

---

Федеральное государственное унитарное предприятие  
«Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов»,  
Государственный научный центр Российской Федерации

(ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ)



---

Технологическая платформа «Новые полимерные композиционные  
материалы и технологии»

Технологическая платформа «Материалы и технологии металлургии»

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

Материалы конференции

26 августа 2019 г.

Электронное издание

**Москва**

**2019**

УДК 621.7+669+667+666

ББК 30.3

М34

*Редакционная коллегия:*

В.А. Дуюнова, к.т.н., начальник НИО «Титановые, магниевые, бериллиевые и алюминиевые сплавы»; Д.В. Чесноков - начальник лаборатории; Е.А. Шейн, к.т.н., главный специалист; М.С. Закржевская, инженер 2-й категории.

**М34** **Материалы и технологии нового поколения для перспективных изделий авиационной и космической техники** : материалы IV Всероссийской научно-технической конференции (г. Москва, 26 авг. 2019 г.), [Электронный ресурс] / ФГУП «ВИАМ». – М. : ВИАМ, 2019. – 199 с. : ил. – ISBN 978-5-905217-48-7. – 1 электрон. опт. диск (CD-ROM). – Систем. требования: Intel от 1,3 ГГц; Windows XP/Vista/7; Adobe Reader; дисковод CD-ROM; 10 Мб. – Загл. с экрана.

Основные тематические направления конференции:  
- композиционные материалы, в том числе интеллектуальные; - алюминий-литиевые сплавы пониженной плотности; - жаропрочные интерметаллидные материалы на основе титана и никеля; - технологии сварки и пайки конструкционных материалов; - методы неразрушающего контроля; - сотрудничество ВИАМ с отечественными инновационными территориальными кластерами авиастроения и двигателестроения; - развитие государственно-частного партнерства с предприятиями металлургии и химической промышленности; - развитие аддитивных технологий;

УДК 621.7+669+667+666

ББК 30.3

ISBN 978-5-905217-48-7

© ФГУП «ВИАМ», 2019

## **Организационный комитет**

(ФГУП «ВИАМ»)

### **Председатель:**

В.В. Антипов – к.т.н., заместитель Генерального директора по металлическим материалам.

### **Заместители председателя:**

В.А. Дуюнова – к.т.н., начальник НИО «Титановые, магниевые, бериллиевые и алюминиевые сплавы».

### **Члены организационного комитета:**

Д.Е. Каблов – к.т.н., заместитель начальника управления;

А.А. Каньгин – начальник управления;

Д.В. Чесноков - начальник лаборатории;

Л.В. Прохорова – ведущий специалист;

С.Г. Платонов – ведущий специалист;

Е.А. Цилин – инженер 2-й категории.

А.В. Бабин – ведущий инженер;

## СОДЕРЖАНИЕ

<b>Неметаллические материалы и защитные покрытия для деталей авиационной и космической техники.....</b>	<b>6</b>
Шавнев А.А.	
<b>Жаропрочные интерметаллидные сплавы на основе никеля: применение и перспективы.....</b>	<b>16</b>
Аргинбаева Э.Г.; Бакрадзе М.М.; Базылева О.А.; Евгенов А.Г.	
<b>Полимерные композиционные материалы для различных элементов авиационной техники.....</b>	<b>25</b>
Колобков А.С.	
<b>Структура и свойства высокопористых керамических материалов на основе оксидов магния и алюминия.....</b>	<b>33</b>
Бучилин Н.В.; Басаргин О.В.; Луговой А.А.; Бабашов В.Г.	
<b>Система рентгеновской компьютерной томографии как средство измерений.....</b>	<b>47</b>
Демидов А.А.; Крупнина О.А.	
<b>Гальванотермическое покрытие системы цинк-олово – реальная альтернатива кадмиевому покрытию.....</b>	<b>57</b>
Закирова Л.И.; Никифоров А.А.	
<b>Формализация проектирования операции магнитодинамической упрочняющей обработки.....</b>	<b>68</b>
Кочубей А.А.; Прищепа В.Ю.; Грудинин Ю.В.	
<b>Проблемы и методы построения распределения частот и размеров дефектов в заготовках основных деталей газотурбинных двигателей, изготовленных из титановых сплавов.....</b>	<b>79</b>
Краснов И.С.; Ложкова Д.С.; Далин М.А.	

**Исследование возможности моделирования случайного распределения малоразмерных металлических включений в диэлектриках..... 95**

Кузнецов А.О.; Кошельников В.С.; Чернов Л.А.; Будадин О.Н.

**Изучение влияния термической обработки на структуру реакционноотверждаемых покрытий методом атомной силовой микроскопии ..... 104**

Денисова В.С.; Куршев Е.В.; Лонский С.Л.; Малинина Г.А.; Власова О.В.

**Диффузионная сварка материалов авиационно-космического назначения ..... 113**

Люшинский А.В.

**Способы создания конструкционных неметаллических материалов с пониженной горючестью в обогащенной кислородом атмосфере. 119**

Мелихов А.С.; Болодьян И.А.; Мордвинова А.В.

**Практический опыт применения акустической микроскопии для многоцелевых исследований микроструктуры композиционных материалов..... 143**

Рыжова Т.Б.; Петронюк Ю.С.; Левин В.М.; Мороков Е.С.

**Высокотермостойкие композиционные материалы ТЕРМОРАН для изделий аэрокосмической техники..... 164**

Саморядов А.В.; Усенко Е.С.

**Влияние типа высокотемпературных армирующих слоев на формирование структуры и свойства трещиностойкого керамического композиционного материала..... 178**

Сорокин О.Ю.; Ваганова М.Л.; Кузнецов Б.Ю.; Ляхов А.А.; Житнюк С.В.

**Новые технологии и сплавы алюминия для получения водородного топлива для автомобилей..... 194**

Терещук В.С.; Троицкий О.А.

УДК 666.3/.7:629.7

## **Неметаллические материалы и защитные покрытия для деталей авиационной и космической техники**

Шавнев А.А.<sup>1</sup>, к.т.н.

<sup>1</sup>*Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)*

### ***Аннотация:***

*Рассмотрены перспективы и преимущества применения высокотемпературных керамических и стеклокерамических материалов и защитных покрытий для изготовления элементов конструкций высокоскоростных летательных аппаратов. Представлены достижения ФГУП «ВИАМ» в области получения керамических материалов их соединения с применением гибридного метода искрового плазменного спекания, горячего прессования, золь-гель метода и термохимического синтеза. Показаны результаты исследований в области разработки антиокислительных покрытий для углерод-керамических материалов, защитных технологических и жаростойких стеклокерамических покрытий для сталей и сплавов.*

### ***Ключевые слова:***

*керамический композиционный материал (ККМ), метод гибридного искрового плазменного спекания, SPS/FAST, золь-гель синтез, антиокислительное покрытие, защитное технологическое покрытие, жаростойкое стеклокерамическое покрытие.*

В целях изготовления теплонагруженных элементов корпуса, деталей горячего тракта двигателей, элементов конструкций радиотехнического назначения перспективных изделий авиационной и ракетной техники необходимо создание конструкционных керамических композиционных материалов с высокими значениями прочности, твердости, коррозионной и эрозионной стойкости в совокупности с длительным жизненным циклом в условиях высокотемпературного окисления. Проблему повышения коррозионной стойкости может решить также применение и антиокислительных покрытий для защиты керамических материалов. Такие зарубежные компании и международные корпорации, как General Electric, Safran, NASA в настоящее время внедряют керамические композиционные материалы в конструкции газотурбинных двигателей для изготовления надроторных вставок турбины высокого давления (ТВД), сегментов для внутренней облицовки камеры сгорания двигателей, статорных лопаток соплового аппарата, рабочих лопаток турбины низкого давления (ТНД), стабилизаторов пламени, смесителей, створок и и др. Аналогичные работы ведутся и в России. ФГУП «ВИАМ» активно занимается разработкой высокотемпературных КKM и защитных покрытий, а также технологий создания (изготовления) элементов конструкций летательных аппаратов из них.

Актуальность применения высокотемпературных керамических, стеклокерамических, металлокерамических композиционных материалов, защитных антиокислительных покрытий для КKM, защитных технологических и жаростойких стеклокерамических покрытий для сталей и сплавов при создании элементов конструкций продиктована необходимостью разработки нового поколения летательных аппаратов, к которым предъявляются требования по повышению маневренности, снижению веса, повышению топливной эффективности и тяги двигателя.

Изделия авиационной техники нового поколения должны работать в условиях воздействия высоких температур и механических нагрузок в окислительной среде, при этом сохраняя минимальный уровень абляции. Для обеспечения таких требований требуется разработка новых композиционных материалов на основе порошков тугоплавких соединений. Создание элементов конструкций из таких соединений требует новых методов консолидации.

Одним из новых и наиболее перспективных методов консолидации тугоплавких соединений для получения высокотемпературных керамических материалов и покрытий является искровое плазменное спекание (spark plasma sintering (SPS)) [1, 2]. ФГУП «ВИАМ» активно использует инновационную технологию SPS для консолидации порошков при получении широкого спектра материалов – высокотемпературных, композиционных, наноструктурных, градиентных и многих других.

Во ФГУП «ВИАМ» используется установка искрового плазменного спекания с комбинированным нагревом, которая позволяет реализовать метод спекания и формования под давлением, основанный на пропускании килогерцовых импульсов постоянного тока низкого напряжения непосредственно через заготовку с возможностью дополнительного индукционного нагрева. При этом генерируются очень высокие скорости нагрева и охлаждения (до 600°C/мин.). Данная установка обеспечивает нагрев до 2200°C и изготовление изделий диаметром до 100 мм. Процесс консолидации происходит при более низких температурах и в течение более короткого цикла спекания, чем в условиях обычного обжига или горячего прессования, что делает SPS экономически выгодной энергоэффективной технологией.

Такой технологический подход позволяет исключить нежелательный рост зерен матрицы и деградацию наполнителя во время спекания, обеспечить равномерный нагрев заготовки по всему объему с разбросом не



более  $\pm 20^{\circ}\text{C}$ . Уникальные особенности метода SPS позволяют получать беспористые материалы с плотностью, близкой к теоретической, обладающие наиболее высоким уровнем физико-механических и термических характеристик.

Применение комбинированного (гибридного) метода нагрева, включающего в себя как метод искрового плазменного спекания FAST/SPS, так и индукционный нагрев за счет дополнительного интегрирования в систему индукционной катушки позволило значительно расширить спектр спекаемых соединений, в т.ч. тугоплавких, среди которых – металлические и керамические порошки, керметы, интерметаллидные соединения и некоторые другие. ФГУП «ВИАМ» активно использует инновационную технологию SPS для консолидации порошков для получения широкого спектра материалов – высокотемпературных, композиционных, наноструктурных, градиентных и многих других.

В настоящее время во ФГУП «ВИАМ» ведутся работы по применению метода SPS для создания:

- ударопрочной керамики с повышенными механическими характеристиками;
- термостабильных кольцевых магнитов предельно малого размера с радиальной текстурой для гироскопов и акселерометров нового поколения;
- мишеней для магнитронного распыления и катодов для вакуумного дугового испарения;
- термоэмиссионных катодов для электроннолучевой сварки жаропрочных сталей и никелевых и титановых сплавов;
- подшипников скольжения на основе металлокерамических композиций типа ВКНА - TiC.

Применение разработанных материалов и технологий позволит обеспечить работоспособность элементов конструкций перспективных летательных аппаратов.

Во ФГУП ВИАМ проводятся систематические исследования в области разработки технологий изготовления стеклокерамических композиционных материалов авиационного назначения золь-гель методом.

Проведение систематических исследований дало возможность увеличить температуры эксплуатации данных композитов на 500–800°C. Были разработаны композиционные материалы радиотехнического назначения на основе бесщелочной алюмосиликатной стеклокерамики, характеризующиеся уникальным сочетанием диэлектрических и термических свойств. Увеличение трещиностойкости и термостойкости в сочетании со снижением температуры синтеза при сохранении уровня радиотехнических характеристик стеклокерамических композиционных материалов обеспечит превосходство над лучшими отечественными и зарубежными аналогами, повысит конкурентоспособность отечественной продукции на зарубежном и российском рынках.

Руководствуясь необходимостью соблюдения принципа единства «материал-технология-конструкция» были разработаны технологии изготовления изделий сложной формы из данных стеклокерамических композиционных материалов с применением метода горячего прессования. Эти работы будут развиты в дальнейшем с применением технологии горячего шликерного литья.

Метод горячего прессования также широко применяется для получения высокотемпературных керамических и металлокерамических композиционных материалов. В 2017 г. во ФГУП «ВИАМ» разработана технология получения керамического композиционного материала марки ВМК-17 с повышенной термостойкостью и инертностью к воздействию расплавов металлов. Впервые в России разработана технология

изготовления сопел из ККМ марки ВМК-17, используемых при распылении авиационных сплавов для аддитивных технологий. Внедрение разработанных технологий в собственное производство ФГУП «ВИАМ» обеспечило повышение срока службы изготовленных сопел, позволило расширить номенклатуру получаемых порошков за счет возможности повышения температуры их распыления. Получены положительные результаты в ходе проведения испытаний сопел из ВМК-17 на газовом атомизаторе типа Hermiga 10/100VI при распылении припоя ВПр50 (температура распыления 1380°C), сплавов ВЖ177 (1556°C), ЭП648(1600°C). Разработанные технологии способствуют решению проблемы импортозамещения и развития аддитивных технологий в авиационной промышленности России.

Также во ФГУП «ВИАМ» проводятся разработки по получению ККМ для создания сектора ТВД в обеспечение критической технологии по созданию турбины двигателя большой тяги ПД-35, а также по получению МКМ на основе ниобиевых и молибденовых матриц для ракетной техники.

Для углеродсодержащих композиционных материалов, обладающих относительно невысокой окислительной стойкостью (450°C), требуется специальная система защиты от окисления. В ВИАМ разработано высокотемпературное антиокислительное покрытие марки ВПКА-1 для обеспечения работоспособности изделий из углеродсодержащего материала при температурах 1400–1600°C в окислительной среде, в т.ч. в условиях воздействия высокоэнтальпийных потоков [3]. Образцы углерод-углеродного материала с покрытием ВПКА-1 термостабильны при рабочих температурах в окислительной среде в течение 100 ч, при незначительном изменении массы. Проведенные совместно с институтом проблем механики им. А.Ю. Ишлинского РАН (ИПМех РАН) исследования термохимической стойкости образцов углеродсодержащих материалов с антиокислительным покрытием показали, что покрытие ВПКА-1

обеспечивает защиту подложки в условиях воздействия высокотемпературных потоков окислительных газов при температурах 1400–1600°С.

Для жаропрочных никелевых сплавов, жаростойких сталей, титановых сплавов, традиционно применяемых в изделиях авиационной техники, широко применяются стеклокерамические покрытия. Стеклокерамические покрытия можно разделить на два основных класса – защитно-технологические и жаростойкие покрытия.

Все современные процессы термической обработки сплавов давлением требуют применения специального оборудования или материалов для защиты от окисления, а также для обеспечения теплоизолирующих, смазывающих и других характеристик. В ФГУП «ВИАМ» разработаны и широко внедрены в отечественной промышленности защитные технологические стеклоэмалевые покрытия (ЗТП), применяемые при горячей штамповке, прессовании, ковке, прокатке.

ЗТП уменьшают или полностью исключают охрупчивание из-за окисления поверхности заготовок и деталей из титановых, циркониевых, ниобиевых сплавов, сублимацию оксидов молибдена и вольфрама, обезуглероживание поверхности стали и жаропрочных, в частности, никелевых сплавов. Применение ЗТП обеспечивает возможность получения заготовок в процессе высокотемпературного нагрева в окислительной среде, имеющих поверхность такого же высокого качества, как и после обработки режущим инструментом, в вакууме или аргоне. Важная роль принадлежит защитным технологическим покрытиям в технологических процессах изотермической штамповки. В настоящее время ведутся исследования возможности применения ЗТП при горячей обработке композиционных, порошковых материалов и новых суперсплавов.

В отличие от газотермических, вакуумных, электронно-лучевых жаростойких покрытий, получение которых требует специальных установок, ЗТП за счет способности к направленным реакционно-термическим эффектам получают из шликерного слоя в процессе нагрева заготовок, таким образом, формирование ЗТП не требует применения специального оборудования. Малый расход покрытия на единицу площади защищаемого материала, невысокая стоимость, недефицитность сырьевых материалов способствуют достижению высокой экономической эффективности применения ЗТП.

Также в ФГУП «ВИАМ» разработаны и широко внедрены жаростойкие стеклоэмалевые покрытия, предназначенные для защиты металлов от окисления и высокотемпературной газовой коррозии в конструкции ГТД при температурах до 1100°C. Жаростойкие эмали способствуют повышению сопротивляемости сплавов высокотемпературной газовой коррозии и иным экстремальным факторам.

Жаростойкие эмалевые покрытия имеют ряд преимуществ, которыми обусловлено их широкое внедрение в авиастроении. Эмали отличаются технологичностью, высокой прочностью сцепления с металлами, отсутствием пористости и исключением диффузии компонентов из газовой среды к сплаву и из сплава в покрытие, а также отличаются невысокой стоимостью. Возможен ремонт эмалевых покрытий с помощью эмалей холодного отверждения, разработанных во ФГУП «ВИАМ». В институте также отработана технология получения жаростойких эмалей, позволяющая наносить покрытия на габаритные изделия сложной формы из широкой номенклатуры сплавов.

Разработано перспективное жаростойкое стеклокерамическое покрытие ВЭС-104М на основе тугоплавкой стеклофритты и модифицирующих тугоплавких соединений и технология его получения для защиты от высокотемпературной газовой коррозии

высокожаропрочного сплава ВЖ 171. Технология предназначена для защиты жаровых труб современного вертолётного двигателя ВК-2500М. Рабочая температура покрытия составляет 1100°C.

В ФГУП «ВИАМ» в настоящее время решается задача повышения рабочей температуры жаростойких покрытий до 1250°C и повышения эффективности сгорания топлива за счёт повышения температур. Данная задача усложняется тем, что традиционные стеклокерамические покрытия формируют при температурах на 200–300°C выше рабочей, что приведёт к короблению, разупрочнению и деформации высокоответственных деталей. В связи с этим в ФГУП «ВИАМ» разработаны составы реакционноотверждаемых покрытий на основе тугоплавких стёкол барийалюмосиликатной системы и боридов в качестве модифицирующих компонентов. Главным преимуществом таких покрытий является их работоспособность при температуре 1250°C и возможность их формирования при температурах, близких к рабочим.

Возможно создание эмалевых покрытий со специальными свойствами, реализуемыми за счёт особенностей химической природы стёкол – электроизоляционными, радиационностойкими и др.

Разработанные составы и технологии покрытий внедрены на опытно-производственном участке ФГУП «ВИАМ». Ежегодно для нужд предприятий отрасли выпускается до 30 тонн фритт и сухих шликеров покрытий.

### **Заключение**

Таким образом, во ФГУП «ВИАМ» разработаны конструкционные керамические композиционные материалы и покрытия с применением метода искрового спекания, золь-гель метода и горячего прессования. Материалы не уступают по свойствам лучшим зарубежным аналогам, а по некоторым характеристикам превосходят их. Применение данных материалов в теплонагруженных узлах и деталях перспективных изделий

будет содействовать решению проблем повышения весовой эффективности, уровня летно-технических характеристик, проблем, связанных с выбросом вредных веществ, повышению надежности и долговечности летательных аппаратов.

#### Литература

1. Spark plasma sintering of TaC–HfC UHTC via disilicides sintering aids / Ghaffari S.A., Faghihi-Sani M.A., Golestani-Fard F., Mandal H. //Journal of the European Ceramic Society. 2013. V. 33. P. 1479–1484.

2. Tokita M. Spark plasma sintering (SPS) method, systems, and applications /In: Handbook of Advanced Ceramics. Chapter 11.2.3. 2013. P. 1149–1177.

3. Высокотемпературные антиокислительные покрытия для углеродкерамических композиционных материалов // Вопросы материаловедения. 2013. Т. 75. №3. С. 76–81.

УДК 669.715'24

## **Жаропрочные интерметаллидные сплавы на основе никеля: применение и перспективы**

Аргинбаева Э.Г.<sup>1</sup>, к.т.н.; Бакрадзе М.М.<sup>1</sup>, к.т.н.;

Базылева О.А.<sup>1</sup>, к.т.н.; Евгенов А.Г.<sup>1</sup>, к.т.н.

elargin@mail.ru

<sup>1</sup>Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)

### ***Аннотация:***

*Доклад являет собой краткий экскурс, описывающий пути развития интерметаллидных никелевых сплавов. Все материалы проходят путь совершенствования и внедрения на изделия в соответствии с этапом технологического уклада. Так, на сегодняшний день интерметаллидные никелевые сплавы представлены материалами для литья полуфабрикатов с поликристаллической равноосной, направленно закристаллизованной и монокристаллическими структурами, активно ведутся работы по разработке и оптимизации сплавов для изготовления деталей аддитивными технологиями.*

### ***Ключевые слова:***

*интерметаллид никеля, литье, аддитивные технологии, селективное лазерное сплавление, термическая обработка, жаропрочность, структура, фаза, кристаллическая решетка.*



## **Введение**

Одним из индикаторов технологического и производственного развития государства является авиация, «собирающая» себя новинки современности. Развитие авиационной отрасли и рост эффективности работы газотурбинных двигателей являются следствием слаженной работы коллективов конструкторов, технологов, материаловедов. Повышение рабочих температур материалов деталей горячего тракта газотурбинных двигателей (ГТД) – одно из важнейших направлений развития современных и перспективных изделий. В ближайшее время, помимо совершенствования конструктивных элементов двигателей, решением этой задачи могут послужить создание и применение высокотемпературных жаропрочных сплавов на основе интерметаллидного соединения  $Ni_3Al$  ( $\gamma'$ -фаза).

## **Основная часть**

Высокие температуры плавления, низкая плотность, по сравнению с классическими жаропрочными никелевыми сплавами – основные преимущества интерметаллидных материалов, привлекающие конструкторов разрабатываемых авиационных изделий.

Как и для всех жаропрочных никелевых сплавов, основой интерметаллидных никелевых сплавов является соединение на основе алюминида никеля  $Ni_3Al$ . Так как по своей природе интерметаллид  $Ni_3Al$  – хрупкий, его конструкционная пластичность и прочность достигается посредством сохранения в составе сплавов пластичной фазы. При создании сплавов на основе тугоплавких алюминидов никеля был использован принцип формирования в сплаве вязкой структурной составляющей ( $\gamma$ -твердого раствора на основе Ni), который находится в равновесии с  $Ni_3Al$ . Таким образом, реализована теория гетерофазности Академика С.Т. Кишкина.

Это осуществимо за счет комплексного легирования. Легирующие элементы делят на  $\gamma'$ - и  $\gamma$ -образующие. К образующим  $\gamma'$ -фазу элементам относятся титан, тантал, ниобий, гафний, ванадий. Эти элементы занимают позиции в подрешетке алюминия; эти же позиции замещают и атомы тугоплавких молибдена, вольфрама, рения. Элементы хрома и железа могут располагаться как в подрешетке алюминия, так и в подрешетке никеля [1]. Объемное содержание частиц  $\gamma'$ -фазы определяется концентрацией алюминия и таких  $\gamma'$ -образующих элементов, как титан, ниобий, тантал, гафний. За счет того, что доля  $\gamma'$ -фазы может достигать 85–95 масс.%, при направленной кристаллизации в структуре сплава происходит выделение  $\gamma'$ -фазы в междендритных областях, за что интерметаллидные никелевые сплавы иногда называют естественно-композиционными.

Основными легирующими элементами  $\gamma$ -матрицы (в порядке возрастания упрочняющей способности) являются: Co, Cr, Mo, W, Nb, Ta и Re. Упрочнение  $\gamma$ -матрицы легирующими элементами основано на разнице атомных радиусах и валентностях легирующего элемента замещения и никеля. Увеличение разности валентностей никеля и легирующего элемента снижает энергию дефектов упаковки никеля, что затрудняет движение дислокаций в никелевом растворе. Наличие у легирующего элемента модуля упругости большего, чем у Ni приводит к дополнительному упрочнению матричной  $\gamma$ -фазы.

При температурах выше  $0,6T_{пл}$ , кроме того на упрочнение  $\gamma$ -фазы влияние оказывает диффузионная подвижность атомов. Следовательно, в процессе ползучести наибольший вклад в сопротивление разрушению вносят тугоплавкие элементы с большой атомной массой, такие, как тантал, вольфрам и рений. Влияние элементов на температуры солидуса  $T_S$ , ликвидуса  $T_L$  и температуры полного растворения  $\gamma'$ -фазы в твердом растворе  $T_{пр}$ .

При высоких температурах ( $>0,9T_{пл}$ ) уровень жаропрочности традиционных сплавов на основе никеля ограничен нарушением когерентной связи между выделениями упрочняющих фаз и матрицей, огрублением упрочняющих частиц и уменьшением их объемной доли. В интерметаллидных сплавах на основе никеля упорядоченная кристаллическая решетка сохраняется до температуры плавления. Твердорастворное легирование тугоплавкими металлами как  $\gamma'$ , так и  $\gamma$ -фазы позволяет замедлить диффузионные процессы материала. Благодаря этому  $Ni_3Al$ -сплавы с упорядоченной структурой сохраняют высокую прочность до температур 1250–1300°C [2–7]. Дальнейшее повышение характеристик длительной прочности и долговечности сплавов возможно только за счет использования второго структурного механизма – создания в материале металлографической и/или кристаллографической текстуры.

### ***Технология и материалы***

Развитие сплавов проходит параллельно с развитием технологических возможностей изготовления деталей.

История литейных интерметаллидных сплавов начиналась с материалов с равноосной поликристаллической структурой. Далее появились сплавы со столбчатой дендритной (направленно закристаллизованной) и монокристаллической структурой. За счет уменьшения протяженности границ и снижения дислокационного проскальзывания при эксплуатации материала деталей, благодаря особенностям легирования, применению при литье полуфабрикатов технологии контролируемого теплоотвода, осуществляемой на установках для вакуумной индукционной направленной кристаллизации отливок типа УВНК-8П, ВИП-НК, УВНК-9, УВНС-5, стало возможным повышены предельных значений жаропрочности интерметаллидных никелевых сплавов [8].

Первыми сплавами серии ВКНА были такие марки, как ВКНА, ВКНА-1ЛК, ВКНА-2Л, ВКНА-4 с равноосной поликристаллической структурой. Сплав марки ВКНА-2Л и его модификация ВКНА-2М предназначены для нанесения на бандажные полки рабочих лопаток для уменьшения износа материала детали. Сплавы ВКНА-1В и ВКНА-4У разработаны для литья деталей с направленной структурой, затем модифицированы для изготовления полуфабрикатов с моно- и поликристаллической структурами. Относительно экономный химический состав позволяет эксплуатировать вышеупомянутые сплавы без формирующей структуры термической обработки. Рекомендована непродолжительная обработка для снижения поверхностных напряжений, возникающих после литья и механической обработки.

