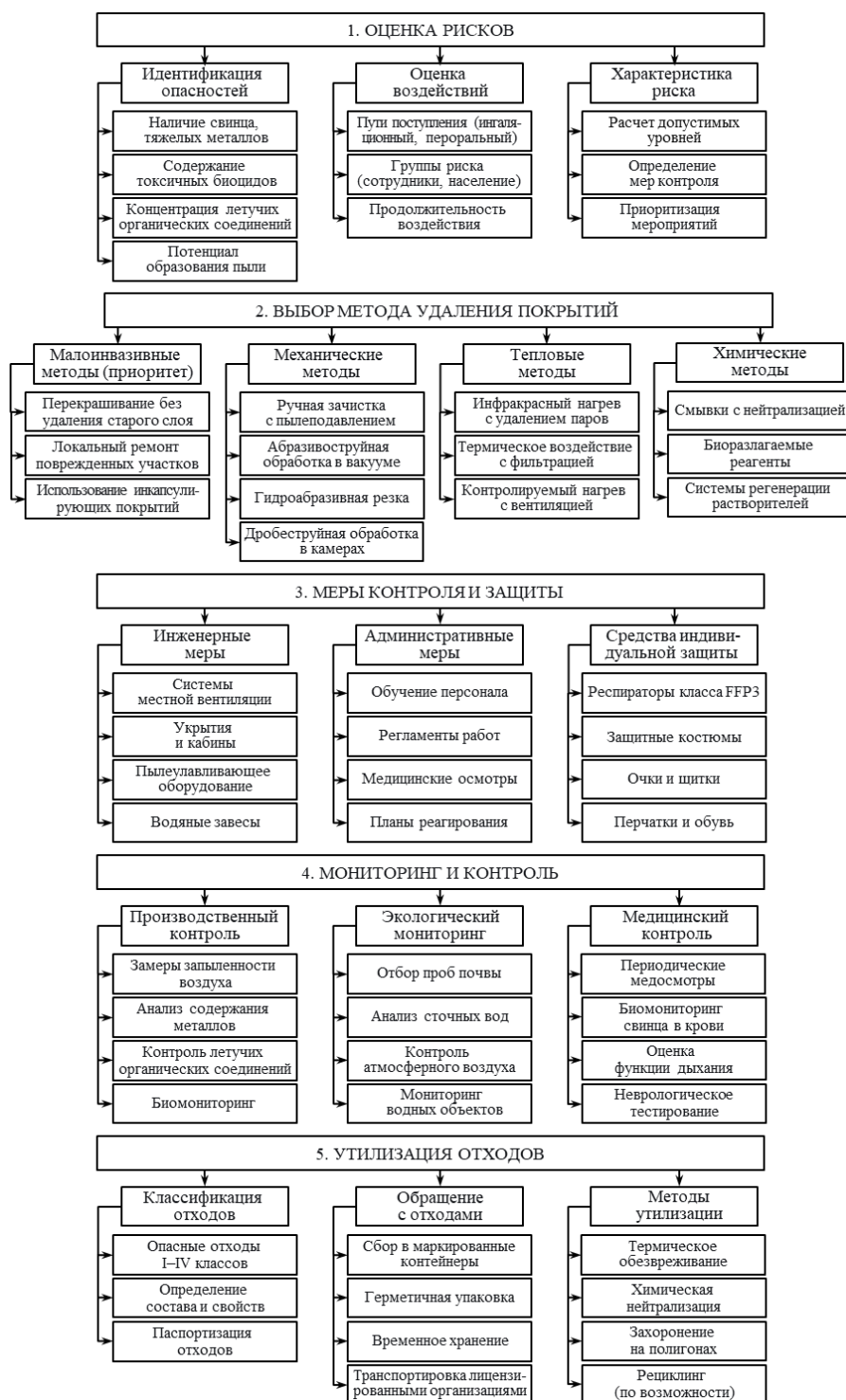


Схема управления рисками при работе с лакокрасочными покрытиями

Необходимо оценить и понять риски, связанные с ЛКП, до начала работ, чтобы эффективно управлять ими. Однако существует возможность искажения реальных рисков с целью доказательства избыточного или, наоборот, уменьшенного вреда переработки ЛКП, содержащих свинец. К расчетам следует относиться с осторожностью, поскольку надлежащая оценка рисков требует более разностороннего подхода [3].

Токсикологическая характеристика современных лакокрасочных покрытий

Разработчики составов ЛКП, как правило, кроме достижения определенных декоративных свойств, преследуют конкретную цель (технологичность, долговечность, экологичность и безопасность).

Проанализирована база данных патентов с портала <https://worldwide.espacenet.com/> по ключевым словам «лакокрасочный материал», «краска», «состав». Из >1500 патентов выбраны новые с наиболее открытым составом. В табл. 1 приведены примеры 15 составов лакокрасочных материалов.

Таблица 1

Токсикологическая опасность компонентов лакокрасочных покрытий

Исходный состав	Опасный компонент	Вред для организма (при вдыхании/контакте)	ПДК в воздухе рабочей зоны, мг/м ³	Класс опасности	Нормативный источник
Состав компонента А, %: 48–60 – кремнийорганическая акриловая смола, 18–25 – TiO ₂ , 3–5 – BaSO ₄ , 3–6 – слюда, 3–5 – тальк, 0,3–0,8 – технический углерод, тиксотропный агент, диспергатор, пеногаситель, 6–12 – растворитель. Компонент В – биуретполиизоцианат (10–16 % от компонента А)	TiO ₂ (пыль)	Канцероген (группа 2В по классификации МАИР). При вдыхании наночастиц оказывает фиброгенное действие, риск рака легких	10 (в пересчете на Ti)	3–4	[4]
	BaSO ₄ (пыль)	Вызывает раздражение дыхательных путей, при хроническом воздействии – баритоз (доброкачественный пневмокониоз)	0,5 (в пересчете на Ba ²⁺ по СанПиН 1.2.3685–21)	3	[4]
	Изоцианаты (биуретполиизоцианат)	Сильный сенсибилизатор, при вдыхании аэрозоля высокотоксичен, вызывает астму, дерматиты, бронхит	0,02 (по толуолдиизоцианату)	1	ГН 2.2.5.353 2–18
	Растворитель (смесь), вероятно, на основе ксилола/толуола	Поражает центральную нервную систему, печень, почки, кожу	50 (по ксилолу)	3	[1, 4]
Состав, %: 12–14 – ненасыщенный органический кремний, 16–18 – винилакрилат, 26–28 – бутилакрилат, 37–39 – винилацетат, 21–25 – стирол, 52–55 – неорганическая соль	Стирол	Мутаген. Поражает кровеносные органы, центральную нервную систему, печень, вызывает раздражение слизистых	30/10 (максимальная/среднесменная)	3	[1, 4]
	Бутилакрилат	Имеет резкий запах, вызывает раздражение глаз и дыхательных путей, дерматиты, наркотическое действие	0,5 (ориентировочно по данным ЕСНА)	3	Справочник*
	Винилацетат	Канцероген (группа 2В) при высоких концентрациях, вызывает раздражение слизистых, угнетение центральной нервной системы	0,1 (США, NIOSH), в РФ не утверждена	–	PubChem

Продолжение таблицы 1

Исходный состав	Опасный компонент	Вред для организма (при вдыхании/контакте)	ПДК в воздухе рабочей зоны, мг/м ³	Класс опасности	Нормативный источник
Состав, ч.: 5–50 – алкидная смола модифицированная (полиуретан), 5–30 – органический растворитель, 1–7 – осушитель, 1–35 – пигмент, 1–12 – добавки	Органический растворитель (уайт-спирит, сольвент)	Обезжиривание кожи приводит к дерматитам, экземам. В высоких концентрациях является наркотическим веществом, поражает печень	300 (в пересчете на С)	4	[1–4]
	Осушитель (сиккатив) – соли Co, Mn, Pb, Zn	Со – аллерген, кардиотоксикант, Mn поражает центральную нервную систему (паркинсонизм), Pb – нейротоксин	0,5; 0,2 и 0,01 (по Co, Mn и Pb соответственно)	1–2	ГН 2.2.5.353 2–18
Система Zn–Al–Mg–RE (RE – редкоземельный элемент), кремнийорганическое соединение/фтор, оксид меди, изотиазолиноны, триазины, пиридилтиофенолоксид Cu/Zn	CuO	Оказывает общетоксическое действие, вызывает поражение печени, гемолиз, при вдыхании – литейную лихорадку	0,5 (по Cu)	2	ГН 2.2.5.353 2–18
	Изотиазолиноны (например, бензизотиазолинон)	Сильный аллерген, эндокринный дизраптор, вызывает контактный дерматит, бронхоспазм	0,1 (в пересчете на бензизотиазолинон)	–	[13]
	Триазины (иргарол 1051)	Токсичен для водорослей, возможно, является эндокринным дизраптором	Не установлена (биоцид)	–	[9]
Водорастворимая алкидная смола (40–60 ч.), мезопористый SiO ₂ (1–2 ч.), аминосилановое связующее (10–20 ч.), пигменты, нитрат церия (0,1–0,5 %), УФ-поглотитель, pH-регулятор, усилитель адгезии, осушитель, загуститель, вода (10–15 ч.)	Ce(NO ₃) ₃	Токсичен при вдыхании пыли, вызывает раздражение кожи и глаз, кумулируется в легких	0,1 (в пересчете на Ce)	3	МУ 1.2.3685–21
	Аминосилан (3-аминопропилтриэтоксисилан)	Вызывает раздражение кожи и дыхательных путей, аллергию	Не утверждена (~2)	–	[10]
Кремнийорганическая смола, этилцеллюлоза, золь кремнезема, сверхвысокомолекулярный полиэтилен, этилакрилат, гидроксиэтилакрилат, глицидилметакрилат, наночастицы TiO ₂ и Al ₂ O ₃ , пропиленгликоль, фторированный этиленпропилен, полиэфирэфиркетон, вода, этанол	Этилакрилат	Наркотическое вещество, канцероген (2B). Имеет резкий запах. Вызывает сильное раздражение глаз, кожи, дыхательных путей	5 (по акриловой кислоте – близкий аналог)	3	[11]
	Глицидилметакрилат	Мутаген <i>in vivo</i> , сильный аллерген, канцероген (группа 2A – высокая вероятность)	0,5 (рекомендованная)	2	Справочник*
	γ-Al ₂ O ₃	Оказывает легкое фиброгенное действие при хроническом вдыхании, возможно канцерогенное действие	2 (по пыли Al ₂ O ₃)	4	ГН 2.2.5.3532–18

Исходный состав	Опасный компонент	Вред для организма (при вдыхании/контакте)	ПДК в воздухе рабочей зоны, мг/м ³	Класс опасности	Нормативный источник
Полиуретан на водной основе (63–66 ч.), фенольная смола (24–27 ч.), политрифторхлорэтилен (12–15 ч.), активный силикат кальция (15–18 ч.), карбонат кальция (5–7 ч.), сульфат бария (4–5 ч.), сепиолит (11–13 ч.), алюминий-циркониевое связующее TL-4, отвердитель, противогрибковый агент, пигменты (20–23 ч.)	Фенольная смола (свободный фенол)	Наркотическое вещество. Вызывает поражение центральной нервной системы, печени, почек, кожные ожоги, дерматиты	0,3	2	[1, 4]
	При нагреве до температуры >260 °С в результате пиролиза политрифторхлорэтилена выделяется перфторизобутилен (смертелен)	В обычных условиях инертен. При нагревании в 1,5 раза токсичнее фосгена. Вызывает отек легких	0,0005 (по продуктам пиролиза)	1	RTECS
	Zr в связующем (TL-4)	Оказывает легкое фиброгенное действие, вызывает гранулемы в легких при длительном вдыхании	1 (по Zr)	3	ГН 2.2.5.353 2–18
Состав, ч.: 10–15 – цинкакрилатная смола, 15–20 – силанакрилатная смола с расщепленной цепью, 30–50 – канифоль, 30–50 – противообрастающее средство, 1–3 – тиксотропное средство, 3–5 – пигмент, 5–10 – растворитель	Канифоль (абиебиновая кислота)	Вызывает астму (канифольная астма), аллергический дерматит. При нагревании раздражает дыхательные пути	2 (как органическая пыль)	4	Справочник*, [14]
	Zn в цинкакрилате	Вызывает литейную лихорадку при вдыхании паров, поражение желудочно-кишечного тракта	0,5 (по Zn)	2	ГН 2.2.5.353 2–18
Состав, %: 26–30 – стирольно-акриловая эмульсия, 22–25 – эпоксидная смола, 21–25 – акриловая смола, 6–8 – стабилизатор ржавчины, 20–40 – наполнитель, 0,4–0,6 – диспергатор, 0,5–0,8 – пеногаситель, 4–6 – связующее	Эпоксидная смола (жидкая – бисфенол А/Ф и эпихлоргидрин)	Канцероген (группа 2А), аллерген, гепатотоксин. Вызывает контактный дерматит	0,5 (по смоле)	2	ГН 2.2.5.353 2–18
	Стабилизатор ржавчины (нитрит натрия, фосфаты цинка)	Нитрит натрия – метгемоглобинообразователь	0,1	2	[15]
Состав, ч.: 100–120 – акрилатная эмульсия, 0,5–1 – пеногаситель, 5–7 – коалесцент, 0,3–0,5 – загуститель, 1–1,5 – диспергатор, 20–25 – пигмент, 30–40 – слюда, 10–20 – вода	Коалесцент (тексанол, эфиры пропилгликоля)	Вызывает раздражение глаз и дыхательных путей, угнетение центральной нервной системы	2 (по пропиленгликолю)	3	ЕСНА, [16]

Окончание таблицы 1

Исходный состав	Опасный компонент	Вред для организма (при вдыхании/контакте)	ПДК в воздухе рабочей зоны, мг/м ³	Класс опасности	Нормативный источник
Состав, %: 40–61 – полимер, 37–55 – биоцид для судов, 2–12 – консервант, 2–8 – антимикробный агент	Биоцид (например, медь и цинк-пиритион)	Cu оказывает общетоксическое действие, вызывает поражение печени, гемолиз, лихорадку – при вдыхании. Пиритион – нейротоксин, токсичен для водной фауны (особенно мидий)	0,5 (по Cu)	2	ЕРА, [17]
Эпоксидная смола, полиэфирсульфон, аминный отвердитель, силановое связующее, наполнитель, пигмент, пеногаситель, выравниватель, диспергатор, вода	Аминный отвердитель (диэтилентриамин и др.)	Вызывает ожоги кожи и глаз, при вдыхании – токсический отек легких, астму	1 (по аминам)	2	[18]
Состав, ч: 4–20 – эпоксидная смола, 10–30 – эпоксидно-акриловая смола, 35–60 – пигмент, 1–2 – тиксотропный агент, 20–40 – растворитель, 20–50 – отвердитель	Эпоксидно-акриловая смола	Акрилаты вызывают раздражение глаз и дыхательных путей, дерматиты, оказывают наркотическое действие. Эпоксидная смола – канцероген (группа 2А), аллерген, гепатотоксин, вызывает контактный дерматит. Комбинация усиливает аллергенный потенциал	0,5	2	[19]
Состав, ч.: 40–60 – эпоксидная смола, 5–15 – модифицированный базальтовый композит, 3–8 – оксид цинка/графен, 10–18 – наполнитель, вода	ZnO, графен	ZnO – классический токсикант (вызывает лихорадку). Графен вызывает фиброгенный эффект, воспаление легких (по данным нанотоксикологии)	0,5 (по Zn), 0,01 (по графену, проектная норма)	2	[20–23]
Примечание. Все предельно допустимые концентрации (ПДК) указаны для воздуха рабочей зоны (среднесменные) согласно ГН 2.2.5.3532–18 «Предельно допустимые концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны». Для биоцидов (изотиазолины, триазины) единые российские ПДК в воздухе отсутствуют. Указаны ориентировочные значения по зарубежным источникам (Environmental Protection Agency – EPA, European Chemicals Agency – ECHA, Registry of Toxic Effects of Chemical Substance – RTECS, National Institute for Occupational Safety and Health – NIOSH) или классы опасности для водной среды: 1 – чрезвычайно опасно (свинец, изоцианаты, продукты пиролиза фторопласта); 2 – высоко опасно (стирол, эпоксидные смолы, кадмий, медь); 3 – умеренно опасно (ксилол, бутилацетат, церий); 4 – мало опасно (уайт-спирит, тальк, диоксид титана). В патентах часто намеренно скрыты точные названия компонентов, поэтому для них определены опасные компоненты по типу вещества (например, противогрибковый агент – тиабендазол или карбендазим с ПДК 0,1–0,5 мг/м ³). * Вредные вещества в промышленности: справочник для химиков, инженеров и врачей. Л: Химия, 1976. 1824 с.					

Токсикологическая характеристика соединений, входящих в состав лакокрасочных материалов

В табл. 2 приведены некоторые токсичные соединения, содержащиеся в лакокрасочных материалах.

Таблица 2

Токсикологическая характеристика соединений в составе лакокрасочных материалов [24]

Состав	ЛПВ	ПДК, мг/см ³
ПАВ Неонол 1020-3, оксигетилированные вторичные спирты	Токс.	0,0001
ПАВ ОП-7, полиэтиленгликолевые эфиры моно- и диалкилфенолов		0,3
ПАВ ОП-10, смесь моно- и диалкилфеноловых эфиров полиэтиленгликоля		0,1
Цинк		0,01
Цирконий	Сан.	0,07
Свинец	Токс.	0,006
Железо		0,1
Ванадий		0,001
Марганец двухвалентный	Сан.-токс.	0,01

Примечание. ПАВ – поверхностно-активное вещество; ЛПВ – лимитирующий показатель вредности; ПДК – предельно допустимая концентрация; токс. – токсичный, характеризующий прямое токсическое воздействие на гидробионты; сан. – санитарный, отражающий нарушение экологических условий в водных объектах, включая изменение трофического статуса, гидрохимических параметров (содержание кислорода, соединений азота и фосфора, величина pH); сан.-токс. – санитарно-токсикологический (действие вещества на водные биологические ресурсы и санитарные показатели водных объектов) [25].

Сиккативы (отвердители) применяются в качестве катализаторов полимеризации и представляют собой композиции органических солей металлов. С позиций химико-технологической классификации металлы, используемые в сиккативах, разделяют на две группы [26, 27]:

- основные (марганец, церий, стронций, кобальт, ванадий, железо);
- вспомогательные (алюминий, цирконий, барий, свинец, висмут).

Дополнительными компонентами выступают цинк, калий, кальций и литий. Вследствие синергетического эффекта практическое применение находят преимущественно комбинированные составы.

Синтетические полимеры [28], период полураспада которых в морской среде оценивается столетиями, подвергаются деградации с образованием микро- и наночастиц, характеризующихся большей биодоступностью для организмов всех трофических уровней [29]. Полимерные матрицы могут содержать химические добавки и адсорбированные загрязнители, включая соединения, нарушающие работу эндокринной системы, проявляющие токсичность при сверхнизких концентрациях. Это создает потенциальные угрозы для морских экосистем, биоразнообразия и продовольственной безопасности. Сохраняется актуальность проведения целенаправленных исследований воздействия пластиковых загрязнителей на морскую среду [30].

Отсутствие решительных превентивных мер приведет к усугублению экологического ущерба и увеличению экономических потерь даже в краткосрочной перспективе. Повышение объемов производства и потребления пластиков совместно с нерациональным использованием, неэффективной системой сбора отходов и недостаточной эффективностью их утилизации (особенно в развивающихся странах) обуславливают сложность достижения установленных целевых показателей по сокращению морского мусора. Решение данной проблемы требует фундаментального пересмотра подходов к обращению с полимерными материалами.

Рабочая группа Региональных центров Стокгольмской и Базельской конвенций разработала документ в качестве информационной основы для обсуждения на Конференции сторон в 2017 г. Утверждена компетенция региональных центров по работе с проблемой пластиковых отходов с обязательным регулярным представлением отчетов на последующих заседаниях [31].

Несмотря на необходимость дальнейших исследований, имеющегося научного задела достаточно для обоснования мер со стороны научного сообщества, промышленности, органов власти и гражданского общества, направленных на ограничение поступления пластиков и содержащихся в них токсичных химических веществ в морские экосистемы [32].

Стойкие органические загрязнители (СОЗ), содержащиеся в микропластике, могут представлять опасность для водных организмов. Модель, представленная в работе [33], учитывает снижение концентрации СОЗ за счет их сорбции пластиком («разбавление» СОЗ), усиление биоаккумуляции при употреблении пластика, содержащего СОЗ («носитель»), и ослабление биоаккумуляции при употреблении чистого пластика («очистка»). Модель настроена для червей *Arenicola marina* (морской пескожил) и сопоставлена с данными о биоаккумуляции этого вида, полученными в результате лабораторных биоанализов с использованием микрочастиц полистирола. В закрытых лабораторных системах преобладают механизмы «разбавление» и «очистка», что приводит к снижению биоаккумуляции. В открытых морских системах также прогнозируется снижение биоаккумуляции за счет механизма «очистки», который предотвращает накопление СОЗ. Однако с точки зрения оценки риска различия считаются незначительными.

Соединения с низким содержанием брома показали наиболее высокую усвояемость. При этом высоkobромированные соединения у гидробионтов не обнаружены, что может быть связано с сильной сорбцией пластиком или низкой усвояемостью рыбами из-за большого размера этих молекул или других факторов. Однако вопреки этой тенденции низkobромированное соединение БДЭ-99, по-видимому, не подвергается биоаккумуляции в рыбе, что может быть связано с выделением из микроволокон или с тем, что оно метаболизируется *in vivo*. В работе [34] представлены доказательства того, что при случайном проглатывании средств личной гигиены, микрочастицы содержащиеся в их составе, способны переносить СОЗ в организм рыб.

В работе [35] оценивается потенциал вымывания нонилфенола (NP) и бисфенола А (BPA) из желудочно-кишечного тракта *Arenicola marina* (морской пескожил) и *Gadus morhua* (атлантическая треска). Неопределенность наиболее важных параметров объясняется вероятностным моделированием. Анализ показывает, что при употреблении пластика в пищу червем концентрации NP и BPA не превышают нижнюю границу допустимых диапазонов, и, следовательно, они вряд ли могут представлять собой значимый путь воздействия. Употребление пластика треской, по-видимому, является незначительным фактором воздействия NP и BPA.

Исследованы неравновесные сценарии, характерные для добавок, вымывающихся и сорбирующих гидрофобные органические соединения (ГОС). Количественно представлено, как процессы вымывания и сорбции усиливаются и ослабевают. Наблюдаемые закономерности были нечувствительны к изменениям в структуре пищевой цепи. Модель можно использовать в качестве инструмента для оценки возможных рисков воздействия микропластика и сложных специальных смесей на любую пищевую цепь, включая относящиеся к здоровью человека [36].

Кинетика переноса 14 полихлорированных дифенилов (ПХД) измерена в системах, имитирующих кишечник. С помощью модели в трех экологически значимых сценариях оценено воздействие на организм полиэтилена низкой плотности и поливинилхлорида. Продемонстрировано, что химический перенос является двухфазным и полностью обратимым: быстрый обмен происходит в течение нескольких часов, за ним следует медленный перенос, длящийся от нескольких недель до нескольких месяцев. В чистых кишечных системах биодоступность ПХД, связанных с пластиком, для

червей и трески составляла 14–42 и 45–83 % соответственно [37]. Однако в загрязненных кишечных системах чистый микропластик способен быстро извлекаться («очистка»). Возможность попадания ПХД из пищи в кишечник свидетельствует о том, что воздействие микропластика зависит от его источника. Таким образом, химическое загрязнение и «очистка», скорее всего, будут происходить одновременно из-за попадания микропластика в организм [38].