Т.к. сплавы ВКНА-1ВР, ВКНА-4 и ВКНА-4УР имеют значения рабочих температур на 50–100°С выше, мы рекомендуем их на замену серийным жаропрочным никелевым сплавам типа ЖС6У и ЖС6Ф. В настоящее время сплав марки ВКНА-1ВР входит в спецификацию двигателя ПД-14 для сопловых лопаток 1 ступени турбины высокого давления (ТВД), ВКНА-4 для сектора 1 ступени ТВД. Сплав типа ВКНА-4УР прошел эксплуатационное опробование в виде соплового аппарата малогабаритного двигателя и получил положительные отзывы представителей ПК «Салют» АО «ОДК», на котором проводили данную работу.

Приемником «ВКНА» стала марка «ВИН». Эти сплавы паспортизованы на отливках с монокристаллической структурой, они более жаропрочны при температурах 1100–1200°С. Например, монокристаллы с кристаллографической ориентацией (КГО) <111> сплава ВИН2 демонстрируют долговечность при 1100°С при нагрузке 100 МПа вдвое более, чем те же полуфабрикаты сплава ВКНА-25. Надо отметить, что сплав ВКНА-25 (ВИН1) прошел эксплуатационное опробование для

рабочих неохлаждаемых лопаток малогабаритного двигателя. При технологическом опробовании элементов модернизированного вертолетного двигателя были отработаны технологии отливки сопловых лопаток из интерметаллидных сплавов ВИН3 и рабочих неохлаждаемых лопаток из сплава ВКНА-25 для блиска [8].

Сплавы ВИН3 и ВИН4 обладают стойкостью к термической усталости, т.к. паспортизованы в монокристалльном виде с КГО <001>, рекомендованы для охлаждаемых сопловых лопаток перспективных газотурбинных двигателей. Сплав ВИН5 в настоящее время проходит отработку технологического процесса получения заготовок образцов для последующего изготовления деталей методом селективного лазерного сплавления.

#### *Исследования сплава для получения полуфабрикатов методом СЛС*

Известно, что интерметаллидные сплавы имеют меньшую технологичность, чем классические жаропрочные никелевые сплавы. И если с материалами, получаемыми литейными технологиями специалисты научились работать, то с аддитивными технологиями вопрос еще открыт. Ключевой проблемой является поиск состава жаропрочного интерметаллидного сплава на основе  $\gamma'$ -фазы, упрочненного МС-карбидами, с высокой температурой плавления, а также использование 3D-синтеза материала и деталей методом селективного лазерного сплавления (СЛС) частиц порошковой композиции сплава [9].

На основе имеющихся теоретических и практических знаний об интерметаллидных никелевых сплавах были проведены исследования для разработки сплава для изготовления деталей методом СЛС.

Т.к. СЛС-технология обеспечивает получение дисперсной мелкозернистой структуры, где границы зёрен укреплены карбидными фазами, при изготовлении аддитивным методом должен быть применен интерметаллидный никелевый сплав определенного химического состава.

Сплав должен быть легирован углеродом и карбидообразующими элементами (Ti, Ta, Hf, W, Mo и Cr).

Руководствуясь полученными ранее результатами по определению количества легирующих элементов, рассчитаны экспериментальные композиции интерметаллидного сплава для изготовления деталей методами СЛС. При расчете был применен традиционный при разработке жаропрочных никелевых сплавов метод математического расчета состава по электронной концентрации, предложенный Г.И. Морозовой [10]. Образцы экспериментальных композиций, полученные методами точного литья по выплавляемым моделям и СЛС, были подвержены исследованиям, по результатам которых для изготовления полуфабрикатов методом СЛС выбран состав интерметаллидного сплава, на который получен патент РФ [11].

#### **Заключение:**

Интерметаллидные никелевые сплавы привлекательны сочетанием физико-механических характеристик. Представленные в докладе результаты демонстрируют ключевые аспекты развития интерметаллидных материалов в соответствии с развитием технологий изготовления полуфабрикатов. Сплавы прошли эволюцию от материала для наплавки на бандажные полки и литья полуфабрикатов с поликристаллической структурой до сплавов для изготовления деталей методами аддитивных технологий.

Безусловно, развитие и применение интерметаллидных никелевых сплавов необходимо для перспективных изделий авиационных техники.

#### Литература

1. Каблов Е.Н., Светлов И.Л., Петрушин Н.В. Никелевые жаропрочные сплавы для литья лопаток с направленной и

монокристаллической структурой// Материаловедение. – 1997.-№4.- С.32–39.

2. 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. С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.

3. Базылева О.А., Аргинбаева Э.Г., Фесенко Т.В., Колодочкина В.Г. Исследование влияния ликвационной неоднородности на структуру и долговечность интерметаллидных сплавов на основе никеля» // Материаловедение. 2014. №6. С. 7–12.

4. Аргинбаева Э.Г., Базылева О.А., Тимофеева О.Б., Назаркин Р.М. Влияние термической обработки на структуру и свойства жаропрочного интерметаллидного сплава на основе никеля // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. «Машиностроение». 2016. № 3 (108). С. 21–26. DOI: 10.18698/0236-3941-2016-3-55-68.

5. Базылева О.А., Аргинбаева Э.Г., Унчикова М.В., Костенко Ю.В. Влияние высокотемпературного отжига на структуру и свойства сплавов на основе интерметаллида  $Ni_3Al$  // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. «Машиностроение». 2016. № 1 (106). С. 112–122. DOI: 10.18698/0236-3941-2016-1-112-122.

6. Каблов Е.Н., Бунтушкин В.П., Базылева О.А. Высокотемпературные конструкционные материалы на основе алюминиды никеля // Авиационные материалы и технологии. Избранные труды «ВИАМ». 2007. С. 65–69.

7. Влияние легирования, технологий литья и термической обработки на структуру и свойства интерметаллидных сплавов на основе никеля [Текст]: автореф. дис. канд. техн. наук: 05.16.01 / Э.Г. Аргинбаева. - М., 2014. - 26 с.

8. Бакрадзе М.М., Аргинбаева Э.Г., Петрушин Н.В., Овсепян С.В. Аспекты развития литейных никелевых и интерметаллидных сплавов. Технология изготовления деталей ГТД // Новости материаловедения. Наука и техника. 2017. № 5–6 (28). С. 3–13

9. 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: электрон. науч.-технич. журн., 2016. Ст.02 URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 15.06.2018 г.). DOI:10.18577/2307-6046-2015-0-2-2-2.

10. Морозова Г.И. Компенсация дисбаланса легирования жаропрочных никелевых сплавов // МиТОМ. 2012. №12. С. 52–58.

11. Аргинбаева Э.Г., Базылева О.А., Евгенов А.Г., Прагер С.М. Исследование интерметаллидного никелевого сплава для изготовления деталей методами равноосного литья и аддитивных технологий. Вопросы материаловедения (в печати).



УДК 678

## **Полимерные композиционные материалы для различных элементов авиационной техники**

Колобков А.С.<sup>1</sup>, к.т.н.

viam@admin.ru

<sup>1</sup>*Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)*

### ***Аннотация:***

*В данном докладе представляется описание разработанных в ФГУП «ВИАМ» полимерных композиционных материалов. Представленные материалы применяются в различной авиационной технике.*

### ***Ключевые слова:***

*ПКМ, углепластик, стеклопластик, органопластик, связующее.*

## **Введение**

На сегодняшний день полимерные композиционные материалы используются во многих отраслях промышленности в силу доступности сырья и накопленному опыту применения данного материала [1–3].

При этом благодаря основному преимуществу полимерных композиционных материалов перед металлами – удельная прочность и модуль упругости при значительно меньшей плотности [4], наблюдается тенденция замены различных элементов авиационной техники из металлов на элементы из различных композиционных материалов. Данная тенденция связана с повышением экологических норм и соответственно экономической эффективности.

В соответствии с общемировыми трендами в ФГУП «ВИАМ» идет систематическое обновление и развитие приборной базы, как для разработки, так и для производства материалов, обеспечивающих достижение авиационной техникой необходимых параметров [5]. Также параллельно происходит освоение новых технологий и получение уникальных компетенций, направленных на снижение зависимости от импортных материалов [6].

## **Основная часть**

Как известно полимерные композиционные материалы, на основе стеклонаполнителей могут иметь разное назначение, в частности защита от коррозии, электроизоляционные свойства, а также радиотехнические, для обеспечения радиопрозрачности обтекателей самолетов [7]. Для производства стеклопластиков радиотехнического назначения в ульяновском филиале ФГУП «ВИАМ», на специальной площадке, исключающей попадание электропроводящих материалов, было создано производство материалов КМКС – клеевых препрегов стеклопластиков. Препреги КМКС изготавливаются на полимерных связующих ВСК-14-1,

ВСК-14-2 и ВСК-14-4, обеспечивающих работоспособность стеклопалстиков в интервале температур от минус 60 до + 175°C.

Одним из новых направлений ФГУП «ВИАМ» с 2017 года стало производство углеродных тканей [8]. На сегодняшний день ассортимент углеродных армирующих наполнителей включает в себя 11 наименований с поверхностной плотностью от 200 до 600 г/м<sup>2</sup>: это как однонаправленные полотна с редким утком, так и равнопрочные саржевые ткани. В первую очередь данное производство направлено на обеспечение внутренних потребностей для производства препрегов, но при этом всегда есть возможность осуществить поставки углеродных тканей заказчикам.

Как уже было отмечено, основной тенденцией развития авиационной техники является постепенная замена металлических изделий на композитные, для этого в ФГУП «ВИАМ» налажен и осуществляется серийный выпуск препрегов на различных связующих: эпоксидных, фенолформальдегидных, цианатэфирных и полиимидных. Кроме препрегов на тканых армирующих наполнителях шириной 1000 мм, освоена технология производства лент препрегов ВКУ-25 и ВКУ-28 для автоматизированной выкладки шириной от 6,35 до 150 мм. Производимые ленты препрегов предназначены в первую очередь для высоконагруженных конструкций авиационной техники.

Для изготовления высоконагруженных конструкций разработана целая серия препрегов на высокодеформативном связующем ВСЭ-1212, которые были применены в мотогондоле двигателя ПД-14, это: ВКУ-24/SYT49S, ВКУ-28/SYT55, ВКУ-29/ВТкУ-3 и ВКУ-39/ВТкУ-2.200 и ВКУ-39/ВТкУ-2.280. Благодаря использованию современного расплавного связующего и технологии изготовления препрегов на его основе, были получены высокотехнологичные материалы, обеспечивающие стабильность свойств в конечных изделиях [9–11].

Также для повышения технико-экономических показателей при изготовлении серийных изделий было разработано связующее ВСЭ-34 и материалы на его основе: ВПС-53/120 и ВКУ-45. Отличительной особенностью данных материалов является пониженная температура переработки – 140°C, что позволяет снизить энергозатраты при формовании деталей и уменьшить трудоемкость при изготовлении трехслойных сотовых конструкций.

Немаловажной частью самолетов является интерьер, к материалам которого предъявляются жесткие требования по обеспечению пожаробезопасности [12]. Для решения такой задачи в ФГУП «ВИАМ» был разработан ВПС-39П, который является самозатухающим и слабодымящим стеклопластиком. Стоит отметить, что представленный стеклопластик находится на уровне мировых аналогов, например, таких как фирмы Hexcel.

Также существуют материалы, обеспечивающие защиту от прогорания относятся углепластики ВКУ-42 и ВКУ-48, разработанные на основе цианатэфирных связующих, позволяющих изготавливать огнезащитные панели по автоклавной и инфузионной технологии [13]. Эти материалы обладают работоспособностью при температуре до 200°C и стойки к прогоранию при 1100°C в течение 15 минут и позволяют создавать облегченные защитные перегородки.

Кроме элементов планера и силовых конструкций, изготавливаемых из полимерных композиционных материалов, ведутся работы по применению ПКМ в конструкции авиационного двигателя, а именно для изготовления рабочего колеса центробежного компрессора (РКЦК). Данное решение позволит сократить трудоемкость при изготовлении изделия сложной геометрической конфигурации и облегчить сам двигатель. Соответственно, был разработан углепластик ВКУ-38 на основе фталонитрильного связующего ВСН-31, этот материал способен работать

при температуре 300°C при высоких нагрузках [14]. Кроме элемента самого двигателя, предполагается применение данного материала в других теплонагруженных частях авиационных конструкций. Однако, из-за стойкости ВКУ-38 к горению и прогоранию, он также может быть использован для изготовления огнезащитных перегородок.

Не менее интересным результатом стала работа по изготовлению воздухопроводов из стеклопластика для системы кондиционирования воздуха в самолете Ил-114-300. Разработанные материалы и изделия из них позволили снизить массу по сравнению с алюминиевой на 20% [15]. Разработанные материалы прошли соответствующие испытания на грибостойкость и пожарную безопасность. Это является важным условием при замене металлических воздухопроводов полимерными композиционными материалами.

Кроме привычных угле- и стеклопластиков в ФГУП «ВИАМ» разработаны органопластики на различных арамидных волокнах. Одной из последних разработок стал органопластик нового поколения на волокнах Русар-НТ, которые являются нейтральными и не создают кислую среду, следовательно не вызывают коррозию металлов. Материал из волокна Русар-НТ – органопластик ВКО-24 предназначен для обеспечения эксплуатационной надежности силовых элементов конструкций, работающих в условиях критически-растягивающих нагрузок. Отличительной особенностью данного материала является то, что он обладает высокой стойкостью к воздействию атмосферной влаги благодаря применению расплавленного связующего и арамидных волокон нового поколения.

Кроме перечисленных выше, разработаны материалы на основе плетеных преформ, имеющих 3 направления армирования – 0°/45°/-45° [16, 17]. Благодаря переплетению нитей между собой достигается торможение роста трещин, образующихся в слоях. Данные материалы позволяют

изготавливать цилиндрические конструкции, обладающие высокой прочностью и жесткостью. Из данных материалов могут изготавливаться валы различного назначения.

### **Заключение**

Постепенное увеличение статистики по поведению полимерных композиционных материалов в различных условиях позволяет увеличивать их область применения. При этом с появлением новых технологий переработки материалов в изделия появляется все больше возможно заменять традиционные материалы композиционными.

### **Литература**

1. Власенко Ф.С., Раскутин А.Е. Применение полимерных композиционных материалов в строительных конструкциях // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2013. №8. Ст. 03 URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 10.07.2019).

2. Мурашов В.В., Слюсарев М.В., Евдокимов А.А. Контроль качества оболочек арочных элементов надземных частей опор быстровозводимых мостовых сооружений из ПКМ // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2016. №7. Ст.10 URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 10.07.2019).

3. Дориомедов М.С., Дасковский М.И., Скрипачев С.Ю., Шеин Е.А. Полимерные композиционные материалы в железнодорожном транспорте России (обзор) // Труды ВИАМ. 2016. №7. Ст.12 URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 10.07.2019).

4. Молчанов Б.И., Гудимов М.М. Свойства углепластиков и области их применения // Авиационная промышленность. 1997. №3–4. С. 22–26.

5. Каблов Е.Н., Чурсова Л.В., Бабин А.Н., Мухаметов Р.Р., Панина Н.Н. Разработки ФГУП «ВИАМ» в области расплавных

связующих для полимерных композиционных материалов // Полимерные материалы и технологии. 2016. Т.2. №2. С. 37–42.

6. Раскутин А.Е. Российские полимерные композиционные материалы нового поколения, их освоение и внедрение в перспективных разрабатываемых конструкциях, // Авиационные материалы и технологии, 2017. №5. С. 349–367.

7. Давыдова И.Ф., Кавун Н.С. Стеклопластики – многофункциональные композиционные материалы // Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 253–260.

8. Гуняева А.Г., Сидорина А.И., Курносое А.О., Клименко О.Н. Полимерные композиционные материалы нового поколения на основе связующего ВСЭ-1212 и наполнителей, альтернативных наполнителям фирм Porcher Ind. и Toho Tenax // Авиационные материалы и технологии, 2018. №3. С. 18–26.

9. Платонов А.А., Душин М.И. Конструкционный углепластик ВКУ-25 на основе однонаправленного препрега // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2015. №11. Ст.06 URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 10.07.2019).

10. Мишуров К.С., Мишкин С.И. Влияние внешней среды на свойства углепластика ВКУ-39 // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2016. №12. Ст.08 URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 10.07.2019).

11. Мишуров К.С., Файзрахманов Н.Г., Иванов Н.В. Влияние внешней среды на свойства углепластика ВКУ-29 // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2017. №8. Ст. 08 URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 10.07.2019).

12. Курносое А.О., Соколов И.И., Мельников Д.А., Топунова Т.Э. Пожаробезопасные стеклопластики для интерьера пассажирских самолетов

(обзор) //Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2015. №11. ст.07  
URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 11.07.2019).

13. Меркулова Ю.И., Мухаметов Р.Р., Долгова Е.В., Ахмадиева К.Р. Полициануратное связующее для получения композитов пропиткой под давлением //Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2016. №11. Ст.05  
URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 11.07.2019).

14. Зеленина И.В., Гуляев И.Н., Кучеровский А.И., Мухаметов Р.Р. Термостойкие углепластики для рабочего колеса центробежного компрессора //Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2016. №2. Ст.08. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 11.07.2019).

15. Сатдинов Р.А., Вешкин Е.А., Постнов В.И., Стрельников С.В. Воздуховоды низкого давления из ПКМ в летательных аппаратах //Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2016. №8. Ст.08. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 11.07.2019).

16. Донецкий К.И., Коган Д.И., Хрульков А.В. Использование технологий плетения при производстве элементов конструкций из ПКМ //Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2013. №10. Ст. 04. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 11.07.2019).

17. Власенко Ф.С., Раскутин А.Е., Донецкий К.И. Применение плетеных преформ для полимерных композиционных материалов в гражданских отраслях промышленности (обзор) // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2015. №1. Ст.05. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 12.07.2019).



УДК 666.77

## **Структура и свойства высокопористых керамических материалов на основе оксидов магния и алюминия**

Бучилин Н.В.<sup>1</sup>, к.т.н.; Басаргин О.В.<sup>1</sup>;

Луговой А.А.<sup>1</sup>; Бабашов В.Г.<sup>1</sup>, к.т.н.

isk11@yandex.ru, bvg1963@yandex.ru

<sup>1</sup>*Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)*

### ***Аннотация:***

*Настоящая работа посвящена изучению процесса спекания керамических пеноматериалов на основе оксидов алюминия и магния. Показано, что оптимальная температура обжига для получения материалов с пористостью до 85 % находится в интервале 1600–1700°С.*

### ***Ключевые слова:***

*оксидная керамика, шпинель, оксид алюминия, оксид магния, керамические фильтры, спекание, обжиг.*

## **Введение**

В настоящее время высокопористые керамические материалы вызывают интерес разработчиков, так как на них существует спрос в различных областях промышленности. Особенно привлекательны такие материалы для использования в качестве пенокерамических фильтров как для фильтрации и очистки расплавов металлов в металлургической отрасли, так и для очистки высокотемпературных потоков газов в химической промышленности, так как обладают уникально низкой теплопроводностью, весьма высокой жаростойкостью и стойкостью к окислению в высокотемпературных агрессивных средах [1–3].

В последнее время при получении высокопористой пенокерамики набирает популярность способ пропитки шликерными суспензиями пенополиуретановых (ППУ) каркасов губчатой структуры с последующей их высокотемпературной термообработкой (обжигом). При обжиге происходит спекание частиц порошка, входящего в состав шликера, и удаление пенополиуретанового каркаса, и, как следствие, образование высокопористого керамического материала, повторяющего форму исходной ППУ губчатой структуры [4–8]. Для получения высокопористых структур, имеющих в своём составе прочные низкопористые перегородки между макропорами, необходим тщательный подбор состава керамики и технологических параметров обжига.

По химическому составу керамические пеноматериалы в основном представляют собой оксидную керамику (как правило, на основе  $Al_2O_3$ ,  $ZrO_2$ ,  $TiO_2$ ) и карбидную керамику (на основе карбида кремния). Среди керамических пеноматериалов на основе тугоплавких оксидов наибольшее применение находит керамика на основе оксида алюминия, и для её использования в качестве фильтровального материала необходимыми условиями являются наличие открытой пористости на уровне 80-90 % с

преобладанием сообщающихся ячеистых пор и прочность при сжатии не менее 0,5 МПа.

В то же время, перспективной для создания подложек катализаторов и пенофильтров является керамика на основе оксида магния (жженой магнезии) и алюмомагниевого шпинели. Такая керамика также характеризуется высокой химической стойкостью и стойкостью к воздействию высоких температур. Состав природных шпинелей колеблется в широких пределах. Кроме того, природные шпинели всегда содержат некоторое количество примесей. Чистые шпинели получают синтезированием из соответствующих им оксидов. Из чистых соединений этого класса чаще всего применяют шпинель  $MgO \cdot Al_2O_3$  [9].

Ранее [10] нами были синтезированы высокотемпературные керамические пеноматериалы на основе муллита путём обжига соответствующих тонкодисперсных порошков на выгорающей вспененной основе и показана принципиальная возможность получения таких материалов.

Настоящая работа посвящена исследованию процессов спекания и оптимизации режимов обжига керамических материалов с ячеистой поровой структурой на основе тонкодисперсных порошков оксида магния и оксида алюминия с использованием спекающих добавок с целью получения керамических пеноматериалов, обладающих сообщающейся ячеистой пористостью выше 80 % и прочностью при сжатии выше 0,5 МПа.

### **Материалы и методы**

Для приготовления шликерных суспензий в качестве исходных порошков использовали порошок электрокорунда марки М5 (ГОСТ 3647-80) со средним размером частиц 5 мкм, а также порошок оксида магния (периклаз) (ГОСТ 13236-83) со средним размером частиц 1 мкм.

Шликерные суспензии готовили с использованием водных растворов оксихлорида алюминия и хлорида магния. Эти соединения играют роль технологических связок при формовании заготовок и спекающих добавок при обжиге.

Сырые образцы получали путём пропитки шликерными суспензиями пенополиуретановых блоков с открыто-ячеистой поровой структурой с размерами ячеистых пор 0,5–2,0 мм с последующим отжимом избытка шликера. Обжиг образцов осуществляли в электрической печи Nabertherm NT 16/18 в интервале температур 1000–1700°C в неизотермических условиях: нагрев образцов в печи, выдержка при заданной температуре, инерционное охлаждение с печью.

Фазовый состав материалов определяли на рентгеновском дифрактометре «ДРОН-3М». Съёмку образцов проводили на Cu-излучении в интервале углов  $2\theta = 20\text{--}80^\circ$  по точкам с шагом  $0,05^\circ$  и экспозицией в каждой точке 2 с. Для идентификации фаз полученные дифрактограммы сопоставляли с данными таблиц PDF2. Сканирующую электронную микроскопию (СЭМ) проводили на электронном микроскопе Hitachi S-405A при ускоряющем напряжении 25 кВ. Измерение прочности материалов при сжатии осуществляли на установке Instron 5965.

### **Результаты экспериментов**

По данным рентгенофазового анализа исходные порошки представляют собой корунд ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) и кубический оксид магния (MgO) без рентгенографически заметных примесей. Наличие примесей в порошках также не выявлено методами оптической и электронной микроскопии (рис. 1).

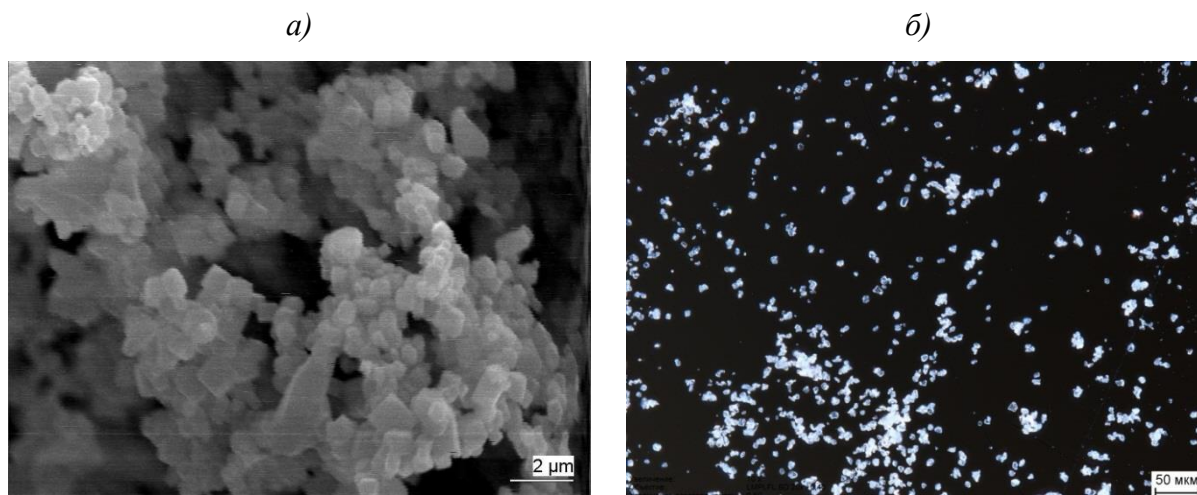


Рис. 1 – Исходные порошки оксидов магния и алюминия. (а) – оксид магния. Сканирующая электронная микроскопия; (б) – корунд. Оптическая микроскопия, проходящий свет, поляризатор + анализатор

Для получения седиментационно устойчивых шликерных суспензий использовали водные растворы оксихлорида алюминия и хлорида магния. Исследования по влиянию температурно-временного режима обжига на свойства керамики проводили на трёх составах материалов со следующим массовым соотношением компонентов  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MgO}$ : 10/90; 72/28 (шпинельное соотношение); 95/5. В результате проведённых исследований было установлено, что в температурном диапазоне обжига от 1000 до 1400°C при продолжительности выдержки более часа при заданной температуре происходит образование следов алюмомагниевого шпинели. Интенсивное образование шпинели происходит при температурах обжига от 1500 до 1600°C с сохранением исходных оксидов алюминия и магния в структуре материалов. Практически полное превращение исходных оксидов в шпинель происходит при температуре 1700°C.

При температурах обжига менее 1300°C наблюдается только припекание порошковых частиц друг к другу, однако не происходит их полного спекания, в результате чего керамические материалы не набирают прочность. Интенсивное спекание частиц, сопровождающееся

уменьшением микропор в межъячеистых перегородках и набором прочности материалов, происходит при температурах обжига выше 1600°C и продолжительности более 30 минут. Так, керамический материал, полученный в результате обжига при температуре 1700°C с выдержкой в 1 час, имеет плотные межъячеистые перегородки и ячеистые микропоры, повторяющие форму исходных ППУ-каркасов.

Полученные данные по физико-механическим характеристикам материалов, синтезированных в температурном интервале спекания 1600-1700°C (рис. 2), свидетельствуют, что их уровень пористости коррелирует с прочностными характеристиками независимо от химического состава – увеличение пористости приводит к уменьшению прочности. Максимальные значения прочности при сжатии 1,3–1,4 МПа показали материалы с наименьшим содержанием оксида алюминия – 10 мас.%. Для них характерны значения пористости на уровне 70 об.%. Минимальными значениями прочности – от 0,2 до 1,2 МПа обладают материалы, имеющие шпинельное соотношение MgO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Соответственно, для них характерны наибольшие значения пористости 75–86 об.%.

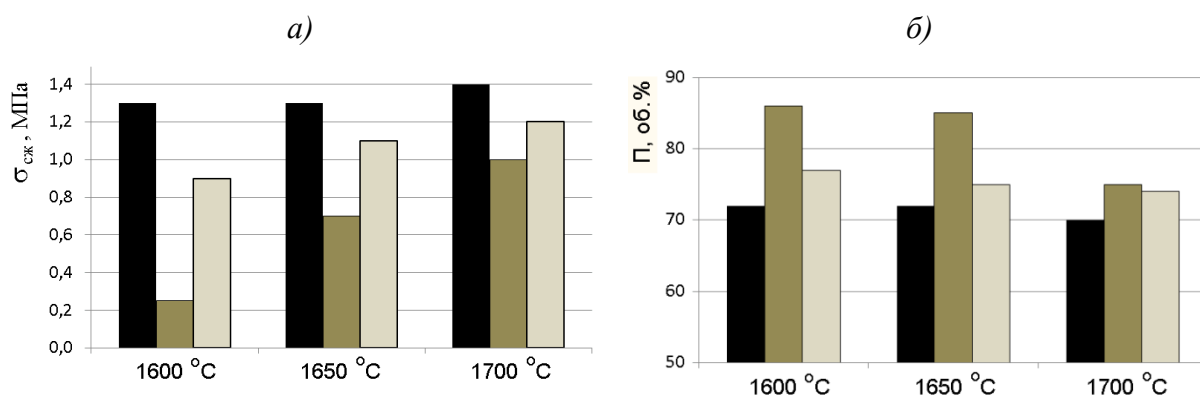


Рис. 2 – Влияние температуры обжига на физико-механические характеристики материалов: (а) – прочность при сжатии, МПа; (б) – пористость, % (объёмн.). Условные обозначения: ■ – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 10 %, MgO – 90 %; ■ – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 72 %, MgO – 28 %; □ – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 95 %, MgO – 5 %

Исследования методами рентгенофазового анализа и сканирующей электронной микроскопии состава и структуры материалов, синтезированных в температурном интервале спекания 1600-1700 °C,

показали, что в данном интервале температур оксиды магния и алюминия необратимо и полностью реагируют друг с другом с образованием алюмомагниевого шпинели (рис. 3). Фазовый состав материалов определяется соотношением оксидов  $MgO$  и  $Al_2O_3$  в исходном порошке. Оксид, взятый в недостатке, полностью реагирует с оксидом, взятый в избытке, с образованием шпинели и сохранением оксида, взятого в избытке, в составе материала. При синтезе керамических материалов из порошков, имеющих стехиометрическое шпинельное соотношение оксидов магния и алюминия, в материалах присутствует только алюмомагневая шпинель со следами исходного оксида магния, присутствующего в материале как результат незначительного отклонения от стехиометрии, связанного с погрешностью используемого оборудования.

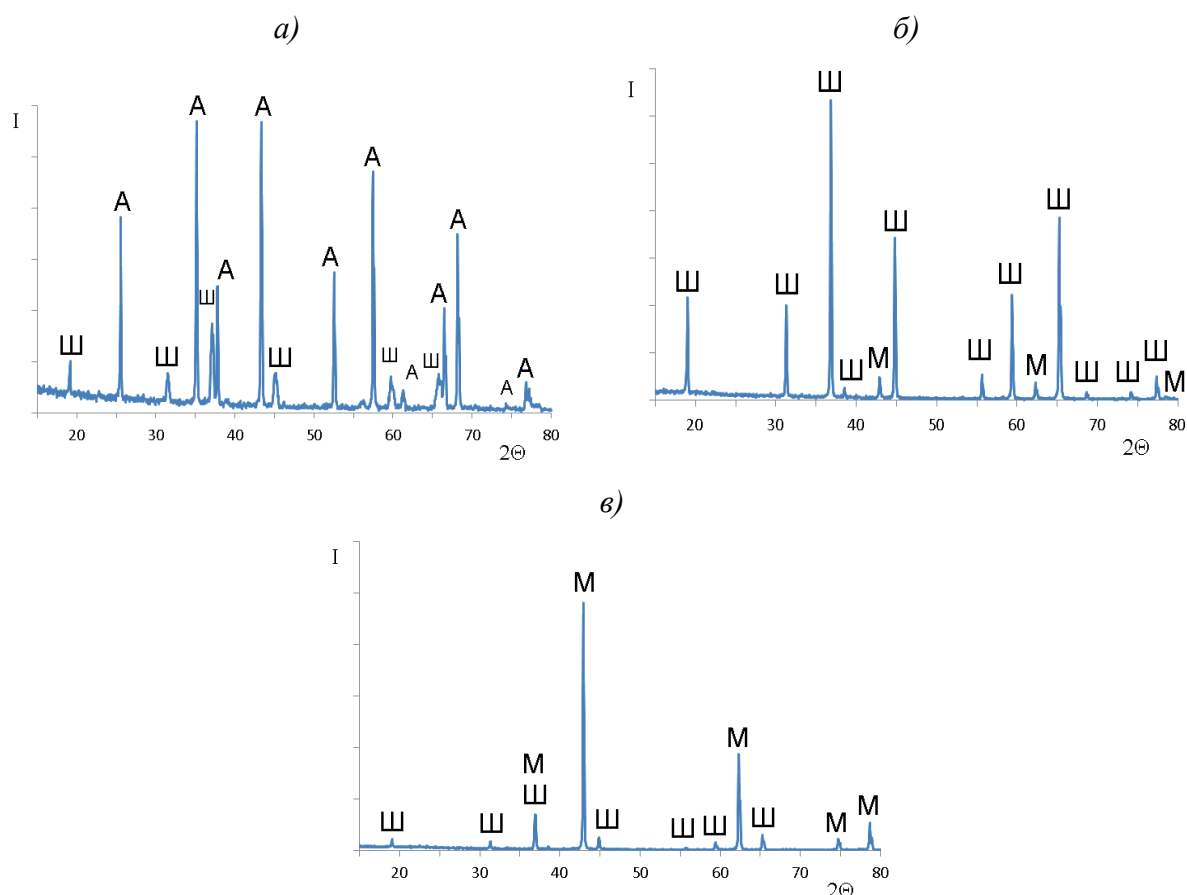


Рис. 3 – Дифрактограммы керамических материалов. Температура обжига – 1700 °С, продолжительность – 2 часа. (а) – 95 мас. %  $Al_2O_3$ ; (б) – 72 мас. %  $Al_2O_3$  (шпинельное соотношение  $Al_2O_3/MgO$ ); (в) – 10 мас. %  $Al_2O_3$ . Условные обозначения: М – оксид магния ( $MgO$ ); Ш – алюмомагневая шпинель ( $MgO \cdot Al_2O_3$ )

В результате изучения микроструктуры на сканирующем электронном микроскопе было установлено, что материалы обладают открыто-ячеистой поровой структурой, повторяющей поровую структуру исходных ППУ-губок. Размеры ячеистых макропор составляют 0,5-2 мм, что также соответствует размеру макропор в ППУ-губках. Межпоровые перегородки не содержат сквозных пустот, которые могут оставаться в материалах на месте выгорающего при обжиге пенополиуретана (рис. 4), что свидетельствует о возможности получения керамических пеноматериалов по используемому в настоящей работе методу. Перегородки всех образцов материалов состоят из спекшихся зёрен с размерами 1–10 мкм, при этом в перегородках присутствуют микропоры с размерами порядка 1–20 мкм, обусловленные наличием пустот между спеченными частицами. Однако структура межпоровых перегородок для материалов, имеющих различное соотношение  $MgO/Al_2O_3$ , различается. Материалы, получаемые из состава с избытком оксида алюминия и шпинельным соотношением оксида алюминия к оксиду магния, имеют спекшиеся частицы соответствующего состава с размерами порядка 3–10 мкм. Материалы, получаемые из состава с избытком оксида магния, состоят из частиц шпинели с размерами порядка 3-10 мкм и окружающими их частицами оксида магния с размерами порядка 1 мкм, что соответствует размеру частиц исходного порошка оксида магния.



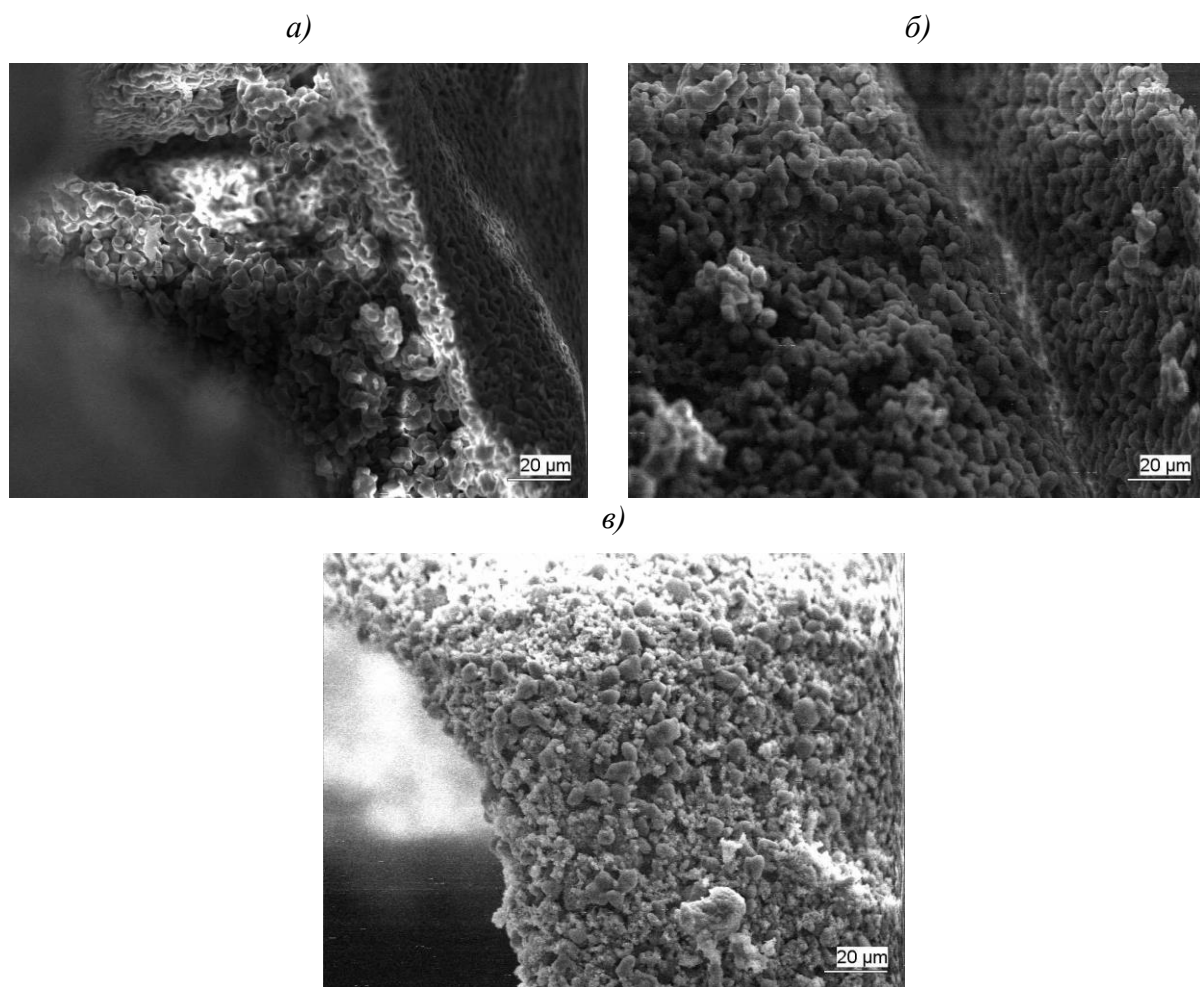


Рис. 4 – СЭМ-микрофотографии образца пенокерамики. Температура обжига – 1700°C, продолжительность – 1 час. (а) – 95 мас. % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; (б) – 72 мас. % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (шпинельное соотношение Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:MgO); (в) – 10 мас. % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

### Обсуждение результатов

Целью данной работы являлось изучение возможности получения керамических материалов системы MgO–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, обладающих открытоячеистой поровой структурой с объёмной долей сообщающихся пор 85–90 % и прочностью при сжатии 0,5–1 МПа. При этом желательно, чтобы максимальные температуры термообработки сырых образцов не превышали 1600–1700°C. Для реализации заданных требований был разработан способ получения материалов путём спекания порошков оксида магния и оксида алюминия с различным соотношением MgO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> с высокой степенью дисперсности для обеспечения ускоренного

протекания процесса спекания по твердофазному механизму. Для синтеза керамики с заданной поровой структурой использовали метод пропитки шликером пенополиуретановых каркасов, а для достижения седиментационной устойчивости шликеров и понижения температур спекания в состав материалов вводили спекающие добавки.

Полученные в настоящей работе результаты показали эффективность использования добавок на основе оксихлорида алюминия и хлорида магния, механизм действия которых основан на ускорении диффузионных процессов на поверхности частиц корунда и магнезии. Эффективная работа таких добавок при обжиге связана с тем, что они действуют как склеивающие компоненты и создают между спекаемыми частицами плотные контакты с большой площадью соприкосновения [11–16]. Также использование хлорида магния и оксихлорида алюминия обеспечивает ускорение спекания за счёт дополнительного образования оксидов алюминия, магния, а также шпинели на границах зёрен спекаемых порошков за счёт химических реакций между хлоридами и кислородом воздуха. Как следствие, в процессе спекания улучшается начальное припекание частиц, в результате чего происходит набор прочности готового керамического изделия.

При температурах обжига порядка 1600–1700°C и его продолжительности свыше 1 часа происходит образование шпинели за счёт химического взаимодействия между частицами корунда и магнезии. Таким образом, межпоровые перегородки, образующие керамический каркас, представляют собой спекшиеся зёрна исходного компонента, взятого в избытке, а также шпинели с размерами частиц 3–10 мкм, что соответствует размерам зёрен исходного корунда в сырой заготовке. При термообработке материалов происходит диффузия микронных зёрен магнезии в более крупные зёрна корунда с образованием зёрен шпинели, сохраняющих размеры зёрен корунда. При этом взаимная диффузия двух

оксидов способствует спеканию частиц и образованию керамического каркаса. Межпоровые перегородки материалов обладают микропористостью так как они образованы за счёт пустот между спекаемыми частицами оксида алюминия, оксида магния и шпинели. При этом в обожжённом материале остаются не только замкнутые, но и открытые микропоры т.к. в выбранном температурном интервале получения материалов недостаточно сил диффузии для полного спекания частиц.

Исследования показали, что значениями прочности на уровне 0,7–1,4 МПа и общей пористости 85 % обладают материалы, полученные при температурах обжига 1650–1700°C и продолжительности обжига – 2 часа. При этом наибольшей прочностью в 1,1–1,4 МПа обладают материалы, имеющие избыточное содержание одного из оксидов (магния либо алюминия). Присутствие второго оксида в таких материалах выполняет роль спекающей добавки, которая способствует набору их прочности. При использовании в составе исходной керамической массы шпинельного соотношения оксидов алюминия и магния в процессе обжига происходит образование алюмомагниевого шпинели, и фактически отсутствует спекающая добавка иного фазового состава, способствующая набору прочности. Поэтому такие материалы обладают более низкой прочностью, которая составляет 0,7–1,0 МПа.

### **Заключение**

Результаты исследований показали возможность получения керамических пенофильтров на основе оксидов алюминия и магния, обладающих ячеистой поровой структурой с открытой пористостью до 85 % и прочностью при сжатии до 0,7–1,4 МПа. Оптимальным режимом получения таких материалов является обжиг при 1650–1700°C в течение двух часов при добавлении хлорида магния и оксихлорида алюминия в состав исходных шликеров. Возможность использовать в качестве

источника шпинели тонкодисперсных порошков оксидов алюминия и магния позволяет снизить стоимость пенокерамических изделий. Кроме того, используя такое сырьё, можно не проводить его механоактивацию путём предварительного помола, а использовать измельчённые порошки, что обеспечит в готовых пенофильтрах наличие развитой пористости в перегородках между макропорами за счёт пустот между спеченными частицами, а также отсутствие в составе материала фаз исходных компонентов.

Для достижения в материалах наибольших значений прочности и уменьшения температуры обжига требуется дальнейшая оптимизация состава керамической массы путём подбора спекающих добавок и варьирования фракционного состава спекаемых порошков, а также оптимизация состава шликерных суспензий путём подбора электролитов, позволяющих увеличить в шликере объёмную долю твёрдой фазы с целью увеличения числа контактов между спекаемыми частицами при обжиге.

#### Литература

1. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
2. Каблов Е.Н. На перекрёстке науки, образования и промышленности // Эксперт. 2015. № 15 (941). С. 49–53.
3. Taslicukur Z., Balaban C., Kuskonmaz N. Production of ceramic foam filters for molten metal filtration using expanded polystyrene // Journal of the European Ceramic Society. 2007. №27. С. 637–640.

4. Способ изготовления высокопористых ячеистых керамических изделий: пат. Рос.Федерация. 2377224, №2008114080/03; заявл. 14.04.2009; опубл. 27.12.2009 Бюл. №9, 6 С.

5. Способ получения керамических высокопористых блочно-ячеистых материалов: пат. Рос.Федерация. 2580959; № 2015112820/03; заявл. 08.04.2015; опубл. 10.04.2016 Бюл.№10 8 С.

6. Manufacturing method of a ceramics body having through holes: пат. 4664858 США; №765340; заявл. 3.08.1985; опубл. 12.05.1987. 5 С.

7. Каблов Е.Н., Щетанов Б.В., Ивахненко Ю.А., Балинова Ю.А. Перспективные армирующие высокотемпературные волокна для металлических и керамических композиционных материалов // Труды ВИАМ электрон. науч.-технич. журн. 2013. № 2. Ст. 5. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 04.03.2019 г.)

8. Бучилин Н.В., Прагер Е.П., Ивахненко Ю.А. Влияние пластифицирующих добавок на реологические характеристики шликеров для получения пористых керамических материалов на основе оксида алюминия // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн., 2016 № 8, Ст. 06 URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 07.03.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-8-6-6

9. Сенина М.О., Лемешев Д.О., Колесников В.А. Способы синтеза порошков алюмомагниевого шпинели для получения оптически прозрачной керамики (обзор) // Стекло и керамика. 2017. № 10. С. 19–25.

10. Бучилин Н.В., Люлюкина Г.Ю., Варрик Н.М. Влияние режима обжига на структуру и свойства высокопористых керамических материалов на основе муллита // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн., 2017, №5 (53), Ст.04, стр. 32-41 URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 07.03.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-5-4-4

11. Евтеев А.А. Некоторые аспекты разработки оптимальных режимов обжига керамических композиций, содержащих эвтектические добавки //

Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн., 2016, №2 (38), стр. 101-106  
URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 07.03.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-2-12-12

12. Щеголева Н.Е., Чайникова А.С., Орлова Л.А. Исследование процесса спекания при получении стеклокерамики на основе стронцийалюмосиликатного стекла методом полусухого прессования // Авиационные материалы и технологии. 2018. №4 (53). С. 55–62. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-4-55-62.

13. Химическая технология керамики: Уч. пособие для вузов //Под ред. И.Я. Гузмана. М.: ООО РИФ Стройматериалы. 2003. 496 с.

14. Житнюк С.В. Бескислородные керамические материалы для аэрокосмической техники (обзор) // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн., 2018, №8 (68), стр. 81-88 URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 07.03.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-8-81-88.

15. Кашин Д.С., Дергачева П.Е., Стехов П.А. Жаростойкие покрытия, наносимые шликерным методом (обзор) // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2018. № 5 (65). С 64–75. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 07.03.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-5-64-75.

16. Ковтунов А.И., Хохлов Ю.Ю., Мямин С.В. Технология формирования и свойства композиционных пеноматериалов // Авиационные материалы и технологии. 2015. № 3 (36). С. 64–68. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-3-64-68.



УДК 620.179.1

## **Система рентгеновской компьютерной томографии как средство измерений**

Демидов А.А.<sup>1</sup>; Крупнина О.А.<sup>1</sup>

Lagazz@yandex.ru, Fess.m.d.@gmail.com

<sup>1</sup>*Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)*

### ***Аннотация:***

*В статье рассмотрены аспекты проведения координатных измерений методом рентгеновской компьютерной томографии, факторы, влияющие на качество реконструкции трехмерной модели исследуемого объекта. Показаны способы оценки погрешности координатных измерений.*

### ***Ключевые слова:***

*томография, неразрушающий контроль.*

## **1. Вводная часть**

Детали авиационной техники выполняются из сталей, сплавов на основе никеля, титана, алюминия, магния, из металлических и неметаллических композиционных материалов. Условия эксплуатации и высокая степень ответственности диктует необходимость проведения широкого комплекса исследований, испытаний, процедур сертификации, прежде, чем установить ту или иную деталь в летательный аппарат. Методы неразрушающего контроля занимают важное место в цикле разработки, производства и эксплуатации деталей авиационной техники. С течением времени появляются новые методы производства: новые типы сварки, литья, аддитивные технологии и пр. С другой стороны развитие двигателестроения и самолетостроения предъявляет новые, более жесткие требования по количеству и размеру допустимых дефектов. По этим причинам наравне с технологиями производства необходимо развивать и технологии неразрушающего контроля.

Для того, чтобы подтвердить пригодность к применению произведенного изделия, необходимо выбрать такой метод контроля, который бы гарантировал возможность обнаружения недопустимых дефектов. Для таких задач, как, например, контроль сложных деталей, полученных с использованием аддитивных технологий, рентгеновская компьютерная томография является единственным методом неразрушающего контроля. Данный метод позволяет обнаруживать как внутренние дефекты, такие как пористость, так и проводить измерения геометрии объекта, включая толщинометрию, измерения внутренних зон, сравнение с CAD/STL моделью.



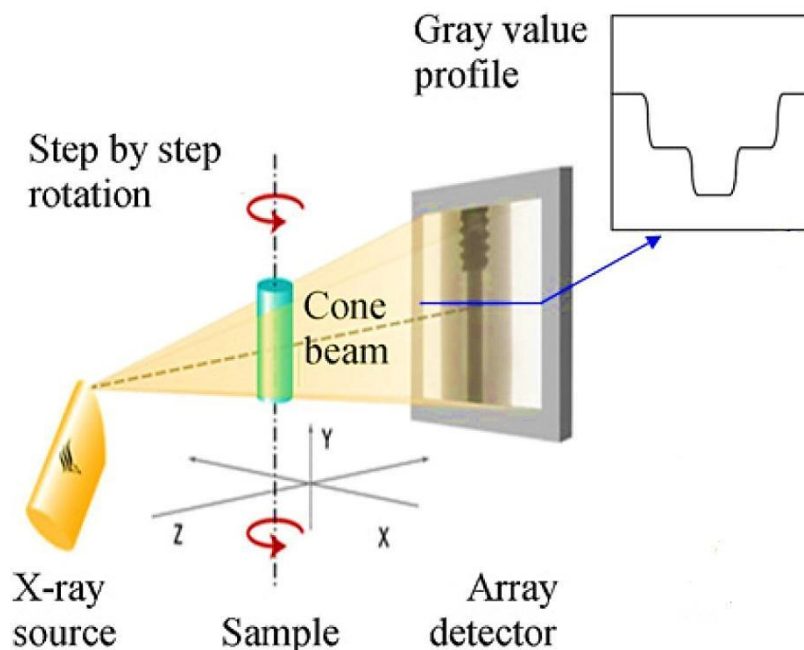


Рис. 1 – Схема получения проекционных изображений при рентгеновской компьютерной томографии.

Рентгеновский компьютерный томограф использует рентгеновское излучение для создания трехмерного распределения коэффициентов линейного ослабления исследуемого объекта. В наиболее часто применяемых томографических системах объект устанавливают на поворотный стол между рентгеновской трубкой и плоскочувствительным детектором, который собирает двухмерные радиографические изображения (Рисунок 1). Компоненты томографической системы должны быть выполнены с высокой точностью и обладать высокой геометрической и температурной стабильностью. Неточность позиционирования поворотного стола влияет на качество реконструкции, неправильное положение вертикальной оси сканирования приводит к ошибкам в измерениях из-за изменений коэффициента увеличения, которые не учитываются системой. Для получения изображения необходимо выполнить следующие этапы работы [1]:

1) Получение проекционных изображений. Рентгеновское излучение, прошедшее через исследуемый объект, формирует за ним радиационное изображение. Плоскопанельный детектор преобразует радиационное изображение в двухмерную цифровую рентгенограмму или проекцию. Далее объект поворачивается на заданный угол, и система создает ещё одну проекцию. Проекции накапливаются, пока объект не пройдет весь заданный путь (чаще всего  $360^\circ$ ).

2) Обработка проекционных изображений. С помощью математического алгоритма реконструкции полученные изображения преобразуются в трехмерный массив вокселей, каждому из которых присваивается значение оттенка серого, которое соответствует значению коэффициента ослабления  $\mu$ , рассчитанному для данного объема.

3) Определение поверхности. Модель поверхности реконструированного объекта создается путем разделения всего массива вокселей на зоны, соответствующие материалу или материалам исследуемого объекта и фону. Любые измерения и контроль качества возможны только после определения поверхности объекта.

Поверхность служит для локальных и глобальных координатных измерений, таких как точечные измерения, привязка геометрических фигур к отдельным зонам или сравнение всего объекта с контрольным образцом или трехмерной моделью. Количественная оценка измеряемой величины в томограмме может быть дана путем сравнения с результатами измерений на других установках (например, контактно-измерительных или лазерных) или с результатами моделирования.

**2. Метрологические особенности координатных измерений.** Рассмотрим особенности томографического исследования, которые влияют на точность координатных измерений. К таким особенностям следует отнести [1]:

– качество исходных двухмерных проекций;

– качество реконструкции двумерных проекций в трехмерный массив данных;

2.1 Качество исходных проекций зависит от следующих факторов:

2.1.1 Конструктивные особенности рентгеновской трубки. Мишень рентгеновской трубки характеризуется типом (прострельная, отражательная, вращающаяся и пр.) и материалом (вольфрам, рений, медь, молибден и пр.). Также очень важен размер фокусного пятна. Рентгеновскую трубку выбирают в зависимости от решаемой задачи. Для высокого разрешения и минимизации нерезкости выбирают микрофокусную или нанофокусную трубку. Однако такие трубки не могут поддерживать высокую интенсивность пучка рентгеновского излучения в течение необходимого времени, поэтому для крупных деталей применяют острофокусные трубки с большим анодным напряжением и током [2]. Для повышения универсальности многие системы компьютерной томографии комплектуются несколькими типами рентгеновских трубок.

2.1.2 Энергия рентгеновского излучения. Энергия квантов рентгеновского излучения определяется напряжением на рентгеновской трубке. Величина напряжения должна выбираться с учетом формы, размера и материала исследуемого объекта. При выборе напряжения необходимо достичь компромисса: с одной стороны оно должно быть достаточно большим, чтобы избежать полного поглощения излучения в зоне максимальной радиационной толщины исследуемого объекта, с другой – слишком большое напряжение не должно привести к падению контраста изображения или перенасыщению матрицы детектора [3].