Однако спрогнозировано, что коэффициент биоаккумуляции в устойчивом состоянии будет снижаться с увеличением потребления микропластика гидробионтами, что свидетельствует об эффекте «разбавления». Результаты показывают, что ГОС, которые находятся в фазовом равновесии между микропластиком и окружающей средой, вряд ли будут накапливаться в дальнейшем при попадании в организм. Это справедливо даже для случаев, когда попадание микропластика в организм вносит значительный вклад в общее поглощение ГОС. Поэтому будущие исследования должны быть сосредоточены на ГОС, которые могут присутствовать в микропластиках в концентрации, превышающей их равновесную концентрацию в водном растворе [39].

Таким образом, эти результаты подтверждают вывод о том, что в большинстве случаев попадание органических загрязнителей в гидробионты вместе с микропластиком, вероятно, является незначительным фактором по сравнению с другими естественными путями воздействия.

В работе [40] изучены функции микропластика как переносчика загрязняющих веществ для морских организмов с помощью моделирования, лабораторных экспериментов и полевых исследований. Рассмотрена взаимосвязь между концентрациями химических загрязнителей и микропластика в организме рыб-фонариков (семейство *Myctophidae*), обитающих в северной части Тихого океана и за ее пределами. Сравнили концентрации нескольких химических соединений (БРА, 4-NP, октилфенол (4n-OP), этоксилаты алкилфенола (APE), пестициды, ПХД и полибромированные дифениловые эфиры (ПБДЭ)) в рыбе для оценки их взаимосвязи с содержанием пластика в каждом месте отбора проб. Средние концентрации БРА, 4-NP, 4n-OP, APE и общее количество ПБДЭ у миктофид, собранных в пределах и за пределами Северо-Тихоокеанского водоворота, сопоставимы. Содержание пестицидов было выше в организме рыбы, пойманной вне этого района, что связано с более низкой концентрацией пластика. Общее содержание ПХД также было выше в рыбе, пойманной вне этого района. Напротив, концентрация ПХД с более низким содержанием хлора была выше у рыб, обитающих в зоне накопления пластика, и коррелировала с более высокой концентрацией пластика. Этот вывод согласуется с результатами других исследований, демонстрирующих связь между ПХД с низким содержанием хлора и пластмассами в биоте, и позволяет предположить, что микропластик может переносить некоторые химические вещества в природе.

При проектировании изделий из полимерных материалов [41] необходимо учитывать их срок службы и возможность эффективной переработки после эксплуатации, что позволит добиться значительного синергетического эффекта, поскольку утилизация отходов путем вторичной переработки сократит использование невозобновляемых углеводородов, применяемых при производстве новых пластмасс, и в то же время уменьшит накопление отходов в процессе производства.

В исследовании [42] микропластик, содержащий ПХД, скормлен собранным в полевых условиях норвежским омарам (*Nephrops norvegicus*) во время лабораторных экспериментов *in vivo*. В каждом эксперименте использовали пластиковые микросферы из полиэтилена и полистирола диаметром 500–600 или 6 мкм с нанесением и без нанесения смеси из десяти видов ПХД. Наличие химических веществ на проглоченных микросферах не приводило к увеличению их биоаккумуляции. Наблюдали ограниченную

аккумуляцию ПХД в тканях хвоста *Nephrops norvegicus* после поглощения микросфер из полиэтилена, содержащих ПХД, в то время как у животных, которым скармливали микросферы из полистирола, ПХД практически не обнаружены. Употребление в пищу пластиковых сфер в течение 3 недель не повлияло на пищевой статус *Nephrops norvegicus*.

Недостаточно также свидетельств того, что микропластик является важным средством передачи СОЗ животным, но, возможно, это касается антипиренов [43] и других специализированных добавок [44–48].

Некоторые биоциды обладают способностью поддерживать присутствие транспозонов, которые несут гены, участвующие в перекрестной резистентности к биоцидам и антибиотикам. Распространение этих мобильных элементов, их генетическая организация и образование биопленок создают условия, в которых могут возникать потенциальные риски развития перекрестной устойчивости к антибиотикам и биоцидам [18].

Следовательно, важно знать риски, связанные с присутствием этих биоцидов в морской среде. Кроме того, важно оценить воздействие биоцидов с помощью непрерывного мониторинга их концентраций в воде, донных отложениях и биоте с целью получения информации, которая могла бы привести к согласованным действиям по запрету или регулированию их использования [49, 50].

Заключения

Современные тенденции в области разработки ЛКП направлены на создание материалов с пониженным содержанием токсичных компонентов и использованием альтернативных технологий защиты от обрастания. Однако даже перспективные составы могут содержать компоненты с недостаточно изученным токсикологическим профилем. Эффективное управление рисками, связанными с микрочастицами ЛКП, требует комплексного подхода, включающего совершенствование нормативной базы, разработку и внедрение безопасных материалов, а также оптимизацию процессов нанесения и удаления покрытий.

Дальнейшие исследования должны быть сосредоточены на оценке совокупного воздействия сложных смесей химических веществ, высвобождающихся из ЛКП, разработке стандартизированных методов тестирования и создании экономических стимулов для перехода на экологически безопасные технологии в лакокрасочной промышленности.

Статья подготовлена при финансовой поддержке Минобрнауки России (Соглашение № 075-15-2024-528 от 24.04.2024 на реализацию крупных научных проектов по приоритетным направлениям научно-технологического развития).

Список источников

1. Occupational Exposures in Paint Manufacture and Painting // IARC Monographs on the Evaluation of Carcinogenic Risks to Humans. 1989. Vol. 47. P. 324.
2. Lead poisoning cases associated with environmental sources // Chemical Hazards and Poisons Report. Health Protection Agency, 2008. P. 112–134.
3. Dorne J.L., Kass G.E.N., Bordajandi L.R. et al. Human risk assessment of heavy metals: principles and applications // Metal Ions in Life Sciences. 2011. Vol. 8. P. 35–57.
4. Silicone low friction-antifouling adhesive film for ships and manufacturing method thereof: pat. KR20230086093A; appl. 08.12.21; publ. 15.06.23.
5. Recoating organosilicon acrylic finish paint with excellent weather resistance for ships: pat. CN101921537A (B); appl. 06.08.10; publ. 22.12.10.

6. Environment-friendly water-based paint for ships: pat. CN111100488A; appl. 28.10.18; publ. 05.05.20.
7. Alkyd paint for ships and preparation method: pat. CN101875811A (B); appl. 06.07.10; publ. 03.11.10.
8. Bellas J. Comparative toxicity of alternative antifouling biocides to embryos and larvae of marine invertebrates // *Science of the Total Environment*. 2006. Vol. 367. No. 2–3. P. 573–585. DOI: 10.1016/j.scitotenv.2006.01.028.
9. Antifouling paint for ships, as well as preparation method and application of antifouling paint: pat. CN107880603A; appl. 30.11.17; publ. 06.04.18.
10. Long-acting waterborne ship interior paint and preparing method thereof: pat. CN109627936A (B); appl. 17.12.18; publ. 16.04.19.
11. Antifouling paint for ships: pat. CN105778583A (B); appl. 21.03.16; publ. 20.07.16.
12. Kennedy A.J., Hull M.S., Bednar A.J. et al. Fractioning nanosilver: importance for determining toxicity to aquatic test organisms // *Environmental Science & Technology*. 2010. Vol. 44. No. 24. P. 9571–9577. DOI: 10.1021/es1025382.
13. Antifouling coating used for ships: pat. CN104342014A (B); appl. 23.10.14; publ. 11.02.15.
14. Antifouling paint for ships and preparation method thereof: pat. CN116396684A (B); appl. 29.03.23; publ. 07.07.23.
15. Over-rust corrosion protective coating for ships: pat. CN111100508A; appl. 28.10.18; publ. 05.05.20.
16. Water-based anticorrosive paint for ships and preparation method of water-based anticorrosive paint: pat. CN116875139A (B); appl. 25.07.23; publ. 13.10.23.
17. Antifouling coating for ship: pat. JP2014208823A (B2); appl. 16.07.07; publ. 06.11.14.
18. Acid-resistant paint for ships: pat. CN114133832A; appl. 30.12.21; publ. 04.03.22.
19. Epoxy acrylic joint paint for ships and preparation method of epoxy acrylic joint paint: pat. CN108034329A (B); appl. 30.11.17; publ. 15.05.18.
20. Чубенко Е.Б., Баглов А.В., Дудчик Н.В. и др. Оценка интегральной токсичности фотокатализаторов на основе графитоподобного нитрида углерода в люминесцентном тесте // *Кинетика и катализ*. 2022. Т. 63. № 2. С. 187–192. DOI: 10.31857/S0453881122020010.
21. Ye N., Wang Z., Wang S., Peijnenburg W.J. Toxicity of mixtures of zinc oxide and graphene oxide nanoparticles to aquatic organisms of different trophic level: particles outperform dissolved ions // *Nanotoxicology*. 2018. Vol. 12. No. 5. P. 423–438. DOI: 10.1080/17435390.2018.1458342.
22. Bayouth J.E., Macey D.J., Kasi L.P., Fossella F.V. Dosimetry and toxicity of samarium-153-EDTMP administered for bone pain due to skeletal metastases // *Journal of Nuclear Medicine*. 1994. Vol. 35. No. 1. P. 63–69.
23. Anticorrosive paint applied to ships and preparation method of anticorrosive paint: pat. CN114032003A (B); appl. 02.11.21; publ. 11.02.22.
24. Об утверждении нормативов качества воды водных объектов рыбохозяйственного значения, в том числе нормативов предельно допустимых концентраций вредных веществ в водах водных объектов рыбохозяйственного значения: приказ Министерства сельского хозяйства РФ от 13.12.2016 № 552. URL: https://www.chemanalytica.ru/f/prikaz_minselkhoza_rossii_ot_13122016_n_552_ob_utverzhdenii_pdk.pdf (дата обращения: 27.11.2025).
25. Halpern B.S., Walbridge S., Selkoe K.A. et al. A global map of human impact on marine ecosystems // *Science*. 2008. Vol. 319. No. 5865. P. 948–952. DOI: 10.1126/science.1149345.
26. Gallo F., Fossi C., Weber R. et al. Marine litter plastics and microplastics and their toxic chemicals components: the need for urgent preventive measures // *Environmental Sciences Europe*. 2018. Vol. 30. P. 13. DOI: 10.1186/s12302-018-0139-z.
27. Bart J.C.J. Additives in Polymers: Industrial Analysis and Applications. Chichester: John Wiley & Sons, 2005. 594 p.
28. Gallo F., Fossi C., Weber R. et al. Marine litter plastics and microplastics and their toxic chemicals components: the need for urgent preventive measures // *Environmental Sciences Europe*. 2018. Vol. 30. Art. 30.

29. Weldon D.G. Failure Analysis of Paints and Coatings. Rev. ed. Chichester: John Wiley & Sons, 2009. 362 p.
30. Wagner F., Rossi V., Aubry-Kientz M. et al. Pan-Tropical Analysis of Climate Effects on Seasonal Tree Growth // PLOS ONE. 2014. Vol. 9. P. e92337. DOI: 10.1371/journal.pone.0092337.
31. Koelmans A.A., Bakir A., Burton G.A., Janssen C.R. Microplastic as a Vector for Chemicals in the Aquatic Environment: Critical Review and Model-Supported Reinterpretation of Empirical Studies // Environmental Science & Technology. 2016. Vol. 50. No. 7. P. 3315–3326. DOI: 10.1021/acs.est.5b06069.
32. Matishov G.G., Laptev A.B., Akhiyarov R.Zh. et al. Method of accounting for the accelerated destruction of coupon edges when determining the effectiveness of corrosion inhibitors // Corrosion Reviews. 2025. Vol. 44 (1). P. 20240143. DOI: 10.1515/correv-2024-0143.
33. Besseling E., Foekema E.M., van den Heuvel-Greve M.J., Koelmans A.A. The Effect of Microplastic on the Uptake of Chemicals by the Lugworm *Arenicola marina* (L.) under Environmentally Relevant Exposure Conditions // Environmental Science & Technology. 2017. Vol. 51. No. 15. P. 8795–8804. DOI: 10.1021/acs.est.7b02286.
34. Wardrop P., Shimeta J., Nuggeoda D. et al. Chemical Pollutants Sorbed to Ingested Microbeads from Personal Care Products Accumulate in Fish // Environmental Science & Technology. 2016. Vol. 50. No. 7. P. 4037–4044. DOI: 10.1021/acs.est.5b06280.
35. Koelmans A.A., Besseling E., Foekema E.M. Leaching of plastic additives to marine organisms // Environmental Pollution. 2014. Vol. 187. P. 49–54. DOI: 10.1016/j.envpol.2013.12.013.
36. Diepens N.J., Koelmans A.A. Accumulation of Plastic Debris and Associated Contaminants in Aquatic Food Webs // Environmental Science & Technology. 2018. Vol. 52. No. 15. P. 8510–8520. DOI: 10.1021/acs.est.8b02515.
37. Hazimah N., Koelmans A.A. Transfer of PCBs from Microplastics under Simulated Gut Fluid Conditions Is Biphasic and Reversible // Environmental Science & Technology. 2019. Vol. 53. No. 4. P. 1871–1879. DOI: 10.1021/acs.est.8b05143.
38. Lee H., Lee H.J., Kwon J.H. Estimating microplastic-bound intake of hydrophobic organic chemicals by fish using measured desorption rates to artificial gut fluid // Science of the Total Environment. 2018. Vol. 642. P. 505–513. DOI: 10.1016/j.scitotenv.2018.06.075.
39. Beckingham B., Ghosh U. Differential bioavailability of polychlorinated biphenyls associated with environmental particles: Microplastic in comparison to wood, coal and biochar // Environmental Pollution. 2016. Vol. 220. P. 150–158. DOI: 10.1016/j.envpol.2016.09.033.
40. Gassel M., Rochman C.M. The complex issue of chemicals and microplastic pollution: A case study in North Pacific lanternfish // Environmental Pollution. 2019. Vol. 248. P. 1000–1009. DOI: 10.1016/j.envpol.2019.02.067.
41. Thompson R.C. Microplastics in the Marine Environment: Sources, Consequences and Solutions // Marine Anthropogenic Litter. Springer Open, 2015. P. 185–200.
42. Devriese L.I., De Witte B., Vethaak A.D., Leslie H.A. Bioaccumulation of PCBs from microplastics in Norway lobster (*Nephrops norvegicus*): An experimental study // Chemosphere. 2017. Vol. 186. P. 10–16. DOI: 10.1016/j.chemosphere.2017.07.121.
43. Lohmann R. Microplastics are not important for the cycling and bioaccumulation of organic pollutants in the oceans – but should microplastics be considered POPs themselves? // Integrated Environmental Assessment and Management. 2017. Vol. 13. No. 3. P. 460–465. DOI: 10.1002/ieam.1914.
44. Kablov E.N., Sagomonova V.A., Sorokin A.E. et al. A Study of the Structure and Properties of Polymer Composite Materials with Integrated Vibration Absorbing Layer // Polymer Science, Series D. 2020. Vol. 13. No. 3. P. 335–340. DOI: 10.1134/S1995421220030090.
45. Лаптев А.Б., Матишов Г.Г., Кривушина А.А., Павлов М.Р., Николаев Е.В. Влияние перехода температуры воздуха через нулевое значение на поверхностную целостность полимерного материала. Часть 1. Увлажнение // Труды ВИАМ. 2025. № 11 (153). С. 147–156. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 27.11.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-11-147-156.
46. 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). С. 70–80. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 27.11.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-70-80.

47. 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). С. 32–51. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 27.11.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-2-32-51.
48. 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). С. 114–122. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 27.11.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-1-114-122.
49. Bejarano A.C., Chandler G.T., Decho A.W. Influence of natural dissolved organic matter (DOM) on acute and chronic toxicity of the pesticides chlorothalonil, chlorpyrifos and fipronil on the meiobenthic estuarine copepod *Amphiascus tenuiremis* // Journal of Experimental Marine Biology and Ecology. 2005. Vol. 321. No. 1. P. 43–57. DOI: 10.1016/j.jembe.2005.01.005.
50. ASTM E1688-19. Standard Guide for Determination of the Bioaccumulation of Sediment-Associated Contaminants by Benthic Invertebrates. West Conshohocken: ASTM International, 2019. 54 p.

References

1. Occupational Exposures in Paint Manufacture and Painting. *IARC Monographs on the Evaluation of Carcinogenic Risks to Humans*, 1989, vol. 47, p. 324.
2. Lead poisoning cases associated with environmental sources. *Chemical Hazards and Poisons Report*. Health Protection Agency, 2008, pp. 112–134.
3. Dorne J.L., Kass G.E.N., Bordajandi L.R. et al. Human risk assessment of heavy metals: principles and applications. *Metal Ions in Life Sciences*, 2011, vol. 8, pp. 35–57.
4. *Silicone low friction-antifouling adhesive film for ships and manufacturing method thereof*: pat. KR20230086093A; appl. 08.12.21; publ. 15.06.23.
5. *Recoating organosilicon acrylic finish paint with excellent weather resistance for ships*: pat. CN101921537A (B); appl. 06.08.10; publ. 22.12.10.
6. *Environment-friendly water-based paint for ships*: pat. CN111100488A; appl. 28.10.18; publ. 05.05.20.
7. *Alkyd paint for ships and preparation method*: pat. CN101875811A (B); appl. 06.07.10; publ. 03.11.10.
8. Bellas J. Comparative toxicity of alternative antifouling biocides to embryos and larvae of marine invertebrates. *Science of the Total Environment*, 2006, vol. 367, no. 2–3, pp. 573–585. DOI: 10.1016/j.scitotenv.2006.01.028.
9. *Antifouling paint for ships, as well as preparation method and application of antifouling paint*: pat. CN107880603A; appl. 30.11.17; publ. 06.04.18.
10. *Long-acting waterborne ship interior paint and preparing method thereof*: pat. CN109627936A (B); appl. 17.12.18; publ. 16.04.19.
11. *Antifouling paint for ships*: pat. CN105778583A (B); appl. 21.03.16; publ. 20.07.16.
12. Kennedy A.J., Hull M.S., Bednar A.J. et al. Fractioning nanosilver: importance for determining toxicity to aquatic test organisms. *Environmental Science & Technology*, 2010, vol. 44, no. 24, pp. 9571–9577. DOI: 10.1021/es1025382.
13. *Antifouling coating used for ships*: pat. CN104342014A (B); appl. 23.10.14; publ. 11.02.15.
14. *Antifouling paint for ships and preparation method thereof*: pat. CN116396684A (B); appl. 29.03.23; publ. 07.07.23.
15. *Over-rust corrosion protective coating for ships*: pat. CN111100508A; appl. 28.10.18; publ. 05.05.20.
16. *Water-based anticorrosive paint for ships and preparation method of water-based anticorrosive paint*: pat. CN116875139A (B); appl. 25.07.23; publ. 13.10.23.
17. *Antifouling coating for ship*: pat. JP2014208823A (B2); appl. 16.07.07; publ. 06.11.14.
18. *Acid-resistant paint for ships*: pat. CN114133832A; appl. 30.12.21; publ. 04.03.22.
19. *Epoxy acrylic joint paint for ships and preparation method of epoxy acrylic joint paint*: pat. CN108034329A (B); appl. 30.11.17; publ. 15.05.18.
20. Chubenko E.B., Baglov A.V., Dudchik N.V. et al. Evaluation of the integral toxicity of photocatalysts based on graphite-like carbon nitride in a luminescent test. *Kinetika i kataliz*, 2022, vol. 63, no. 2, pp. 187–192. DOI: 10.31857/S0453881122020010.

21. Ye N., Wang Z., Wang S., Peijnenburg W.J. Toxicity of mixtures of zinc oxide and graphene oxide nanoparticles to aquatic organisms of different trophic level: particles outperform dissolved ions. *Nanotoxicology*, 2018, vol. 12, no. 5, pp. 423–438. DOI: 10.1080/17435390.2018.1458342.
22. Bayouth J.E., Macey D.J., Kasi L.P., Fossella F.V. Dosimetry and toxicity of samarium-153-EDTMP administered for bone pain due to skeletal metastases. *Journal of Nuclear Medicine*, 1994, vol. 35, no. 1, pp. 63–69.
23. *Anticorrosive paint applied to ships and preparation method of anticorrosive paint*: pat. CN114032003A (B); appl. 02.11.21; publ. 11.02.22.
24. *On approval of water quality standards for water bodies of fishery importance, including standards for maximum permissible concentrations of harmful substances in the waters of water bodies of fishery importance*: Order of the Ministry of Agriculture of the Russian Federation dated 13.12.2016 No. 552. Available at: https://www.chemanalytica.ru/f/prikaz_minselkhoza_rossii_ot_13122016_n_552_ob_utverzhenii_pdk.pdf (accessed: November 27, 2025).
25. Halpern B.S., Walbridge S., Selkoe K.A. et al. A global map of human impact on marine ecosystems. *Science*, 2008, vol. 319, no. 5865, pp. 948–952. DOI: 10.1126/science.1149345.
26. Gallo F., Fossi C., Weber R. et al. Marine litter plastics and microplastics and their toxic chemicals components: the need for urgent preventive measures. *Environmental Sciences Europe*, 2018, vol. 30, p. 13. DOI: 10.1186/s12302-018-0139-z.
27. Bart J.C.J. *Additives in Polymers: Industrial Analysis and Applications*. Chichester: John Wiley & Sons, 2005, 594 p.
28. Gallo F., Fossi C., Weber R. et al. Marine litter plastics and microplastics and their toxic chemicals components: the need for urgent preventive measures. *Environmental Sciences Europe*, 2018, vol. 30, art. 30.
29. Weldon D.G. *Failure Analysis of Paints and Coatings*. Rev. ed. Chichester: John Wiley & Sons, 2009, 362 p.
30. Wagner F., Rossi V., Aubry-Kientz M. et al. Pan-Tropical Analysis of Climate Effects on Seasonal Tree Growth. *PLOS ONE*, 2014, vol. 9, p. e92337. DOI: 10.1371/journal.pone.0092337.
31. Koelmans A.A., Bakir A., Burton G.A., Janssen C.R. Microplastic as a Vector for Chemicals in the Aquatic Environment: Critical Review and Model-Supported Reinterpretation of Empirical Studies. *Environmental Science & Technology*, 2016, vol. 50, no. 7, pp. 3315–3326. DOI: 10.1021/acs.est.5b06069.
32. Matishov G.G., Laptev A.B., Akhiyarov R.Zh. et al. Method of accounting for the accelerated destruction of coupon edges when determining the effectiveness of corrosion inhibitors. *Corrosion Reviews*, 2025, vol. 44 (1), p. 20240143. DOI: 10.1515/correv-2024-0143.
33. Besseling E., Foekema E.M., van den Heuvel-Greve M.J., Koelmans A.A. The Effect of Microplastic on the Uptake of Chemicals by the Lugworm *Arenicola marina* (L.) under Environmentally Relevant Exposure Conditions. *Environmental Science & Technology*, 2017, vol. 51, no. 15, pp. 8795–8804. DOI: 10.1021/acs.est.7b02286.
34. Wardrop P., Shimeta J., Nuggeoda D. et al. Chemical Pollutants Sorbed to Ingested Microbeads from Personal Care Products Accumulate in Fish. *Environmental Science & Technology*, 2016, vol. 50, no. 7, pp. 4037–4044. DOI: 10.1021/acs.est.5b06280.
35. Koelmans A.A., Besseling E., Foekema E.M. Leaching of plastic additives to marine organisms. *Environmental Pollution*, 2014, vol. 187, pp. 49–54. DOI: 10.1016/j.envpol.2013.12.013.
36. Diepens N.J., Koelmans A.A. Accumulation of Plastic Debris and Associated Contaminants in Aquatic Food Webs. *Environmental Science & Technology*, 2018, vol. 52, no. 15, pp. 8510–8520. DOI: 10.1021/acs.est.8b02515.
37. Hazimah N., Koelmans A.A. Transfer of PCBs from Microplastics under Simulated Gut Fluid Conditions Is Biphasic and Reversible. *Environmental Science & Technology*, 2019, vol. 53, no. 4, pp. 1871–1879. DOI: 10.1021/acs.est.8b05143.
38. Lee H., Lee H.J., Kwon J.H. Estimating microplastic-bound intake of hydrophobic organic chemicals by fish using measured desorption rates to artificial gut fluid. *Science of the Total Environment*, 2018, vol. 642, pp. 505–513. DOI: 10.1016/j.scitotenv.2018.06.075.
39. Beckingham B., Ghosh U. Differential bioavailability of polychlorinated biphenyls associated with environmental particles: Microplastic in comparison to wood, coal and biochar. *Environmental Pollution*, 2016, vol. 220, pp. 150–158. DOI: 10.1016/j.envpol.2016.09.033.

40. Gassel M., Rochman C.M. The complex issue of chemicals and microplastic pollution: A case study in North Pacific lanternfish. *Environmental Pollution*, 2019, vol. 248, pp. 1000–1009. DOI: 10.1016/j.envpol.2019.02.067.
41. Thompson R.C. Microplastics in the Marine Environment: Sources, Consequences and Solutions. *Marine Anthropogenic Litter*. Springer Open, 2015, pp. 185–200.
42. Devriese L.I., De Witte B., Vethaak A.D., Leslie H.A. Bioaccumulation of PCBs from microplastics in Norway lobster (*Nephrops norvegicus*): An experimental study. *Chemosphere*, 2017, vol. 186, pp. 10–16. DOI: 10.1016/j.chemosphere.2017.07.121.
43. Lohmann R. Microplastics are not important for the cycling and bioaccumulation of organic pollutants in the oceans – but should microplastics be considered POPs themselves? *Integrated Environmental Assessment and Management*, 2017, vol. 13, no. 3, pp. 460–465. DOI: 10.1002/ieam.1914.
44. Kablov E.N., Sagomonova V.A., Sorokin A.E. et al. A Study of the Structure and Properties of Polymer Composite Materials with Integrated Vibration Absorbing Layer. *Polymer Science, Series D*, 2020, vol. 13, no. 3, pp. 335–340. DOI: 10.1134/S1995421220030090.
45. Laptev A.B., Matishov G.G., Krivushina A.A., Pavlov M.R., Nikolaev E.V. The effect of the transition of air temperature through zero on the surface integrity of a polymer material. Part 1. Moistening. *Trudy VIAM*, 2025, no. 11 (153), pp. 147–156. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 27, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-11-147-156.
46. 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), pp. 70–80. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: November 27, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-70-80.
47. 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), pp. 32–51. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 27, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-2-32-51.
48. 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), pp. 114–122. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 27, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-1-114-122.
49. Bejarano A.C., Chandler G.T., Decho A.W. Influence of natural dissolved organic matter (DOM) on acute and chronic toxicity of the pesticides chlorothalonil, chlorpyrifos and fipronil on the meiobenthic estuarine copepod *Amphiascus tenuiremis*. *Journal of Experimental Marine Biology and Ecology*, 2005, vol. 321, no. 1, pp. 43–57. DOI: 10.1016/j.jembe.2005.01.005.
50. ASTM E1688-19. *Standard Guide for Determination of the Bioaccumulation of Sediment-Associated Contaminants by Benthic Invertebrates*. West Conshohocken: ASTM International, 2019, 54 p.

Информация об авторах

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

Матишов Геннадий Григорьевич, научный руководитель, академик РАН, ЮНЦ РАН ssc-ras@ssc-ras.ru

Булышева Наталья Ивановна, заведующая лабораторией, к.б.н., ЮНЦ РАН, ssc-ras@ssc-ras.ru

Кривушина Анастасия Александровна, старший научный сотрудник, к.б.н., 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

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

Gennady G. Matishov, Scientific Adviser, Academician of the RAS, SSC of the RAS, ssc-ras@ssc-ras.ru

Natalia I. Bulysheva, Head of Laboratory, Candidate of Sciences (Bio.), SSC of the RAS, ssc-ras@ssc-ras.ru

Anastasia A. Krivushina, Senior Researcher, Candidate of Sciences (Bio.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

Статья поступила в редакцию 11.12.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 26.12.2025.

The article was submitted 11.12.2025; approved and accepted for publication after reviewing 26.12.2025.

Научная статья

УДК 543.51:669.294

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-193-202

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСЕЙ В ТАНТАЛЕ МЕТОДОМ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ С ТЛЕЮЩИМ РАЗРЯДОМ

А.В. Алексеев¹, П.В. Якимович¹

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

Аннотация. Проведено определение примесей 36 элементов в тантале методом масс-спектрометрии высокого разрешения с тлеющим разрядом (МСТР). Описана подготовка пробы к анализу. Для достижения максимальных аналитических сигналов от всех искоемых элементов выбраны соответствующие параметры настройки оборудования. Спектральные интерференции устранены с помощью применения высокого разрешения. Рассчитаны коэффициенты относительной чувствительности для всех определяемых элементов с использованием метода рентгенофлуоресцентной спектроскопии.

Ключевые слова: масс-спектрометрия высокого разрешения с тлеющим разрядом, МСТР, тантал, никелевые сплавы, определение вредных примесей

Для цитирования: Алексеев А.В., Якимович П.В. Определение примесей в тантале методом масс-спектрометрии высокого разрешения с тлеющим разрядом // Труды ВИАМ. 2026. № 7 (161). С. 193–202. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-193-202.

Scientific article

DETERMINATION OF IMPURITIES IN TANTALUM BY HIGH-RESOLUTION GLOW DISCHARGE MASS SPECTROMETRY

A.V. Alekseev¹, P.V. Yakimovich¹

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

Abstract. In this work the impurities of 36 elements in tantalum by high-resolution glow discharge mass spectrometry (GDMS) were determined. The sample preparation for analysis is described. The corresponding equipment settings were selected to achieve maximum analytical signals from all target elements. Spectral interferences were eliminated by using high resolution. Relative sensitivity coefficients were calculated for all determined elements using X-ray fluorescence spectroscopy.

Keywords: high resolution glow discharge mass spectrometry, GDMS, tantalum, nickel alloys, determination of harmful impurities

For citation: Alekseev A.V., Yakimovich P.V. Determination of impurities in tantalum by high-resolution glow discharge mass spectrometry. *Trudy VIAM*, 2026, no. 7 (161), pp. 193–202. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-193-202.

Введение

Тантал – прочный, тугоплавкий (температура плавления 3020 °С), пластичный, коррозионно- и химически стойкий металл, широко используемый в электротехнике (в частности, при производстве электролитических конденсаторов высокой удельной мощности), при изготовлении имплантатов для хирургии (благодаря высокой биологической совместимости) и в других отраслях промышленности [1]. Данный металл также широко применяется в различных отраслях науки и техники, использующих жаропрочные и жаростойкие сплавы на различных основах, включая жаропрочные никелевые сплавы [2–7].

Проведение химического анализа металлического тантала перед его использованием при производстве различных сплавов и композиционных материалов – чрезвычайно важная задача. Решение данной задачи усложняется постоянным повышением требований к содержанию в современных сплавах микропримесей различных элементов, а также неуклонно расширяется необходимый перечень определяемых элементов [8].

Один из наиболее точных методов классической аналитической химии – спектрофотометрия [9, 10], которая основана на поглощении анализируемым веществом излучения преимущественно в оптической области спектра, однако возможен частичный переход в область мягкого ультрафиолета, а также в коротковолновый инфракрасный диапазон. Для проведения анализа пробу материала растворяют в смеси кислот и разбавляют водой. Далее к полученному раствору добавляют соответствующий комплексобразователь с образованием окрашенного продукта, имеющего поглощение при определенной длине волны, – для тантала длина волны поглощения составляет 540 нм. Затем полученное значение оптической плотности используют для расчета концентрации определяемого элемента в пробе [11].

Один из самых распространенных многоэлементных методов анализа различных материалов и сплавов – спектральный анализ, позволяющий проводить контроль содержаний 26 микропримесей тантала в широких концентрационных диапазонах. Для этого образец из тантала сначала преобразуется в оксид прокаливанием при температуре 600–650 °С или путем плавления в перекиси водорода с последующим выпариванием. Далее порошок оксида смешивается с углеродной смесью, затем испаряется, а спектр анализируют с использованием дуги постоянного тока, где электрод с образцом служит анодом. На основе полученных спектров и стандартных образцов рассчитывают концентрацию элементов [12]. При проведении вышеприведенного анализа необходимо использовать предварительно полученный порошок оксида вольфрама, что требует наличия специального оборудования и не всегда возможно, а также необходимо иметь в наличии комплект твердых (монокристаллических) стандартных образцов с различным содержанием определяемых микропримесей.

Наличие монокристаллических стандартных образцов состава анализируемого материала необходимо и при проведении анализов методом рентгенофлуоресцентного анализа (РФА) [13]. Однако данный метод требует гораздо менее трудоемкой пробоподготовки по сравнению со спектральным анализом, а в некоторых случаях позволяет проводить полуколичественный анализ без использования стандартных образцов, что значительно ускоряет процесс исследования. К недостаткам метода РФА можно отнести наличие матричного эффекта, снижающего точность результатов анализа, а также дороговизну оборудования.

Один из методов многоэлементного анализа, не требующего наличия монокристаллических стандартных образцов, – атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ИСП-АЭС). Метод основан на получении и анализе атомных спектров определяемых элементов, получаемых в ходе процесса атомизации, при котором высвобождаются свободные изотопы элементов, имеющие характеристические линии

эмиссии в заданном спектре. В работе [14] определяли содержания значительного количества микропримесей в тантале с использованием большого разнообразия приемов устранения спектральных интерференций. Точность анализа методом атомно-эмиссионной спектроскопии снижается при наличии спектральных интерференций, вызванных наложением линий эмиссии мешающих элементов на линии эмиссии определяемых элементов, что делает в некоторых случаях проведение анализа невозможным.

Наряду с методом ИСП-АЭС для проведения химического анализа различных материалов и сплавов используют метод масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС), основанный на пространственном и временном разделении ионов элементов по массам их изотопов и регистрации (уже в разделенном виде) интенсивности потока ионов искоемых элементов на фотоэлектронном умножителе [15]. Получаемые таким образом численные значения интенсивностей сигналов от определяемых элементов прямо пропорциональны концентрациям данных микропримесей в анализируемых пробах. Для построения градуировочных прямых, используемых при расчете содержаний, применяют стандартные растворы (одно- или многоэлементные) элементов с заданной концентрацией. Данные жидкие стандартные образцы более доступны, чем монокристаллические стандартные образцы, а также более универсальны в применении. При проведении анализа методом ИСП-МС (так же как и методом ИСП-АЭС) возможно появление различных спектральных интерференций, искажающих масс-спектры исследуемых материалов и, как следствие, снижающих точность результатов испытаний [16]. В работе [17] приведены данные о выявлении 29 примесных элементов в оксиде тантала с использованием метода ИСП-МС, при этом для снижения предела обнаружения использовано электротермическое испарение образцов.

Наиболее перспективный метод определения микро- и ультрамикропримесей в различных материалах и сплавах – метод масс-спектрометрии высокого разрешения с ионизацией пробы тлеющим разрядом (МСТР). Работа масс-спектрометра МСТР схожа с работой масс-спектрометра ИСП-МС за исключением различий вида пробы – в МСТР используют твердые монокристаллические пробы с минимальной подготовкой поверхности, а также вида масс-анализатора – в МСТР он состоит из двух частей – магнитной и электростатической, что дает возможность проводить разделение ионов элементов по массам их изотопов в высоком разрешении и, как следствие, в подавляющем большинстве случаев устранить возможные спектральные интерференции. С помощью метода МСТРкратно расширяется диапазон определяемых концентраций, включая основные компоненты (до 100 % по массе) и ультрамикропримеси [18]. В отличие от метода РФА, такой анализ можно проводить с использованием всего одного стандартного образца состава исследуемого материала [19].

В данном исследовании проводили анализ тантала высокой чистоты марки ЭЛП-3 по ТУ 120РК76224400-205–78 (определение 36 элементов) с оценкой возможности применения метода МСТР и различных способов повышения точности анализа, для чего использовали различные коэффициенты относительной чувствительности, а также снижения его трудоемкости путем подбора наиболее подходящей пробоподготовки образца перед анализом.

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

Методы исследования **Аппаратура**

Перед началом работы проведена процедура первоначальной настройки прибора – масс-спектрометра высокого разрешения с ионизацией пробы тлеющим разрядом –

с целью достижения наиболее оптимальных характеристик оборудования (интенсивности линий масс-спектра) в соответствии с заданной производителем программой, «вшитой» в программное обеспечение. Полученные таким способом параметры поддерживались во всех экспериментах, проводимых в ходе исследования (табл. 1). При проведении анализа для каждого определяемого элемента также выбрано разрешение масс-анализатора для устранения возможных спектральных интерференций и других помех. Низкое разрешение (LR 300) использовалось для большей части элементов и характеризуется максимальной интенсивностью аналитических сигналов, но не устраняет спектральные интерференции. Среднее разрешение (MR 4000) использовалось для меньшей части элементов, устраняло все возможные спектральные интерференции, однако приводило к снижению интенсивности аналитических сигналов. Высокое разрешение (HR 10000) не использовалось в данной работе.

Таблица 1

Условия определения элементов на масс-спектрометре

Параметр	Значения параметров
Источник тлеющего разряда (источник GD)	Типа Гримма (с плоским катодом), работающий в режиме <i>fast flow</i> (расход аргона 100–1000 мл/мин)
Материал анода и трубки потока (позволяет определять серу <2 ppm)	Особо чистый графит с пиролитическим покрытием, внутренний диаметр анода 8 мм
Материал конуса интерфейса (позволяет определять серу <2 ppm)	Особо чистый графит
Давление аргона в источнике тлеющего разряда	1 мбар (~0,1 МПа)
Расход разрядного газа ($\text{Ar} \geq 99,998 \%$)	425 мл/мин
Ток разряда	50 мА (режим непрерывного постоянного тока)
Напряжение разряда	Не более 1400 В
Разрешение масс-анализатора	300 4000 10000
Напряжение на фокусной линзе	–1200 В
Предварительный прожиг образца для удаления поверхностных загрязнений и стабилизации сигналов основы	Не менее 2 мин (для стабилизации сигналов основы)

Для проведения качественного анализа поверхности всех исследуемых проб шлифовали на соответствующих станках для придания ровной зеркальной поверхности.

Программное обеспечение масс-спектрометра (поставляется вместе с прибором) позволило провести полный расчет содержаний определяемых элементов с использованием коэффициентов относительной чувствительности, которые могут быть получены из научно-технических литературных источников, а также при анализе вольфрама другими методами – масс-спектрометрией с индуктивно связанной плазмой (анализ выполняли из растворов) и методом газового анализа (определение серы).

Результаты и обсуждение

Выбор изотопов определяемых элементов

Элементы (B, Na, Mg, Al, Si, P, S, Ca, Sc, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, As, Se, Y, Zr, Nb, Mo, Ag, Cd, In, Sn, Sb, Te, Hf, W, Re, Tl, Pb, Bi), определяемые в данном

исследовании, существуют в виде одного либо нескольких изотопов. Изотопы разных элементов могут иметь близкие атомные массы, что необходимо учитывать при их выборе. Следует также обратить особое внимание на все возможные спектральные наложения от полиатомных ионов на ионы искоемых элементов (табл. 2) [16].

Таблица 2

Изотопы определяемых элементов, их основные интерференции и разрешение прибора

Изотоп	Распространенность изотопа, %	Мешающие ионы	Необходимое разрешение	Разрешение прибора
11B	80,18	—	—	LR
23Na	85,69	—	—	LR
24Mg	78,99	$^{12}\text{C}^{12}\text{C}^+$	1604	LR, MR
27Al	100	$^{12}\text{C}^{15}\text{N}^+$, $^{13}\text{C}^{14}\text{N}^+$	1453, 1085	LR, MR
28Si	92,2	$^{12}\text{C}^{16}\text{O}^+$, $^{14}\text{N}^{14}\text{N}^+$	1557, 958	MR
31P	100	$^{15}\text{N}^{16}\text{O}^+$, $^{14}\text{N}^{16}\text{OH}^+$	1457, 967	MR
32S	95,02	$^{16}\text{O}^{16}\text{O}^+$	1802	MR
44Ca	2,09	$^{28}\text{Si}^{16}\text{O}^+$, $^{12}\text{C}^{16}\text{O}^{16}\text{O}^+$, $^{14}\text{N}^{14}\text{N}^{16}\text{O}^+$	2687, 1281, 965	MR
45Sc	100	$^{29}\text{Si}^{16}\text{O}^+$, $^{13}\text{C}^{16}\text{O}^{16}\text{O}^+$, $^{12}\text{C}^{16}\text{O}^{16}\text{OH}^+$, $^{14}\text{N}^{15}\text{N}^{16}\text{O}^+$	2901, 1207, 1078, 1066	MR
47Ti	7,44	—	—	LR
51V	99,75	—	—	LR
52Cr	83,79	$^{40}\text{Ar}^{12}\text{C}^+$, $^{36}\text{Ar}^{16}\text{O}^+$	2375, 2367	LR, MR
55Mn	100	$^{40}\text{Ar}^{15}\text{N}^+$	2248	LR, MR
56Fe	91,75	$^{40}\text{Ar}^{16}\text{O}^+$	2503	MR
59Co	100	$^{58}\text{NiH}^+$	5906	LR
60Ni	26,22	$^{59}\text{CoH}^+$	5853	LR
63Cu	69,17	$^{47}\text{Ti}^{16}\text{O}^+$	3687	MR
66Zn	27,9	$^{50}\text{Ti}^{16}\text{O}^+$, $^{50}\text{Cr}^{16}\text{O}^+$	4827, 4419	MR
75As	100	$^{59}\text{Co}^{16}\text{O}^+$, $^{58}\text{Ni}^{16}\text{OH}^+$, $^{150}\text{Nd}^{++}$	11509, 4544, 1929	MR, HR
82Se	8,73	^{82}Kr , $^{50}\text{Ti}^{16}\text{O}^{16}\text{O}^+$, $^{50}\text{Cr}^{16}\text{O}^{16}\text{O}^+$, $^{40}\text{Ar}^{40}\text{Ar}^{1}\text{H}^{1}\text{H}^+$	25361, 4577, 4276, 3455	MR
89Y	100	—	—	LR
91Zr	11,22	$^{51}\text{V}^{40}\text{Ar}^+$	129866	LR
93Nb	100	—	—	LR
95Mo	15,92	—	—	LR
107Ag	51,84	$^{91}\text{Zr}^{16}\text{O}^+$	23494	LR
111Cd	12,80	$^{95}\text{Mo}^{16}\text{O}^+$	32332	LR
115In	95,71	$^{99}\text{Ru}^{16}\text{O}^+$, ^{115}Sn	37921, 212783	LR
119Sn	8,585	—	—	LR
121Sb	57,21	—	—	LR
126Te	18,95	$^{94}\text{Mo}^{16}\text{O}^{16}\text{O}^+$	14987	LR
178Hf	27,28	—	—	LR
182W	26,50	—	—	LR
185Re	37,43	—	—	LR
205Tl	70,48	—	—	LR
207Pb	22,08	—	—	LR
209Bi	100	$^{177}\text{Hf}^{16}\text{O}^{16}\text{O}^+$	4413	LR, MR

Расчет коэффициентов относительной чувствительности

Для получения точных результатов анализа, используя метод МСТР необходимо установить коэффициенты относительной чувствительности, используемые для расчета содержаний определяемых элементов исходя из полученных аналитических сигналов для данных элементов. Данные коэффициенты в общем виде заданы («вшиты») в программное обеспечение масс-спектрометра, однако они применимы лишь для начального, полуколичественного анализа. Более точные результаты могут быть получены при использовании коэффициентов для железной матрицы. Наиболее правильные значения концентраций достижимы для коэффициентов, доступных из научно-технических литературных источников, или при использовании сторонних (арбитражных) методов. В данном исследовании в качестве арбитражных методов применяли масс-спектрометрию с индуктивно связанной плазмой (анализ выполняли из растворов) и метод газового анализа (определение серы) (табл. 3).

Таблица 3

**Коэффициенты относительной чувствительности (КОЧ),
рассчитанные для анализа тантала методом МСТР**

Элемент	B	Na	Mg	Al	Si	P	S	Ca	Sc	Ti	V	Cr
КОЧ	5,20	0,95	1,01	0,95	2,29	6,09	5,00	0,52	0,59	0,51	0,78	1,10
Элемент	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	As	Se	Y	Zr	Nb	Mo
КОЧ	0,88	1,00	1,04	1,30	1,92	1,94	4,19	4,08	0,61	0,69	0,93	0,98
Элемент	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	Hf	W	Re	Tl	Pb	Bi
КОЧ	1,45	3,00	1,42	1,30	3,62	3,58	0,89	1,61	0,97	1,92	1,61	1,69

Выбор времени предварительного прожига

На начальной стадии проведения процедуры анализа выполняется предварительный прожиг (абляция) поверхности пробы в среде аргона, в результате чего с рабочей поверхности устраняются мешающие компоненты и примеси. В процессе данной процедуры происходят заглубление пятна тлеющего разряда и стабилизация аналитических сигналов элементов основы анализируемого материала и, как следствие, сигналы от искомым примесных элементов.

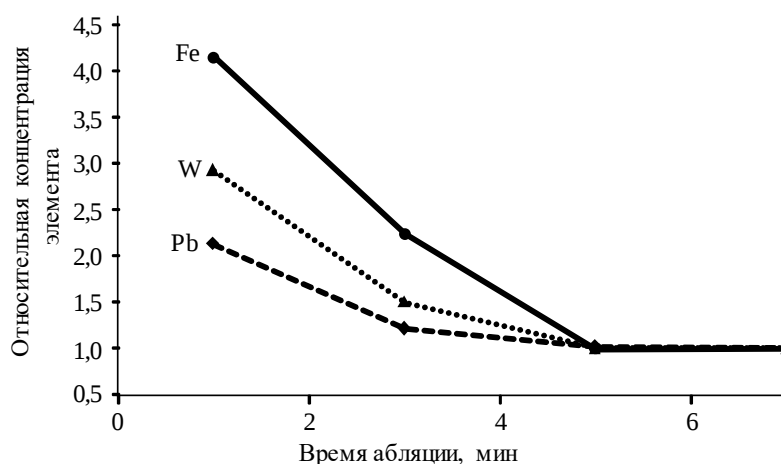


Рис. 1. Зависимости относительной концентрации элементов от времени предварительного прожига

В ходе выполнения вышеописанной процедуры подобрано оптимальное время предварительной абляции, которое составило 5 мин (рис. 1).

На рис. 2 представлен образец тантала после анализа методом МСТР.



Рис. 2. Образец тантала после анализа методом МСТР

Результаты анализа тантала

Полученные результаты анализа представлены в табл. 4, из которой следует полное совпадение численных значений концентраций всех определяемых элементов для двух методов химического анализа – МСТР и РФА, что доказывает точность полученных результатов, а также эффективность метода МСТР по сравнению со всеми ранее приведенными методами анализа. Данный анализ подтверждает также применимость метода МСТР для анализа тугоплавких материалов, для которых пробоотбор тлеющим разрядом менее эффективен по сравнению с материалами из более легких элементов.