2.1.3 Фильтрация пучка излучения. При взаимодействии рентгеновского излучения с материалом объекта фотоны с низкой энергией (так называемые «мягкие» составляющие спектра) ослабляются сильнее, чем высокоэнергетические фотоны. При реконструкции что внешняя оболочка образца выглядит светлее внутренней области, что

затрудняет адекватную оценку поверхности. Для снижения влияния данного эффекта используют медные или алюминиевые фильтры, которые располагают между рентгеновской трубкой и объектом исследования.

2.1.4 Время накопления кадра, количество кадров усреднения. Слишком большое время накопления кадра приводит к повышению уровня шумов на рентгенограмме, слишком маленькое время приводит к недостаточному уровню сигнала, так как пиксель детектора просто не успевает «поймать» необходимое число фотонов. Значение выбирается на основе анализа гистограммы изображения. Количество кадров усреднения при получении одной проекции выбирают таким, чтобы отношение сигнал/шум удовлетворяло требованиям нормативной документации.

2.1.5 Скорость и режим вращения объекта. Используют непрерывное и дискретное вращение объекта. Для получения более качественной томографии рекомендуется дискретное вращение, при котором объект останавливается для получения каждой проекции.

2.1.6 Влияние температуры. Во время работы томографа источниками тепла является рентгеновская трубка, детектор, приводы системы перемещения, электроника. Для проведения координатных измерений необходимо, чтобы все составляющие процесса томографии, включая сам исследуемый образец имели температуру  $20 \pm 0,1 - 0,5$  °C [4]. Камеры для томографии по этим причинам выполняются в термостабилизационном исполнении. Также можно компенсировать термические эффекты путем ввода в расчеты специальных коэффициентов.

2.1.7 Детектор. К основным характеристикам детектора, влияющим на точность координатных измерений, относится размер пикселя. От размера пикселя зависит суммарная нерезкость изображения, и, следовательно, коэффициент геометрического увеличения. Также очень важно правильно калибровать детектор: неправильная калибровка под

нагрузкой или неправильно составленная карат битых пикселей приведет к появлению артефактов в процессе реконструкции.

2.1.8 Геометрическое увеличение. Геометрическое увеличение определяется положением вертикальной оси вращения поворотного стола между источником и детектором рентгеновского излучения. Большое геометрическое увеличение достигается за счет приближения объекта ближе к окну рентгеновской трубки. С одной стороны это увеличивает изображение объекта, с другой – также приводит к увеличению нерезкости из-за того, что фокусное пятно источника не является точкой, а имеет некоторый размер.

2.1.9 Особенности исследуемого объекта. Линейный коэффициент ослабления материала ограничивает диапазон толщин, которые возможно проконтролировать с помощью существующего рентгеновского оборудования. При подготовке к контролю необходимо выбрать такое положение объекта контроля, при котором суммарная толщина объекта в направлении пучка излучения была бы минимальной. С учетом вращения детали необходимо создать такие условия экспонирования, при котором пиксели детектора, участвующие в формировании изображения, имели бы значения сигнала в рабочем диапазоне. Также следует избегать положения объекта, когда какая-либо из его поверхностей оказывается параллельна оси пучка излучения, так как это приводит к дополнительному рассеянию излучения и возникновению артефактов при реконструкции.

2.2 Качество реконструкции зависит, в свою очередь, от следующих факторов:

2.2.1 Определение оси вращения. Перед началом реконструкции программа расчета трёхмерной модели определяет положение оси вращения объекта при сборе проекционных изображений. Если ось будет определена не точно, то в процессе реконструкции появятся ошибки.

### 2.2.2 Методы настройки линейных размеров и размеров вокселя.

Для каждого измерения необходимо определить масштаб длины в плоскости XZ и в направлении Y (Рисунок 1). Эти значения далее будут использоваться для расчета увеличения томографического изображения, размера вокселя и некоторых других величин. Существует несколько способов определения масштаба: проведения измерения стандартных образцов вместе с исследуемым или измерение некоторого размера исследуемого образца и использование его же в качестве привязки к масштабу.

2.2.3 Настройки поиска поверхности. Процедура определения поверхности проводит соответствующие границы между твердым материалом и окружающим его воздухом или границы между объектами из разных материалов. Определение поверхности трансформирует данные об объеме и вокселях в данные о поверхности. Существует несколько вариантов определения границы объекта исследований: Присвоение порогового значения оттенка серого «краевым» вокселям, интерполяция значений вокселей, поиск максимума производной оттенков серого, использование среднего значения между вокселями, соответствующими воздуху и материалу объекта. В зависимости от материала и сложности объекта выбирают тот или иной алгоритм поиска поверхности.

Все вышеперечисленные факторы в той или иной степени влияют на главную характеристику любого измерения, а именно на погрешность. Расчет погрешности необходим для соответствия системе СИ, а также для оценки соответствия допуску на данный размер. При этом расчет суммарной погрешности координатных измерений, проводимых на рентгеновском томографе представляет собой сложную проблему, так как томограф является сложной многозадачной системой, и погрешности будут варьироваться в зависимости от детали, рентгеновской трубки,

детектора, условий эксплуатации, оператора, алгоритма реконструкции и пр.

Для оценки погрешности очень важным является метод оценки измеряемой величины. Чаще всего в качестве эталонного используют метод контактного измерения. В настоящее время создан целый ряд эталонных образцов для измерения погрешности систем компьютерной томографии: образцы с рубиновыми сферами, с полусферическими глухими отверстиями, с параллельными поверхностями и призмами. Также проводятся работы по получению расчетных значений погрешности с использованием компьютерной симуляции процесса сбора данных и реконструкции [5].

Для оценки погрешности измерений томографа NSI X5000 проводились эксперименты с рубиновыми сферами. Были реконструированы изображения двух мер, содержащих рубиновые сферы различного диаметра. Предварительно установлено, что измеренная погрешность составляет 100 мкм при измерении до 200 мм.

Проведение координатных измерений в процессе исследования реальных объектов происходит с помощью эталонных образцов GeoTools, представляющих собой набор эбонитовых стержней, внутрь которых помещены стальные сферы. Расстояние между сферами и диаметр сфер известны. Для оценки геометрии после сканирования объекта исследования проводят сканирование выбранного эталонного образца.

### **3. Выводы**

Рентгеновская компьютерная томография является эффективным и во многих случаях единственным методом неразрушающего контроля деталей со сложной внутренней структурой, недоступной для других методов. Он позволяет выполнить полную оценку внешних и внутренних поверхностей объекта. Кроме измерений геометрии томография позволяет также проводить контроль качества детали.



Для проведения координатных измерений необходимо учитывать большое число факторов, влияющих на качество проводимого анализа, как на этапе получения проекционных изображений, так и на этапе реконструкции.

Использование любой томографической системы в качестве средства измерения должно сопровождаться мероприятиями по оценке максимальной погрешности измерений.

#### Литература

1. Kruth J.P., Bartscher M. Computed tomography for dimensional metrology // CIRP Annals – Manufacturing Technology. 2011. № 60. С. 821–842.
2. Соснин Ф.Р. Неразрушающий контроль: Справочник: в 7 т. Под общ. ред. В.В. Клюева. Т 1, Радиационный контроль. М.: Машиностроение, 2006. С. 560.: ил.
3. Майоров А.А. Цифровые технологии в неразрушающем контроле //Сфера Нефтегаз, № 9. 2009. С. 26–37.
4. Bryan J. International Status of Thermal Error Research // CIRP Annals 1990. № 39(2) с. 645.
5. Ametova E., Ferrucci M. Software-based compensation of instrument misalignments for computed tomography dimensional metrology // Precision Engineering. 2018. № 54. С. 233–242.



УДК 621.357.74

## **Гальванотермическое покрытие системы цинк-олово – реальная альтернатива кадмиевому покрытию**

Закирова Л.И.<sup>1</sup>; Никифоров А.А.<sup>1</sup>

[lily.zakirova@gmail.com](mailto:lily.zakirova@gmail.com)

<sup>1</sup>Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)

### **Аннотация:**

*В течение последних пяти лет во ФГУП «ВИАМ» была разработана новая концепция создания защитного покрытия, альтернативного кадмиевому. Суть этой концепции состоит в создании двойственного по своей природе покрытия, у которого высокая коррозионная стойкость аналогична коррозионной стойкости катодных по сравнению со сталью металлов (олово), а высокая защитная способность – защитной способности анодных металлов (цинк, кадмий). Это достигается поочерёдным нанесением слоёв цинка и олова и для исключения внутренней контактной коррозии покрытия проведением термической обработки покрытия по строго определённым режиму. Проведённые ускоренные и натурные коррозионные испытания подтвердили правильность разработанной концепции: гальванотермическое покрытие как в КСТ, так и в МЦКИ и ГЦКИ по защитной способности превышает в десятки раз цинковое покрытие и является реальной альтернативой кадмиевому покрытию.*

### **Ключевые слова:**

*гальванотермическое, кадмиевое покрытия, послойное нанесение, термическая обработка, защитная способность, стали.*

*Данная работа проведена в рамках реализации комплексного научного направления 17.2 Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года «Шликерные, газодинамические и комбинированные покрытия для деталей из углеродистых сталей, в том числе высокопрочных [1].*

## Введение

При проектировании и изготовлении изделий авиационной техники как в России, так и за рубежом кадмиевое покрытие рассматривается как основной вид антикоррозионной защиты стальных деталей, эксплуатируемых во всеклиматических условиях. Более того, защитные покрытия кадмием востребованы во многих других отраслях промышленности – судостроительной, космической, производстве военной техники, ответственной автоматики и других.

Однако, кадмий и его соединения чрезвычайно токсичны, экологически опасны. Кадмий – особо ядовитое вещество 1 класса опасности: ПДК в воздухе рабочей зоны  $0,05/0,01 \text{ мг/м}^3$  [2]. Кадмий является канцерогеном, а также обладает тератогенным и мутагенным действием на организм [3]. В гальваническом производстве кадмирование представляет большую экологическую опасность сточными водами. Величина экологической опасности электролитов кадмирования по данным [4], составляет  $5,2\text{--}8,8 \cdot 10^6$ , что говорит о превышении в миллионы раз содержания вредных компонентов в электролите над ПДК. Регламент № 1907/2006 Европейского Парламента и Совета от 18.12.2006 относительно регистрации, оценки, разрешения и ограничения химикатов (REACH) ограничивает рынок кадмий содержащих товаров.

В качестве альтернативы кадмиевому покрытию могут быть применены покрытия сплавами на основе цинка (цинк-никель, цинк-олово, цинк-кобальт и др.), которые обладают более высокой коррозионной стойкостью, чем покрытие чистым цинком. Однако разработанные гальванические сплавы и технологии их нанесения в подавляющем случае не вышли из стен лабораторий в промышленность [5–7]. Это объясняется тем, что технология нанесения сплавов требует повышенной культуры производства, так как имеется сильно выраженная зависимость качества покрытий от плотности тока, температуры и перемешивания электролита,

продолжительности процесса, сложности профиля поверхности деталей, расположения деталей в ванне и от параметров анодного процесса. Малый уровень автоматизации технологических процессов нанесения гальванических покрытий ограничивает распространение многофакторного процесса нанесения гальванических сплавов в промышленности.

В литературе имеются сведения о возможности повышения коррозионной стойкости и продолжительности действия защитной способности цинковых покрытий модификацией их введением подслоев других металлов, например, никеля или олова перед цинкованием. Предполагается, что последующая термодиффузионная обработка позволит сформировать диффузионный межфазный слой для повышения адгезии между слоями и улучшения защитных свойств покрытия в целом.

Так, в патенте США № 6613452 от 02.09.2003 г. предложено многослойное покрытие, обеспечивающее защиту металла основы (например, стали) от коррозии и водородного охрупчивания. Покрытие состоит из 2 слоёв: 1-ый слой, например, никелевый по электрохимическим свойствам близок к металлу основы в данной среде, а 2-ой содержит минимум 50 вес. % металла, анодного по отношению к металлу основы, например, цинка. Для формирования диффузионного межфазного слоя между слоями покрытия предусмотрено проведение термической обработки. Недостатком данного способа является незначительная толщина межфазного слоя между слоями покрытия из-за малой скорости диффузии цинка в никеле, что с учетом пористости или местного разрушения покрытия приводит к существенной коррозии как верхнего цинкового, так основы из углеродистой стали вследствие протекания контактной коррозии. Защитная способность покрытия ниже защитной способности кадмиевого покрытия.

Во ФГУП «ВИАМ» разработана технология нанесения комбинированного многослойного гальванического покрытия олово+цинк для деталей из высокопрочных сталей. По такой технологии на поверхности стальных деталей образуется сплав олово-цинк с содержанием цинка 30–50 %, обладающий высокой коррозионной стойкостью, и по защитной способности сравнимый с кадмиевым покрытием.

Однако неравномерное распределение компонентов сплава по толщине покрытия и его обогащение цинком на внешней поверхности покрытия приводит к недостаточной коррозионной защите, по скорости образования на поверхности деталей продуктов коррозии оно сравнимо с цинковым покрытием. Кроме того, нижний слой покрытия обогащён оловом, катодным по сравнению со сталью, что снижает продолжительность защитной способности данного покрытия.

В течение последних пяти лет во ФГУП «ВИАМ» была разработана новая концепция создания защитного покрытия, альтернативного кадмиевому [8–11]. Суть этой концепции состоит в создании двойственного по своей природе покрытия, у которого высокая коррозионная стойкость аналогична коррозионной стойкости катодных по сравнению со сталью металлов, а высокая защитная способность – защитной способности анодных металлов. Это достигается поочерёдным нанесением слоёв цинка и олова, а для исключения внутренней контактной коррозии покрытия, проводят термическую обработку покрытия по строго определённому режиму.

Проведённые ускоренные и натурные коррозионные испытания подтвердили правильность разработанной концепции: гальванотермическое покрытие как в КСТ, так и в МЦКИ и ГЦКИ по защитной способности превышает в десятки раз цинковое покрытие и является реальной альтернативой кадмиевому покрытию.

## **Гальванотермическое покрытие системы цинк-олово – реальная альтернатива кадмиевому покрытию в среде хлоридов**

По механизму защиты от коррозии металлические покрытия делятся на катодные и анодные. Катодными покрытиями являются покрытия металлами, стационарный потенциал которых более положительный стационарного потенциала защищаемого металла (стали) в хлоридной среде. К таким металлам относятся медь, никель, свинец, олово и др. Эти металлы в атмосферных условиях являются существенно более коррозионностойкими, чем сталь. Катодные покрытия могут служить надёжной защитой от коррозии только при условии отсутствия в них сквозных пор, трещин и других дефектов. При повреждении покрытия или наличия пор возникает короткозамкнутый гальванический элемент, в котором растворяться (корродировать) будет сталь.

Анодные покрытия имеют более отрицательный электродный потенциал в хлоридной среде, чем электродный потенциал основного металла. По отношению к стали анодными покрытиями являются цинковое покрытие, кадмиевое покрытие (в морской атмосфере). В случае анодных покрытий необязательно, чтобы они были сплошными. В любом случае анодный металл будет растворяться преимущественно по сравнению со сталью.

Задача данной работы состояла в попытке соединить в одном покрытии преимущества обоих видов металлических покрытий: покрытие должно быть существенно более коррозионностойким по сравнению со сталью и одновременно при появлении в покрытии сквозных дефектов не только не вызывать коррозии стальной основы, но и тормозить её.

Разработанное гальванотермическое покрытие состоит из трёх или четырёх слоёв толщиной по несколько микрометров последовательно нанесённых цинка и олова. В условиях влажной атмосферы слои цинка

являются анодами по отношению к стали и олову, а оловянные слои – катодами по отношению к цинковым слоям [12].

Из-за пористости каждого слоя вследствие скачков электродных потенциалов контактирующих металлов возникает контактная коррозия: слои цинка усиленно растворяются. Скорость коррозии всего покрытия будет больше скорости коррозии цинкового покрытия. Следовательно, покрытие, состоящее из слоёв цинка и олова, не может служить альтернативой не только кадмиевому покрытию, но и цинковому. Для исключения контактной коррозии предложено проводить термическую обработку покрытия, при которой происходит взаимная диффузия цинка и олова. Это приводит к размыванию резкой границы между слоями цинка и олова, а также снижает разницу между электродными потенциалами этих слоёв.

Гальванотермические покрытия обладают высокой защитной способностью, что подтверждается результатами ускоренных коррозионных испытаний в камере соляного тумана (КСТ) и натурных испытаний в условиях приморской зоны умеренно-теплого климата г. Геленджик (ГЦКИ) и в атмосфере промышленной зоны умеренного климата г. Москвы (МЦКИ).

На рисунке 1 представлен внешний вид образцов из стали с гальванотермическим покрытием и с кадмиевым покрытием в процессе коррозионных испытаний в КСТ.

Ускоренные коррозионные испытания в течении 26000 ч в КСТ как в кадмиевом, так и в гальванотермическом покрытиях начинают появляться продукты коррозии в прорезях, сделанных в покрытиях до стальной основы. Из рисунка 1 видно, что четырёхслойное гальванотермическое покрытие, сформированное с учётом ограничений по максимальным значениям температуры и продолжительности термообработки, обладает высокой защитной способностью в КСТ: суммарно более 3-х лет (26000 ч),



в том числе с надрезом до стальной основы около 2-х лет (19000 ч). Эти результаты говорят о том, что гальванотермическое покрытие в среде хлоридов является анодным по отношению к стали, обладает низкой скоростью коррозии и по защитной способности сравнимо с кадмиевым покрытием.

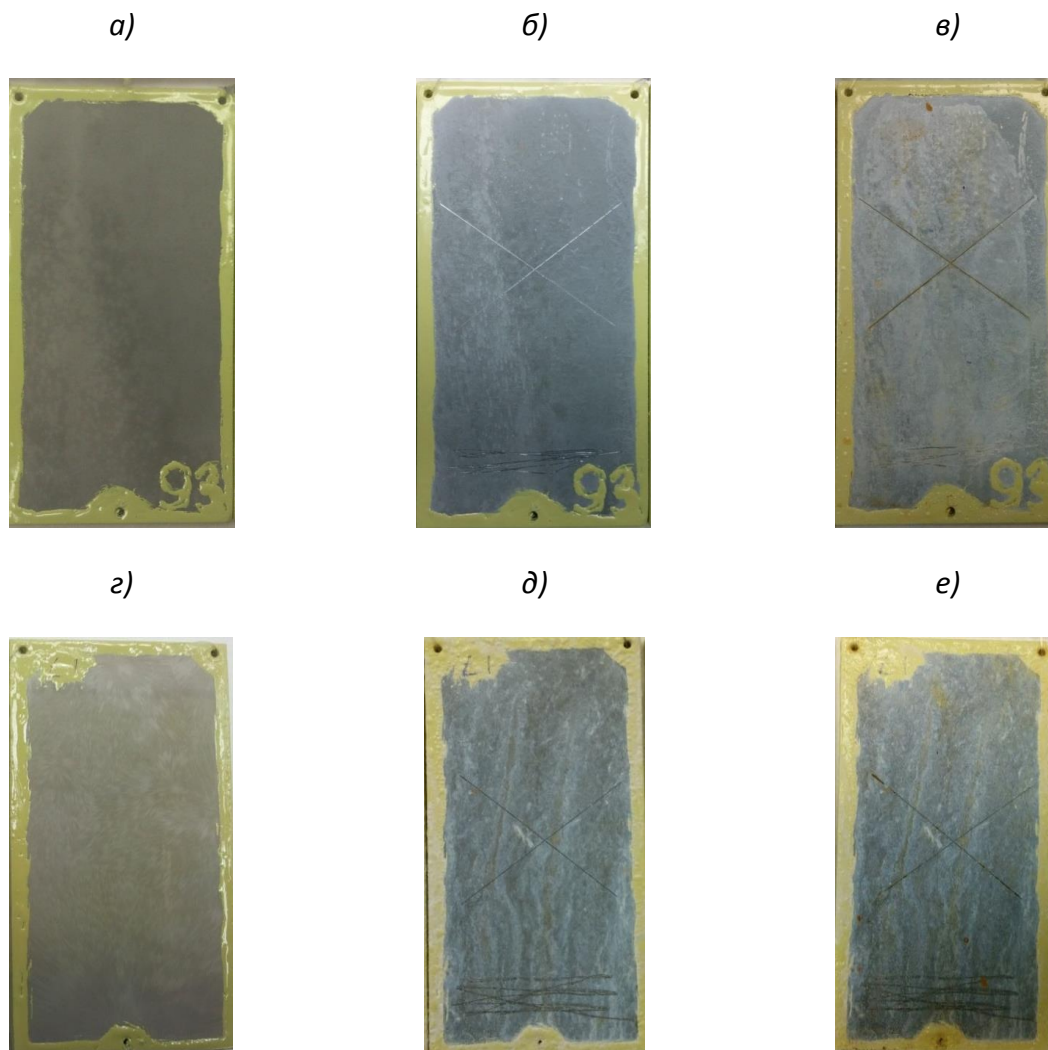


Рис. 1 – Результаты коррозионных испытаний в КСТ образцов с кадмиевым покрытием (а, б, в) и гальванотермическим покрытием (г, д, е):  
а, г – исходный вид; б, д – после 13000 ч; в, е – после 26000 ч.

Испытания в течение четырёх с половиной лет экспозиции в ГЦКИ (г. Геленджик) показали преимущество гальванотермических покрытий над кадмиевым покрытием. Кадмиевое покрытие не смогло защитить сталь в течение 4,5 лет в натуральных условиях приморской зоны тёплого

умеренного климата на стальных образцах отчётливо видны продукты коррозии стали более чем на 40 % поверхности (рисунок 2 а).

В тоже время на стальных образцах с гальванотермическим покрытием продукты коррозии стали вообще не обнаружены (рисунок 2 б).

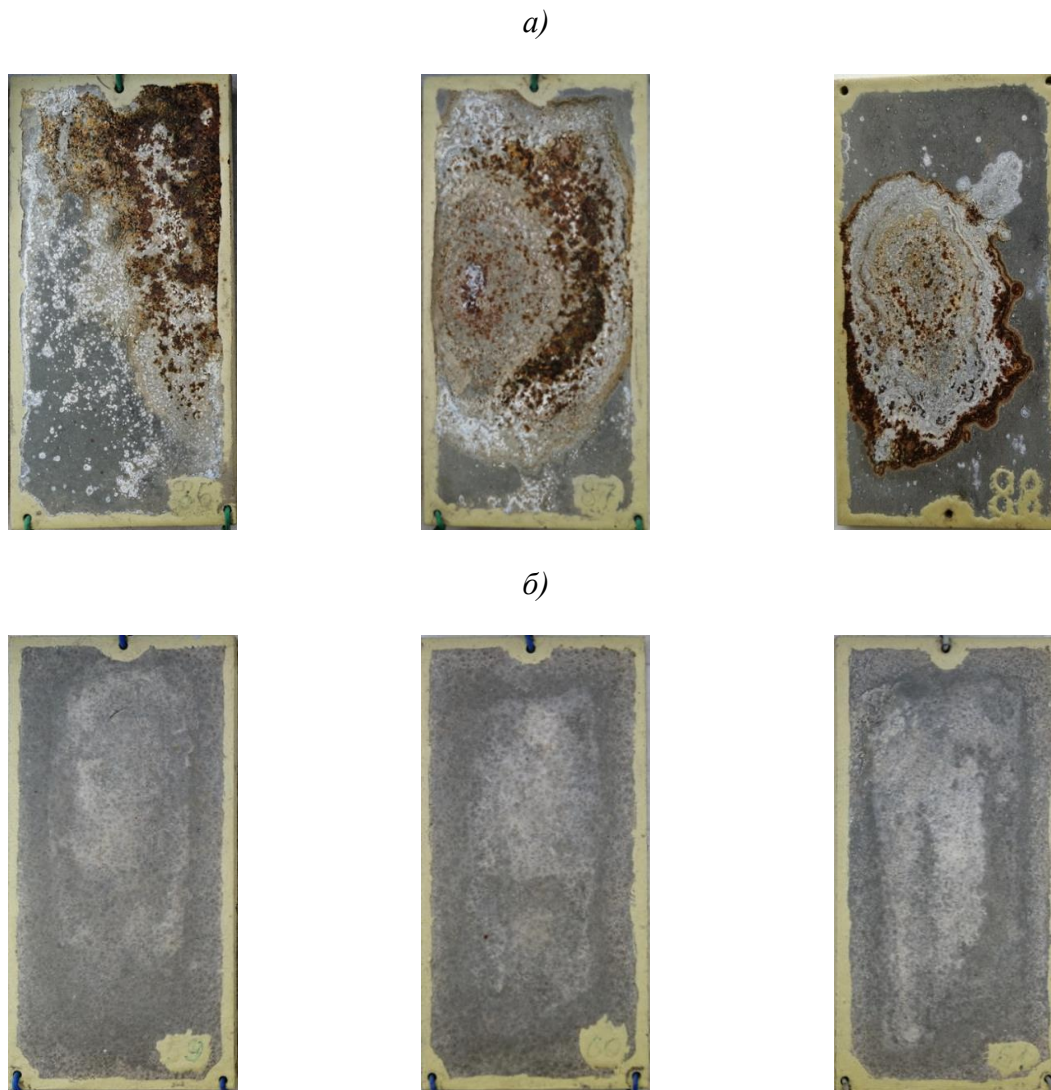


Рис. 2 – Внешний вид образцов из стали 30ХГСА после 4,5 лет экспозиции в ГЦКИ (г. Геленджик): а – кадмиевое покрытие; б – гальванотермическое покрытие

В натурных испытаниях в течение более четырёх с половиной лет экспозиции в МЦКИ появления продуктов коррозии стали (основы) не выявлено (рисунок 3)

Таким образом, по результатам как ускоренных, так и натурных испытаний можно сделать вывод, что гальванотермическое покрытие



обладает защитной способностью не меньшей, чем у кадмиевого покрытия аналогичной толщины.