Таблица 4

Результаты определения примесей в образце тантала методом МСТР ($n = 4$, $P = 0,95$)

Элемент	Массовая доля элементов, мкг/кг		Элемент	Массовая доля элементов, мкг/кг	
	Полученное значение	Аттестованное значение		Полученное значение	Аттестованное значение
B	<0,01	<1	As	0,03±0,01	<1
Na	<0,01	<1	Se	0,05±0,02	<1
Mg	<0,01	<1	Y	0,05±0,02	<1
Al	0,02±0,01	<1	Zr	0,40±0,08	<1
Si	0,43±0,08	<1	Nb	8,1±0,9	9±2
P	0,08±0,03	<5	Mo	5,2±0,8	6±2
S	1,0±0,3	<5	Ag	<0,01	<1
Ca	3±1	<5	Cd	<0,01	<1
Sc	<0,01	<1	In	<0,01	<1
Ti	<0,01	<1	Sn	<0,01	<1
V	0,10±0,03	<1	Sb	<0,01	<1
Cr	<0,01	<1	Te	0,02±0,01	<1
Mn	<0,01	<1	Hf	<0,01	<1
Fe	<0,01	<1	W	7,4±0,7	9±2
Co	<0,01	<1	Re	<0,01	<1
Ni	4±2	5±3	Tl	<0,01	<1
Cu	0,60±0,1	<1	Pb	<0,01	<1
Zn	<0,01	<1	Bi	<0,01	<0,1

Заключения

На основе проделанной работы можно сделать следующие выводы:

- методом МСТР возможно проводить определение примесей 36 элементов в тантале;
- для расчета коэффициентов относительной чувствительности можно использовать результаты метода рентгенофлуоресцентной спектроскопии;
- время предварительной абляции должно составлять не менее 5 мин.

Список источников

1. Омарова Д.К. Применение тантала и производство мировой танталовой продукции // Бюллетень ВСНЦ СО РАМН. 2012. № 1 (83). С. 143–148.
2. Каблов Е.Н., Ечин А.Б., Бондаренко Ю.А. История развития технологии направленной кристаллизации и оборудования для литья лопаток газотурбинных двигателей // Труды ВИАМ. 2020. № 3 (87). С. 3–12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 04.12.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-3-3-12.
3. Каблов Е.Н. Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года // Авиационные материалы и технологии. 2012. № S. С. 7–17.
4. Светлов И.Л., Петрушин Н.В., Епишин А.И., Карашаев М.М., Елютин Е.С. Монокристаллы жаропрочных никелевых сплавов, легированных рением и рутением (обзор). Часть 1 // Авиационные материалы и технологии. 2023. № 1 (70). С. 30–50. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 04.12.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-1-30-50.
5. Каблов Е.Н., Кутырев А.Е., Вдовин А.И., Козлов И.А., Афанасьев-Ходыкин А.Н. Исследование возможности возникновения контактной коррозии в паяных соединениях, используемых в конструкции двигателей авиационной техники // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 4 (65). С. 3–13. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 14.12.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-3-13.
6. Мин П.Г., Вадеев В.Е., Крамер В.В. Разработка нового жаропрочного никелевого сплава ВЖМ200 и технологии его производства для литья методом направленной кристаллизации рабочих лопаток перспективных двигателей // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 3 (64). С. 11–18. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 04.12.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-3-11-18.
7. Громов В.И., Якушева Н.А., Востриков А.В., Черкашнев Н.Н. Высокопрочные конструкционные стали для валов газотурбинных двигателей (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 1 (62). С. 3–12. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 04.12.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-3-12.
8. Каблов Е.Н., Чабина Е.Б., Морозов Г.А., Муравская Н.П. Оценка соответствия новых материалов с использованием СО и МИ высокого уровня // Компетентность. 2017. № 2. С. 40–46.
9. ГОСТ 18904.1–89. Тантал и его окись. Фотометрический метод определения молибдена и вольфрама. М.: Изд-во стандартов, 1989. С. 6–9.
10. Luke C.L. Spectrophotometric determination of niobium in tantalum metal // Analytical Chimica Acta. 1966. Vol. 34. P. 165–168.
11. Hasegawa S., Kobayashi T., Ide K., Hasegawa R. Determination of trace amounts of sodium and potassium in high-purity tantalum by graphite-furnace atomic absorption spectrometry // Bunseki Kagaku. 1993. Vol. 42 (10). P. 643–647.
12. ГОСТ 18904.6–89. Тантал и его окись. Спектральный метод определения алюминия, ванадия, железа, кальция, кремния, магния, марганца, меди, никеля, ниобия, олова, титана, хрома и циркония. М.: Изд-во стандартов, 1989. С. 12–16.
13. Филиппов М.Н., Межевая Л.Ю., Барановская В.Б. Современные тенденции применения и аналитического контроля ниобия и тантала // Аналитика веществ и материалов. 2023. Т. 13. № 5. С. 366–378.
14. Grebneva O.N., Kubrakova I.V., Kudinova T.F., Kuzmin N.M. Direct determination of trace elements in niobium, tantalum and their oxides by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry after microwave dissolution // Spectrochimica Acta Part B. 1997. Vol. 52. P. 1151–1159.

15. Hu J., Wang H. Determination of Trace Elements in Super Alloy by ICP-MS // *Mikrochimica Acta*. 2001. Vol. 137. P. 149–155.
16. Пупышев А.А., Эпова Е.Н. Спектральные помехи полиатомных ионов в методе масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой // *Аналитика и контроль*. 2001. Т. 5. № 4. С. 335–369.
17. Kozono S., Sakamoto H., Takashi R., Haraguchi H. Multielement determination of ultratrace impurities in high purity tantalum metals by flow injection/inductively coupled plasma mass spectrometry // *Analytical Sciences*. 1998. Vol. 14 (4). P. 757–762.
18. Jakubowski N., Prohaska T., Rottmann L., Vanhaecke F. Inductively coupled plasma- and glow discharge plasma-sector field mass spectrometry. Part I. Tutorial: Fundamentals and instrumentation // *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*. 2011. Vol. 26. P. 693–726.
19. Ганеев А.А., Губаль А.Р., Усков К.Н., Потапов С.В. Аналитическая масс-спектрометрия с тлеющим разрядом // *Известия Академии наук. Серия химическая*. 2012. № 4. С. 1–15.

References

1. Omarova D.K. Application of tantalum and production of world tantalum products. *Byulleten VSNTS SO RAMN*, 2012, no. 1 (83), pp. 143–148.
2. Kablov E.N., Echin A.B., Bondarenko Yu.A. History of development of directional crystallization technology and equipment for casting blades of gas turbine engines. *Trudy VIAM*, 2020, no. 3 (87), pp. 3–12. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: December 04, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-3-3-12.
3. Kablov E.N. The strategic directions of development of materials and technologies of their processing for the period to 2030. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2012, no. S, pp. 7–17.
4. Svetlov I.L., Petrushin N.V., Epishin A.I., Karashaev M.M., Elyutin E.S. Single crystals of nickel-based superalloys alloyed with rhenium and ruthenium (review). Part 1. *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 1 (70), pp. 30–50. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: December 04, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-1-30-50.
5. Kablov E.N., Kutyrev A.E., Vdovin A.I., Kozlov I.A., Afanasyev-Khodykin A.N. The research of possibility of galvanic corrosion in brazed connections used in aviation engine construction. *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 4 (65), pp. 3–13. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: December 04, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-3-13.
6. Min P.G., Vadeev V.E., Kramer V.V. The development of the new VZhM200 superalloy and the technology of its production for casting of the advanced engines' blades by the directional crystallization. *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 3 (64), pp. 11–18. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: December 04, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-3-11-18.
7. Gromov V.I., Yakusheva N.A., Vostrikov A.V., Cherkashneva N.N. High strength structural steels for gas-turbine engine shafts (review). *Aviation materials and technology*, 2021, no. 1 (62), pp. 3–12. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: December 04, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-3-12.
8. Kablov E.N., Chabina E.B., Morozov G.A., Muravskaya N.P. Conformity assessment of new materials using high-level CRMs and MI. *Kompetentnost*, 2017, no. 2, pp. 40–46.
9. State Standard 18904.1–89. *Tantalum and its oxide. Photometric method for determining molybdenum and tungsten*. Moscow: Publ. House of Standards, 1989, pp. 6–9.
10. Luke C.L. Spectrophotometric determination of niobium in tantalum metal. *Analytical Chimica Acta*, 1966, vol. 34, pp. 165–168.
11. Hasegawa S., Kobayashi T., Ide K., Hasegawa R. Determination of trace amounts of sodium and potassium in high-purity tantalum by graphite-furnace atomic absorption spectrometry. *Bunseki Kagaku*, 1993, vol. 42 (10), pp. 643–647.
12. State Standard 18904.6–89. *Tantalum and its oxide. Spectral method for determination of aluminum, vanadium, iron, calcium, silicon, magnesium, manganese, copper, nickel, niobium, tin, titanium, chromium, and zirconium*. Moscow: Publ. House of Standards, 1989, pp. 12–16.

13. Filippov M.N., Mezhevaya L.Yu., Baranovskaya V.B. Modern trends in the application and analytical control of niobium and tantalum. *Analitika veshchestv i materialov*, 2023, vol. 13, no. 5, pp. 366–378.
14. Grebneva O.N., Kubrakova I.V., Kudinova T.F., Kuzmin N.M. Direct determination of trace elements in niobium, tantalum and their oxides by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry after microwave dissolution. *Spectrochimica Acta Part B*, 1997, vol. 52, pp. 1151–1159.
15. Hu J., Wang H. Determination of Trace Elements in Super Alloy by ICP-MS. *Mikrochimica Acta*, 2001, vol. 137, pp. 149–155.
16. Pupyshchev A.A., Epova E.N. Spectral interference of polyatomic ions in the method of mass spectrometry with inductively coupled plasma. *Analitika i kontrol*, 2001, vol. 5, no. 4, pp. 335–369.
17. Kozono S., Sakamoto H., Takashi R., Haraguchi H. Multielement determination of ultratrace impurities in high purity tantalum metals by flow injection/inductively coupled plasma mass spectrometry. *Analytical Sciences*, 1998, vol. 14 (4), pp. 757–762.
18. Jakubowski N., Prohaska T., Rottmann L., Vanhaecke F. Inductively coupled plasma- and glow discharge plasma-sector field mass spectrometry. Part I. Tutorial: Fundamentals and instrumentation. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*, 2011, vol. 26, pp. 693–726.
19. Ganeev A.A., Gubal A.R., Uskov K.N., Potapov S.V. Analytical mass spectrometry with glow discharge. *Izvestiya Akademii nauk. Seriya khimicheskaya*, 2012, no. 4, pp. 1–15.

Информация об авторах

Алексеев Андрей Владимирович, старший научный сотрудник, к.б.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Якимович Павел Витальевич, ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Andrey V. Alekseev, Senior Researcher, Candidate of Sciences (Bio.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Pavel V. Yakimovich, Leading Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 30.01.2026; одобрена и принята к публикации после рецензирования 09.02.2026.
The article was submitted 30.01.2026; approved and accepted for publication after reviewing 09.02.2026.

Научная статья

УДК 620.179.1

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-203-214

МИКРОДЕНСИТОМЕТР И ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГРАНУЛЯРНОСТИ РАДИОГРАФИЧЕСКИХ ТЕХНИЧЕСКИХ ПЛЕНОК

Н.В. Осияненко¹, М.А. Далин¹, Е.И. Косарина¹, А.А. Демидов¹

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

Аннотация. Представлены функциональная схема и внешний вид микроденситометра, посредством которого можно получить информацию о гранулярности радиографической пленки и определить ее принадлежность к тому или иному классу, регламентируемому ГОСТ Р ИСО 11699-1–2023. Даны технологическая последовательность получения сенситограммы и массива оптической плотности, порядок его статистической обработки и вычисления гранулярности радиографической пленки. Проведена экспериментальная проверка разработанной технологии на сертифицированной радиографической пленке D5 Agfa с известным значением гранулярности. Показано полное совпадение заявленной и экспериментально полученной гранулярности.

Ключевые слова: рентгеновский неразрушающий контроль, радиографическая пленка, сенситограмма, гранулярность, линейная регрессия, фильтрация, статистическая обработка показаний

Для цитирования: Осияненко Н.В., Далин М.А., Косарина Е.И., Демидов А.А. Микроденситометр и определение гранулярности радиографических технических пленок // Труды ВИАМ. 2026. № 7 (161). С. 203–214. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-203-214.

Scientific article

MICRODENSITOMETER AND DETERMINATION OF GRANULARITY OF RADIOGRAPHIC TECHNICAL FILMS

N.V. Osiyanenko¹, M.A. Dalin¹, E.I. Kosarina¹, A.A. Demidov¹

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 article presents the functional scheme and external appearance of a microdensitometer, which can be used to obtain information about the granularity of an X-ray film and determine whether it belongs to a specific class regulated by GOST R ISO 11699-1–2023. The technological sequence of obtaining a sensitogram and an optical density matrix, as well as the procedure for its statistical processing and the calculating the granularity of an X-ray film is given. An experimental verification of the developed technology was carried out on a certified D5 Agfa radiographic film with a known value of its grain size and full compliance with the declared and experimentally obtained grain size was obtained.

Keywords: X-ray non-destructive testing, radiographic film, sensitogram, granularity, linear regression, filtering, statistical processing of readings

For citation: Osiyanenko N.V., Dalin M.A., Kosarina E.I., Demidov A.A. Microdensitometer and determination of granularity of radiographic technical films. *Trudy VIAM*, 2026, no. 7 (161), pp. 203–214. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-203-214.

Введение

Радиационный неразрушающий контроль с применением рентгеновского излучения, несмотря на трудоемкость и высокую себестоимость, остается обязательным условием в производстве большинства видов техники, в том числе авиационной. Основным видом радиационного неразрушающего контроля ответственных деталей авиационной техники, отливок и сварных соединений является радиографический контроль с использованием источников рентгеновского излучения и радиографической пленки в качестве преобразователя радиационного изображения. Проведение рентгенографического контроля строго регламентировано рядом нормативно-технической документации: источники рентгеновского излучения (рентгеновские аппараты) должны обеспечивать требования по режиму и параметрам контроля, а радиографическая пленка должна быть сертифицирована действующими стандартами ГОСТ Р ИСО 11699-1-2023 и ГОСТ Р ИСО 11699-2-2022 [1, 2]. Невыполнение требований нормативно-технической документации и неудовлетворительное качество пленки повышают риск пропуска дефекта и, как следствие, могут привести к выходу из строя ответственных деталей авиационной техники во время эксплуатации [3].

Согласно международному регламенту, технические радиографические пленки в соответствии с сенситометрическими и структурометрическими свойствами подразделяются на шесть классов. Класс радиографической пленки определяет Берлинский федеральный институт исследований и испытаний материалов (BAM). В зависимости от условий контроля необходимо использовать пленку строго определенного класса [4]. В связи с введением санкций в отношении Российской Федерации прекратился импорт сертифицированных радиографических технических пленок фирм Agfa, Fujifilm, Carestream, применявшихся для контроля качества изделий в авиационной отрасли. Взамен их на рынок поставляются радиографические технические пленки, не имеющие соответствующей сертификации. В настоящее время на территории России отсутствует сертифицирующий орган по контролю качества радиографических технических пленок для авиационной отрасли, усложнилось сертифицирование отечественных пленок [5–7].

Учитывая современную ситуацию, связанную с большим притоком на рынок радиографических пленок с неизвестными свойствами и недоступностью их сертификации, в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ разработаны средства и технологии исследования сенситометрических и структурометрических свойств радиографических технических пленок с целью определения их принадлежности к соответствующему классу [8].

Состояние вопроса

Слой радиографических пленок, чувствительный к ионизирующему излучению, в том числе к свету, рентгеновскому и гамма-излучению, представляет собой эмульсию из микрокристаллов бромида серебра в желатине. Размер микрокристаллов колеблется в пределах одного микрометра, а их распределение и количество в эмульсионном слое стохастичны, а потому неравномерны. Ионизация микрокристаллов осуществляется случайно и зависит от их распределения, условий экспонирования, длины пробега электронов в эмульсионном слое, рассеянного излучения. В результате равномерно экспонированный эмульсионный слой после фотообработки получает неравномерную оптическую плотность, которая называется гранулярностью и физически представляет собой собственный шум радиографической пленки [9]. Согласно существующей классификации, регламентируемой ГОСТ Р ИСО 11699-1-2023, каждый из шести классов радиографических пленок, помимо сенситометрических характеристик (чувствительность и средний градиент), имеет структурометрическую характеристику (граница по

гранулярности). Оценка гранулярности требует наличия высокоточных средств измерения, а обработка полученных данных – статистического анализа [8].

При рентгеновском контроле ответственных изделий, например объектов авиационной техники, необходимо использовать радиографическую пленку классов С1–С4, гранулярность которой не превышает 0,026 Б. Радиографические пленки, появившиеся на отечественном рынке после введения санкций, не всегда соответствуют заявленному классу. Поэтому для того, чтобы рекомендовать тот или иной тип пленки для рентгенографического контроля, необходимо проведение ее испытаний с целью определения структурометрических характеристик [10, 11].

Материалы и методы

Гранулярностью называют стохастические колебания оптической плотности радиографического снимка, полученного при равномерном экспонировании эмульсионного слоя радиографической пленки. Оптическая плотность – это степень потемнения радиографической пленки. При этом оптическая плотность, измеренная денситометром, светочувствительный элемент которого имеет апертуру $\varnothing 2$ мм, является диффузной (D_d), а измеренная микроденситометром, апертура которого не превышает $88,6 \times 88,6$ мм ($\varnothing 100$ мкм), – регулярной (D_p). Гранулярность пленки определенного класса зависит от среднего значения оптической плотности и площади измерительной диафрагмы [12].

Для оценки гранулярности пленки необходимы следующие материалы и приборы:

- рентгеновский снимок, который содержит не менее пяти участков с диффузной оптической плотностью в интервале от 1,5 до 2,8 Б, для построения кривой зависимости диффузной оптической плотности от регулярной;
- рентгеновский снимок со средней диффузной оптической плотностью $\bar{D}_d = 2$ Б для измерения не менее 1160 значений регулярной оптической плотности с шагом 100 мкм;
- денситометр;
- микроденситометр.

Рентгеновский снимок с пятью и более значениями диффузной оптической плотности в интервале от 1,5 до 2,8 Б можно получить разными способами, например, получив рентгенограмму при экспонировании ступенчатого объекта с соответствующим подбором режима и параметров; получив сенситограмму, содержащую восемь участков с диффузной оптической плотностью, при экспонировании пленки с помощью сенситометра; получив клин оптических плотностей в результате изменения продолжительности экспонирования радиографической пленки.

Микроденситометр спроектирован и изготовлен в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ. Оформлен патент на изобретение микроденситометра, который зарегистрирован в Государственном реестре изобретений РФ № 2855923 (заявка № 2024140038 от 27.12.2024). Это уникальная оптическая установка, не имеющая аналогов в России и за рубежом. Функциональная схема микроденситометра представлена на рис. 1.

Ориентация оптической системы микроденситометра, содержащей два объектива – в приемном и осветительном каналах, перпендикулярна поверхности исследуемой радиографической пленки. Осветитель содержит объектив с апертурным углом, превышающим апертурный угол объектива приемного канала. При этом объектив приемного канала выполнен с возможностью фокусировки на середину толщины радиографической пленки таким образом, чтобы нерезкость в каждом из двух слоев фотоэмульсии, расположенных по обе стороны от поверхности пленки, не превышала 5 мкм.

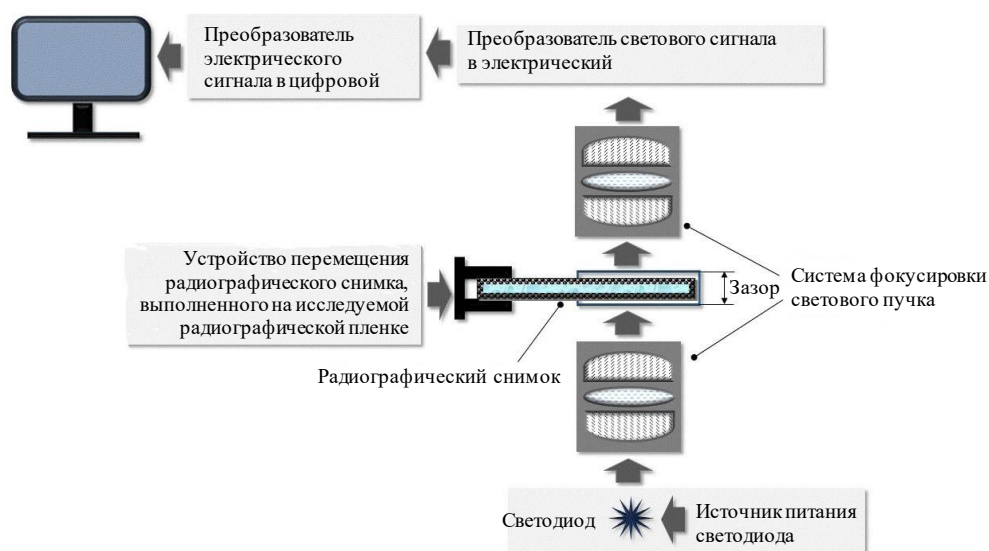


Рис. 1. Функциональная схема микроденситометра

Предметной плоскостью осветителя, соответствующей середине толщины исследуемой радиографической пленки, является середина зазора между осветительным и приемным каналами толщиной 200 мкм, через который протягивается пленка, закрепленная с помощью зажима на каретке. С помощью привода, размещенного в корпусе микроденситометра, пленка линейно сканируется с длиной перемещения 116 мм и шагом 100 мкм [8].

В программном обеспечении микроденситометра реализован алгоритм вычисления регулярной оптической плотности как десятичного логарифма отношения падающего на пленку и прошедшего через нее световых потоков.

По окончании сбора данных в автоматическом режиме будут получены 1160 значений регулярной оптической плотности исследуемой пленки, которые можно скопировать и сохранить в виде отдельного документа в удобном формате (Excel, Microsoft Word) для дальнейшей работы.

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

Процедура определения гранулярности и обработка результатов

Получение сенситограммы с диапазоном оптической плотности от 1,5 до 2,8 Б

Экспонирование фрагмента исследуемой радиографической пленки с целью получения рентгенограммы с диапазоном оптических плотностей проведено на сенситометре при следующем режиме рентгеновского аппарата: анодное напряжение 40 кВ, ток трубки 10 мА, продолжительность 1,5 мин, фокусное расстояние 700 мм.

При вычислении гранулярности значения регулярной оптической плотности, полученные с помощью микроденситометра, необходимо преобразовывать в диффузную оптическую плотность, используя график зависимости $\lg D_d = f(\lg D_p)$. Для этого при получении пяти и более участков со значениями диффузной оптической плотности в интервале от 1,5 до 2,8 Б на сенситограмме необходимо выполнить по пять измерений диффузной и регулярной оптической плотности на каждом участке, вычислить их логарифмы и построить линейную зависимость $\lg D_d = f(\lg D_p)$.

На рис. 2 показана сенситограмма с выбранным диапазоном оптических плотностей от 1,5 до 2,8 Б на пяти участках, в указанных точках измерены диффузная D_d и регулярная D_p оптическая плотность. Данные измерения представлены в табл. 1.

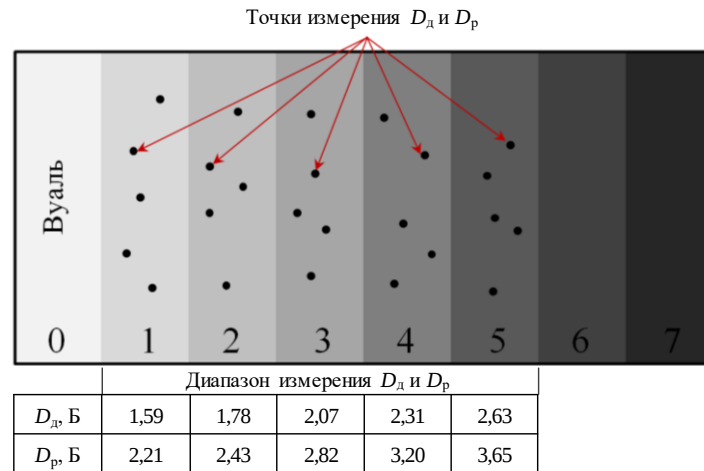


Рис. 2. Рабочая сенситограмма для получения зависимости диффузной D_d и регулярной D_p оптической плотности $\lg D_d = f(\lg D_p)$

Таблица 1

Логарифмы диффузной D_d и регулярной D_p оптической плотности

Показатель	Номер точки измерения на участке сенситограммы	Значения показателей для участка сенситограммы				
		1	2	3	4	5
$\lg D_d$, Б	1	0,20	0,24	0,31	0,37	0,43
	2	0,20	0,26	0,30	0,34	0,40
	3	0,23	0,28	0,32	0,36	0,41
	4	0,18	0,23	0,34	0,38	0,43
	5	0,20	0,24	0,31	0,37	0,43
$\lg D_p$, Б	1	0,35	0,39	0,45	0,50	0,56
	2	0,35	0,39	0,45	0,51	0,56
	3	0,34	0,39	0,46	0,51	0,57
	4	0,34	0,37	0,44	0,51	0,56
	5	0,34	0,39	0,45	0,51	0,56

Примечание. Значения получены при фотометрировании и микрофотометрировании сенситограммы, представленной на рис. 2.