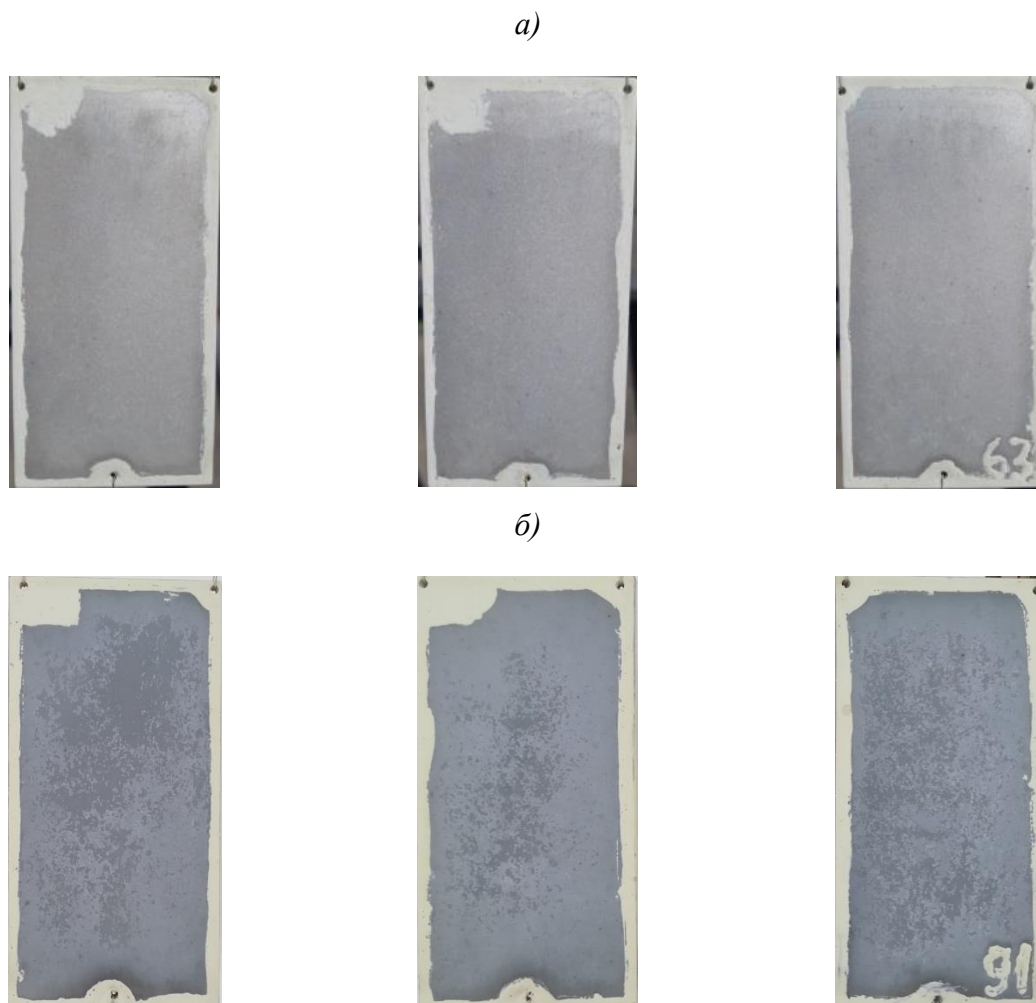


Рис. 3 – Внешний вид образцов с гальванотермическим и кадмиевым покрытиями после 4,5 лет экспозиции в МЦКИ: а – гальванотермическое покрытие; б – кадмиевое покрытие

### **Заключение**

1. Во ФГУП ВИАМ разработано гальванотермическое покрытие системы цинк-олово, которое является реальной альтернативой кадмиевому покрытию;

2. Коррозионные исследования показали, что гальванотермическое покрытие анодно по отношению к углеродистой стали;

3. Обеспечивает высокую защитную способность в условиях ускоренных коррозионных испытаний (КСТ) суммарно около 3 лет (26000 ч), что соответствует защитной способности кадмиевого покрытия;

4. За период испытаний в натуральных условиях на климатической площадке в условиях приморской зоны умеренно теплого климата (г. Геленджик) в течение 4,5 лет показано преимущество гальванотермических покрытий над кадмиевым покрытием.

#### Литература

1. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» //Авиационные материалы и технологии. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.

2. ГН 2.2.5.3532-18 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны», утв. Постановлением Главного государственного санитарного врача Российской Федерации от 13 февраля 2018 года N 25.

3. Глушко Я.М. Вредные неорганические соединения в промышленных сточных водах: Справочник. Л. Химия. 1979. 160с.

4. Виноградов С.С. Экологически безопасное гальваническое производство. /Под ред. проф. В.Н. Кудрявцева. – Изд. 2-е, перераб. и доп.; /М.: Глобус. 2002. 352 с.

5. Гальванические покрытия в машиностроении: справочник в 2 т. / под ред. М.А. Шлугера, Л.Д. Тока. М.: Машиностроение, 1985. Т.1. 240 с.

6. Вячеславов П.М. Электролитическое осаждение сплавов. Л.: Машиностроение, Ленингр. отд-ние, 1986. 112 с.

7. Ажогин Ф.Ф., Беленький М.А., Галь И.Е. и др. Гальванотехника. М.: Металлургия. 1987. С. 484–485.

8. Способ получения защитного покрытия; пат. 2606364 Рос. Федерация; опубл. 10.01.2017. (Каблов Е.Н., Виноградов С.С., Никифоров А.А., Закирова Л.И.).

9. Каблов Е.Н., Никифоров А.А., Дёмин С.А., Чесноков Д.В., Виноградов С.С. Перспективные покрытия для защиты от коррозии углеродистых сталей // Сталь. 2016. №6, С. 70–81.

10. Виноградов С.С., Никифоров А.А., Дёмин С.А. Пути решения проблемы замены кадмиевого покрытия // Гальванотехника и обработка поверхности. 2018. Т. 26, №2. С.13–25.

11. Виноградов С.С., Никифоров А.А., Дёмин С.А., Чесноков Д.В. Защита от коррозии углеродистых сталей. // Авиационные материалы и технологии. 2017. № S. С. 242–263. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-242-263

12. ГОСТ 9.005-72. Допустимые и недопустимые контакты металлов. Общие требования. 27 с.

УДК 621.787.6

## **Формализация проектирования операции магнитодинамической упрочняющей обработки**

Кочубей А.А.<sup>1</sup>, к.т.н.; Прищепа В.Ю.<sup>1</sup>;

Грудинин Ю.В.<sup>2</sup>

watchbox@mail.ru, prischeпа@beriev.com, info@ilyushin.net

<sup>1</sup> ПАО «ТАНТК им. Г.М. Бериева», г. Таганрог

<sup>2</sup> ПАО «Ил», г. Москва

### ***Аннотация:***

*В работе представлен обзор и сравнительная характеристика устройств для упрочняющей обработки длинномерных тонкостенных деталей, применяемых в производстве летательных аппаратов. Описан алгоритм формализации проектирования операций упрочняющей обработки магнитодинамическим методом для встраивания ее в САПР ТП изготовления деталей.*

### ***Ключевые слова:***

*магнитодинамическая обработка, устройства с вращающимся электромагнитным полем, упрочнение.*

## **Введение**

Результаты исследований [1–10] и разработанный на их основе метод магнитодинамической упрочняющей обработки прошли апробацию на ПАО «ТАНТК им. Г.М. Бериева» в г. Таганроге. Объектом магнитодинамической упрочняющей обработки являлись несущие длинномерные детали, применяемые в узлах летательных аппаратов (лонжерон, стрингер, пояс верхний) и представленные на рис.1. Испытания, проведённые на фрагментах промышленных деталей, в условиях специально разработанного и изготовленного на предприятии опытного образца устройства с вращающимся электромагнитным полем (ВЭМП), показали приемлемость разработанной методики выбора технологических параметров магнитодинамической упрочняющей обработки [4, 8–10] для обеспечения качества деталей в соответствии с требованиями технической документации на их изготовление.



Рис. 1 – Детали, подвергаемые упрочняющей обработке

## **Практическое применение и технико-экономическое обоснование магнитодинамической обработки**

Процесс магнитодинамической упрочняющей обработки длинномерных деталей может быть реализован на установках проходного типа. Принципиальная схема такой обработки показана на рис. 2.

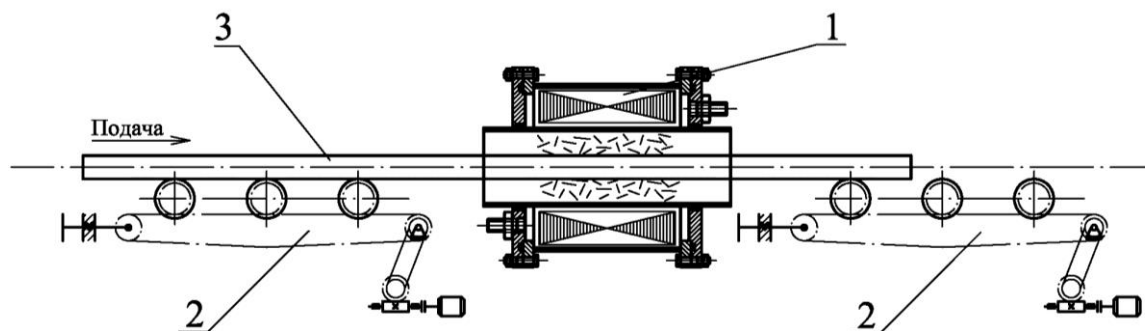


Рис. 2 – Схема обработки длинномерных деталей: 1 – рабочий блок устройства с ВЭМП; 2 – приводной роликовый рольганг; 3 – деталь

Для непрерывного ведения процесса обработки длинномерных деталей целесообразно применять подающее устройство, обеспечивающее прохождение деталей через рабочую зону устройства с ВЭМП. Как видно на схеме, при обработке длинномерных деталей область охватывания поверхности детали, а следовательно, и производительность процесса зависят от объема рабочей камеры. Как было указано выше, индукторы с отношением длины рабочей зоны к ее диаметру свыше 0.3 целесообразно изготавливать в неявнополюсной форме исполнения. Индукторы с удлиненной рабочей зоной обладают соизмеримой активной мощностью, что при данной конструкции позволяет сократить число витков в полюсных катушках и, соответственно, уменьшить наружный диаметр индуктора. Данная форма исполнения позволяет достичь увеличения производительности процесса при обработке длинномерных деталей, за счет увеличения площади охвата поверхности обрабатываемой детали, а также сократить количество проскоков (вылета) обрабатываемой среды, за счет более замкнутого рабочего пространства. В случае обработки деталей малых размеров, детали необходимо закреплять на оси, размещая их в пространстве рабочей камеры. Закреплять детали можно прижимными устройствами типа струбцины.

Разработанный магнитодинамический метод предложен в качестве альтернативного метода упрочнения длинномерных деталей. На ПАО «ТАНТК им. Г.М. Бериева» для упрочнения деталей по существующей

технологии используется установка дробебетного упрочнения УДП-2.5 предприятия-изготовителя ОАО «Электромеханика». Ввиду отсутствия другого оборудования на ТАНТК все детали, включая мелкогабаритные, упрочняются на этом оборудовании.

Технико-экономические преимущества магнитодинамической упрочняющей обработки длинномерных деталей приведены в табл. 1.

Таблица 1

Сравнительный анализ технических характеристик установок для упрочнения длинномерных деталей типа «пояс верхний»

№ п/п	Характеристика	Ед. изм.	Установка УДП-2.5	Установка на базе устройства с ВЭМП
1.	Напряжение питающей сети	В	380	380
2.	Номинальная частота	Гц	50	50
3.	Число фаз	шт	3	3
4.	Установленная мощность	кВт	185	7
5.	Габаритные размеры обрабатываемого изделия: длина ширина высота	мм	6500 400 1600	14000 150 150
6.	Материал изделия	-	АК-4-1чТ В95пчТ1, -Т2,-Т3, 1163	Все немагнитные сплавы
7.	Размер обрабатываемой среды	мм	Дробь Ø2 мм	Цилиндры $l/d = 8-12$ $d=1-3$ мм
8.	Скорость перемещения изделия	м/мин	0,5-5	В зависимости от длины технологической зоны рабочей камеры
9.	Производительность (по обрабатываемой среде)	кг/мин	210	0,1
10.	Объем загрузки	кг	5000	1-15
11.	Уровень шума, не более	дБА	80	80
12.	Габаритные размеры: длина ширина высота	мм	36000 6400 8800	720 880 1100

Как видно из табл. 1, упрочнение длинномерных деталей на установке проходного типа, реализующей магнитодинамический метод обработки, по сравнению с существующей технологией упрочнения на УДП-2,5 позволит значительно снизить материалоемкость и энергоёмкость оборудования, сократить технологическое время обработки, перекрыть



вспомогательное время на установку и, как следствие, повысить производительность процесса упрочнения, обеспечив параметры качества поверхностного слоя, регламентируемые техническими требованиями.

### **Формализация проектирования операций упрочняющей обработки магнитодинамическим методом**

Основным предназначением операций магнитодинамической обработки в технологии изготовления деталей машин, как было показано в исследованиях [1–10], является упрочнение детали с целью повышения её предела выносливости, износостойкости и других эксплуатационных свойств. Эта задача в процессе магнитодинамической обработки решается путем изменения геометрических и физико-механических характеристик качества и свойств материала поверхностного слоя, в результате чего: формируется качественно новая макро- и микрогеометрия поверхности; кристаллическая решетка материала поверхностного слоя получает упруго-пластические искажения, приводящие к формированию в поверхностном слое остаточных сжимающих микронапряжений и повышению микротвёрдости.

Разработанные на основании результатов теоретических и экспериментальных исследований модели формирования параметров качества поверхностного слоя при магнитодинамической обработке позволяют эффективно осуществлять процесс поиска оптимальных условий обработки деталей и параметров технологической системы, в которой будет реализован рассматриваемый в работе метод.

Для создания САПР операции магнитодинамической обработки необходимо формализовать не только расчет параметров процесса упрочнения, но и другие действия технолога, направленные на подбор конструктивных и энергетических характеристик оборудования, обрабатываемой среды и т.д. Расчёт оптимальных технологических параметров операции магнитодинамической обработки, с учетом

проведенных в этом направлении исследований, представлен на рис. 3 и включает в себя следующую последовательность действий:

1. Анализ исходных данных для проектирования, которыми являются:

а) конструктивные параметры упрочняемой детали: её геометрическое и размерное описание, материал и механические свойства (твёрдость, предел прочности, динамический предел текучести и т.д.), вес, требуемые эксплуатационные показатели;

б) технологические ограничения на операцию: требуемые показатели качества поверхности, минимально допустимые энергосиловые параметры и др.;

в) организационно-экономические ограничения: ожидаемые производительность и себестоимость и, при необходимости, санитарно-гигиенические и экологические ограничения.

2. Ввод варьируемых технологических параметров магнитодинамической обработки, обусловленных конструкторскими и технологическими возможностями устройства, обеспечивающего ВЭМП, именно: геометрические размерные соотношения ферромагнитных инденторов, индукция магнитного поля и частота его вращения.

3. Оператор 3 осуществляет расчёт эффективного количества ферромагнитных инденторов, загружаемых в рабочую камеру устройства с ВЭМП, исходя из условия, установленного в результате экспериментальных исследований, что толщина МОВ слоя не должна превышать трёх длин ферромагнитного индентора.

4. Подсистема 4 определяет энергетическое состояние ферромагнитных инденторов и их энергосиловые характеристики ударно-импульсного воздействия на поверхность обрабатываемого материала.

5. Оператор 5 оценивает энергетическое состояние ферромагнитных инденторов с позиции достаточности усилия ударно-

импульсного воздействия для развития пластической деформации в зоне контактного взаимодействия индентора с поверхностью обрабатываемого материала и, как следствие получения упрочняющего эффекта. В случае недостаточности подаётся команда оператору 2 для изменения варьируемых технологических параметров. При соблюдении условия происходит переход к подсистеме 6.

6. В рамках подсистемы 6 осуществляется расчёт параметров качества упрочнённого поверхностного слоя, т.к. среднеарифметическое отклонение профиля, микротвёрдость, величина остаточных сжимающих напряжений и оценка повышения усталостной прочности..

7. Оператор 7 введен в программу расчёта, если при осуществлении упрочняющей обработки предусмотрены требования по качеству поверхности, которые могут выступать в качестве критериев обработки.

8. Подсистема 8 производит расчёт продолжительности магнитодинамической обработки.

9. Оператор 9 предусматривает обеспечение требуемой по условиям производства конкретных деталей производительности магнитодинамической обработки.

10. По результатам проведенных в рамках предложенной программы расчётов оператор 10 выполняет выход на печать наиболее рациональных технологических параметров операции упрочняющей обработки деталей магнитодинамическим методом, а также соответствующих ему параметров качества поверхности.

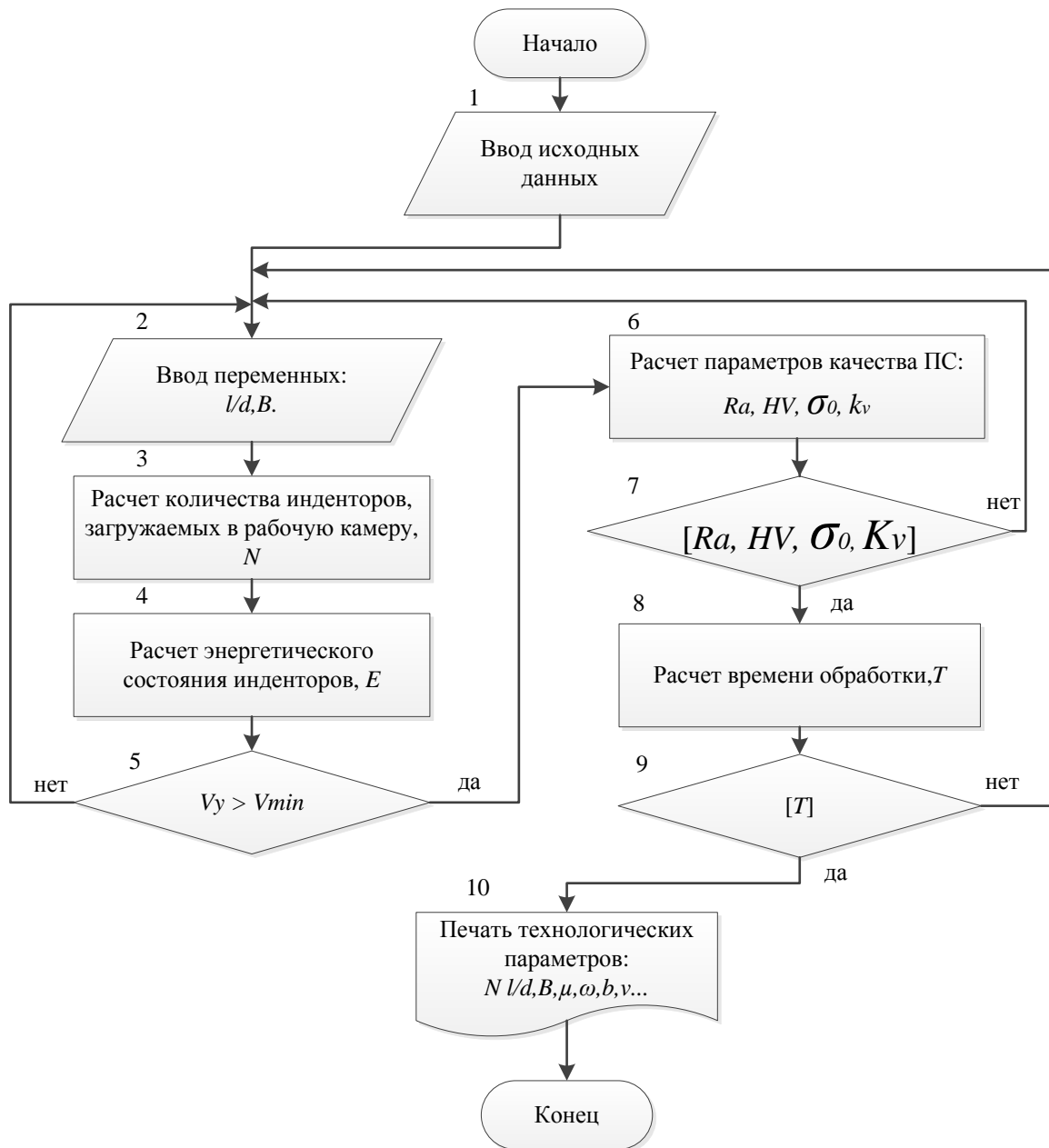


Рис. 3 – Алгоритм проектирования операции магнитодинамической обработки

Реализация такой системы с использованием ЭВМ позволяет полностью формализовать проектирование операций упрочнения магнитодинамическим методом, а её структура приемлема для встраивания в существующие и проектируемые САПР ТП изготовления деталей.

## **Выводы**

1. Магнитодинамическая обработка расширяет технологические возможности динамических методов ППД конвективными потоками свободнодвижущихся инденторов и позволяет обеспечить эффективную отделочно-упрочняющую обработку внутренних полостей, длинномерных тонкостенных деталей.

2. Разработанный алгоритм выбора технологических условий обработки и рекомендации по конструктивному исполнению устройств с ВЭМП дают возможность формализовать проектирование операций упрочнения магнитодинамическим методом и способствуют повышению эффективности процесса технологической подготовки производства в САПР ТП.

3. Установки проходного типа, реализующие магнитодинамический метод обработки по сравнению с существующей технологией упрочнения на УДП-2,5 позволяют значительно снизить материалоемкость и энергоёмкость оборудования, сократить технологическое время обработки, перекрыть вспомогательное время на установку деталей и как следствие повысить производительность процесса упрочнения, обеспечив параметры качества поверхностного слоя, регламентируемые техническими требованиями.

## **Литература**

1. Lebedev V.A. The use of the rotating electromagnetic field for hardening treatment of details / V. A. Lebedev, A. A. Kochubey, A. V. Kirichek // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2017. – Vol. 177. – pp. 1–6.

2. Кочубей А.А. Остаточные напряжения после магнитодинамической упрочняющей обработки / А.А. Кочубей, А.А. Ломовцев // Современные тенденции развития науки и технологий. – 2016. – №7-1. – С. 99–104.

3. Кочубей А.А. Упрочнение длинномерных деталей во вращающемся электромагнитном поле / А.А. Кочубей, В.А. Лебедев, Ю.М. Вернигоров и др. – Ростов-на-Дону: ДГТУ, 2018. – 135 с.

4. Лебедев В.А. Моделирование характеристик качества поверхностного слоя, упрочненного в процессе магнитодинамической обработки / В.А. Лебедев, А.А. Кочубей, И.В. Чумак // Вестник ДГТУ. – 2016. – Т.16, №3(86). – С. 71–78

5. Лебедев В.А. Обоснование эффективной загрузки ферромагнитными инденторами рабочей зоны устройства для магнитодинамической обработки / В.А. Лебедев, А.А. Кочубей, А.Г. Хведелидзе // Современные аспекты развития науки, образования и модернизации промышленности: сб. тр. Всерос. науч.-практ. конф. Технические науки, 20 мая, г. Таганрог. – Ростов н/Д: Издательский центр ДГТУ, 2016. – С. 161–166.

6. Лебедев В.А. Особенности обработки деталей гранулированными средами в условиях магнитоожигенного вращающегося слоя / В.А. Лебедев, Ю.М. Вернигоров, А.А. Кочубей // Научно-технические аспекты развития машиностроения (ТМ-2016): сб. тр. VIII Международной науч.-техн. конф., 19-21 мая. – М: Техполиграфцентр, 2016 г. – С. 104–106.

7. Лебедев В.А. Оценка параметров качества поверхностного слоя, упрочненного в процессе магнитодинамической обработки / В.А. Лебедев, А.А. Кочубей, И.В. Чумак // Известия ТулГУ. Технические науки. 2016. – №8, Ч. 2. – С. 56–63.

8. Лебедев В.А. Оценка производительности упрочняющей обработки в условиях вращающегося электромагнитного поля / В.А. Лебедев, А.А. Кочубей, М.М. Чаава и др. // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2016. – №7(139). – С. 19–24.

9. Лебедев В.А. Сущность и закономерности динамики процесса обработки ферромагнитными гранулированными средами во вращающемся электромагнитном поле / В.А. Лебедев, Ю.М. Вернигоров, А.А. Кочубей // Прогрессивные технологии и системы машиностроения. – 2016. – №1(52). – С. 84–91.

10. Лебедев В.А. Энергетические аспекты отделочно-упрочняющей обработки деталей в условиях вращающегося электромагнитного поля / В.А. Лебедев, Ю.М. Вернигоров, А.А. Кочубей и др. // Научные технологии в машиностроении. – 2016. – №6(60). – С. 35–42.



УДК 620.179.1

**Проблемы и методы построения распределения частот и размеров дефектов в заготовках основных деталей газотурбинных двигателей, изготовленных из титановых сплавов**

Краснов И.С.<sup>1</sup>; Ложкова Д.С.<sup>1</sup>; Далин М.А.<sup>1</sup>

viam-dma@mail.ru

<sup>1</sup>*Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)*

***Аннотация:***

Введены корректировки в подходы, используемые ранее при построении распределения частот и размеров дефектов в заготовках основных деталей авиационных газотурбинных двигателей из титановых сплавов. Предложен способ учета варьирующейся выявляемости дефектов в зависимости от используемых индивидуальных схем сканирования в различных зонах заготовки на итоговую средневзвешенную функцию вероятности обнаружения дефектов. Приведен откорректированный алгоритм, позволяющий проводить численную оценку дефектности для заготовок и полуфабрикатов деталей из титановых сплавов, для случая отсутствия статистической информации о выявленных дефектах при серийном неразрушающем контроле.

***Ключевые слова:***

дефектность, ультразвуковой контроль, ГТД, титановый сплав, основные детали двигателя.

Для сертификации и последующей безопасной эксплуатации авиационных газотурбинных двигателей проводится расчёт и подтверждение назначенного ресурса, при этом особое внимание уделяется основным деталям, ресурс которых устанавливается в циклах. К основным относят детали ГТД, разрушение которых в эксплуатации приводит к опасным, связанным с двигателем, последствиям. Перечень основных деталей ГТД для конкретного изделия устанавливается конструктором и может меняться в зависимости от модели. Диски турбины и компрессора, а также диски вентилятора, барабан бустера, цапфа и другие роторные детали при разрушении могут повредить конструкции самолёта, поэтому их обычно относят к основным деталям. Под воздействием циклических нагрузений имеющийся в детали дефект металлургического происхождения может стать очагом роста усталостной трещины и в последствие привести к разрушению детали. Это обстоятельство является ключевым фактором, ограничивающим ресурс двигателя. В связи с этим раздел современных авиационных правил «Рекомендательный циркуляр. Авиационные правила» РЦ АП 33.70-1 [1], содержащий требования к установлению ресурса основных деталей авиационных ГТД, предписывает, в дополнение к традиционному методу, также подтверждать назначенный ресурс с использованием метода, основанного на концепции допустимых повреждений. Входными данными для данного метода являются:

- количественная информация о дефектности материала;
- вероятности обнаружения дефектов при неразрушающем контроле при производстве деталей и эксплуатации ГТД.

В настоящий момент из-за отсутствия необходимой информации РЦ АП 33.70-1 также предусматривает промежуточные варианты установления соответствия детали требованиям допустимости повреждений:

- упрощенный консервативный вероятностный подход;
- детерминированный подход механики разрушения;
- сравнение с успешным предыдущим опытом на основе расчетов скорости роста трещины;
- проектные запасы на основе расчетов скорости роста трещины;
- усталостные испытания.

Все эти подходы допустимы как вынужденная мера, из-за отсутствия данных, и часто дают явно заниженные значения безопасного ресурса детали. Внедрению вероятностной оценки риска допустимости повреждений препятствует отсутствие данных о дефектности материала.