Построение кривой линейной регрессии (рис. 3) и нахождение коэффициентов осуществляют с помощью программы Excel. Далее любые значения диффузной оптической плотности (средние и единичные) представляют собой пересчет из значений регулярной оптической плотности посредством коэффициентов линейной регрессии [13].

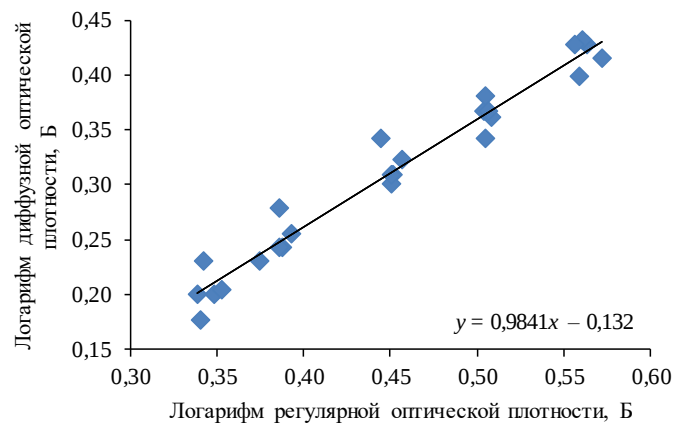


Рис. 3. Кривая линейной регрессии $\lg D_d = f(\lg D_p)$

Получение рентгеновского снимка

Фрагмент исследуемой радиографической пленки помещают перед выходным окном излучателя рентгеновского аппарата и экспонируют (анодное напряжение 40 кВ, ток трубки 10 мА, продолжительность 1 с, фокусное расстояние 700 мм), далее пленку подвергают химико-фотографической обработке и фотометрируют посредством денситометра, получая в результате рентгеновский снимок со средней диффузной оптической плотностью 2 Б.

Посредством перемещающего устройства микроденситометра радиографический снимок автоматически сканируют прямолинейно с шагом 100 мкм на расстоянии 116 мм.

При размещении каждого участка под пучком света автоматически фиксируется его регулярная оптическая плотность, которая в дальнейшем преобразуется в цифровой сигнал, и таким образом осуществляется сбор оцифрованных результатов. На мониторе в программе MS Excel высвечивается таблица с выборкой из 1160 значений регулярной оптической плотности одновременно двух эмульсионных слоев [14]. Анализ выборки оптической плотности показывает ее колебания, связанные не только с гранулярностью. Неравномерная толщина эмульсионного слоя и оси пленки, на которую наносится эмульсионный слой, также вызывает неравномерность оптической плотности (рис. 4).

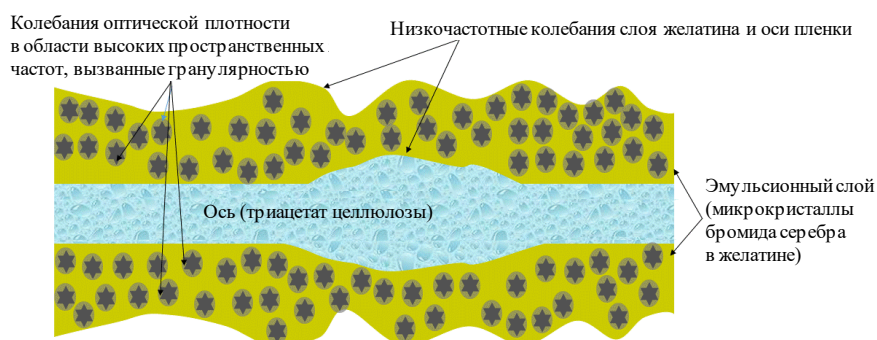


Рис. 4. Строение эмульсионного слоя пленки

Вклад в гранулярность вносят следующие явления:

- квантовые флуктуации излучения;
- статистические колебания количества микрокристаллов на единице площади пленки;
- образование клубков проявленных микрокристаллов по длине свободного пробега фотоэлектронов и комптоновских электронов.

Пространственная частота колебаний, вызванных гранулярностью, составляет несколько микрометров. Колебания оптической плотности, вызванные неравномерностью нанесения эмульсионного слоя, колебаниями толщины оси, распространяются на длину от 0,1 до 10,0 мм, т. е. пространственная частота становится на несколько порядков меньше. Для того чтобы отфильтровать колебания оптической плотности с низкой пространственной частотой, выборку из 1160 значений оптической плотности подвергают фильтрации [15, 16].

Высокочастотный фильтр представляет собой прямоугольное окно шириной 6 мм. Массив значений регулярной оптической плотности из 1160 значений $\{D_d = 1160 \text{ зн.}\}$, пересчитанных в диффузную оптическую плотность, фильтруют, перемещая высокочастотный фильтр на шаг, равный 100 мкм (рис. 5). При этом математически выполняется функция свертки:

$$\Delta D_{Di} = D_{Di} - \frac{1}{61} \sum_{i=-30}^{i+30} D_{Di \pm 30},$$

где D_{Di} – оптическая плотность произвольной i -й точки на линии сканирования общей длиной 116 мм, Б.

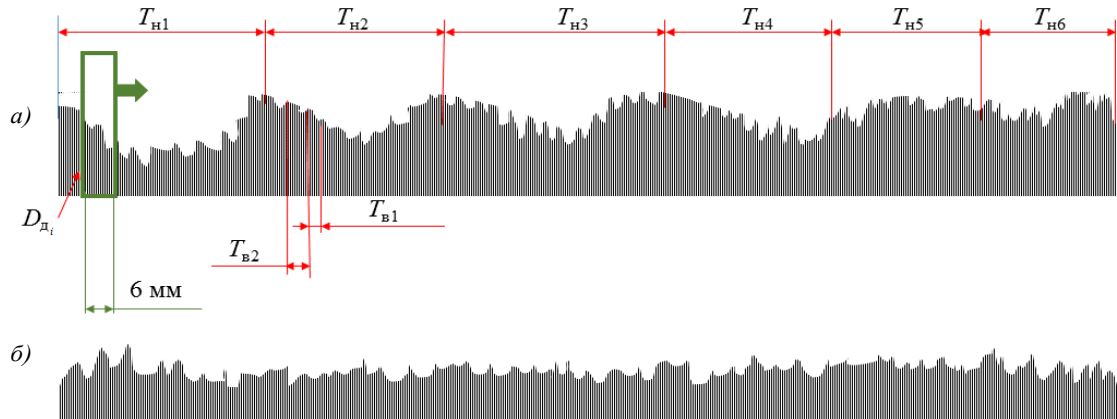


Рис. 5. Схема низких пространственных частот до (а) и после (б) фильтрации: T_n – периоды низкочастотных колебаний оптической плотности, вызванных изменениями толщины эмульсионного слоя и оси пленки; T_b – периоды высокочастотных колебаний оптической плотности, вызванных гранулярностью; D_{Di} – оптическая плотность произвольной i -й точки на линии сканирования

Во избежание повторения работы фильтра первые и последние 30 измерений D_{Di} необходимо исключить из измеренного массива $\{D_d = 1160 \text{ зн.}\}$. В результате фильтрации будет получен «сглаженный», т. е. лишенный низкочастотных колебаний массив $\{D_d = 1100 \text{ зн.}\}$, который будет состоять из 1100 значений на длине участка 110 мм [17], а отфильтрованное значение диффузной оптической плотности i -й точки D_{fi} массива $\{D_d = 1100 \text{ зн.}\}$ определяют вычитанием из значения D_{Di} массива $\{D_d = 1160 \text{ зн.}\}$ величины ΔD_{Di} , сглаженной в результате фильтрации:

$$D_{fi} = D_{Di} - \Delta D_{Di}.$$

После проведения фильтрации участок длиной 110 мм разделяют на отрезки длиной 1,9 мм каждый с 20 значениями оптической плотности и с расстоянием между отрезками 0,1 мм. Для проведения расчетов гранулярности отрезков должно быть не менее 55 и в каждом отрезке следует определить среднее значение оптической плотности (табл. 2). Среднее значение отфильтрованной диффузной оптической плотности n -го отрезка $\bar{D}_{fn}$ рассчитывается по формуле

$$\bar{D}_{fn} = \frac{1}{20} [D_{f(n,1)} + D_{f(n,2)} + \dots + D_{f(n,i)} + \dots + D_{f(n,20)}],$$

где $D_{f(n,i)}$ – значение отфильтрованной диффузной оптической плотности в i -й точке, Б.

Рассчитывают гранулярность на каждом из 55 отрезков (табл. 3). Гранулярность n -го отрезка определяется из соотношения

$$\sigma_{Dn} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{20} (D_{f(n,i)} - \bar{D}_{fn})^2}{20 - 1}}.$$

Таблица 2

Отфильтрованная диффузная оптическая плотность на 55 отрезках

Номер отрезка	Отфильтрованная диффузная оптическая плотность, Б						средняя
	в точках						
	1	2	...	i	...	20	
1	$D_{f(1,1)}$	$D_{f(1,2)}$	...	$D_{f(1,i)}$	...	$D_{f(1,20)}$	$\overline{D}_{f_1}$
2	$D_{f(2,1)}$	$D_{f(2,2)}$	...	$D_{f(2,i)}$	...	$D_{f(2,20)}$	$\overline{D}_{f_2}$
...	...	...	...	...	...	...	...
n	$D_{f(n,1)}$	$D_{f(n,2)}$	...	$D_{f(n,i)}$	...	$D_{f(n,20)}$	$\overline{D}_{f_n}$
...	...	...	...	...	...	...	...
55	$D_{f(55,1)}$	$D_{f(55,2)}$	...	$D_{f(55,i)}$	...	$D_{f(55,20)}$	$\overline{D}_{f_{55}}$

Таблица 3

Гранулярность на 55 отрезках

Номер отрезка	1	2	...	n	...	55
Гранулярность на отрезке	σ_{D_1}	σ_{D_2}	...	σ_{D_n}	...	$\sigma_{D_{55}}$

Полученные значения гранулярности отсортировывают по возрастанию, при этом центральное значение гранулярности является медианой, в случае 55 отрезков медианой является 28-й отсортированный отрезок (табл. 4).

Таблица 4

Гранулярность на 55 отсортированных отрезках

Номер отсортированного отрезка	1'	2'	...	28'	...	55'
Гранулярность на отрезке	$\sigma_{D_{\min}}$	$\sigma_{D_{2'}}$	...	$\sigma_{D_{\text{med}}}$	...	$\sigma_{D_{\max}}$

Для распределения критерия χ -квадрат характерно следующее. Если k – количество последовательных наблюдений в пределах группы C , а критическим значением распределения критерия χ -квадрат является $\alpha = 0,5$, то при количестве степеней свободы $k - 1$ для оценки σ_D его медианное значение $\sigma_{D_{\text{med}}}$ умножают на $\sqrt{(k-1)/C}$, где $C = \sigma_{D_{\text{med}}}$ [18]. Если при разделении участка на отрезки значений оптической плотности на отрезке было 20, то медианное значение $\sigma_{D_{\text{med}}}$ необходимо умножить на 1,0179 для статистической поправки.

Увеличение количества отрезков и значений случайной величины обеспечивает более точный результат. Важно не изменить длину группы, равную 1,9 мм (плюс расстояние между группами 0,1 мм), и статистическую поправку, если используется значение поправки, равное 1,0179.

Статистический коэффициент коррекции по требованиям ГОСТ Р ИСО 11699-1–2023 равен величине $\sqrt{2/\overline{D}_{D=2}}$. Цель такой коррекции состоит в приведении значения σ_D к значению диффузной оптической плотности $\overline{D}_{D=2} = 2,00 \pm 0,05$ Б и получению скорректированного значения $\sigma_{\overline{D}=2}$.

Для оценки среднего значения гранулярности необходимо выполнить не менее шести измерений гранулярности на различных образцах исследуемой пленки [19]. При

этом полученные результаты среднего значения гранулярности при отклонении от паспортных значений должны быть не более $\pm 10\%$ на 95%-ном доверительном интервале.

Практическое определение гранулярности посредством разработанного микроденситометра

На рис. 6 представлена фотография микроденситометра, разработанного в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.

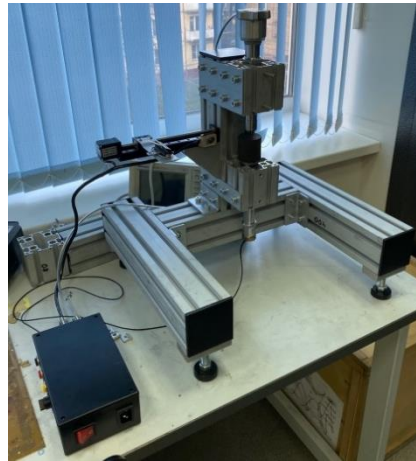


Рис. 6. Разработанный микроденситометр

Для проверки работы микроденситометра выбран образец радиографической пленки типа D5 Agfa с известным показателем гранулярности.

Для получения массива регулярной оптической плотности 1160 значений с шагом 100 мкм использовали рентгеновский снимок со средней диффузной оптической плотностью, равной 2 Б.

Для построения кривой линейной регрессии использовали сенситограмму с диапазоном оптической плотности 0,24–2,38 Б. По полученным массивам диффузной и регулярной оптической плотности построили график зависимости $\lg D_d = f(\lg D_p)$ и определили коэффициенты линейной регрессии.

Измеренные микроденситометром значения регулярной оптической плотности преобразовали в диффузную оптическую плотность на основе вычисленных коэффициентов линейной регрессии.

Для получения отфильтрованного массива, состоящего из 1100 значений, на длине участка 110 мм провели фильтрацию.

Далее участок длиной 110 мм разделили на отрезки длиной 1,9 мм и провели расчет гранулярности 55 отрезков, определили медианное значение гранулярности $\sigma_{D_{med}}$. Для поправки $\sigma_{D_{med}}$ умножили на 1,0179 и полученное значение гранулярности σ_D скорректировали путем приведения к значению диффузной оптической плотности $\bar{D}_{D=2} = 2,00 \pm 0,05$ Б, получив скорректированное значение гранулярности $\sigma_{\bar{D}=2}$.

Выполнили шесть измерений $\sigma_{\bar{D}=2}$ на различных образцах исследуемой пленки и вычислили среднее значение гранулярности $\bar{\sigma}_{\bar{D}=2}$.

Полученное среднее значение гранулярности сравнили с паспортными данными. Согласно паспортным данным, максимальная гранулярность пленки типа D5 Agfa $\sigma_{D_{max}} = 0,028$ при оптической плотности $D = 2$ Б над плотностью вуали $D_0 = 0,25$ Б. В результате измерений выявлено, что полученное значение отличается от паспортного не более чем на 1,7 %.

Заключения

Разработана и экспериментально проверена последовательность оценки гранулярности радиографических технических пленок. Сконструирован и создан микроденситометр, позволяющий получить необходимый материал для определения структурометрических показателей радиографических технических пленок. В ходе экспериментальной проверки работоспособности разработанных средств и последовательности исследования получен положительный результат. Перспектива дальнейших исследований состоит в аттестации разработанных систем в качестве средств измерения.

Список источников

1. ГОСТ Р ИСО 11699-1–2023. Контроль неразрушающий. Радиографические пленки для промышленной радиографии. Часть 1. Классификация пленочных систем для промышленной радиографии. М.: Российский институт стандартизации, 2023. 12 с.
2. ГОСТ Р ИСО 11699-2–2022. Контроль неразрушающий. Радиографические пленки для промышленной радиографии. Часть 2. Контроль обработки пленок с помощью опорных значений. М.: Российский институт стандартизации, 2022. 10 с.
3. Каблов Е.Н. Роль государственных научных центров РФ в обеспечении национальной безопасности страны // Перспективные технологии для систем безопасности. 2023. № 1. С. 4–9.
4. Гнедин М.М., Шаблов С.В. Радиографический контроль: требования нормативной документации по выбору радиографической пленки // В мире неразрушающего контроля. 2019. № 1. С. 14–16.
5. Коваленко Т.С. Дефект типа «пригар» на литых заготовках из жаропрочных никелевых сплавов (типа ЖС32) // Авиационные материалы и технологии. 2023. № 4 (73). С. 14–22. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 12.01.2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-4-14-22.
6. Леонов А.А., Трофимов Н.В., Панаев В.Г., Кудасов С.В., Широкожуков А.В. Магниево-алюминиевые сплавы в конструкции изделий навигационной системы // Авиационные материалы и технологии. 2024. № 3 (76). С. 25–34. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 12.01.2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-3-25-34.
7. Светлов И.Л., Петрушин Н.В., Елишин А.И., Карашаев М.М., Елютин Е.С. Монокристаллы жаропрочных никелевых сплавов, легированных рением и рутением (обзор). Часть 1 // Авиационные материалы и технологии. 2023. № 1 (70). С. 30–50. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 20.01.2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-1-30-50.
8. Михайлова Н.А., Демидов А.А., Чертищев В.Ю., Осияненко Н.В. Определение гранулярности радиографических пленок в соответствии с ISO 11699-1 // Дефектоскопия. 2021. № 2. С. 44–50. DOI: 10.31857/S0130308221020056.
9. Добромислов В.А. Радиационные методы неразрушающего контроля. М.: Машиностроение, 1999. 104 с.
10. Осияненко Н.В., Косарина Е.И., Демидов А.А., Гримова А.П. Определение характеристик радиографических пленок // Труды ВИАМ. 2025. № 7 (149). С. 119–129. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 22.12.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-7-119-129.
11. Косарина Е.И., Михайлова Н.А., Суворов П.В., Демидов А.А. Природа шумов в цифровой радиографии, их моделирование и способы подавления в цифровом радиографическом изображении (обзор) // Труды ВИАМ. 2023. № 6 (124). С. 142–152. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 22.12.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-6-142-152.
12. Штань А.С., Румянцев С.В., Гольцев В.А. Справочник по радиационным методам контроля. М.: Атомиздат, 1983. 210 с.
13. Дрейпер Н., Смит Г. Прикладной регрессионный анализ. М.: Вильямс, 2007. 912 с.

14. Шашлов А.Б. Основы светотехники: учебник. М.: Логос, 2016. 256 с.
15. Мельникова И.Н., Фастовец Н.О. Теория вероятностей: конспект лекций для факультета АиВТ. М.: Издательский центр РГУ нефти и газа (НИУ) имени И.М. Губкина, 2017. 100 с.
16. Калман Р., Фарб П., Арбиб М. Очерки по математической теории систем. М.: ЛИБРОКОМ, 2012. 354 с.
17. Моисеев Н.Н. Математические задачи системного анализа: учеб. пособие. 2-е изд. М.: ЛИБРОКОМ, 2012. 488 с.
18. Дмитриев К.В. Теория и практика обработки сигналов и полей // Открытые видеолекции учебных курсов МГУ им. М.В. Ломоносова. 155 с. URL: <https://teach-in.ru/file/synohsis/pdf/theory-and-practice-of-signal-and-field-processing-M.pdf> (дата обращения: 12.01.2026).
19. Прохоров А.В., Савицкий А.В. Характеризующие статистики и их применение // Теория вероятности и ее применение. 2021. Т. 66. № 3. С. 487–507.

References

1. State Standard R ISO 11699-1–2023. *Non-destructive testing. Radiographic films for industrial radiography. Part 1. Classification of film systems for industrial radiography*. Moscow: Russian Institute of Standardization, 2023, 12 p.
2. State Standard R ISO 11699-2–2022. *Non-destructive testing. Radiographic films for industrial radiography. Part 2. Inspection of film processing using reference values*. Moscow: Russian Institute of Standardization, 2022, 10 p.
3. Kablov E.N. The role of state research centers of the Russian Federation in ensuring national security. *Perspektivnye tekhnologii dlya sistem bezopasnosti*, 2023, no. 1, pp. 4–9.
4. Gnedin M.M., Shablov S.V. Radiographic testing: requirements of regulatory documentation for the selection of radiographic film. *V mire nerazrushayushchego kontrolya*, 2019, no. 1, pp. 14–16.
5. Kovalenko T.S. «Burned» type defect on cast billets of heat-resistant nickel alloys (type ZhS32). *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 4 (73), pp. 14–22. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: January 12, 2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-4-14-22.
6. Leonov A.A., Trofimov N.V., Panaetov V.G., Kudasov S.V., Shirokzhukov A.V. Magnesium alloys in the design of navigation system products. *Aviation materials and technologies*, 2024, no. 3 (76), pp. 25–34. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: January 12, 2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-3-25-34.
7. Svetlov I.L., Petrushin N.V., Epishin A.I., Karashaew M.M., Elyutin E.S. Single crystals of nickel-based superalloys alloyed with rhenium and ruthenium (review). Part 1. *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 1 (70), pp. 30–50. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: January 20, 2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-1-30-50.
8. Mikhailova N.A., Demidov A.A., Chertishchev V.Yu., Osyanenko N.V. Determination of granularity of radiographic films in accordance with ISO 11699-1. *Defektoskopiya*, 2021, no. 2, pp. 44–50. DOI: 10.31857/S0130308221020056.
9. Dobromyslov V.A. *Radiation methods of non-destructive testing*. Moscow: Mashinostroenie, 1999, 104 p.
10. Osyanenko N.V., Kosarina E.I., Demidov A.A., Grimova A.P. Determination of characteristics of radiographic films. *Trudy VIAM*, 2025, no. 7 (149), pp. 119–129. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: December 22, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-7-119-129.
11. Kosarina E.I., Mikhaylova N.A., Suvorov P.V., Demidov A.A. The nature of noise in digital radiography, their modeling and ways of suppression in the digital radiographic image (review). *Trudy VIAM*, 2023, no. 6 (124), pp. 142–152. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: December 22, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-6-142-152.
12. Shtan A.S., Rumyantsev S.V., Goltsev V.A. *Handbook of Radiation Monitoring Methods*. Moscow: Atomizdat, 1983, 210 p.
13. Draper N., Smith G. *Applied Regression Analysis*. Moscow: Vilyams, 2007, 912 p.
14. Shashlov A.B. *Fundamentals of Lighting Engineering*: Textbook. Moscow: Logos, 2016, 256 p.

15. Melnikova I.N., Fastovets N.O. *Probability Theory: Lecture Notes for the Faculty of Automation and Computer Engineering*. Moscow: Publ. Center of the Gubkin Rus. State Univ. of Oil and Gas (National Research University), 2017, 100 p.
16. Kalman R., Farb P., Arbib M. *Essays on the Mathematical Theory of Systems*. Moscow: LIBROKOM, 2012, 354 p.
17. Moiseev N.N. *Mathematical Problems of Systems Analysis: A Textbook*. 2nd ed. Moscow: LIBROKOM, 2012, 488 p.
18. Dmitriev K.V. Theory and Practice of Signal and Field Processing. *Open Video Lectures of the Study Courses of Lomonosov Moscow State University*. 155 p. Available at: <https://teach-in.ru/file/synohsis/pdf/theory-and-practice-of-signal-and-field-processing-M.pdf> (accessed: January 12, 2026).
19. Prokhorov A.V., Savitsky A.V. Characterizing statistics and their application. *Teoriya veroyatnosti i ee primeneniye*, 2021, vol. 66, no. 3, pp. 487–507.

Информация об авторах

Осияненко Наталья Викторовна, инженер 2 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

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

Косарина Екатерина Ивановна, главный научный сотрудник, д.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

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

Information about the authors

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

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

Ekaterina I. Kosarina, Chief Researcher, Doctor of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

Статья поступила в редакцию 02.03.2026; одобрена и принята к публикации после рецензирования 12.03.2026.

The article was submitted 02.03.2026; approved and accepted for publication after reviewing 12.03.2026.

Научная статья

УДК 66.017

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-215-225

МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ ВЕРШИНЫ УСТАЛОСТНОЙ ТРЕЩИНЫ ПО РАЗНОСТИ ИНТЕНСИВНОСТИ ИЗОБРАЖЕНИЙ

В.В. Автаев¹, Н.О. Яковлев¹, В.А. Солдатов¹

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

Аннотация. Представлен метод автоматизированного измерения вершины усталостной трещины по анализу приращения интенсивности изображений поверхности образца, который позволяет выявлять локальные изменения в зоне развития трещины, учитывает общие и локальные смещения на поверхности образца. Результаты опробования метода при усталостных испытаниях показали возможность корректного определения положения вершины трещины. Предлагаемый метод может быть применен в системах неразрушающего контроля и при испытаниях авиационных материалов для повышения надежности оценки циклической трещиностойкости.

Ключевые слова: усталостная трещина, измерение, интенсивность, изображение, СРТУ, оптические измерения, текстура

Для цитирования: Автаев В.В., Яковлев Н.О., Солдатов В.А. Метод измерения вершины усталостной трещины по разности интенсивности изображений // Труды ВИАМ. 2026. № 7 (161). С. 215–225. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-215-225.

Scientific article

METHOD FOR MEASURING THE TIP OF A FATIGUE BY IMAGE INTENSITY DIFFERENCE

V.V. Avtaev¹, N.O. Yakovlev¹, V.A. Soldatov¹

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 an automatic measurement of fatigue crack peak based on the analysis of image intensity on the sample surface, which detects local changes in the crack development area and takes into account general and local shifts on the sample surface. The fatigue tests results showed the possibility to determine the crack tip position correctly. The proposed method can be used in non-destructive testing systems and in testing aviation materials to improve the reliability of cyclic cracking assessment.

Keywords: fatigue crack, measurement, intensity, image, FCGR, optical measurements, texture

For citation: Avtaev V.V., Yakovlev N.O., Soldatov V.A. Method for measuring the tip of a fatigue by image intensity difference. *Trudy VIAM*, 2026, no. 7 (161), pp. 215–225. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-215-225.

Введение

Безопасная эксплуатация современных авиационных изделий во многом определяется применением современных принципов конструирования. Для деталей из обшивочных материалов малой толщины (панели крыла и фюзеляжа), которые в гражданской авиации традиционно изготавливают из алюминиевых сплавов, а для военной – из титановых, безопасность эксплуатации основана на принципе безопасной повреждаемости, который определяет способность конструкционного материала вязко разрушаться с длительным периодом роста трещины до момента лавинообразного катастрофического разрушения. Оценку вязкого (замедленного) разрушения материала проводят в соответствии с РЦ-АП23 (25, 27, 29)-613 при циклических испытаниях образца с трещиной с определением скорости роста трещины усталости (СРТУ). На основании результатов квалификационных испытаний серии образцов определяют статистические показатели выборки, по которым на характеристику СРТУ назначают коэффициенты запаса и определяют интервалы осмотров при эксплуатации изделия [1–4].

Расчетные значения характеристик циклической трещиностойкости занижают «в запас» пропорционально величине среднеквадратичного отклонения логарифма СРТУ, вычисленного на среднем (пэрисовом) участке роста макротрещины. Кроме свойств материала, на данную величину может влиять точность и кратность измерения длины трещины, которая зависит от выбранного метода ее измерения.

При априорном знании упругих характеристик структурно-однородных (в макромасштабе) полуфабрикатов достаточной толщины [5], при которой эффекты местной потери устойчивости образца не оказывают значимого влияния, методы на основе податливости обладают высокой точностью. Далее обязательно проводят проверку экспериментальных измерений с помощью визуальной оценки длины трещины по излому. При соблюдении чрезвычайно высоких требований по изолированию системы с образцом, поддержанию стабильного режима электрического напряжения (постоянного или переменного) и отсутствию локальных перегревов, методы на основе измерения разницы электрических потенциалов также имеют высокую точность [6]. При прямом измерении длины трещины наиболее широко (из-за простоты реализации) применяются методы на основе оптических (визуальных) измерений [7, 8]. Тем не менее до настоящего времени для данного метода не существует универсальной автоматизированной процедуры измерений – все измерения преимущественно проводят операторы. Визуальное измерение длины трещины оператором субъективно и плохо поддается количественной оценке как с позиции неопределенности измерений, так и по их повторяемости. В сравнении с другими методами оценки трещины [9–11], данные от оператора существенно ограничены как по объему, так и по возможности фиксации быстропротекающих процессов разрушения.

В данной работе представлены результаты разработки алгоритма для метода автоматизированного измерения вершины усталостной трещины по изображениям поверхности образцов, зафиксированным в процессе проведения испытаний на СРТУ. По сравнению с разрабатываемыми методами на основе искусственного интеллекта, предлагаемый в данной статье метод не требует реализации процедуры предварительного обучения нейросетевой модели [12–14], а также высоких вычислительных мощностей для проведения расчетов. Основа метода – знание элементарных закономерностей поведения материала с трещиной, что позволит не только идентифицировать на образце трещину и ее вершину, но и получить дополнительные данные о ее развитии в материале [15, 16].

Материалы и методы

Визуальные наблюдения процесса роста трещины при испытаниях на СРТУ, а также известные представления о линейной механике разрушения [17–19] позволяют заключить, что наибольшие различия образца без трещины от этого же образца с трещиной будут определены только в узкой зоне этой трещины с полным сохранением остальной поверхности образца без изменений. При совмещении двух таких изображений – базового изображения образца с изображением после подрастания трещины в образце – и последующего вычитания интенсивности пикселей, результирующее изображение укажет на зону максимальных отличий – зону развития трещины усталости (рис. 1).

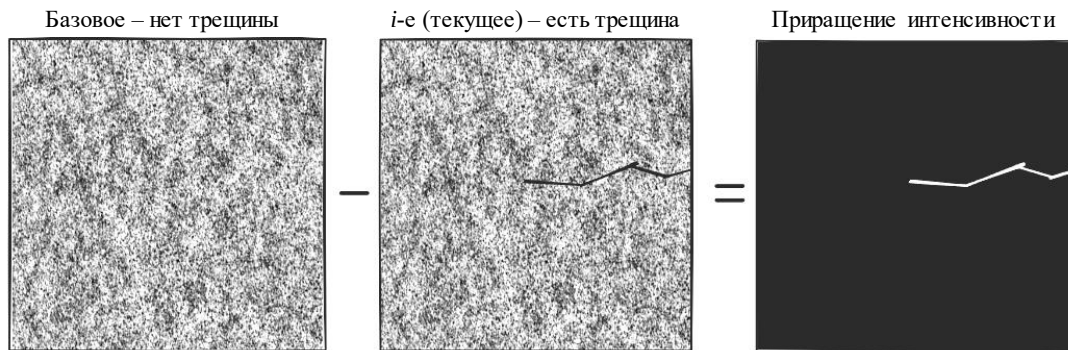


Рис. 1. Принципиальная схема оценки приращения интенсивности для поиска трещины по изображениям

Для корректной идентификации трещины усталости по указанному методу, оценки ее размеров и траектории необходимо дополнительно выделить задачи, возникающие при съемке поверхности образца неподвижной камерой.

Общее смещение образца. Смещение v образца характеризуется его нагружением вдоль оси y с плавным увеличением (градиентом) смещения к активному захвату: $dv/dy = \text{const}$. При прохождении трещины (при $y = c$) вдоль некоторого поперечного сечения смещение характеризуется в общем случае разрывом.

Совмещение изображений смещенного объекта с исходным [20]. На анализируемом изображении поверхность образца может быть смещена по отношению к аналогичной поверхности образца на базовом изображении (например, из-за различий действующей в данный момент силы), а эффекты от дисторсии объектива видеокамеры могут приводить к искажениям пропорций объекта съемки (рис. 2). Для совмещения двух изображений, полученных с одной или нескольких камер с совпадением оси съемки, когда идентифицируемый объект смещается в плоскости, перпендикулярной оси съемки, достаточно использовать аффинное преобразование, в противном случае – преобразование по проекции. Когда требуется совмещение двух изображений с разных камер (без совпадения осей съемки), на которых идентифицируемый объект смещается в 3D-пространстве, необходимо преобразовывать (деформировать) форму изображения к исходному изображению методами гомографии. В результате для каждого изображения может быть получена матрица смещений (U_i , V_i – смещения вдоль осей x и y для i -го изображения соответственно), поворотов, искажений и др. (в зависимости от выбранного преобразования), которая может быть использована для последующей реконструкции циклического нагружения образца, без необходимости записывать сигнал с датчика силы испытательной машины и синхронизировать его с видеосистемой.

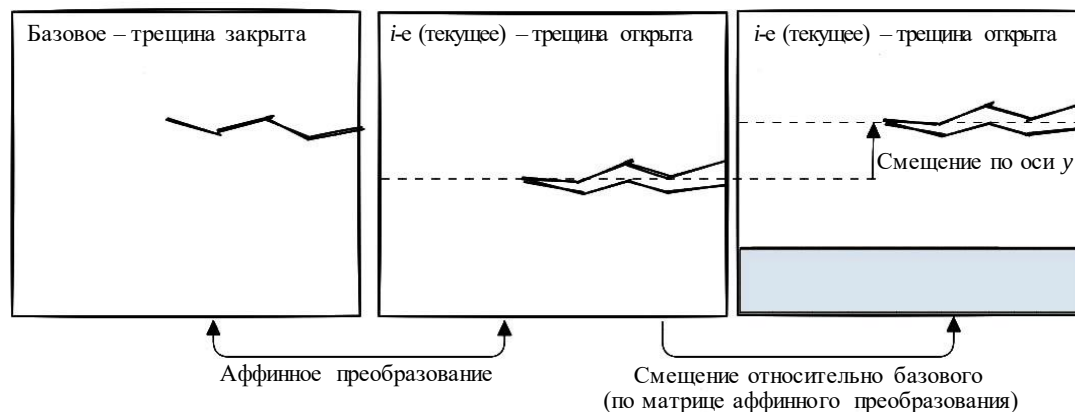


Рис. 2. Схема смещения текущего i -го изображения относительно базового по результатам аффинного преобразования

Контур трещины. В зависимости от действующей в цикле нагрузки, трещина у вершины может быть открыта либо закрыта [17]. Первый вариант обеспечивает хорошую идентификацию трещины по ее контуру, но сильно ограничивает возможности ее идентификации по произвольному изображению. Второй вариант, в особенности характерный для роста малых трещин, не подходит для идентификации по контуру, поскольку приводит к занижению длины трещины и неконсервативной оценке напряженности материала. Метод приращения интенсивности пикселей инвариантен по определению, поскольку идентификация трещины реализуется идентификацией любых локальных изменений по двум изображениям.

Пластическая зона. Возникновение перед фронтом трещины зоны интенсивного деформирования отображается на изображении дополнительными локальными смещениями. Из-за необратимости пластических деформаций данные смещения могут быть зафиксированы по приращению интенсивности в любой момент усталостного нагружения образца с трещиной, что позволит определять трещину усталости, в том числе в закрытом состоянии, без видимого на изображении контура трещины. Поскольку с помощью метода приращения интенсивности потенциально возможно определять форму пластической зоны, а также нагрузку, действующую на образец автономно, т. е. без синхронизации с испытательной машиной, следует действовать согласно представленной далее логике вычислений:

$$r(\vartheta) = f(K_I, \sigma_{0,2}) \rightarrow K_I = f(P, l, b, t), \quad (1)$$

где $r(\vartheta)$ – радиус пластической зоны в зависимости от угла ϑ относительно оси движения трещины; $f(K_I, \sigma_{0,2})$ – аналитическая функция для вычисления пластической зоны (например, по уравнению Ирвина); K_I – коэффициент интенсивности напряжений для трещины отрыва; $\sigma_{0,2}$ – условный предел текучести материала исследуемого образца; $f(P, l, b, t)$ – аналитическая функция для вычисления K_I с учетом поправки на геометрическую форму образца; P – нагрузка, действующая на образец; l – длина трещины; b, t – ширина и толщина образца соответственно.

Оптимальное совмещение изображений. Поскольку метод приращения интенсивности основан на процедуре попиксельного вычитания, разница между изображениями раскрытой и нераскрытой трещины будет максимальной в зоне трещины, удаленной от ее вершины. Для определения положения вершины трещины в конкретный момент времени необходимо найти такое изображение, совмещение которого с базовым изображением обеспечит подобие на тех частях изображения, где наблюдается наиболее заметная разница при раскрытии/закрытии трещины в цикле. Нахождение

оптимального изображения возможно по серии записанных при циклическом нагружении изображений, т. е. по условию тождественности момента нагружения базового изображения с анализируемым. Например, если базовое изображение зафиксировано без нагрузки на образец, то оптимальное совмещение изображений будет наблюдаться также для всех последующих изображений ненагруженного образца с трещиной. При этом определение оптимальных изображений x_i по любому набору (сериям) изображений X может быть выполнено по следующему условию:

$$I_i \in I : f(I_i) = \min_x (\sum \Delta I_i(m, n)), \quad (2)$$

где I – серия изображений (например, серия зафиксированных изображений в течение 1 с, что при частоте 15 Гц обеспечит серию из 15 изображений, а при частоте циклического нагружения 5 Гц на один цикл нагружения – по 5 изображений); I_i – оптимальное в серии X i -е изображение; $\Delta I_i(m, n)$ – приращение интенсивности пикселей изображения x_i с размерами $m \times n$ пикс (матрица приращения интенсивности).

Гауссово размытие. При прямом вычитании интенсивности базового изображения с оптимальным изображением в данной серии и предварительно подготовленным для совмещения (преобразованным изображением одним из методов – например, с использованием аффинного преобразования) оценка по максимуму приращения интенсивности будет некорректна. В связи с наличием на светочувствительной матрице камеры статического электричества, приводящего к появлению на изображениях цифровых шумов, максимальное приращение не будет соответствовать зоне развития трещины. Основные различия пиков – в их высоте и площади: для шумов – максимальная интенсивность при малой площади (1 пикс = 3 сенсора светочувствительной матрицы); для трещины – меньшая интенсивность при большом «пятне», площадь которого определяется пластической деформацией.

Подобласти. Использование аффинного преобразования всего изображения подходит только для поиска оптимального в серии изображений, но не подходит для точного поиска вершины трещины. Максимальное подобие изображений через данное преобразование не обеспечит подобие локальное, особенно от дисторсии объектива, которая при смещении образца по одной оси (при циклическом одноосном нагружении в процессе испытания) будет искажать области изображения поверхности образца нелинейно. В этих областях у края изображения приращение интенсивности, вычисленное по всей площади, может давать более высокие значения, чем приращение в зоне развития трещины.

Для локальной оценки приращения интенсивности при поиске вершины трещины предлагается далее (после первого смещения изображения на величины U_i и V_i) разделять оптимальное смещенное изображение на локальные подобласти, для которых проводить раздельное аффинное преобразование по отношению к соответствующим подобластям базового изображения. Для исключения вероятных ошибок в оценке максимального приращения при его расположении на границе подобластей предлагается также выделять подобласти с взаимным частичным перекрытием (рис. 3). В результате будут получены величины смещения локальных областей u_{ijk}^{loc} и v_{ijk}^{loc} относительно аналогичных подобластей на базовом изображении, по которым могут быть вычислены смещения подобластей с учетом исходных положений:

$$\begin{cases} u_{ijk} = U_i + u_{ijk}^{loc} \\ v_{ijk} = V_i + v_{ijk}^{loc} \end{cases} \quad (3)$$

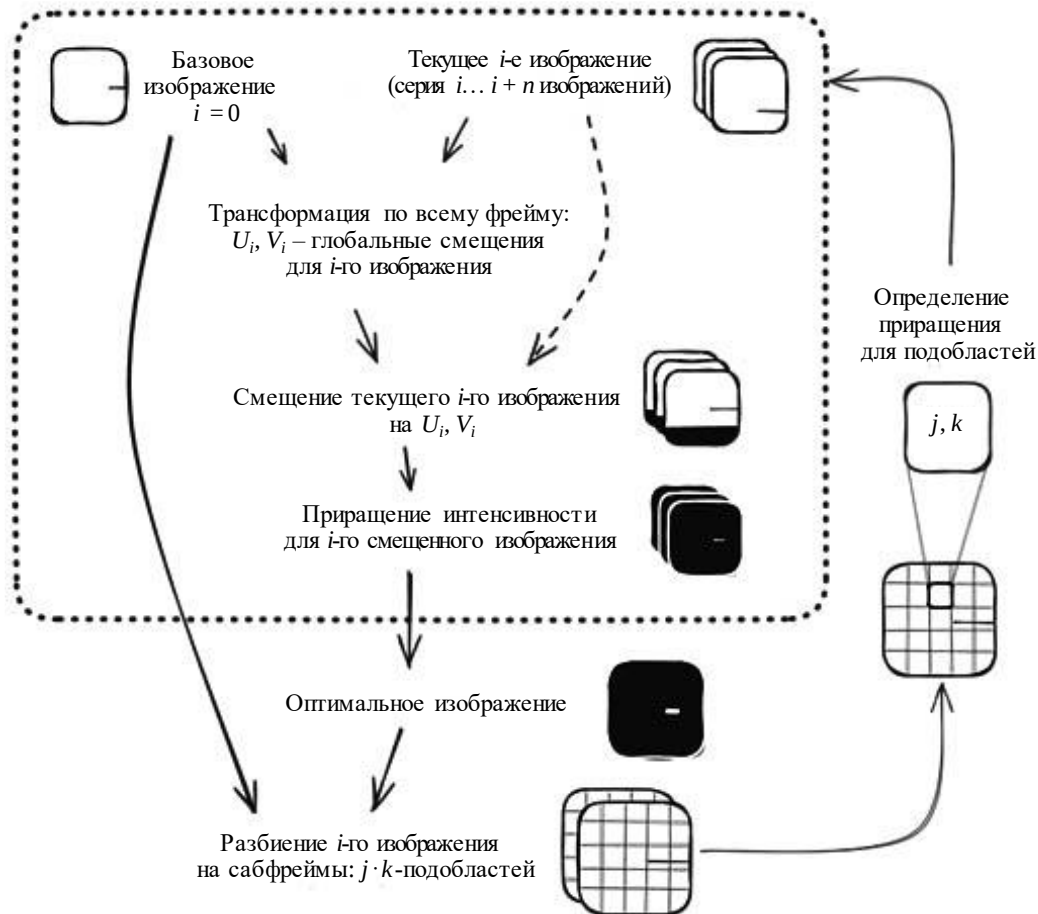


Рис. 3. Схема определения приращения локальной интенсивности на изображениях для оценки вершины трещины

По матрице приращения интенсивности $\Delta I_{ijk}(x, y)$ каждой подобласти проводят раздельное суммирование вдоль осей x и y – система (4). На основании полученных сумм-векторов по максимумам интенсивности определяют по формулам (5) координаты максимальной интенсивности на каждой подобласти x_{jk}^{loc} и y_{jk}^{loc} :

$$\begin{cases} S_x(y) = \Delta I_{ijk} \cdot 1_n \\ S_y(x) = \Delta I_{ijk}^T \cdot 1_m, \end{cases} \quad (4)$$

где $S_x(y)$ – вектор суммы интенсивности по строкам ($y = 1 \dots m$) вдоль оси x ; $S_y(x)$ – вектор суммы интенсивности по столбцам ($x = 1 \dots n$) вдоль оси y ;

$$\begin{cases} x_{jk}^{loc} = \operatorname{argmax}_{1 \leq y \leq m} (S_x(y)) \\ y_{jk}^{loc} = \operatorname{argmax}_{1 \leq x \leq n} (S_y(x)). \end{cases} \quad (5)$$

Окончательные координаты вершины трещины на оптимальном i -м изображении определяют с учетом размера подобластей:

$$\begin{cases} x_i = x_{jk}^{loc} + j \cdot m \\ y_i = y_{jk}^{loc} + k \cdot n. \end{cases} \quad (6)$$

Алгоритмы коррекции

Необходимо отметить, что предложенный алгоритм оценки координат по максимуму интенсивности эффективен, поскольку рост трещины сопровождается ростом пластической зоны. Однако увеличение приращения длины трещины также сопровождается увеличением неоднородных смещений поверхности образца – текстуры поверхности, разделенной на подобласти. Если в границах одной подобласти оптимального изображения неоднородные смещения не исключены полностью с помощью выбранной трансформации, то приращение интенсивности по отношению к аналогичной подобласти базового изображения может быть значительным и сравнимым с приращением в зоне вершины трещины. Поэтому при росте трещины для некоторых вариантов возможна неточная оценка ее вершины.

В качестве решения проблемы локальной нелинейности подобластей предлагается два варианта. Во-первых, уменьшение размера подобластей до величин, когда локальные искажения подобластей будут незначительны. Этапов уменьшения размеров подобластей может быть несколько. Для ускорения расчетов предлагается использовать схему, подобную гауссовой пирамиде (с уменьшением детализации – размытием): на верхнем размерном уровне размер подобласти равен размеру изображения (этап поиска оптимального изображения) и далее на каждом уровне размер подобласти кратно уменьшается. Второй вариант решения – когда локальные несоответствия подобластей могут быть уменьшены при смещении базового изображения, т. е. при выборе изображения образца с большей длиной трещины.

Алгоритмы проверки

Предложенный алгоритм в ряде случаев при испытаниях может приводить к ошибкам измерения вершины трещины – например, при сколе фрагмента образца, при существенном изменении освещения или состояния его поверхности (оператор поставил метку или дополнительно зашкурил поверхность). В этих случаях требуется съемка нового базового изображения или применение дополнительных проверочных условий на корректность определения вершины трещины.

1. Условие разрыва перемещений вдоль оси нагружения y в зоне развития трещины (по оси симметрии) в идеальном виде записывается по формуле $[[u_y]] = u_y^+ - u_y^- > 0$.

Для практических задач данное условие можно определить по максимальному градиенту перемещений. Поскольку величины локальных градиентов могут быть крайне чувствительны к погрешностям измерения малых перемещений (в особенности при низкой разрешающей способности камер или небольшом размере подобласти), для трещины отрыва также можно записать условие на антисимметрию по вычисленной площади:

$$\begin{cases} \left(\frac{\partial \overline{u_y}}{\partial y} \right)_{jk} = \frac{1}{S_{jk}} \iint_{S_{jk}} \frac{\partial u_y}{\partial y} dx dy \\ y_{jk}^{cr} = \operatorname{argmax}_j \left(\frac{\partial \overline{u_y}}{\partial y} \right)_{jk} . \end{cases}$$

2. Условие для направления роста трещины в процессе испытаний записывается по формуле $\theta = \arctan \left(\frac{du_y}{du_x} \right)$. Для трещины отрыва (по *моду* I) допускается отклонение угла θ не более ± 5 градусов; для смешанного разрушения (*моды* I + II) – не более

± 9 градусов. Выполнение данного условия также позволит ограничить поиск вершины движущейся трещины только зонами перед вершиной.