Метод, основанный на концепции допустимых повреждений, учитывает вероятность разрушения детали из-за дефектов, в том числе внутренних металлургических дефектов материала, образовавшихся в процессе изготовления заготовки. Для его полноценного применения необходимо знание распределения частот и размеров дефектов материала детали - ожидаемого количества дефектов, в том числе металлургического происхождения, в единице массы материала, как функции размеров этих дефектов. Как отмечено в РЦ АП, в настоящее время это распределение, характеризующее дефектность материала, построено только для одной категории материала – для зарубежных титановых сплавов, получаемых по технологиям тройного вакуумно-дугового переплава или плавки с холодным подом. Для остальных материалов основных деталей ГТД – дисков и валов из деформируемых жаропрочных никелевых сплавов и сталей, сварных соединений барабана компрессора и камеры сгорания - из-за отсутствия информации о дефектности материала полноценное применение вероятностного подхода к установлению ресурса невозможно. Таким образом, получение статистически обоснованной численной оценки дефектности материалов основных деталей ГТД, изготавливаемых из титановых, жаропрочных никелевых сплавов и сталей [2–9], является

крайне важной задачей, способной повысить конкурентоспособность новых отечественных ГТД, предназначенных для гражданской авиации. Работа выполнялась в рамках реализации комплексного научного направления 2.3 «Методы неразрушающих исследований и контроля» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года»).

В ФГУП «ВИАМ» ранее проводились научно-исследовательские работы, целью которых являлась разработка подходов [10, 11], обеспечивающих возможность проведения оценки дефектности сварных соединений титанового сплава, полученных по технологии электронно-лучевой сварки, а также полуфабрикатов основных деталей ГТД из титановых сплавов на наличие газонасыщенных включений (ГНВ). Следует отметить, что в АП РЦ при рассмотрении титановых сплавов особое внимание уделено ГНВ. Этот дефект, с одной стороны, обладает высокой степенью охрупчиваемости при высоких показателях прочности, по сравнению с основным материалом, поэтому при натуральных циклических нагружениях может стать очагом роста усталостной трещины. А с другой стороны – данный дефект является трудновыявляемым. Единственным методом неразрушающего контроля, направленным на выявление внутреннего газонасыщенного включения, является ультразвуковой.

Согласно разработанным подходам оценка дефектности проводится численными методами, на основании графиков зависимости вероятности обнаружения дефекта от его размера используемым методом неразрушающего контроля, о количестве материала, на котором был проведен неразрушающий контроль, а также о количестве обнаруженных в процессе контроля дефектов. Данные подходы условно классифицировались на три категории в зависимости от имеющегося объема статистической информации:

- 1) дефектов не обнаружено;

2) дефектов более 50 шт.;

3) дефектов менее 50 шт.

Алгоритмы, для случая наличия статистической информации о выявленных дефектах при НК в процессе технологического цикла производства полуфабрикатов из титановых сплавов, при проведении вычислительного эксперимента показали высокую степень сходимости.

Описанные алгоритмы [11] также предусматривали порядок действий для наиболее распространенного случая в условиях отечественного производства полуфабрикатов основных деталей ГТД из титанового сплава, а именно для случая отсутствия выявленных дефектов в известном количестве проконтролированных заготовок.

В этом случае было предложено рассчитывать вероятность появления дефекта в единице массы материала как параметр генеральной совокупности  $P$  биномиального распределения. Однако дальнейший расчет по построению графика дефектности проводился дискретно, с разбиением области размеров дефектов на участки, каждый из которых характеризовался определённым значением вероятности обнаружения дефекта. Недостатком такого подхода является зависимость получаемого результата, от количества участков, на которые разбивается область размеров дефектов, и выбранного для расчетов диапазона ( $B$  [11] диапазон размеров дефектов был выбран аналогичным приведенному в FAA-AC 33.14-1 [12]), что является источником погрешности получаемых результатов.

В представленной работе рассмотрена возможность создания алгоритма, позволяющего строить графики дефектности для титановых сплавов с большей точностью, без разбиения на участки.

Рассматривая вероятность наличия дефекта в единице массы материала как бинарное событие, в предлагаемый алгоритм вносится следующее допущение: в одной единице массы материала может быть

несколько дефектов, вероятность чего должна быть учтена. Поэтому для более точной оценки, необходимо выбирать как можно меньшую единицу объема материала таким образом, чтобы полученное число  $P$  получалось значительно меньше единицы. Но так как вероятности появления одного дефекта в килограмме материала имеет порядок  $1 \cdot 10^{-5} - 1 \cdot 10^{-6}$ , вероятность появления второго дефекта будет, соответственно, на 5 и более порядков ниже, что не внесет существенной ошибки в итоговый результат. Таким образом, в случае, если  $P$  существенно меньше единицы, то выбор единицы объема материала не имеет принципиального значения, и итоговый результат не изменится если за единицу измерений объема материала выбирать одну тонну, один грамм или одну заготовку.

Существующие технологии ультразвукового контроля заготовок основных и особо ответственных деталей ГТД, применяемые на предприятиях авиационной отрасли, в большинстве случаев предусматривают сканирование с использованием различных типов волн - продольных и сдвиговых. Например, заготовки дисков основных деталей двигателя, представляющие тела вращения, из титановых сплавов контролируются с применением минимум пяти направлений сканирования:

- ввод продольных волн;
- ввод сдвиговых ультразвуковых колебаний в тангенциальном направлении по и против часовой стрелки;
- ввод сдвиговых ультразвуковых колебаний в радиальном направлении к центру и от центра заготовки.

Также, для увеличения полноты контроля, а также перекрытия зон, которые не могут быть проконтролированы с указанных пяти направлений, возможно применение схемы сканирования с вводом продольных ультразвуковых колебаний при наклоне акустической оси преобразователя под небольшими углами (до 5 градусов).

Разнесенные зоны по глубине заготовки также могут быть исследованы с использованием преобразователей с различными центральными рабочими частотами. Так, например, для обеспечения требуемой полноты контроля и уменьшения величины приповерхностных «мертвых зон» применяются ПЭП на 10 МГц, а для того, чтобы обеспечить контроль на значительных глубинах необходимо выбирать ПЭП на 5 МГц. На примере рассмотрения основных показателей выявляемости, требуемых по ОСТ 1 01207 [13]: вероятности обнаружения дефектов заданного размера и/или размера дефекта, выявляемого с вероятностью 50% ( $a_{50}$ ), 90% ( $a_{90}$ ), 95% ( $a_{95}$ ) при доверительной вероятности 50%, а также размера дефекта, выявляемого с вероятностью 90% с доверительной вероятностью 95% ( $a_{90/95}$ ), можно продемонстрировать, что графики зависимости вероятности обнаружения дефекта от его размера в различных зонах могут существенно отличаться. В работе [14] подробно рассматривались вопросы влияния ориентации дефекта на общую картину его выявляемости при использовании преобразователей с различными центральными рабочими частотами.

Для демонстрации степени отличия основных показателей выявляемости  $POD(a)$  в различных зонах исследуемого объекта ниже приведены эти показатели для видоизмененной заготовки основной детали авиационного газотурбинного двигателя из титанового сплава. При этом объект исследования предварительно разбивался на зоны сканирования с индивидуальными схемами прозвучивания:

Зона 1: контроль проводился с вводом продольных ультразвуковых колебаний с использованием ПЭП с центральной частотой 10 МГц на глубинах от 2 до 10 мм;

Зона 2: контроль проводился с вводом продольных ультразвуковых колебаний с использованием ПЭП с центральной частотой 10 МГц и



5 МГц с вводом сдвиговых ультразвуковых колебаний на глубинах от 2 до 10 мм;

Зона 3: контроль проводился с вводом продольных ультразвуковых колебаний с использованием ПЭП с центральной частотой 5 МГц и 5 МГц с вводом сдвиговых ультразвуковых колебаний на глубинах от 10 до 25 мм;

Зона 4: контроль проводился с вводом продольных ультразвуковых колебаний с использованием ПЭП с центральными частотой 5 и 10 МГц и 5 МГц с вводом сдвиговых ультразвуковых колебаний на глубинах от 10 до 15 мм;

Зона 5: контроль проводился с вводом продольных ультразвуковых колебаний с использованием ПЭП с центральной частотой 5 МГц на глубинах от 20 до 50 мм;

Зона 4: контроль проводился с вводом продольных ультразвуковых колебаний с использованием ПЭП с центральными частотой 5 и 10 МГц на глубинах от 10 до 15 мм.

Для рассматриваемой заготовки в программной среде DEFORM на основе системы конечно-элементного моделирования, предназначенной для анализа трёхмерного течения металла при различных процессах обработки металлов давлением, были получены деформационные картины для оцениваемого полуфабриката. Моделирование осуществлялось от стадии слитка до стадии полуфабриката, поступающего на участок ультразвукового контроля. По сформированной таким образом деформационной картине с отображением линий течения металла, была установлена возможная ориентация дефектов для каждой зоны заготовки. Далее с использованием разработанной ранее в ФГУП «ВИАМ» математической модели, имитирующей процессы, происходящие при автоматизированном иммерсионном ультразвуковом контроле, были получены отклики от моделей дефектов, которые обрабатывались согласно

алгоритму, описанному в [14] с учетом используемых критериев браковки. В результате расчета установлены следующие параметры выявляемости дефектов: **зона 1:**  $a_{50}=14,7$  мм<sup>2</sup>,  $a_{90}=18,9$  мм<sup>2</sup>,  $a_{90/95}=20,3$  мм<sup>2</sup>; **зона 2:**  $a_{50}=14,2$  мм<sup>2</sup>,  $a_{90}=18,2$  мм<sup>2</sup>,  $a_{90/95}=20,2$  мм<sup>2</sup>; **зона 3:**  $a_{50}=6,0$  мм<sup>2</sup>,  $a_{90}=18,3$  мм<sup>2</sup>,  $a_{90/95}=25,6$  мм<sup>2</sup>; **зона 4:**  $a_{50}=3,8$  мм<sup>2</sup>,  $a_{90}=8,9$  мм<sup>2</sup>,  $a_{90/95}=11,6$  мм<sup>2</sup>; **зона 5:**  $a_{50}=8,7$  мм<sup>2</sup>,  $a_{90}=22,2$  мм<sup>2</sup>,  $a_{90/95}=7,0$  мм<sup>2</sup>; **зона 6:**  $a_{50}=3,8$  мм<sup>2</sup>,  $a_{90}=8,9$  мм<sup>2</sup>,  $a_{90/95}=11,6$  мм<sup>2</sup>. Из приведенных результатов видно, что вероятность обнаружения дефектов в зависимости от локализации в заготовке и используемых схем сканирования может отличаться в несколько раз.

Поэтому при дальнейших расчетах дефектности материала необходимо учитывать вклад в итоговый параметр средневзвешенной функции вероятности обнаружения  $POD(a)$ , характеризующей вероятность обнаружения дефекта размера « $a$ » в заготовке, проконтролированной всеми методами и способами, предусмотренными технологией неразрушающего контроля, каждой зависимости  $POD_n(a)$  для зоны с индивидуальной схемой сканирования с учетом объема этой зоны относительно полного объема исследуемой заготовки. Определение  $POD_n(a)$  для каждой зоны с индивидуальной схемой сканирования подробно рассмотрено в работе [14].

Таким образом, учитывая, что вероятность обнаружения дефекта в непроконтролированном объеме материала равна нулю, то средневзвешенная функция  $POD(a)$  определяется как:

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

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

$POD_1(a) \dots POD_n(a)$ ;  $M_0$  – количество единиц непроконтролированного материала.

После того, как будет рассчитана средневзвешенная функция  $POD(a)$ , дефектность материала  $E(a)$  можно определить на основе изначальной дефектности  $E_{изн}(a)$ , которая представляет собой график, характеризующий ожидаемое количество дефектов с размером больше  $a$  в единице массы материала заготовки, которые содержатся в ней до того, как она попадет на неразрушающий контроль. Определив изначальную дефектность, т. е. содержание дефектов до проведения неразрушающего контроля, и вероятность обнаружения дефектов при неразрушающем контроле, можно найти дефектность материала детали (количество пропущенных дефектов) и количество выявленных дефектов. Однако в большинстве случаев график  $E_{изн}(a)$  отсутствует.

В работе [15] было сделано предположение, что график изначальной дефектности в двойных логарифмических координатах представляет собой прямую, которая может быть задана однозначно двумя параметрами – наклоном  $Slope$  и положением по вертикали  $scale\ factor\ (SF)$ :

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

Эти параметры были определены в работе [15] на основе анализа данных о выявленных ГНВ, собранных в базы данных  $JETQC$  и  $DPD-3D$  за продолжительное время. Следует отметить, что в США за несколько лет на заводах даже в билетах и дисках тройного переplava и плавки с холодным подом при ультразвуковом контроле было выявлено несколько десятков дефектов, так что определение параметров прямой изначальной дефектности проводилось на пригодной для обработки статистике. При анализе найденных в открытых источниках графиков дефектности титановых сплавов было отмечено, что в зависимости от года производства и применяемой технологии получения слитка, у графика изначальной дефектности меняется только параметр  $SF$ , а наклон  $Slope$

остаётся приблизительно одинаковым. Пример графиков изначальной дефектности, построенный для различных способов изготовления и состояний деформации, приведен на рис. 2.

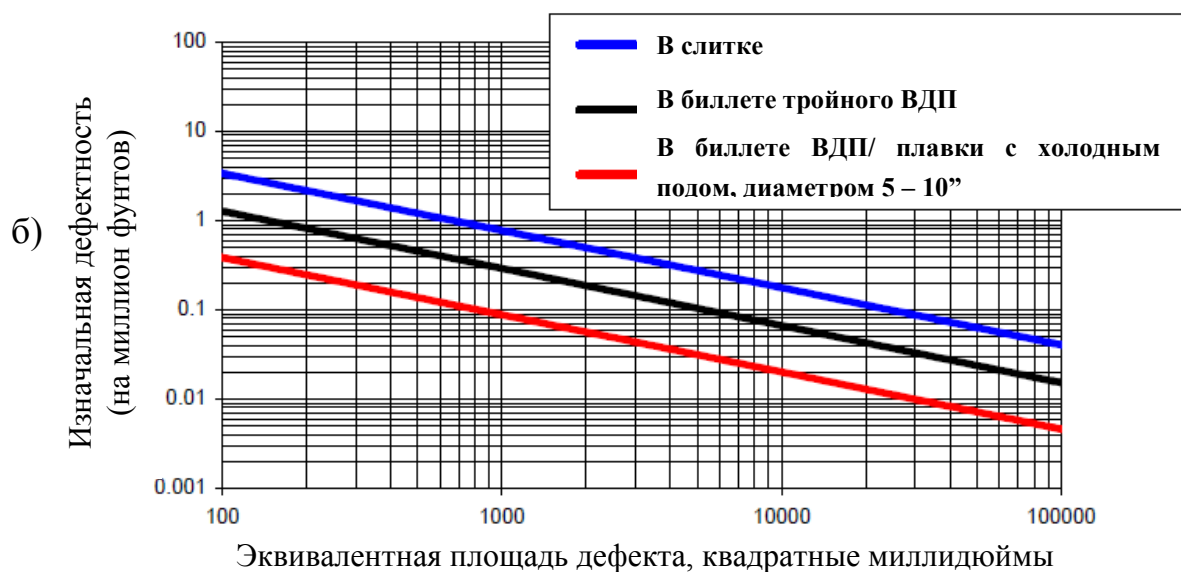


Рис. 2 – Сравнительные графики изначальной дефектности для:  
а) различных состояний деформации; б) различных способов изготовления.

Стоит отметить, что параметр SF, полученный изначально по результатам анализа баз данных, был откорректирован, по результатам исследований на предприятиях, в то время как параметр Slope был признан

правильным, и не изменялся, в связи с чем у нас нет оснований предполагать, что он не подходит для российских титановых сплавов.

Далее было сделано допущение, связанное с использованием зарубежного значения наклона. Весь последующий расчет был направлен на определение зависимости количества выявленных дефектов всех размеров в единице объёма металла заготовки как функции от  $SF$ .

Значения изначальной дефектности  $E_{изн}(a)$  и количество дефектов с размером больше  $a$ , выявленных при ультразвуковом контроле в единице массы материала заготовки  $N_{выявл}(a)$  связаны между собой через вероятность обнаружения следующим образом:

$$\frac{dN_{выявл}(a)}{da} = PODo(a) \cdot \frac{dE_{изн}(a)}{da} \quad (3)$$

Подставив  $E_{изн}(a)$  (2) и продифференцировав правую часть выражения (3) получаем:

$$\frac{dN_{выявл}(a)}{da} = PODo(a) \cdot (-SF \cdot Slope \cdot a^{-Slope-1}) \quad (4)$$

Проинтегрировав обе части выражения (4) получаем:

$$N_{выявл}(a) = SF \cdot \int_{\infty}^a PODo(x) \cdot (-Slope \cdot x^{-Slope-1}) dx \quad (5)$$

$$SF = \frac{N_{выявл}(a)}{\int_{\infty}^a PODo(x) \cdot (-Slope \cdot x^{-Slope-1}) dx} \quad (6)$$

Так как  $P$  является ожидаемым количеством выявленных дефектов всех размеров в расчёте на 1 кг материала, которое рассчитывается с доверительной вероятностью 0,5, что означает  $N_{выявл}(0) = P$ , и в свою очередь выражение (6) преобразуется следующим образом:

$$SF = \frac{P}{\int_{\infty}^0 PODo(x) \cdot (-Slope \cdot x^{-Slope-1}) dx} \quad (7)$$

С пределами интегрирования, указанными в (7), интеграл в знаменателе, вероятно, не сходится в нуле. Во всяком случае, ни

численного, ни аналитического решения получить не удалось. Однако было установлено, что при значениях  $a$  менее  $1 \text{ мм}^2$  значение подынтегральной функции очень мало (выявить такие дефекты практически невозможно), так что существенной разницы в результате при выборе верхнего предела интегрирования равным  $1 \text{ мм}^2$  или  $0,1 \text{ мм}^2$  нет. Верхний предел интегрирования был выбран равным  $0,16 \text{ мм}^2$ , так как это значение соответствует  $100$  квадратным миллидюймам, минимальному значению размеров дефектов, приведенному на графиках дефектности в [12] и используемому в DARWIN, специализированном программном обеспечении для расчета рисков разрушения деталей в эксплуатации. Можно предположить, что влияние дефектов меньшего размера на вероятность разрушения диска в эксплуатации ничтожно мало и может не учитываться даже в гражданской авиации. Исходя из этого:

$$SF = \frac{P}{\int_{\infty}^{0,16} POD(x) \cdot (-Slope \cdot x^{-Slope-1}) dx} \quad (8)$$

Таким образом, на основе рассчитанного значения (7) и (2) однозначным образом определяется значение функции изначальной дефектности.

Дефектность материала заготовки  $E(a)$ , то есть количество пропущенных при НК дефектов размера больше  $a$  в одном килограмме материала, может быть определена аналогично (3):

$$\frac{dE(a)}{da} = \frac{dE_{изн}(a)}{da} \cdot (1 - POD(a)) \quad (9)$$

Таким образом, итоговая формула, по которой можно рассчитать дефектность материала будет выглядеть следующим образом:

$$E(a) = \int_{\infty}^{0,16} (1 - POD(x)) \cdot (-Slope \cdot SF \cdot a^{-Slope-1}) dx \quad (10)$$

## Выводы

Предложен способ построения непрерывных зависимостей ожидаемого количества дефектов в единице объема материала от их размера, учитывающий влияние на итоговую зависимость вероятности обнаружения дефектов возможности использования индивидуальных схем сканирования в различных областях заготовки, а также отсутствие необходимой статистической информации по выявленным дефектам в производстве заготовок дисков основных деталей ГТД из титановых сплавов. Приведен математический аппарат, позволяющий провести численную оценку дефектности для заготовок и полуфабрикатов деталей из титановых сплавов.

## Литература

1. Авиационные правила. Часть 33. Нормы летной годности двигателей воздушных судов. МАК, ОАО «Авиаиздат». 2012. С. 7–11.
2. Kablov E.N., CHEMISTRY IN AVIATION MATERIALS SCIENCE // Russian Journal of General Chemistry, 2011. Т. 81. № 5. С. 967–969.
3. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Базылева О.А. Материалы для высокотеплонагруженных деталей газотурбинных двигателей // Вестник МГТУ им. Баумана. Сер. «Машиностроение», 2011. №SP2. С. 13–19.
4. 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.
5. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения – основа инноваций, технологического лидерства и национальной безопасности России // Интеллект и технологии, 2016. №2 (14). С. 16–21.



6. Ночовная Н.А. Перспективы и проблемы применения титановых сплавов // Авиационные материалы и технологии, 2007. №1. С. 4–8.

7. Бакрадзе М.М., Ломберг Б.С., Сидоров С.А., Бубнов М.В. Изготовление крупногабаритных штамповок дисков ГТД из слитков промышленного производства Ø320 мм сплава ЭК151-ИД // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2017. №6. Ст.02. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 03.06.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-6-2-2.

8. Волков А.М., Востриков А.В., Бакрадзе М.М. Принципы создания и особенности легирования гранулируемых жаропрочных никелевых сплавов для дисков ГТД // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2016. №8. Ст.02 URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 03.06.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-8-2-2.

9. Антипов В.В. Перспективы развития алюминиевых, магниевых и титановых сплавов для изделий авиационно-космической техники // Авиационные материалы и технологии, 2017. №S. С. 186–194. DOI 10.18577/2107-9140-2017-0-S-186-194.

10. Ложкова Д.С., Краснов И.С., Далин М.А. Оценка дефектности заготовок дисков ГТД из титановых сплавов // Контроль. Диагностика. 2016. № 7. С. 61–67.

11. Ложкова Д.С., Краснов И.С. Экспериментальные исследования по оценке дефектности сварных соединений основных деталей ГТД // Дефектоскопия, 2015. №2. С. 10-16.

12. FAA Advisory Circular: AC 33.14-1, titled “Damage Tolerance for High Energy Turbine Engine Rotors”. Washington, U.S. Dpt of Transportation, Federal Aviation Administration. 2001.

13. ОСТ 1 01207-2012 «Двигатели газотурбинные авиационные. Неразрушающий контроль основных деталей. Общие требования»

14. Ложкова Д.С. Оценка вероятности обнаружения дефектов при автоматизированном иммерсионном ультразвуковом контроле

полуфабрикатов из титановых сплавов с использованием математического моделирования: дис. канд. техн. наук: 05.11.13/ Ложкова Дарья Сергеевна. М., НИУ «МЭИ», 2018. 197 с. URL: <https://mpei.ru/diss>.

15. The development of anomaly distributions for aircraft engine titanium disk alloys, American Institute of Aeronautics and Astronautics, 1997.

УДК 620.179

**Исследование возможности моделирования случайного распределения малоразмерных металлических включений в диэлектриках**

Кузнецов А.О.<sup>1,2</sup>; Кошельников В.С.<sup>2</sup>; Чернов Л.А.<sup>2</sup>, к.т.н.;  
Будадин О.Н.<sup>1</sup>, д.т.н.

<sup>1</sup>АО «Центральный научно-исследовательский институт специального машиностроения»

<sup>2</sup>Национальный исследовательский университет «МЭИ»

**Аннотация:**

*Настоящая работа выполнялась в рамках диссертационной работы «Вихретоковый метод и средства контроля малоразмерных металлических включений в многослойных композитных конструкциях».*

*Проведены исследования проблем обнаружения малоразмерных металлических включений в неэлектропроводных материалах, в т.ч. из многослойных полимерных композитных материалов (ПКМ).*

*Основными проблемами решения данной задачи являются:*

- отсутствие достоверной математической модели, описывающей процесс обнаружения;*
- случайное месторасположение включений в материале (на глубине до 100 мм) изделия, что предполагает сканирование изделия с малым шагом;*
- произвольная геометрическая форма включений;*
- малый размер включений (от 0,1 ÷ 0,2 до 15 мм), что обуславливает необходимость высокой чувствительности аппаратуры и специальных*

*методов обнаружения дефектов на фоне структурных помех и неоднородностей;*

*– отсутствуют аппаратно-технические средства, обеспечивающие выявление включений малых размеров;*

*– отсутствуют промышленные методики обнаружения малоразмерных металлических включений и др.*

*На основании проведенных исследований разработан алгоритм случайного распределения размеров, формы и местоположения малоразмерных металлических включений в объекте контроля для средств математического моделирования.*

***Ключевые слова:***

*неразрушающий контроль, вихретоковый контроль, композитные материалы, COMSOL Multiphysics, математическое моделирование, метод конечных элементов, магнитные поля, качество.*

Разработка алгоритма моделирования случайного распределения малоразмерных металлических включений в объеме материала объекта контроля (ОК) является актуальной задачей. Например, при производстве большинства типов многослойных изделий из полимерных композитных материалов (ПКМ), в объеме материала изделия могут оказаться малоразмерные металлические включения (частицы), не входящие в конструкцию изделия и которые могут негативно повлиять на его работу. Это связано с особенностями эксплуатации таких изделий.

В реальном производстве существует вероятность попадания в них металлических частиц, имеющих малые размеры (от  $0,1 \div 0,2$  до 15 мм) и случайное распределение по объему материала (на глубине до 100 мм). Такими частицами может являться различная металлическая стружка, скол металлического крепления и т.п.

Основными проблемами при обнаружении малоразмерных металлических включений являются их малые размеры, неопределенные форма и физические свойства, большая глубина залегания, что отражено в работах [1–4].

Это обуславливает актуальность обнаружения малоразмерных металлических включений в готовых изделиях и в технологическом цикле их производства.

Очень часто решение подобных задач требует использование численного моделирования физических характеристик, формы объектов и т.п. Этому способствует наличие современного математического аппарата и мощной вычислительной техники.

Экспериментальные исследования показали, что включения имеют случайную форму и размеры, поэтому, в теоретических исследованиях процесса обнаружения некорректно использование детерминированной формы металлических частиц.

Таким образом, для 3D-моделирования процедуры обнаружения малоразмерных металлических включений необходимо решить проблему моделирования в 3D-пространстве случайной формы металлических частиц, их размеров и закона распределения в теле объекта контроля.

Сегодня на рынке предлагается немало продуктов для обеспечения автоматизации инженерных расчетов. По общепризнанной мировой классификации такие программные пакеты для расчета и анализа физики процессов и полей получили название CAE (Computer-aided engineering). Наиболее популярными и получившими широкое распространение системами CAE для электромагнитных полей являются следующие продукты:

1. ANSYS Inc. (США) – является мировым лидером в области CAE систем. Выпускает программный продукт с одноименным названием ANSYS [5].

2. COMSOL Multiphysics – универсальная программная платформа для моделирования прикладных задач, разработанная компанией Comsol Group, основанной в 1986 г. в Стокгольме (Швеция) [6].

3. Широкое распространение на сегодняшний день получил программный продукт CIVA компании EXTENDE [7]. Разработан совместно с французским научно-исследовательским институтом CEA (Commissariat a l'energie atomique), поставляется на мировой рынок с 2010 г.

Для моделирования текущей задачи выбор был остановлен на программном пакете COMSOL Multiphysics из-за наличия у группы разработчиков опыта моделирования именно в этой среде и наличие достаточного набора функциональных возможностей для решения поставленной задачи.

Решение схожей задачи демонстрировал *Walter Frei* в статье «Как создавать рандомизированную геометрию с использованием макросов» опубликованной на странице официального интернет-блога COMSOL

Multiphysics [8]. В качестве примера данной работы приводится задача случайного (рандомизированного) распределения отверстий в «швейцарском сыре».