Разработанный метод оценки положения вершины трещины опробован при испытаниях на СРТУ по ОСТ 1 92127–90 компактных образцов из титанового сплава на внецентренное растяжение. Циклическое нагружение проводили на сервогидравлической испытательной машине с частотой нагружения 5 Гц при коэффициенте асимметрии цикла $R = 0,1$.

Фиксацию поверхности образцов осуществляли с помощью цифровой видеокамеры с разрешением 2 Мпикс при частоте съемки 60 Гц. Базовое изображение фиксировали при длине трещины не менее 2 мм. Серии кадров для анализа фиксировали с периодичностью 5 мин и длительностью 1 с. Размер подобласти составлял 200×120 пикс ($1,3 \times 0,75$ мм). Оценку положения вершины трещины по методу приращения интенсивности проводили с помощью разработанного в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ программного обеспечения.

Результаты и обсуждение

На рис. 4 представлен результат применения разработанного алгоритма: фрагмент изображения 1000×500 пикс, по которому проводили оценку вершины трещины методом приращения интенсивности пикселей.

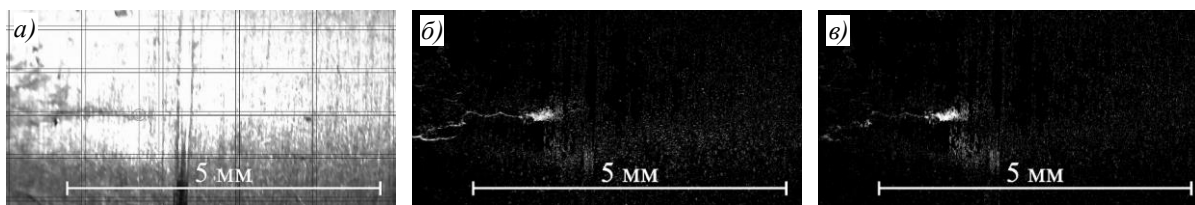


Рис. 4. Фрагмент изображения при подрастании трещины усталости: *a* – оптимальное изображение в серии (сеткой линий показаны подобласти); *б, в* – приращения интенсивностей по неоптимальному и оптимальному изображению в серии соответственно

По изображениям приращения интенсивности (рис. 4, *б, в*) видно, что блики с максимальной яркостью на сравниваемых изображениях приводят к появлению острых локальных пиков интенсивности, преимущественно расположенных на границе «текстура–блик».

Следует также отметить высокую чувствительность метода к смещению объектива относительно нормали к поверхности образца, при котором одна его часть находится в фокусе, а другая нет. В этом случае трещина, проходящая через области без оптической фокусировки, будет ошибочно определена по одной из областей с фокусировкой.

Заключения

Отметим, что метод приращения интенсивности пикселей является инвариантным и обеспечивает возможность идентификации трещины за счет анализа любых локальных изменений между последовательными изображениями образца. Предложенные алгоритмы совмещения изображений, локализации подобластей и коррекции интенсивности позволили повысить надежность определения координат вершины трещины при циклическом нагружении. Апробация методики на титановых образцах подтвердила ее эффективность и применимость как для открытых, так и для закрытых трещин. Отмечена устойчивость метода к искажениям, вызванным локальными бликами или изменением текстуры поверхности.

Разработанный подход может использоваться в автоматизированных системах контроля и при квалификационных испытаниях авиационных материалов, обеспечивая повышение точности оценки характеристик циклической трещиностойкости и расширяя возможности диагностики процессов разрушения.

Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 2. «Фундаментально-ориентированные исследования, квалификация материалов, неразрушающий контроль» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») с использованием оборудования ЦКП «Климатические испытания» НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ [21].

Список источников

1. Каблов Е.Н., Евгенов А.Г., Бакрадзе М.М., Неруш С.В., Крупнина О.А. Материалы нового поколения и цифровые аддитивные технологии производства ресурсных деталей ФГУП «ВИАМ». Часть 1. Материалы и технологии синтеза // *Электрометаллургия*. 2022. № 1. С. 2–12. DOI: 10.31044/1684-5781-2022-0-1-2-12.
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 BT22M, изготовленных с заключительной деформацией в $(\alpha + \beta)$ - и β -областях // *Титан*. 2021. № 1 (70). С. 26–33.
3. Болотин В.В. Прогнозирование ресурса машин и конструкций. М.: Машиностроение, 1984. 312 с.
4. Авиационный справочник. Расчетные значения характеристик авиационных металлических конструкционных материалов. М.: ЦАГИ, 2012. Вып. 4: ОАК. 118 с.
5. Сутубалов А.И., Подживотов Н.Ю., Шершак П.В., Яковлев Н.О. Оценка однородности физико-механических свойств полуфабрикатов авиационного назначения // *Авиационные материалы и технологии*. 2024. № 1 (74). С. 121–135. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 14.10.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-1-121-135.
6. Si Y., Rouse J.P., Hyde C.J. Potential difference methods for measuring crack growth: A review // *International Journal of Fatigue*. 2020. No. 136. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2020.105624.
7. Sun H., Liu Q., Fang L. Research on fatigue crack growth detection of M (T) specimen based on image processing technology // *Journal of Failure Analysis and Prevention*. 2018. Vol. 18. P. 1010–1016.
8. Rupil J., Roux S., Hild F., Vincent L. Fatigue microcrack detection with digital image correlation // *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*. 2011. Vol. 46 (6). P. 492–509.
9. Lopez-Crespo P., Shterenlikht A., Patterson E.A. et al. The stress intensity of mixed mode cracks determined by digital image correlation // *Journal Strain Analysis*. 2008. Vol. 43. No. 8. P. 769–780.
10. Du Y., Diaz F.A., Burguete R.L., Patterson E.A. Evaluation using digital image correlation of stress intensity factors in an aerospace panel // *Experimental Mechanics*. 2011. Vol. 51. P. 45–57.
11. Orell O., Jokinen J., Kanerva M. Use of DIC in the characterization of mode II crack propagation in adhesive fatigue testing // *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 2023. Vol. 122. P. 1–10.
12. Indolia S., Goswami A.K., Mishra S.P., Asopa P. Conceptual understanding of convolutional neural network – a deep learning approach // *Procedia Computer Science*. 2018. Vol. 132. P. 679–688.
13. Strohmman T., Starostin-Penner D., Breitbarth E., Requena G. Automatic detection of fatigue crack paths using digital image correlation and convolutional neural networks // *Fatigue Fracture of Engineering Materials Structures*. 2021. Vol. 44. P. 1336–1348.
14. Ali R., Chuah J.H., Talip M.S. A. et al. Structural crack detection using deep convolutional neural networks // *Automation in Construction*. 2022. Vol. 133. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0926580521004404> (дата обращения: 03.06.2026). DOI: 10.1016/j.autcon.2021.103989.

15. Яковлев Н.О., Селиванов А.А., Гулина И.В., Гриневич А.В. К вопросу о долговечности шарнирно-болтовых соединений // *Авиационные материалы и технологии*. 2020. № 4 (61). С. 79–85. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-4-79-85.
16. Морозова Л.В., Левченко А.А. Исследование биметаллических обойм ротора генератора после эксплуатации // *Авиационные материалы и технологии*. 2022. № 4 (69). С. 112–122. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 14.10.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-4-112-122.
17. Матвиенко Ю.Г. Модели и критерии механики разрушения. М.: Физматлит, 2006. 328 с.
18. Автаев В.В., Яковлев Н.О. Исследование статической трещиностойкости и сопротивления разрушению тонколистового алюминиевого сплава методом корреляции цифровых изображений // *Деформация и разрушение материалов*. 2020. № 2. С. 29–35.
19. Ерак А.Д., Киселев А.С. Связь параметров трещиностойкости с параметрами структуры изломов при испытании на трехточечный изгиб // *Авиационные материалы и технологии*. 2023. № 2 (71). С. 156–166. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 14.10.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-2-156-166.
20. Потапов А.С. Системы компьютерного зрения: учеб. пособие. СПб: Университет ИТМО, 2016. 161 с.
21. Горбовец М.А., Ходинев И.А., Монин С.А. Испытания конструкционных металлических материалов на скорость роста трещины усталости в коррозионно-активной среде (обзор) // *Труды ВИАМ*. 2022. № 12 (118). С. 135–144. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 14.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-12-135-144.

References

1. Kablov E.N., Evgenov A.G., Bakradze M.M., Nerush S.V., Krupnina O.A. New generation materials and digital additive technologies for the production of resource parts of FSUE VIAM. Part 1. Materials and synthesis technologies. *Elektrometallurgiya*, 2022, no. 1, pp. 2–12. DOI: 10.31044/1684-5781-2022-0-1-2-12.
2. Kablov E.N., Putyrskiy S.V., Yakovlev A.L., Krokhina V.A., Naprienko S.A. Study of fatigue fracture resistance of stampings made of high-strength titanium alloy VT22M, manufactured with final deformation in the ($\alpha+\beta$)- and β -regions. *Titan*, 2021, no. 1 (70), pp. 26–33.
3. Bolotin V.V. *Service Life Forecasting for Machines and Structures*. Moscow: Mashinostroenie, 1984, 312 p.
4. *Aviation Handbook. Calculated Values of Characteristics of Aircraft Metal Structural Materials*. Moscow: TsAGI, 2012, is. 4: UAC, 118 p.
5. Sutubalov A.I., Podzhivotov N.Yu., Shershak P.V., Yakovlev N.O. Evaluation of homogeneity of physical and mechanical properties of semi-finished products for aviation purpose. *Aviation materials and technologies*, 2024, no. 1 (74), pp. 121–135. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: October 14, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-1-121-135.
6. Si Y., Rouse J.P., Hyde C.J. Potential difference methods for measuring crack growth: A review. *International Journal of Fatigue*, 2020, no. 136. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2020.105624.
7. Sun H., Liu Q., Fang L. Research on fatigue crack growth detection of M (T) specimen based on image processing technology. *Journal of Failure Analysis and Prevention*, 2018, vol. 18, pp. 1010–1016.
8. Rupil J., Roux S., Hild F., Vincent L. Fatigue microcrack detection with digital image correlation. *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, 2011, vol. 46 (6), pp. 492–509.
9. Lopez-Crespo P., Shterenlikht A., Patterson E.A. et al. The stress intensity of mixed mode cracks determined by digital image correlation. *Journal Strain Analysis*, 2008, vol. 43, no. 8, pp. 769–780.
10. Du Y., Diaz F.A., Burguete R.L., Patterson E.A. Evaluation using digital image correlation of stress intensity factors in an aerospace panel. *Experimental Mechanics*, 2011, vol. 51, pp. 45–57.
11. Orell O., Jokinen J., Kanerva M. Use of DIC in the characterization of mode II crack propagation in adhesive fatigue testing. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 2023, vol. 122, pp. 1–10.

12. Indolia S., Goswami A.K., Mishra S.P., Asopa P. Conceptual understanding of convolutional neural network – a deep learning approach. *Procedia Computer Science*, 2018, vol. 132, pp. 679–688.
13. Strohmamm T., Starostin-Penner D., Breitbarth E., Requena G. Automatic detection of fatigue crack paths using digital image correlation and convolutional neural networks. *Fatigue Fracture of Engineering Materials Structures*, 2021, vol. 44, pp. 1336–1348.
14. Ali R., Chuah J.H., Talip M.S. A. et al. Structural crack detection using deep convolutional neural networks. *Automation in Construction*, 2022, vol. 133. Available at: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0926580521004404> (accessed: June 03, 2026). DOI: 10.1016/j.autcon.2021.103989.
15. Iakovlev N.O., Selivanov A.A., Gulina I.V., Grinevich A.V. Revisiting the durability of hinged-bolt connections. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2020, no. 4 (61), pp. 79–85. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-4-79-85.
16. Morozova L.V., Levchenko A.A. Research of bimetallic holders of generator rotor after operation. *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 4 (69), pp. 112–122. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: October 14, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-4-112-122.
17. Matvienko Yu.G. *Models and criteria of fracture mechanics*. Moscow: Fizmatlit, 2006, 328 p.
18. Avtaev V.V., Yakovlev N.O. Study of static crack resistance and fracture resistance of thin-sheet aluminum alloy using digital image correlation. *Deformatsiya i razrusheniye materialov*, 2020, no. 2, pp. 29–35.
19. Erak A.D., Kiselev A.S. Correlation between fracture toughness parameters and fracture surfaces structure parameters for three-point bending tests. *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 2 (71), pp. 156–166. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: October 14, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-2-156-166.
20. Potapov A.S. *Computer vision systems: a tutorial*. St. Petersburg: ITMO University, 2016, 161 p.
21. Gorbovets M.A., Khodinev I.A., Monin S.A. Tests of structural metallic materials for the fatigue crack growth rate in a corrosive environment (review). *Trudy VIAM*, 2022, no. 12 (118), pp. 135–144. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 14, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-12-135-144.

Информация об авторах

Автаев Виталий Васильевич, ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Яковлев Николай Олегович, начальник лаборатории, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Солдатов Вячеслав Алексеевич, техник, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Vitaly V. Avtaev, Leading Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Nikolay O. Yakovlev, Head of Laboratory, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Vyacheslav A. Soldatov, Technician, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 27.11.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 17.12.2025.
The article was submitted 27.11.2025; approved and accepted for publication after reviewing 17.12.2025.

Научная статья

УДК 678.067.5:551.58

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-226-236

ИССЛЕДОВАНИЕ ИЗМЕНЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ СТЕКЛОВАНИЯ СТЕКЛОПЛАСТИКА В УСЛОВИЯХ ВЛАЖНОГО ТРОПИЧЕСКОГО КЛИМАТА

Е.О. Валевин¹, В.О. Старцев¹, А.А. Скирта¹, М.Р. Павлов¹

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

Аннотация. Представлены экспериментальные результаты длительных натурных климатических испытаний конструкционного стеклопластика на основе эпоксидного связующего, применяемого в авиационной промышленности, в условиях влажного тропического климата. Исследовано изменение релаксационного поведения материала после воздействия условий влажного тропического климата в течение 5 лет. Проведен сравнительный анализ полученных данных с результатами исследования после экспозиции стеклопластика в условиях умеренно теплого климата с мягкой зимой в г. Геленджике (РФ).

Ключевые слова: стеклопластик, климатические испытания, температура стеклования, прочность, пластификация, тропический климат

Для цитирования: Валевин Е.О., Старцев В.О., Скирта А.А., Павлов М.Р. Исследование изменения температуры стеклования стеклопластика в условиях влажного тропического климата // Труды ВИАМ. 2026. № 7 (161). С. 226–236. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-226-236.

Scientific article

RESEARCH ON CHANGES IN THE GLASS TRANSITION TEMPERATURE OF FIBERGLASS UNDER TROPICAL HUMID CLIMATE

E.O. Valevin¹, V.O. Startsev¹, A.A. Skirta¹, M.R. Pavlov¹

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 experimental results of long-term field climatic tests of structural fiberglass based on an epoxy binder used in the aviation industry in a tropical humid climate on Hainan Island (PRC). The change in relaxation behavior of materials after exposure to tropical humid climate conditions lasting for 5 years was investigated. A comparative analysis of the obtained data with the results after exposure in a moderately warm climate (Gelenzhik, Russian Federation) was carried out.

Keywords: fiberglass, climatic tests, glass transition temperature, strength, plasticization, tropical climate

For citation: Valevin E.O., Startsev V.O., Skirta A.A., Pavlov M.R. Research on changes in the glass transition temperature of fiberglass under tropical humid climate. *Trudy VIAM*, 2026, no. 7 (161), pp. 226–236. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-7-226-236.

Введение

Результаты исследований стойкости полимерных композиционных материалов (ПКМ) в различных климатических условиях, представленные в работах [1–7], показали, что относительная влажность и температура воздуха являются одними из основных факторов, влияющих на свойства неметаллических материалов. Условия влажного тропического климата, характеризующиеся высокими среднегодовыми значениями относительной влажности воздуха и количества выпадающих осадков в сочетании с высокими значениями среднегодовой температуры воздуха, являются наиболее агрессивными для полимерных материалов [8].

В работе [9] показано, что длительное воздействие только влажности может привести к снижению прочностных свойств ПКМ на 15 %. Термовлажностное воздействие на углепластик привело к снижению уровня прочностных свойств на 27 %, что сопровождалось уменьшением температуры стеклования [10]. В работах [2, 11–20] показано, что сорбированная в процессе климатических испытаний влага в значительной степени влияет на прочностные свойства ПКМ за счет пластификации полимерной матрицы и ослабления взаимодействия фаз на границе «волокно–матрица». Сорбированная влага приводит также к релаксации как внутренних, так и внешних напряжений [21]. Кроме того, сорбированная влага может привести к необратимым изменениям, связанным с гидролизом полимерной матрицы [22].

В работе [23] изменения прочностных свойств ПКМ после натурных климатических испытаний оценили при максимальном равновесном содержании влаги в материале, а также в высушенном состоянии для оценки обратимого воздействия сорбированной влаги. Показано, что исследования ПКМ в состоянии полного высушивания и предельного влагонасыщения позволяют выявить обратимость изменения свойств за счет десорбции влаги, а также диапазон значений исследуемой характеристики при воздействии климатических факторов с учетом максимального количества сорбированной влаги в материале.

Результаты исследования изменения температуры стеклования и прочностных свойств стеклопластика ВПС-48/7781 после 3 лет натурных климатических испытаний в различных климатических районах представлены в работе [24].

Цель данной работы – исследование изменения прочностных свойств и температуры стеклования стеклопластика ВПС-48/7781 после 5 лет натурных климатических испытаний в условиях влажного тропического климата с учетом максимального равновесного содержания влаги в материале и обратимости влияния влаги на релаксационное поведение в сравнении с результатами, полученными после натурных климатических испытаний в условиях умеренно теплого климата.

Объекты и методы

В качестве объектов исследования рассмотрены образцы стеклопластика марки ВПС-48/7781 на основе эпоксидного связующего марки ВСЭ-1212 и стеклоткани 7781 со схемой армирования наполнителя [0]. Данный стеклопластик рекомендуется для изготовления деталей конструкционного назначения, в том числе створок капота, обтекателя пилона, узлов реверсивного устройства мотогондолы двигателя ПД-14.

Образцы стеклопластика экспонировали в виде плит в течение 5 лет в условиях влажного тропического климата и умеренно теплого климата с мягкой зимой в г. Геленджике (РФ). Отличительной особенностью влажного тропического климата являются высокие среднегодовые значения температуры (26,4 °С) и относительной влажности (78 %) воздуха в сочетании с высокой среднегодовой дозой суммарной солнечной радиации (~5000 МДж/м²).

Релаксационное поведение (изменение теплофизических характеристик) стеклопластика исследовали методом термического механического анализа согласно ASTM E 228–85 на образцах в исходном состоянии и после натуральных климатических испытаний. Температуру стеклования (расстекловывания) определяли по кривым зависимости относительного удлинения образцов от температуры как точку пересечения касательных, построенных в области стеклообразного и высокоэластичного состояния материала. Измерения проводили перпендикулярно плоскости армирования образцов на термомеханическом анализаторе ТМА со скоростью нагрева 5 К/мин, нагрузкой 3 сН в среде гелия с расходом продувки 70 мл/мин.

После длительных натуральных климатических испытаний определяли значения пределов прочности при сжатии, сдвиге и изгибе при комнатной температуре и при 120 °С в соответствии с ASTM D6641–09, ASTM D2344–13 и ASTM D7264–15.

Результаты и обсуждение

В табл. 1 представлены значения температуры стеклования ($T_{ст}$), начала (T_n) и окончания (T_k) процесса расстекловывания стеклопластика в исходном состоянии и после 5 лет экспозиции в условиях влажного тропического и умеренно теплого климата. После 5 лет натурной экспозиции для стеклопластика ВПС-48/7781 наблюдается снижение температуры стеклования на $\leq 9\%$, температуры начала процесса расстекловывания – на 17–32 % независимо от климатических условий.

Таблица 1

Температуры стеклования, начала и окончания процесса расстекловывания стеклопластика в исходном состоянии и после 5 лет экспозиции

Условия экспозиции	Температура, °С, стеклопластика					
	в исходном состоянии			после 5 лет экспозиции		
	T_n	$T_{ст}$	T_k	T_n	$T_{ст}$	T_k
Умеренно теплый климат	<u>151–154</u>	<u>161–162</u>	<u>175–180</u>	<u>126–127</u>	<u>148–150</u>	<u>202–205</u>
	153	162	178	127	149	204
Влажный тропический климат	<u>155–160</u>	<u>167–171</u>	<u>181–185</u>	<u>107–108</u>	<u>154–155</u>	<u>196–201</u>
	158	169	183	108	155	199
Примечание. $T_{ст}$, T_n и T_k – температуры стеклования, начала и окончания процесса расстекловывания соответственно. В числителе указан диапазон значений, в знаменателе – среднее значение.						

Снижение температур стеклования и начала процесса расстекловывания свидетельствует об увеличении молекулярно-тепловой подвижности полимерной матрицы после воздействия климатических факторов. Кроме того, в процессе длительных натуральных климатических испытаний расширяется весь температурный диапазон процесса стеклования полимерной матрицы в стеклопластике. Данные изменения вызваны как сорбированной влагой, оказывающей пластифицирующий эффект, так и возможными процессами термофотоокислительной деструкции полимерных цепей в матрице ПКМ.

С целью исследования обратимости изменения температуры стеклования под воздействием климатических факторов, приводящих в первую очередь к сорбции/десорбции химически несвязанной воды, часть образцов в исходном состоянии и после длительных климатических испытаний дополнительно сушили при 60 °С и относительной влажности $<5\%$ до состояния, преимущественно свободного от несвязанной влаги. Часть образцов в исходном состоянии и после длительных климатических испытаний также подвергали кондиционированию в стационарных условиях при 60 °С и относительной влажности воздуха 85 % до равновесной влажности. В процессе сушки и

кондиционирования гравиметрическим методом определяется относительное изменение массы образцов, а критерием достижения необходимого состояния является стабилизация относительного изменения массы. Указанные режимы дополнительной обработки позволяют получить данные о состоянии материала в критических условиях воздействия тропического климата (длительное воздействие прямого солнечного излучения и осадков в виде дождя). Далее для образцов без дополнительной обработки (в «моментальном» состоянии), после сушки и кондиционирования определяли температуру стеклования методом термического механического анализа. В табл. 2 и 3 представлены результаты данных измерений для образцов стеклопластика после натурной экспозиции в течение 5 лет.

Таблица 2

**Средние значения температуры стеклования, начала и окончания процесса
расстекловывания стеклопластика после высушивания**

Условия экспозиции	Температура, °С, стеклопластика					
	в исходном состоянии			после 5 лет экспозиции		
	T_n	$T_{ст}$	T_k	T_n	$T_{ст}$	T_k
Умеренно теплый климат	160	164	176	136	170	190
Влажный тропический климат	165	170	182	147	190	247
Примечание. $T_{ст}$, T_n и T_k – температуры стеклования, начала и окончания процесса расстекловывания соответственно.						

Таблица 3

**Средние значения температуры стеклования, начала и окончания процесса
расстекловывания стеклопластика после предельного влагонасыщения**

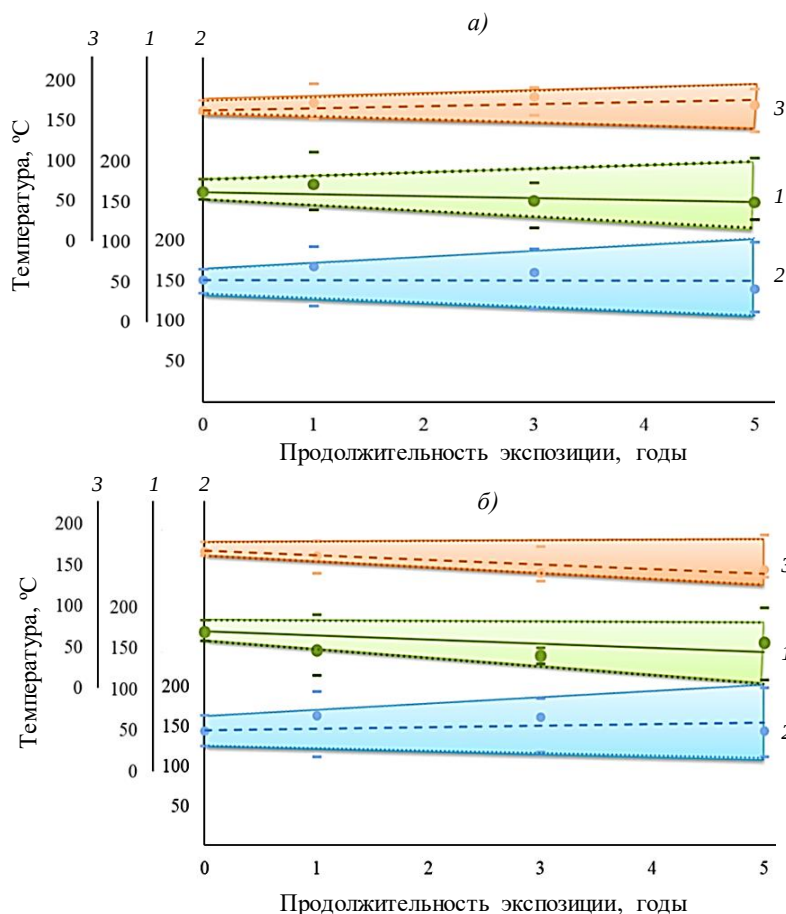
Условия экспозиции	Температура, °С, стеклопластика					
	в исходном состоянии			после 5 лет экспозиции		
	T_n	$T_{ст}$	T_k	T_n	$T_{ст}$	T_k
Умеренно теплый климат	135	152	165	112	141	199
Влажный тропический климат	125	145	163	111	144	198
Примечание. $T_{ст}$, T_n и T_k – температуры стеклования, начала и окончания процесса расстекловывания соответственно.						

Аналогичные исследования проведены для данного стеклопластика после экспозиции в течение 1 и 3 лет. Обобщенные изменения релаксационного поведения стеклопластика в «моментальном» состоянии, т. е. после съема с климатических испытаний, и в состояниях после последующих сушки и увлажнения после длительных натурных климатических испытаний в условиях влажного тропического и умеренно теплого климата представлены на рисунке.

Следует обратить внимание на тот факт, что диапазон температур начала и окончания процесса расстекловывания образцов стеклопластика в увлажненном и высушенном состояниях расширяется при увеличении продолжительности натурной экспозиции в условиях влажного тропического климата. Изменение температуры в этих двух областях значений свидетельствует о значительном влиянии свободной сорбированной влаги и, как следствие, обратимости процесса пластификации полимерной матрицы при натурных климатических испытаниях.

Область температур стеклования в «моментальном» состоянии частично включает значения двух диапазонов (для образцов в увлажненном и высушенном состояниях), характеризует все изменения, произошедшие в полимерной матрице и на границе раздела фаз «волокно–матрица», влияющие на релаксационное поведение стеклопластика, и свидетельствует о снижении температуры стеклования после длительной

натурной экспозиции. Данное снижение может быть вызвано увеличивающимся со временем пластифицирующим действием сорбированной влаги и накоплением необратимых изменений в материале под действием всего комплекса климатических факторов. Аналогичные изменения релаксационного поведения установлены для образцов после экспозиции в умеренно теплом климате, однако по сравнению с результатами, полученными для образцов после экспозиции во влажном тропическом климате, угол наклона аппроксимирующей прямой и диапазон температур начала и окончания процесса расстекловывания меньше.



Температура стеклования стеклопластика после 5 лет натуральных климатических испытаний в условиях влажного тропического (а) и умеренно теплого (б) климата в «моментальном» (1), увлажненном (2) и высушенном (3) состояниях после натуральных климатических испытаний

Одним из основных факторов, вызывающих снижение температуры стеклования образцов ПКМ, является сорбированная в процессе натуральных испытаний влага. Данный тезис проанализирован на основе результатов определения содержания влаги в образцах стеклопластика в исходном состоянии (до натурной экспозиции) и после экспозиции, которое проводили по ГОСТ 11736–78 титрованием по методу К. Фишера. Результаты исследования представлены в табл. 4.

После 5 лет натурной экспозиции в условиях умеренно теплого климата содержание влаги в стеклопластике ВПС-48/7781 увеличилось относительно исходного значения с 0,31 до 0,52 %. При экспозиции в условиях влажного тропического климата произошли более значительные изменения: содержание влаги увеличилось с 0,32 до 0,68 %.

Таблица 4

**Содержание влаги в образцах стеклопластика
после 5 лет натуральных климатических испытаний**

Условия экспозиции	Массовая доля влаги, %, в стеклопластике	
	в исходном состоянии	после 5 лет экспозиции
Умеренно теплый климат	$\frac{0,29-0,32}{0,31}$	$\frac{0,51-0,53}{0,52}$
Влажный тропический климат	$\frac{0,31-0,32}{0,32}$	$\frac{0,66-0,70}{0,68}$
Примечание. В числителе указан диапазон значений, в знаменателе – среднее значение.		

Относительное изменение массы образцов при высушивании, определенное гравиметрическим методом, после экспозиции в условиях умеренно теплого и влажного тропического климата составило 0,76 и 0,93 % соответственно. Эти значения превышают величины массовой доли влаги для этих же образцов, определенные методом титрования по К. Фишеру. Наиболее вероятной причиной расхождения результатов является то, что при длительных процессах непрерывной сушки (несколько суток) из стеклопластика удаляется не только сорбированная влага, но и образовавшиеся в результате деструкции полимерной матрицы низкомолекулярные соединения. При этом разница массовой доли влаги в образцах, экспонированных в условиях умеренно теплого и влажного тропического климата, составила 0,16 %, а разница относительного изменения массы образцов достигла 0,17 %. Несмотря на разницу абсолютных значений массовой доли влаги и относительного изменения массы, определенных соответственно титрованием по К. Фишеру и гравиметрически, при сопоставлении результатов климатических испытаний в различных районах земного шара, полученных двумя описанными методами, достигнута высокая сходимость. Параллельное применение метода титрования и гравиметрического метода позволяет получить более полную картину о состоянии образцов после климатических испытаний.

Относительное изменение массы при достижении равновесной влажности для образцов, экспонированных в условиях умеренно теплого и влажного тропического климата, составило 0,86 и 0,77 % соответственно. До начала кондиционирования в условиях повышенной влажности образцы предварительно высушили до постоянной массы (состояние преимущественно свободное от влаги и низкомолекулярных продуктов деструкции), поэтому величина относительного изменения массы при достижении равновесной влажности может быть принята в качестве предельного содержания влаги в материале для данных условий кондиционирования.

Таким образом, результаты определения температуры стеклования и диапазона температур начала и окончания процесса расстекловывания образцов в состоянии, преимущественно свободном от влаги, и состоянии равновесного влагосодержания являются крайними точками для климатически состаренного стеклопластика ВПС-48/7781 при изменении климатических условий эксплуатации изготовленных из него изделий.

Несмотря на разницу значений массовой доли влаги и относительного изменения массы образцов после экспозиции в различных климатических условиях, изменения температуры стеклования составляют ~8 %. Из этого можно сделать вывод, что на изменение температуры стеклования и релаксационное поведение ПКМ после натуральных климатических испытаний влияет не только сорбированная влага, но и другие климатические факторы, например температура воздуха и доза солнечной радиации, различающиеся в наибольшей степени.

Для оценки необратимых изменений в полимерной матрице стеклопластика, вызванных как сорбированной влагой, так и другими факторами климатического старения, определены значения средней молекулярной массы. Для этого полимерные компоненты

образцов стеклопластика экстрагировали в диоксане и анализировали на жидкостном хроматографе методом гель-проникающей (эксклюзионной) хроматографии. Экстракцию проводили путем обработки образцов в ультразвуковой ванне Сапфир УЗВ-2,8 в течение 30 мин с периодическим перемешиванием. Очистку полученных экстрактов от нерастворимых компонентов проводили путем фильтрования через мембранные фильтры с диаметром пор 0,45 мкм. Значения средней молекулярной массы полимерной основы анализируемого образца стеклопластика ВПС-48/7781 после 5 лет экспозиции представлены в табл. 5.

Таблица 5

**Молекулярная масса полимерной матрицы в стеклопластике
после 5 лет натурных климатических испытаний**

Показатель	Значение показателя для стеклопластика		
	в исходном состоянии	после 5 лет экспозиции в условиях	
		умеренно теплого климата	влажного тропического климата
Среднечисловая молекулярная масса M_n , а.е.м	10220	5675	5320
Средневесовая молекулярная масса M_w , а.е.м	31080	25220	25190

Уменьшение молекулярной массы свидетельствует о прошедших процессах деградации и гидролиза молекулярных цепей под действием климатических факторов (температуры, ультрафиолетового излучения и сорбированной влаги). Наибольшие изменения определены для образцов после экспозиции в условиях влажного тропического климата. Полученные результаты в сочетании с величинами относительного изменения массы образцов при сушке, значениями содержания влаги в материале и изменениями температуры стеклования могут свидетельствовать о том, что более высокие уровни воздействующих климатических факторов в условиях влажного тропического климата приводят к более значительным необратимым изменениям в материале.

Установленные изменения теплофизических характеристик после натурной экспозиции в сочетании с результатами исследований после полного высушивания и при предельном влагонасыщении, а также результаты определения содержания влаги по методу К. Фишера свидетельствуют о значительном вкладе сорбированной влаги в процесс изменения релаксационного поведения полимерной матрицы в ПКМ, в первую очередь в условиях влажного тропического климата, где наблюдаются большие среднегодовые значения относительной влажности и количества осадков.

Снижение температуры начала процесса расстекловывания свидетельствует об увеличении молекулярной подвижности полимерной матрицы после воздействия климатических факторов. Данные изменения вызваны как сорбированной влагой, оказывающей пластифицирующий эффект, так и возможными процессами термической и фотоокислительной деградации ответвлений полимерных цепей, приводящих к уменьшению молекулярной массы полимерных молекул и увеличению температурной подвижности менее тяжелых молекул полимерной матрицы. Более того, для образцов после 5 лет натурной экспозиции (как в высушенном, так и в предельно увлажненном состоянии) наблюдается расширение области расстекловывания, что может свидетельствовать об увеличении молекулярно-тепловой подвижности после экспозиции. Существенная деградация поверхности образцов стеклопластика, сопровождающаяся оголением армирующих волокон и увеличением истинной площади поверхности, приводит к интенсификации процесса сорбции влаги, что под действием температуры и ультрафиолетового излучения вызывает изменение центральных слоев и влияет на механические характеристики ПКМ.

Таблица 6

**Изменение прочностных характеристик стеклопластика ВПС-48/7781
после 5 лет натуральных климатических испытаний**

Характеристика	Изменение характеристик, %, после экспозиции в условиях	
	умеренно теплого климата	влажного тропического климата
Предел прочности при сжатии при температуре, °С: 20 120	–23,9 –22,2	–20,6 –35,8
Предел прочности при сдвиге при температуре, °С: 20 120	–13,1 –23,5	–31,5 –45,5
Предел прочности при изгибе при температуре, °С: 20 120	–17,2 –26,0	–27,5 –36,1

Существенные необратимые изменения в материале в условиях влажного тропического климата подтверждаются также результатами оценки изменения средней молекулярной массы, вызвавшего в свою очередь изменение прочностных свойств конструкционного стеклопластика. Так, в табл. 6 представлены изменения прочностных характеристик стеклопластика после 5 лет натурной экспозиции в условиях влажного тропического и умеренно теплого климата. Полученные результаты свидетельствуют о больших изменениях прочностных свойств после воздействия климатических условий влажного тропического климата, что также подтверждает более агрессивное воздействие данного климата на ПКМ. Наибольшие изменения установлены для значений, определенных при повышенной рабочей температуре. Однако следует отметить, что даже после 5 лет натурной экспозиции в условиях с повышенными среднегодовыми значениями относительной влажности и температуры воздуха стеклопластик, незащищенный лакокрасочным покрытием, обладает высокой сохраняемостью механических характеристик.

Заключения

Проведенные исследования позволяют сделать выводы, что сорбированная в процессе натуральных климатических испытаний влага в сочетании с другими климатическими факторами приводит к снижению температуры стеклования, увеличению диапазона температур стеклования и уменьшению температуры начала процесса расстекловывания полимерной матрицы.

Установленные изменения температуры стеклования после натурной экспозиции в сочетании с результатами исследования после полного высушивания и при предельном влагонасыщении, а также данные по содержанию влаги в образцах стеклопластика свидетельствуют о значительном вкладе сорбированной влаги в процесс старения полимерной матрицы в первую очередь в условиях влажного тропического климата, где наблюдаются большие среднегодовые значения относительной влажности и количества осадков. В состоянии предельного равновесного влагосодержания после длительной натурной экспозиции наблюдаются значения температуры стеклования на 5–7 % меньше по сравнению с результатами для образцов после климатических испытаний без увлажнения и на 13–15 % меньше исходных значений.

Однако не только сорбция влаги в процессе натурной экспозиции приводит к изменению релаксационного поведения полимерной матрицы и, как следствие, прочностных свойств. Необратимые изменения в полимерной матрице под действием таких климатических факторов, как температура воздуха и солнечная радиация, в сочетании с пластифицирующим и гидролизующим действием влаги также оказывают значительное влияние на свойства материалов.

Список источников

1. Каблов Е.Н., Старцев О.В., Кротов А.С., Кириллов В.Н. Климатическое старение композиционных материалов авиационного назначения. III. Значимые факторы старения // Деформация и разрушение материалов. 2011. № 1. С. 19–27.
2. Николаев Е.В. Сохраняемость служебных характеристик полимерных композиционных материалов для мотогондолы авиационных двигателей при воздействии климатических и эксплуатационных факторов: дис. ... канд. техн. наук. М.: ВИАМ, 2016. 123 с.
3. Sookay N.K., Klemperer C.J., Verijenko V.E. Environmental testing of advanced epoxy composites // Composite Structures. 2003. Vol. 62. P. 429–433.
4. Stifel P. Effect of long term outdoor exposure on composite materials // 20th Structures, Structural Dynamics, and Materials Conference. St. Louis, 1979. P. 273–274.
5. Nishizaki I., Sasaki I., Tomiyama T. Outdoor exposure tests of pultruded CFRP plates // Proceedings of the 6th International Conference on FRP Composites in Civil Engineering (CICE 2012). Rome, 2012. Paper 11-096. P. 1–8.
6. Pérez-Pacheco E., Cauich-Cupul J.I., Valadez-González A., Herrera-Franco P.J. Effect of moisture absorption on the mechanical behavior of carbon fiber/epoxy matrix composites // Journal of Materials Science. 2013. Vol. 48. P. 1873–1882.
7. Gao C., Zhou C. Moisture absorption and cyclic absorption–desorption characters of fibre-reinforced epoxy composites // Journal of Materials Science. 2019. Vol. 54. No. 11. P. 8289–8301.
8. 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). С. 134–148. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 27.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-11-134-148.
9. Кириллов В.Н., Ефимов В.А. Проблемы исследования климатической стойкости авиационных неметаллических материалов // 75 лет. Авиационные материалы. Избранные труды «ВИАМ». М.: ВИАМ, 2007. С. 379–388.
10. Liu X., Su Q., Zhu J., Song X. The Aging Behavior and Life Prediction of CFRP Rods under a Hygrothermal Environment // Polymers. 2023. Vol. 15. No. 11. Art. 2490.
11. Старцев В.О., Старцев О.В., Зеленева Т.О., Варданян А.М. Влияние осадков на изменение массы образцов полимерных композиционных материалов в открытых климатических условиях // Авиационные материалы и технологии. 2024. № 1 (74). С. 136–154. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 27.09.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-1-136-154.
12. 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.
13. Каблов Е.Н., Старцев О.В., Кротов А.С., Кириллов В.Н. Климатическое старение композиционных материалов авиационного назначения. II. Релаксация исходной структурной неравновесности и градиент свойств по толщине // Деформация и разрушение материалов. 2010. № 12. С. 40–46.
14. Heinrick M., Crawford B., Milani A.S. Degradation of Fibreglass Composites under Natural Weathering Conditions // MOJ Polymer Science. 2017. Vol. 1. No. 1. P. 18–24.
15. Кириллов В.Н., Старцев О.В., Ефимов В.А. Климатическая стойкость и повреждаемость полимерных композиционных материалов, проблемы и пути решения // Авиационные материалы и технологии. 2012. № S. С. 412–423.
16. Каблов Е.Н., Старцев В.О., Лаптев А.Б. Старение полимерных композиционных материалов: учеб. пособие. М.: НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, 2023. 520 с.
17. Bonniau P., Bunsell A.R. A comparative study of water absorption theories applied to glass epoxy composites // Journal of Composite Materials. 1981. Vol. 15. No. 5. P. 272–293.
18. Кириллов В.Н., Кавун Н.С., Ракитина В.П. и др. Исследования влияния тепло-влажностного воздействия на свойства эпоксидных стеклопластиков // Пластические массы. 2008. № 9. С. 14–17.
19. Ageing of composites / Ed. R. Martin. Cambridge: Woodhead Publishing Limited, 2008. 544 p.

20. Старцев О.В., Перепечко И.И., Старцева Л.Т., Машинская Г.П. Структурные изменения в пластифицированном сетчатом аморфном полимере // Высокомолекулярные соединения. Сер.: Б. 1983. Т. 25. № 6. С. 457–461.
21. 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). С. 70–80. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 14.11.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-70-80.
22. Mitsushima H. Strength degradation of GFRP by water // Proceedings of 22 Congress of Materials Research. Kyoto, 1979. P. 241–245.
23. Старцев В.О., Плотников В.И., Антипов Ю.В. Обратимые эффекты влияния влаги при определении механических свойств ПКМ при климатических воздействиях // Труды ВИАМ. 2018. № 5 (65). С. 110–118. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 09.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-5-110-118.
24. Старцев О.В., Скирта А.А., Старцев В.О., Валиев Е.О., Двирная Е.В. Сравнение свойств углепластиков и стеклопластиков на основе связующего ВСЭ-1212 после экспонирования в различных климатических зонах // Труды ВИАМ. 2024. № 7 (137). С. 77–92. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 09.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-7-77-92.

References

1. Kablov E.N., Startsev O.V., Krotov A.S., Kirillov V.N. Climatic aging of composite materials for aviation purposes. III. Significant factors of aging. *Deformatsiya i razrushenie materialov*, 2011, no. 1. pp. 19–27.
2. Nikolaev E.V. *Maintenance of service characteristics of polymer composite materials for aircraft engine nacelles when exposed to climatic and operational factors*: thesis, Cand. of Sc. (Tech.). Moscow: VIAM, 2016, 123 p.
3. Sookay N.K., Klemperer C.J., Verijenko V.E. Environmental testing of advanced epoxy composites. *Composite Structures*, 2003, vol. 62, pp. 429–433.
4. Stifel P. Effect of long term outdoor exposure on composite materials. *20th Structures, Structural Dynamics, and Materials Conference*. St. Louis, 1979, pp. 273–274.
5. Nishizaki I., Sasaki I., Tomiyama T. Outdoor exposure tests of pultruded CFRP plates. *Proceedings of the 6th International Conference on FRP Composites in Civil Engineering (CICE 2012)*. Rome, 2012, paper 11-096, pp. 1–8.
6. Pérez-Pacheco E., Cauich-Cupul J.I., Valadez-González A., Herrera-Franco P.J. Effect of moisture absorption on the mechanical behavior of carbon fiber/epoxy matrix composites. *Journal of Materials Science*, 2013, vol. 48, pp. 1873–1882.
7. Gao C., Zhou C. Moisture absorption and cyclic absorption–desorption characters of fibre-reinforced epoxy composites. *Journal of Materials Science*, 2019, vol. 54, no. 11, pp. 8289–8301.
8. 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), pp. 134–148. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 27, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-11-134-148.
9. Kirillov V.N., Efimov V.A. Problems of studying the climatic resistance of aviation non-metallic materials. *75 years. Aviation materials. Selected works of «VIAM»*. Moscow: VIAM, 2007, pp. 379–388.
10. Liu X., Su Q., Zhu J., Song X. The Aging Behavior and Life Prediction of CFRP Rods under a Hygrothermal Environment. *Polymers*, 2023, vol. 15, no. 11, art. 2490.
11. Startsev V.O., Startsev O.V., Zeleneva T.O., Vardanyan A.M. Influence of precipitation on changes in the mass of samples of polymeric composite materials in open climatic conditions. *Aviation materials and technologies*, 2024, no. 1 (74), pp. 136–154. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: September 27, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-1-136-154.
12. Kablov E.N., Startsev O.V., Krotov A.S., Kirillov V.N. Climatic aging of composite materials for aviation purposes. I. Aging mechanisms. *Deformatsiya i razrusheniye materialov*, 2010, no. 11, pp. 19–27.

13. Kablov E.N., Startsev O.V., Krotov A.S., Kirillov V.N. Climatic aging of composite materials for aviation purposes. II. Relaxation of the initial structural nonequilibrium and the gradient of properties across the thickness. *Deformatsiya i razrusheniye materialov*, 2010, no. 12, pp. 40–46.
14. Heinrick M., Crawford B., Milani A.S. Degradation of Fibreglass Composites under Natural Weathering Conditions. *MOJ Polymer Science*, 2017, vol. 1, no. 1, pp. 18–24.
15. Kirillov V.N., Startsev O.V., Efimov V.A. Climatic firmness and damageability of polymeric composite materials, problems and solutions. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2012, no. S, pp. 412–423.
16. Kablov E.N., Startsev V.O., Laptev A.B. *Aging of polymer composite materials*: textbook. Moscow: NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, 2023, 520 p.
17. Bonniau P., Bunsell A.R. A comparative study of water absorption theories applied to glass epoxy composites. *Journal of Composite Materials*, 1981, vol. 15, no. 5, pp. 272–293.
18. Kirillov V.N., Kavun N.S., Rakitina V.P. et al. Studies of the influence of heat and humidity on the properties of epoxy fiberglass. *Plasticheskie massy*, 2008, no. 9, pp. 14–17.
19. *Ageing of composites*. Ed. R. Martin. Cambridge: Woodhead Publishing Limited, 2008. 544 p.
20. Startsev O.V., Perepechko I.I., Startseva L.T., Mashinskaya G.P. Structural changes in plasticized cross-linked amorphous polymer. *Vysokomolekulyarnye soyedineniya. Ser.: B*, 1983, vol. 25, no. 6, pp. 457–461.
21. 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), pp. 70–80. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: November 14, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-70-80.
22. Mitsushima H. Strength degradation of GFRP by water. *Proceedings of 22 Congress of Materials Research*. Kyoto, 1979, pp. 241–245.
23. Startsev V.O., Plotnikov V.I., Antipov Yu.V. Reversible influence of moisture on the mechanical properties of PCM after weathering. *Trudy VIAM*, 2018, no. 5 (65), pp. 110–118. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 09, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-5-110-118.
24. Startsev O.V., Skirta A.A., Startsev V.O., Valevin E.O., Dvirnaya E.V. Comparison of the properties of carbon fiber reinforced plastics and glass fiber reinforced plastics based on the VSE-1212 binder after exposure to different climatic zones. *Trudy VIAM*, 2024, no. 7 (137), pp. 77–92. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 09, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-7-77-92.

Информация об авторах

Валевин Евгений Олегович, заместитель начальника лаборатории, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

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

Скирта Александра Андреевна, ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

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

Information about the authors

Evgeny O. Valevin, Deputy Head of Laboratory, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

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

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

Статья поступила в редакцию 11.12.2025; получена после доработки 20.03.2026; одобрена и принята к публикации после рецензирования 03.04.2026.

The article was submitted 11.12.2025; received in revised form 20.03.2026; approved and accepted for publication after reviewing 03.04.2026.

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