Принятой формой ОК является цилиндр с заданным радиусом и высотой. Перечень варьируемых параметров: распределения отверстий, их количество, координаты, радиус каждого отверстия и т.д.

При достаточной общности решения задачи, такой подход не применим для поставленной в работе проблемы. Форма случайно расположенных отверстий является круглой и в качестве параметров отверстий является только их максимальный и минимальный радиус.

Не менее интересной является статья *How to Generate Random Surfaces in COMSOL Multiphysics* автора *Bjorn Sjodin* [9], в которой рассматривается вопрос генерирования случайных неровностей (шероховатостей) на поверхности.

Здесь автор использует большое количество различных математических операторов и функций распределений, которые позволяют добиться различной степени шероховатости поверхности.

Однако, данный подход также не подходит для решения нашей задачи, поскольку в этой работе хорошо проработан вопрос применения рандомной геометрии для поверхности только в одной плоскости, что не соответствует поставленной задаче – разработка случайного распределения частиц по объему ОК.

Таким образом, можно сделать вывод, что на сегодняшний день алгоритмов позволяющих создавать различной формы и физических характеристик объектов, удовлетворяющих поставленной задаче, не существует.

Для формирования малоразмерных металлических включений случайной формы нам нужно создать в трехмерном пространстве COMSOL Multiphysics случайную плоскость и задать максимальный и



минимальный размер частицы. Это будет основным параметром формирования размеров металлических включений.

Необходимо задать случайные точки  $P_1$ ,  $P_2$  и  $P_3$  которые сформируют треугольник на плоскости  $xOy$  и найти координаты векторов образованных этими точками [10, 11]:

$$\overline{P_1P_2} = [P_{2x} - P_{1x}, P_{2y} - P_{1y}, P_{2z} - P_{1z}]$$

$$\overline{P_1P_3} = [P_{3x} - P_{1x}, P_{3y} - P_{1y}, P_{3z} - P_{1z}]$$

$$\overline{P_2P_3} = [P_{3x} - P_{2x}, P_{3y} - P_{2y}, P_{3z} - P_{2z}]$$

Найдем длины этих векторов:

$$|\overline{P_1P_2}| = \sqrt{P_1P_{2x}^2 + P_1P_{2y}^2 + P_1P_{2z}^2}$$

$$|\overline{P_1P_3}| = \sqrt{P_1P_{3x}^2 + P_1P_{3y}^2 + P_1P_{3z}^2}$$

$$|\overline{P_2P_3}| = \sqrt{P_2P_{3x}^2 + P_2P_{3y}^2 + P_2P_{3z}^2}$$

Происходит сравнение длин полученных векторов с минимальными и максимальными значениями элемента введенными изначально. Выполняется проверка модуля вектора  $P_1P_2$ , если он меньше минимального значения длины металлического включения, то происходит сдвиг точки  $P_2$  вдоль прямой перпендикулярной отрезку  $P_1P_3$ . После этого обновляются координаты векторов и пересчитываются их модули. Аналогичная процедура проводится с остальными векторами.

Далее мы находим геометрический центр масс треугольника чтобы точно определить оптимальное положение точек  $P_4$  и  $P_5$  имеющих

координаты равные нулю по осям  $x$ ,  $y$  и случайную, не нулевую координату по оси  $z$  (рисунок 1).

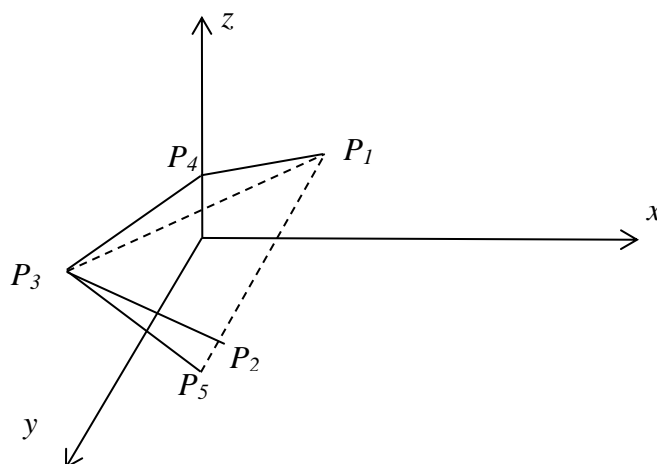


Рис. 1 – Фигура, образованная пятью точками в трехмерном пространстве

В качестве примера результата работы разработанного алгоритма на рисунке 2 приведены сгенерированные металлические частицы.

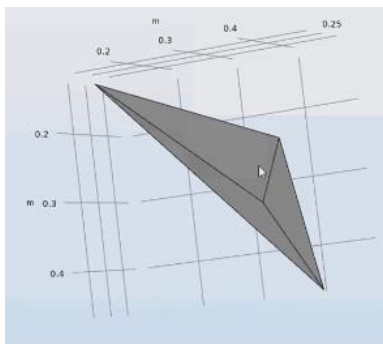


Рис. 2а – Малоразмерное металлическое включение

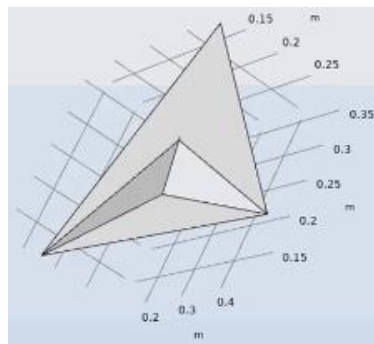


Рис. 2б – Малоразмерное металлическое включение

## Выводы

Исследована и показана возможность разработки алгоритма моделирования случайного распределения малоразмерных металлических включений в объеме материала ОК, который в последствии предполагается включить как первую часть программного обеспечения по 3D-

моделированию задачи обнаружения малоразмерных металлических включений в ПКМ.

Разработанный алгоритм позволит моделировать малоразмерные металлические включения с случайными характеристиками, такими как: форма, размеры, местоположение и плотность распределения в объеме материала.

Таким образом, можно будет более точно подобрать оптимальные параметры аппаратуры и смоделировать различные условия мешающие проведению контроля и влияющие на его результаты.

#### Литература

1. Кузнецов А.О., Чернов Л.А., Будадин О.Н. Вихретоковый метод и средства контроля малоразмерных металлических включений в многослойных композитных конструкциях. В кн.: РАДИОЭЛЕКТРОНИКА, ЭЛЕКТРОТЕХНИКА И ЭНЕРГЕТИКА: тез. докл. XXIV Междунар. науч.-техн. конф. студентов и аспирантов, Москва, 15–16 марта 2018. С. 345.

2. Кузнецов А. О. Обнаружение малоразмерных металлических включений в изделиях из композитных материалов вихретоковым методом. В кн.: ТестМат. Основные тенденции, направления и перспективы развития методов неразрушающего контроля в аэрокосмической отрасли: тез. докл. X всероссийской конф., Москва, 9 февраля 2018. С. 162–166.

3. Кузнецов А. О., Чернов Л. А., Будадин О. Н. Современные металлодетекторы (обзор). В кн.: Приборы и методы Неразрушающего контроля качества изделий и конструкций из композиционных и неоднородных материалов: тез. докл. III науч.-технич. конф., Санкт-Петербург, 11-13 декабря 2018. С. 49–50.

4. Барынин В.А., Будадин О.Н., Кульков А.А. Современные технологии неразрушающего контроля конструкций из полимерных композиционных материалов. – М.: ИД «Спектр», 2013. – 243 с.
5. ANSYS [электронный ресурс]. – Режим доступа: [www.ansys.com](http://www.ansys.com). Дата обращения 22.07.2019.
6. Comsol Multiphysics [Электронный ресурс]. – Режим доступа: [www.comsol.com](http://www.comsol.com). Дата обращения 22.07.2019.
7. CIVA EXTENDE [электронный ресурс]. – Режим доступа: [www.extende.com](http://www.extende.com). Дата обращения 22.07.2019.
8. *Walter Frei*. Как создавать рандомизированную геометрию с использованием макросов. – 05.06.2017г. [Электронный ресурс]. URL: <https://www.comsol.ru/blogs/how-to-create-a-randomized-geometry-using-model-methods/> (Дата обращения: 20.05.2019).
9. *Bjorn Sjodin*. How to Generate Random Surfaces in COMSOL Multiphysics. – 02.06.2017г. [Электронный ресурс]. URL: <https://www.comsol.com/blogs/how-to-generate-random-surfaces-in-comsol-multiphysics/> (Дата обращения: 20.05.2019).
10. В. А. Ильин, Э. Г. Позняк. Линейная алгебра. – М.: Наука — Физматлит, 1999.
11. Бывшева И.Ф., Жаринов В.В., Мягкова М.П., Туганбаев А.А. (под ред. Богомоловой Е.П.) Линейная алгебра и аналитическая геометрия. – М.: Изд-во МЭИ, 1992.

УДК 629.7.023.224

**Изучение влияния термической обработки на структуру  
реакционноотверждаемых покрытий  
методом атомной силовой микроскопии**

Денисова В.С.<sup>1</sup>; Куршев Е.В.<sup>1</sup>; Лонский С.Л.<sup>1</sup>;  
Малинина Г.А.<sup>1</sup>, к.х.н.; Власова О.В.<sup>1</sup>

vdenisova@outlook.com

<sup>1</sup>Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)

**Аннотация:**

Методом атомной силовой микроскопии изучена структура поверхности реакционноотверждаемых покрытий на основе стекол системы  $BaO-Al_2O_3-SiO_2$  и тетраборида кремния в зависимости от условий их термообработки. Исследованные покрытия обладают незначительной шероховатостью, уменьшающейся в результате высокотемпературного обжига.

**Ключевые слова:**

стекло, тетраборид кремния, структура, никелевые сплавы, реакционное отверждение, атомная силовая микроскопия.

## **Введение**

Жаростойкие эмалевые и стеклокерамические покрытия широко применяются в теплонагруженных узлах отечественных газотурбинных двигателей. Покрытия успешно применяются для защиты коррозионностойких сталей и жаропрочных никелевых сплавов от высокотемпературной газовой коррозии при температурах до 1000–1100°C [1–2].

Для защиты новых высокожаропрочных никелевых сплавов типа ВЖ171 наиболее перспективными являются реакционноотверждаемые покрытия, основным преимуществом которых является возможность их формирования при относительно невысоких температурах с одновременным увеличением их температуростойчивости. За счет химических превращений в процессе обжига покрытий, прежде всего, окисления тетраборида кремния, достигается эффект реакционного отверждения, заключающийся в формировании структуры, нехарактерной для жаростойких эмалей, применяемых в промышленности. Применение реакционноотверждаемых композиций покрытий позволяет решить важную проблему высокотемпературного обжига – необходимость проводить формирование эмалевых покрытий при температурах, превышающих рабочую на 200–300°C. Так, тугоплавкие композиции эмалевых покрытий, работоспособные при 1200–1250°C, необходимо формировать при температурах выше 1400°C, что не допускается для тонкостенных деталей из жаропрочных никелевых сплавов, так как приводит к деформации и короблению детали.

Одной из научных задач при разработке составов и технологии получения реакционноотверждаемых покрытий является изучение процессов структурообразования в процессе высокотемпературного обжига и эксплуатации покрытий [3–4]. Исследование протекающих в процессе термической обработки процессов позволит применять

преимущества эффекта реакционного отверждения для создания новых покрытий с повышенным уровнем свойств [5–8].

Одним из методов исследования покрытий, применяемых для изучения покрытий, является атомная силовая микроскопия (АСМ) высокого разрешения. В отличие от электронной микроскопии, АСМ позволяет исследовать проводящие и непроводящие поверхности без дополнительной пробоподготовки, что актуально для силикатных покрытий, обладающих повышенным уровнем диэлектрических свойств. В работе использован метод АСМ для исследования влияния термической обработки на структуру поверхности реакционноотверждаемых покрытий.

### **Материалы и методы исследования**

В работе исследованы особенности структуры реакционноотверждаемых покрытий на основе тугоплавких стекол и тетраборида кремния. Основой покрытия служит смесь тугоплавкого многокомпонентного стекла (матричного) в барийалюмосиликатной системе и стекла стехиометрического состава  $\text{BaO-Al}_2\text{O}_3\text{-}2\text{SiO}_2$  (модифицирующего). Тетраборид кремния вводили в исследуемые составы в количестве 0-5% масс. В качестве подложки применяли современный жаропрочный никелевый сплав ВЖ171. Маркировку образцов производили в соответствии с массовой долей исходного компонента в исследуемом составе, где первое число – массовый процент матричной фритты, второе число – массовый процент модифицирующей фритты, третье число – массовый процент тетраборида кремния.

Обжиг исследуемых составов покрытий на подложках из сплава ВЖ171 проводили при оптимальной для каждого из исследуемых составов температуре в течение 1,5 и 3 минут после загрузки в печь.

Исследование структуры поверхности покрытий проводили методом атомной силовой микроскопии (АСМ). При подготовке к наноструктурным исследования образцы композиций жаростойких

покрытий тщательно очищались продувкой сжатым воздухом с помощью безмасленного воздушного поршневого компрессора Vambi PT24. Контроль за качеством поверхности образцов композиций жаростойких покрытий осуществлялось с помощью оптического микроскопа «Olympus BX 51M» при увеличениях от  $\times 50$  до  $\times 200$ . Далее образцы покрытий приклеивались на токопроводящую углеродную ленту к держателям образцов, после чего подвергались ионно-плазменному травлению в течение 2 минут в вакуумной установке JFC-1100 (JEOL). Подготовленная таким образом поверхность образцов исследовалась в динамического режиме сканирования на экспериментальном измерительном комплексе на базе зондового атомно-силового микроскопа "Нанотоп-207М", предназначенного для измерения и анализа микро- и субмикрорельефа поверхности с высоким разрешением. При исследовании поверхности образцов жаростойких покрытий использовался зонд с резонансной частотой 115–190 кГц. Наноструктурные исследования поверхности жаростойких покрытий проводилось в помещении при температуре 21°C и влажности 45% (термогигрометр ИВА-6АР).

Результаты АСМ сравнивали с полученными ранее авторами результатами сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) [9]. В работе был использован прибор TESCAN VEGA 3 XMU. Количественная обработка полученных структур проводилась с применением программного обеспечения анализа изображений ImageScope Color. Для исследования был выбран режим отражённых электронов (BSE - Back-Scattered Electron), который считается наиболее информативным. Данный метод позволяет идентифицировать структурные элементы покрытий, так как контраст изображений в режиме BSE зависит и от рельефа образца, и от электронной плотности. Пробоподготовку осуществляли путем крепления углеродной лентой к держателю образцов сплава ВЖ171 с исследуемыми покрытиями, после чего проводили ионно-плазменное



травление в установке JFC-1100 (JEOL) продолжительностью 5 минут. С целью уменьшения скопления заряда на поверхность образцов для микроструктурных исследований наносили слой золота толщиной 20 нм в вакуумной установке Q150R ES (Quorum Technologies).

### **Результаты и их обсуждение**

Атомная силовая микроскопия является методом, позволяющим фиксировать достаточно мелкие структурные образования, в отличие от методов оптической микроскопии. Сравнение результатов, полученных методами АСМ и СЭМ позволяет получить более полное представление о процессах структурообразования реакционноотверждаемых покрытий в процессе высокотемпературного обжига в окислительной среде.

Результаты исследований составов 99-0-1, 89-10-1, 97-0-3, 87-10-3 представлены в Таблице 1.

Таблица 1

Результаты исследования методами АСМ и СЭМ реакционноотверждаемых покрытий

Состав		99-0-1		89-10-1		97-0-3		87-10-3	
Обжиг		1,5'	3'	1,5'	3'	1,5'	3'	1,5'	3'
АСМ	2D								
	3D								
СЭМ	×100								
	×10000								

2D-изображения микроструктур свидетельствуют об отсутствии трещин и сколов покрытия непосредственно после обжига. Согласно 3D-изображениям исследованных композиций, шероховатость покрытий уменьшается, что особенно заметно на примере тугоплавких композиций 89-10-1 и 87-10-3, где иницирующим фактором формирования покрытия является окисление тетраборида кремния, лимитирующим – размягчение стекла  $\text{BaO-Al}_2\text{O}_3\text{-2SiO}_2$ . Отмечена корреляция результатов АСМ и СЭМ исследованных композиций покрытий. За счет перехода в вязко-текучее состояние при температуре обжига с увеличением длительности обжига шероховатость поверхности снижается и не зависит от исходного рельефа защищаемого субстрата. Шероховатость поверхности определяется не только длительностью обжига, но в большей степени фазовым составом исследуемых композиций покрытий. Рельефность поверхности обуславливает наличие в составе покрытий неокисленных частиц тетраборида кремния, а также высокотемпературного стекла стехиометрического состава  $\text{BaO-Al}_2\text{O}_3\text{-2SiO}_2$ , кристаллизующегося при высокотемпературной выдержке с образованием силикатов бария.

По АСМ-изображениям, полученным после 3 минут обжига, и результатам оптического контроля установлено, что указанная длительность обжига при оптимальной температуре достаточна для формирования сплошного, практически беспористого защитного слоя на поверхности субстрата. Остаточные микронеровности не ухудшают качество покрытия.

### **Выводы**

Атомная силовая микроскопия является эффективным методом исследования покрытий для различных субстратов. Комбинация данного метода со сканирующей электронной микроскопией позволяет характеризовать структуру исследуемых покрытий и прогнозировать уровень защитных свойств.

*Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта №18-33-00207 мол\_а.*

#### Литература

1. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
2. Каблов Е.Н., Солнцев С.С., Розененкова В.А., Миронова Н.А. Современные полифункциональные высокотемпературные покрытия для никелевых сплавов, уплотнительных металлических материалов и бериллиевых сплавов //Новости материаловедения. Наука и техника. 2013. № 1. Ст. 5. URL: <http://www.materialsnews.ru> (дата обращения 03.02.2019).
3. Howard E. Goldstein, Leiser D.B. and Katvala V. Reaction cured borosilicate glass coating for low density fibrous silica insulation. Borate Glasses: Materials science research. Volume 12. Plenum press, New York and London, 1978. P.623– 634
4. Meng Wang, Xiaolei Li, Dong Su, Huiming Ji, Huijie Tang, Zhihao Zhao, Jian He. Effect of glass phase content on structure and properties of gradient  $\text{MoSi}_2\text{-BaO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$  coating for porous fibrous insulations // Journal of Alloys and Compounds. 2016. V. 657. P. 684–690.
5. Minghui Chen, Shenglong Zhu, Fuhui Wang. High temperature oxidation of NiCrAlY, nanocrystalline and enamel-metal nano-composite coatings under thermal shock // Corrosion Science. 2015. №100. P. 556–565.
6. Wu Yongbin, Ma Xiaofei, Zhang Huazhen, Zhou Yang. A New High Emissivity Coating on Ni-Based Superalloy Substrate // Rare Metal Materials and Engineering. 2016. V. 45. I. 3. P. 588–592.

7. Солнцев С.С., Денисова В.С., Розененкова В.А. Реакционное отверждение – новое направление в технологии высокотемпературных композиционных покрытий и материалов // Авиационные материалы и технологии, 2017. №S. С. 329–343. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-329-343.

8. Bhupinder Kaur, K. Singh, O.P. Pandey. Microstructural analysis of glass-steel interface // Surface & Coatings Technology. 2013. V. 217. P. 156–161.

9. Денисова В.С., Лонский С.Л., Куршев Е.В., Малинина Г.А. Исследование структурообразования реакционноотверждаемых покрытий методом сканирующей электронной микроскопии // Труды ВИАМ. 2019. №4 (76). С. 76–87. DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-4-76-87.

УДК621.791

**Диффузионная сварка материалов  
авиационно-космического назначения**

Люшинский А.В.<sup>1</sup>, д.т.н.

nilsvarka@yandex.ru

<sup>1</sup>АО «Раменское приборостроительное конструкторское бюро»

***Аннотация:***

*Рассмотрены возможности диффузионной сварки для соединения материалов, используемых в самолето- и ракетостроении. Показаны перспективы применения данной технологии.*

***Ключевые слова:***

*диффузионная сварка, промежуточные слои, температура сварки, сварочное давление, разнородные материалы.*

Основное преимущество диффузионной сварки по отношению к другим технологиям сварки заключается в том, что она обеспечивает качественное соединение материалов в твердом состоянии, как в однородном, так и в разнородном сочетании. При сварке плавлением формирование качественных соединений зависит от металлургической совместимости свариваемых металлических материалов, а сварка металлов с неметаллами или композитами практически невозможна. Диффузионная сварка за счет ряда отличий в протекании диффузионных процессов и возможности пластически деформировать приконтактные поверхности позволяет соединять детали и сборочные единицы из разнородных материалов в равнопрочные узлы.

Современное развитие авиационно-космической отрасли связано с созданием и ускоренным внедрением как новейших сплавов со специальными свойствами, так и керамических и композиционных материалов, по своим свойствам превосходящие ранее применявшиеся стали и сплавы. Естественно, возникает необходимость получать неразъемные соединения деталей из таких материалов. И диффузионная сварка уже играет первую роль, а в дальнейшем без этой технологии практически не обойтись.

В данной работе приведены некоторые примеры применения технологии диффузионной сварки при соединении наиболее применяемых в самолето- и ракетостроении металлических и неметаллических материалов.

Все экспериментальные работы по диффузионной сварке различных материалов проводили на специализированной вакуумной установке СДВУ-50 с радиационным нагревом. Гарантированный вакуум – не хуже  $1,33 \cdot 10^{-3}$  мм рт.ст. Металлографические исследования и механические испытания сварных образцов выполняли по стандартным методикам.

*Титановые сплавы* между собой соединяются диффузионной сваркой относительно легко. Обычно температуру сварки выбирают в диапазоне 800–



1100°С, т.е. в области температур рекристаллизации титановых сплавов. Учитывая низкий предел текучести титана и значительное влияние на него температуры, сварочное давление выбирают в диапазоне 0,1–1,0 кгс/мм<sup>2</sup>. Время сварки составляет от 5 до 30 мин, опять же в зависимости от выбранной температуры и сварочного давления.

Существующие трудности, которые возникают при разработке технологии диффузионной сварки деталей из титановых сплавов, связаны с неконтролируемыми структурными изменениями, протекающими в процессе сварки. Титановые сплавы характеризуются многообразием микроструктур и существенной зависимостью сопротивления деформации от их микроструктурного состояния в интервале температур «800°С ÷ температура окончания  $\alpha+\beta \rightarrow \beta$  превращения». У сплавов с мелкозернистой равноосной структурой сопротивление высокотемпературной деформации значительно меньше по сравнению со сплавами с крупнозернистой пластинчатой структурой. Поэтому за счет регулирования исходной микроструктуры свариваемых образцов можно управлять параметрами режима диффузионной сварки, а значит, и качеством сварных соединений. Другими словами, механические свойства титановых сплавов особенно чувствительны к изменениям структуры, поэтому необходимо управлять этими изменениями или ограничивать их для получения высокой прочности и пластичности, как самого сплава, так и сварного соединения. В частности, на примере сплава ОТ4 показано [1], что при диффузионной сварке титановых сплавов с исходной равноосной мелкозернистой (глобулярной) микроструктурой величина накопленной деформации свариваемых заготовок может быть снижена более, чем в 2 раза, если процесс сварки выполнять в интервале температур полиморфного превращения ( $\approx 950^\circ\text{C}$ ), при этом сварочное давление может быть использовано только на первом этапе для образования физического контакта площадью не менее 50% от номинальной, а затем без



давления производить изотермический отжиг для обеспечения развития объемного взаимодействия. Длительность отжига зависит от температуры, например, при температуре выше окончания полиморфного превращения ( $\approx 1000^\circ\text{C}$ ) она сокращается почти в 10 раз по сравнению с отжигом при  $950^\circ\text{C}$ .

Наблюдаемый эффект следует связывать не с величиной температуры, а в большей степени, с развитием процессов диффузионного обмена при переходе через интервал полиморфного превращения, когда собственные внутренние напряжения будут достигать максимальных значений при минимальном сопротивлении сплава высокотемпературной деформации. Как следствие этого, наблюдается интенсивное смятие рельефов поверхности с увеличением зоны взаимодействия, что положительно сказывается на образовании соединения.

Большие сложности возникают при соединении титановых сплавов со сталями, например, со сталью 08X18H10T. Только применение промежуточного слоя на основе ультрадисперсного порошка никеля позволяет получать герметичные соединения с прочностью  $50\text{--}60 \text{ кгс/мм}^2$  [2].

При создании *навигационного оборудования* летательных аппаратов широко применяют приборы и устройства, принцип работы которых основан на использовании магнитных полей. Основным узлом таких приборов является магнитная система, выполненная из постоянного магнита, магнитопровода и арматуры.

Использование при диффузионной сварке постоянных магнитов типа ЮНДК, Fe-Nd-B со сталями 10880, 27КХ и др. промежуточного слоя в виде пористой ленты из ультрадисперсного порошка никеля, полученного термическим разложением формиатов или оксалатов никеля, обеспечило их соединение при температуре  $T=550^\circ\text{C}$  и сварочном давлении  $P=2 \text{ кгс/мм}^2$ , т.е.

ниже температуры Кюри и без макропластической деформации. При этом прочность составила не менее  $30 \text{ кгс/мм}^2$  [3].

В *двигателестроении* остро стоит вопрос соединения жаропрочных сплавов между собой, так как не все эти сплавы успешно свариваются аргонно-дуговой сваркой или электронным лучом. А при необходимости соединить такой сплав с композитами типа TiNC или SiC диффузионная сварка незаменима.

Сварку образцов из сплава ВЖЛ-12 и стали 13X11H2B2MФ (ЭИ961) производили через никелевую фольгу НП-1 толщиной 0,5 и 0,1 мм. Параметры режима:  $T_{\text{св}}=1140^\circ\text{C}$ ,  $P=20 \text{ МПа}$ ,  $t=20 \text{ мин}$ . После сварки остаточная пластическая деформация образцов из 13X11H2B2MФ составляла не более 7%, а образец из ВЖЛ-12 не имел пластической деформации.

Образцы подвергали термической обработке при  $T=530^\circ\text{C}$ , а затем производили их механические испытания на разрыв. Прочность  $\sigma_B > 670 \text{ МПа}$  и разрушение происходит по телу образца, а не по зоне соединения. Микроструктура зоны сварки внутренних дефектов не выявила [4].

В результате экспериментов по сварке сплава ЭП866 с композитом TiNC и их механическим испытаниям на разрыв при комнатной температуре выбран следующий режим: температура  $T=1050\text{--}1100^\circ\text{C}$ , сварочное давление  $P=1,5\text{--}2,0 \text{ кгс/мм}^2$ , время сварки 40 мин–1 час, скорости нагрева и охлаждения не превышали  $10^\circ\text{C/мин}$ . При этом пластическая деформация образцов из композита отсутствует, а у образцов из ЭП866 составляет около 7%. Прочность соединения (среднее значение) составляет  $\sigma_B=100 \text{ кгс/мм}^2$ . Разрушение сварного соединения происходит по карбонитриду титана.

Даже столь минимальное количество примеров о возможностях диффузионной сварки для соединения разнородных материалов показывает, что эта технология обладает потенциалом и перспективами для применения в производстве авиационно-космической техники.

### Литература

1. Люшинский А.В. Диффузионная сварка вольфрама, молибдена, титана и меди между собой через промежуточные слои. Сварка и диагностика, 2009, №4, С. 42–44.
2. Уваров А.А., Семенов А.Н., Новожилов С.Н. и др. Исследование свойств сварных соединений титана со сталью, полученных диффузионной сваркой через ультрадисперсный порошок никеля. Титан, 2015, №1, С. 23–28.
3. Люшинский А.В. Использование нанодисперсных порошков металлов при диффузионной сварке разнородных материалов. Автоматическая сварка, 2011, №5, С. 31–34.
4. Люшинский А.В., Николич Е.В., Жлоба А.А., Харьковский С.В. Диффузионная сварка жаропрочных сплавов на никелевой основе. Сварочное производство, 2014, №5, С. 25–28.

УДК 614.841.41

## **Способы создания конструкционных неметаллических материалов с пониженной горючестью в обогащенной кислородом атмосфере**

Мелихов А.С.<sup>1</sup>, д.т.н.;

Болодьян И.А.<sup>1</sup>, д.т.н.

Мордвинова А.В.<sup>1</sup>, к.т.н.

<sup>1</sup>*ФГБУ ВНИИПО МЧС России*

### ***Аннотация:***

*Представлены способы создания материалов с пониженной горючестью в обогащенной кислородом атмосфере. Представлен с обоснованием использования метод определения показателя горючести материалов для оценки эффективности способов создания материалов с пониженной горючестью. Представлены способы создания материалов с пониженной горючестью в обогащенной кислородом атмосфере. Оценена их эффективность.*

### ***Ключевые слова:***

*неметаллические материалы, горючесть.*

## **Вводная часть**

Возникновение и тяжелые последствия пожаров на объектах и изделиях различного назначения во многих случаях связаны с применением горючих конструкционных неметаллических материалов (далее – КНМ или материалы), среди которых большая часть является полимерными материалами [1–4].

Более высока вероятность возникновения пожаров и более тяжелы их последствия в изделиях и на объектах, где в силу специфики эксплуатации и при реализации специфических технологических процессов используется рабочая атмосфера, обогащенная кислородом. Это связано с тем, что в обогащенной кислородом атмосфере материалы, которые в воздушной атмосфере являются негорючими или трудногорючими, могут приобретать способность к интенсивному горению [5, 6], а также вследствие снижения минимальной энергии зажигания материалов при повышении концентрации кислорода в атмосфере [7]. В атмосфере с повышенной концентрацией кислорода источниками загораний могут становиться элементы электрооборудования, которые по общепринятым меркам являются слаботочными [7].

К объектам, в которых атмосфера может быть обогащена кислородом относятся: обитаемые гермоотсеки космических летательных аппаратов, помещения комплексов космодромов, отсеки подводных лодок, помещения производств по получению кислорода, помещения медицинских бароцентров, медицинские бароаппараты, декомпрессионные камеры и др.

В этой связи в развитых государствах мира проводятся работы по созданию КНМ пониженной горючести. Является важным с научной и практической точек зрения представить направления и способы разработки материалов пониженной горючести.

## **Выбор метода определения показателя горючести материалов в обогащенной кислородом атмосфере**

Для объективной оценки эффективности способов создания материалов пониженной горючести и особенно в обогащенной кислородом атмосфере необходимо было выбрать метод определения показателя горючести материалов, при котором горение образца материала происходит без влияния факторов, снижающих интенсивность горения материала и поэтому этот метод дает наименьшее значение показателя, которое соответствует наивысшей горючести образца материала. При этом метод должен обеспечивать определение показателя горючести материалов в широком диапазоне концентраций кислорода и давления газовой окислительной среды. В результате рассмотрения и анализа существующих методов определения показателей горючести КНМ установлено, что этим требованиям отвечает метод определения предела горения материала по концентрации кислорода (далее – значение  $C_{lim}$  материала), определяемый по методике [Методика определения предельной концентрации кислорода при горении полимерных материалов ЗЗУ.0336.028, 2000. – 7 с.], утвержденной ПАО РКК «Энергия» и Всероссийским научно-исследовательским институтом противопожарной обороны и аттестованной нормативной службой ПАО РКК «Энергия». Именно показатель горючести материалов  $C_{lim}$ , определяемый данным методом, используется при установлении возможности пожаробезопасного применения КНМ в составе конструкций оборудования изделий, в которых используется искусственная атмосфера, обогащенная кислородом.

Общий вид экспериментальной установки для определения значения  $C_{lim}$ , характеризующего горючесть материалов в атмосфере с различной концентрацией кислорода, показан на рис. 1.

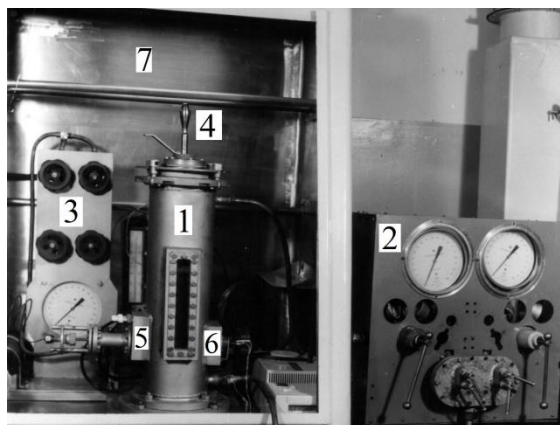


Рис. 1 – Общий вид экспериментальной установки для определения значений  $C_{пр}$  материалов: 1 – камера сгорания образца материала; 2 – смесительное устройство для подачи в камеру сгорания азото-кислородной смеси с заданной концентрацией кислорода; 3 – устройство для регулирования давления смеси в камере сгорания; 4 – рукоятка для точного подведения образца материала в пламя газовой горелки; 5 – механизм перемещения газовой горелки; 6 – ввод питания к электроспирали для зажигания газовой горелки; 7 – вытяжной шкаф

Подробно порядок экспериментального определения значения  $C_{lim}$  материалов изложен в упомянутой выше методике ЗЗУ.0336.028. Кратко методика работы определения значения  $C_{lim}$  на представляемой экспериментальной установке заключается в следующем.

Эксперименты проводятся в вытяжном шкафу 7. Образец материала размещается вертикально внутри камеры сгорания 1 на держателе, соединенном с рукояткой 4 для введения нижнего торца образца материала в пламя газовой горелки, перемещаемой с помощью механизма 5. В камере сгорания 1 с помощью смесительного устройства 2 создается поток азото-кислородной смеси с заданной концентрацией кислорода и с расходом, при котором в камере сгорания газовая смесь имеет скорость, равную  $0,1 \pm 0,02$  м/с. С помощью устройства 3 в камере сгорания создается заданное давление смеси. Сначала с помощью электроспирали зажигается газовая горелка, затем пламенем газовой горелки снизу зажигается образец материала. При устойчивом горении образец горелка отводится к стенке камеры и отключается подача газа. Если после этого горение

распространяется на всю длину образца, то материал считается способным к горению при данной концентрации кислорода в газовой смеси. В следующем опыте концентрация кислорода в смеси уменьшается. Если пламя не распространяется на всю длину образца, то материал считается не способным к горению при данной концентрации кислорода. Концентрация кислорода в газовой смеси изменяется в последующих опытах до тех пор, пока разница между концентрациями, при которых образец устойчиво горит до верхнего среза или самостоятельно гаснет, не доходя до верхнего среза, не уменьшается до 1.0 %. За значение показателя  $C_{lim}$  берется среднее между указанными смежными значениями концентраций кислорода в газовой смеси.

Не следует путать показатель  $C_{lim}$  с так называемым кислородным индексом, который не является показателем пожарной опасности, а является числом, которое позволяет сравнивать материалы по горючести: данный материал менее или более горючий, чем какой-то другой и не более этого. Значение кислородного индекса не позволяет определять возможность пожаробезопасного применения КНМ в составе конструкций оборудования изделий.

Пожаробезопасное применение материала в изделии возможно в том случае, если его значение  $C_{lim}$  превышает рабочую концентрацию кислорода атмосфере изделия.

Параметры атмосферы в указанных выше изделиях лежат в широком диапазоне. Поэтому понятно стремление разработчиков КНМ создавать материалы с максимально возможным значением  $C_{lim}$ .



## **Способы создания материалов с пониженной горючестью в обогащенной кислородом атмосфере**

### **Организация разработок материалов с пониженной горючестью для обитаемых гермоотсеков с искусственной атмосферой, обогащенная кислородом**

Создание материалов с пониженной горючестью в обогащенной кислородом атмосфере особенно активизировались в СССР, начиная с 1972 г., в связи с проведением работ по обеспечению пожарной безопасности обитаемых гермоотсеков транспортного пилотируемого корабля «Союз 7К-ТМ», который разрабатывался НПО «Энергия» для выполнения совместного советско-американского полета «Союз-Аполлон» (ЭПАС) в 1975 г.

Разработка материалов, негорючих при  $C_{ox}$ , равной 40 %, – для пожаробезопасного применения в обитаемых гермоотсеках модулей российских действующих и перспективных транспортных пилотируемых кораблей, и негорючих при  $C_{ox}$ , равной 24.8 %, – для пожаробезопасного применения в обитаемых гермоотсеках модулей российского сегмента Международной космической станции – продолжается в настоящее время.

Для ориентирования читателя представлены основные работы ученых России и других стран, в которых изложены способы создания материалов с пониженной горючестью. На результаты этих работ ориентируются специализированные предприятия при создании материалов с пониженной горючестью не только для космической техники, но и для других отраслей.

### **Влияние на горючесть полимерных материалов химического состава материалов и способа их создания**

Важным для разработки и определения эффективности способов создания материалов с пониженной горючестью являются положения работ [5, 6] о зависимости горючести полимеров от их химического состава. Ниже

представлены известные данные о зависимости горючести полимерных материалов от их химического состава и способа создания.

### Горючесть галогеносодержащих материалов

В табл. 1 приведены значения  $C_{lim}$  галогеносодержащих материалов.

Таблица 1

Значения  $C_{lim}$  галогеносодержащих материалов

Наименование материала	Химическая основа полимера	$C_{lim}$ , %
Фторопласт-4	Политетрафторэтилен	38.0
Фторопласт-3	Политрифторхлорэтилен	41.5
Фторопласт-2	Поливинилиденфторид	25.5
Фторопласт 40Т	Сополимер тетрафторэтилена с этиленом	28.0
Фторопласт Ф-4Д	Политетрафторэтилен	36.0
Фторопласт	Политетрафторэтилен модифицированный	36.0-41.0*
Фторопласт-4хТЗ	Политетрафторэтилен холоднотянутый	41.0
Фторопласт Ф4Г20М5С10	Политетрафторэтилен с наполнителями: 20 % графита, 5 % дисульфида молибдена и 10 % стекловолокна	38.0
Фторопласт Ф-2М	Модифицированный полимер винилиденфторида	37.0
Поливинилхлорид	Термопластичный полимер винилхлорида	22.0
Фторкаучук СКФ-32	Сополимер винилиденфторида с трифторхлорэтиленом	32.0
Поливинилхлорид	Полимер с разной степенью пластифицирования	20.0-44.0**

\*) Значения  $C_{lim}$  соответствуют толщинам материала Ф-4МБ, равным 0.1-3.0 мм.

\*\*\*) Значение  $C_{lim}$  материала зависит от степени его пластифицирования. Значение  $C_{lim}$ , равное 44.0 %, соответствует данным для непластифицированного поливинилхлорида.

Фторхлорзамещенные углеводороды предельного и непредельного ряда имеют высокие значения  $C_{lim}$  потому, что связь атома углерода с атомами фтора и атомами других галогенов чрезвычайно сильна и поддается разрыву только при высоких температурах, которые пламя приобретает только при повышенной концентрации кислорода в атмосфере.

### Горючесть полиимидных материалов

Полиамидные волокна, являющиеся ароматическими полиимидами на основе пиромеллитового диангидрида и диаминодифенилового эфира,

обладают высокой термостойкостью и пониженной горючестью. Например, ткань из полиамидных волокон «Аримид» имеет значение  $C_{lim}$ , равное 26.0 %; ткань из модифицированных с помощью дихлорангидрида 2-бромтерефталевой кислоты полиамидных волокон «Аримид-Т», имеет значение  $C_{lim}$ , равное 43.0 %.

### Влияние на горючесть материалов содержания водорода в его макромолекуле

Выявлена связь между способностью полимера к горению и содержанием водорода в его макромолекуле. На рис. 2 представлена зависимость значений  $C_{lim}$  полимеров от массовой доли водорода, входящего в их молекулы, составленные из атомов С, Н, N, О, и не содержащих эксплозифорные группы атомов, в частности, нитрогруппы и галогенов [8]. Наименования 25 материалов, представленных на рис. 2 точками, массовая доля водорода в молекулах материалов и их значения  $C_{lim}$  приведены в табл. 2.

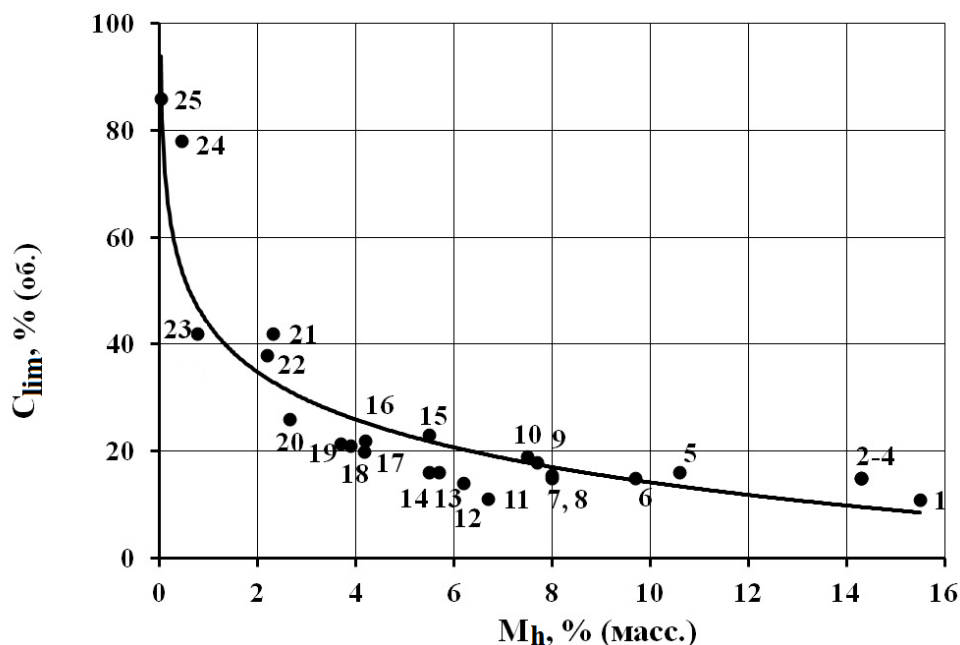


Рис. 2 – Зависимость значений  $C_{lim}$  материалов от массовой доли водорода, входящего в молекулу материала, составленную из атомов С, Н, N, О

Содержание водорода в молекулах материалов и веществ и их значения  $C_{lim}$

№ п/п	Наименование материалов и веществ	Массовая доля водорода в молекулах материалов и веществ, %	Значение $C_{lim}$ , %
1.	Н-парафин ( $C_3$ )	15,5	11,0
2.	Полиизобутилен	14,3	15,0
3.	Полипропилен	14,3	15,0
4.	Полиэтилен	14,3	15,0 <sup>*</sup> )
5.	Полиамид-68	10,6	16,0 <sup>*</sup> )
6.	Поликапролактан	9,7	15,0 <sup>*</sup> )
7.	Поливинилформаль	8,0	15,0
8.	Полиметилметакрилат	8,0	15,6
9.	Полистирол	7,7	18,0
10.	Эпоксидная смола ЭД-20 (90 %), отвержденная полиэтиленполиамином (10 %)	7,5	19,0
11.	Хлопок (100 %)	6,2	14,0
12.	Полиформальдегид (полиоксиметилен, полиацеталь, «Делрин»)	6,67	11,2
13.	Сополимер акрилонитрила с метилакрилатом	5,7	16,0
14.	Циклизованный полиакрилонитрил	5,5	16,0
15.	Поликарбонат ПК-ЛТ-10	5,5	23,0
16.	Ткань «Фенилон»	4,2	22,0
17.	Полиэтилентерефталат «Лавсан»	4,17	20,0
18.	Полибензиметазол	3,9	21,0
19.	Ткань «Сульфон»	3,7	21,5
20.	Ткань «Аримид»	2,64	26,0
21.	Ткань «Лола»	2,3	42,0
22.	Углеродная ткань из карбонизированных волокон, содержащих: С – 57,53 %; О – 18 %; N – 22,27 %; Н – 2,18 %	2,18	38,0
23.	Углеродная ткань из карбонизированных волокон, содержащих 99,2 % углерода.	0,8	41,0
24.	Углеродная ткань из карбонизированных волокон, содержащих 99,5 % углерода	0,44	78,0
25.	Углеродная ткань из карбонизированных волокон «Кулон»	0	86,0

Значение  $C_{lim}$  вновь разработанного материала, молекула которого содержит только атомы С, Н, N, О, при известной массовой доле водорода в молекуле материала ( $M_h$ ) может быть оценено по формуле:

$$C_{lim} = 43.726 - 12.84 \times \ln(M_h) \quad (1)$$

Значение нижнего предела воспламенения газообразного водорода, равное 5.4 %, подтверждает зависимость (1). На графике рис. 2 для сохранения удобного для публикации масштаба рисунка это значение не приведено.

Обнаруженная зависимость объясняется тем, что скорость и количество тепла, выделяющегося в зоне пламени при термическом распаде полимеров при данной концентрации кислорода в атмосфере определяется в основном массовой скоростью выхода с поверхности пиролизующегося полимера водорода и водородосодержащих фрагментов полимера. Чем больше массовая доля водорода в молекуле полимера, тем больше скорость и количество тепла, выделяющегося в зоне пламени, и тем, соответственно, ниже значение  $C_{lim}$  полимера [5].

### Влияние на горючесть материалов содержания кислорода в его макромолекуле

Для полимеров, молекулы которых содержат только атомы С, Н, N, О, обнаружена также зависимость значений  $C_{lim}$  от массовой доли кислорода, входящих в состав их молекул. На рис. 3 представлена зависимость значений  $C_{lim}$  полимеров от массовой доли кислорода, входящего в их молекулы.

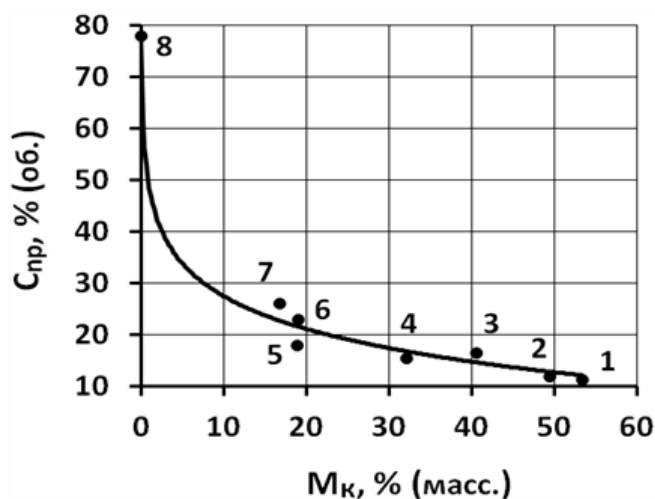


Рис. 3 – Зависимость значений  $C_{lim}$  материалов от массовой доли кислорода, входящего в молекулу материала, состоящей из атомов С, Н, N, О: 1 – полиацетал («Делрин»); 2 – целлюлоза; 3 – полиметил-акрилат; 4 – полиметилметакрилат (оргстекло СО-120А); 5 – поликарбонат ПК-ЛТ-10; 6 – эпоксидная смола ЭД-20; 7 – полиимид (ткань «Аримид»); 8 – углеродная ткань из карбонизированных волокон, содержащих 99,5 % углерода

Значение  $C_{lim}$  вновь разработанного материала при известной массовой доле кислорода в его молекуле, состоящей из атомов С, Н, N, О, может быть оценено по формуле:

$$C_{lim} = 48.597 - 9.193 \times \ln(M_{ox}) \quad (2)$$

Обнаруженная зависимость объясняется тем, что эффективная скорость реакций и количество выделяющегося тепла в зоне пламени при лимитируемой роли молекулярной диффузии окислителя в зону реакции из окружающей среды повышается с поступлением кислорода в зону пламени с продуктами пиролиза полимера, образовавшихся при его термоокислительной деструкции. Чем больше массовая доля кислорода в молекуле полимера, тем больше кислорода поступает в зону пламени с продуктами пиролиза, увеличивая скорость и количество тепла, выделяющегося в зоне пламени. Это способствует снижению значений  $C_{lim}$  полимеров, имеющих в молекуле высокую массовую долю кислорода, что видно из рис. 3.

### **Влияние на горючесть материалов содержания углерода в его макромолекуле**

На способность полимерных материалов к горению влияет массовая доля углерода в макромолекуле материале. Из табл. 2 видно, что углерод имеет высокое значение  $C_{lim}$ .

Из рис. 4 видно, что полимерные материалы, при нагреве и пиролизе которых образуется большая масса коксового остатка, имеют более высокое значение  $C_{lim}$ . Образующийся коксовый остаток состоит в основном из углерода.

Снижение горючести полимера от присутствия в его макромолекуле углерода происходит вследствие протекания разнообразных процессов, механизм которых будет раскрыт далее.

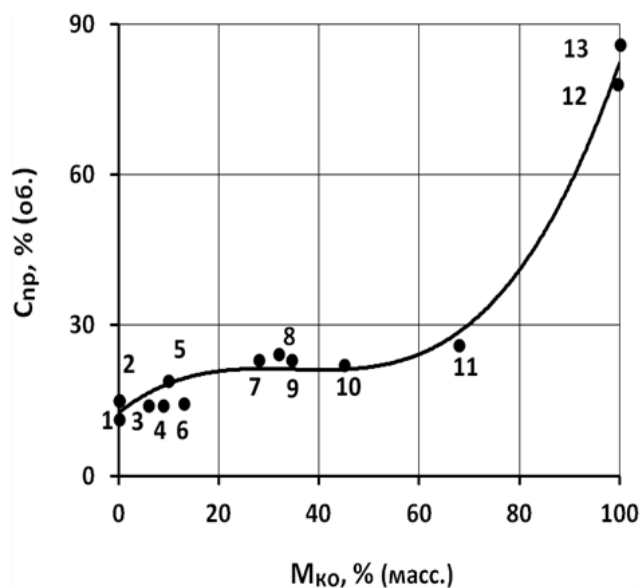


Рис. 4 – Зависимость значений  $C_{lim}$  материалов от массы коксового остатка, образующегося при пиролизе: 1–полиформальдегид (полиацеталь, «Делрин»); 2–полиэтилен; полистирол; полиамид; 3–целлюлоза (хлопок); 4–поли-виниловый спирт; 5–полиэтилентерефталат («Лавсан»); 6–ароматический полиамид; 7–поликарбонат; 8–«Номекс»; 9–полисульфон; 10–фенолформ-альдегидный полимер («Кинол»); 11–полиимид; 12–углеродная ткань из карбонизированных волокон, содержащих 99,5 % углерода; 13–углеродная ткань из карбонизированных волокон «Кулон», содержащих 100 % углерода

### Способы создания полимерных материалов пониженной горючести

Снижение горючести полимерных материалов осуществляется за счет создания при их разработке условий для реализации следующих механизмов, проявляющихся при горении полимерных материалов пониженной горючести [5, 6]:

- изменение теплового баланса зоны горения за счет снижения тепловыделения и увеличения различного рода теплопотерь из зоны горения;
- снижение потока тепла от пламени к поверхности полимера за счет самопроизвольного создания между пламенем и пиролизующимся слоем полимера защитных слоев из трудногорючих веществ;
- уменьшение скорости пиролиза полимера;
- изменение соотношения горючих и негорючих продуктов термической деструкции полимера в пользу негорючих.

Данные механизмы могут эффективно реализоваться за счет целенаправленно обеспечиваемых при разработке полимерных материалов их химических составов, рекомендуемых в разделе 3.2, как наиболее перспективных в части повышения значения  $C_{lim}$  материалов.

Основным приемом реализации указанных механизмов является использование антипиренов, которое проявляется в настоящее время в качестве наиболее эффективного способа создания полимерных материала с пониженной горючестью.

### **Создание полимерных материала с пониженной горючестью за счет введения в их состав антипиренов**

Вид антипиренов, способ их введения в состав полимеров и механизм действия антипиренов разнообразны.

Следует учитывать, что при введении антипиренов в состав полимеров могут недопустимо ухудшаться физико-механические, диэлектрические и другие эксплуатационные и технологические свойства, а также повышаться стоимость материала [6].

Наиболее простым способом снижения горючести материалов является пропитка их огнезащитными составами – в основном водными растворами антипиренов. Действие огнезащитной пропитки недолговечно. Для поддержания пониженной горючести необходимо повторно обрабатывать материалы раствором антипирена через каждые 5–6 лет. Ткань должна подвергаться обработке раствором антипирена после каждой чистки или стирки. В частности, действие фосфор-азотосодержащего огнезащитного состава более эффективно для хлопчатобумажных волокон по сравнению с синтетическими волокнами из-за более глубокой пропитки хлопчатобумажных волокон раствором антипирена.

Введение антипирена в состав молекул полимеров, является намного более эффективным способом снижения горючести материалов. Работы по



изучению данного направления в создании полимерных материалов пониженной горючести успешно проводились под руководством Ал.Ал. Берлина и Н.А. Халтуринского [9], во Всероссийском научно-исследовательском институте противопожарной обороны [5] и в ряде других организаций. Результатом проведенных работ является установление изложенных ниже основных закономерностей горения полимерных материалов, модифицированных антипиренами, знание которых способствует созданию полимерных материалов с пониженной горючестью.

В работе [6] установлено, что снижение способности полимерных материалов к горению при введении в них антипиренов достигается в основном за счет увеличения образования сажи при термоокислительной деструкции и горении полимера, поступлении сажи в пламя и карбонизации пиролизующегося поверхностного слоя материала.

Из табл. 2 и рис. 4 видно, что предел горения по концентрации кислорода –  $C_{lim}$  элементарного углерода достигает величины 86 %, тогда как большинство полимерных материалов имеют значение  $C_{lim}$ , лежащее в диапазоне от 11.2 до 30 %.

Поэтому высвобожденный из молекул полимера под действием антипиренов углерод в определенной мере играет роль инертного наполнителя, увеличивающего теплотери из зоны горения.

Карбонизация поверхностного слоя материала снижает выход летучих высокогорючих продуктов пиролиза в газовую фазу, что уменьшает количество тепла, выделяющегося в зоне пламени над поверхностью материала. Это еще более снижает скорость пиролиза материала и выход летучих горючих продуктов пиролиза в газовую фазу.

Коксовый слой, образовавшийся между пламенем и карбонизирующимся при пиролизе слоем полимера, экранирует его поверхность от теплового потока из пламени, в результате чего поверхность слоя кокса нагревается от пламени

до значительно более высоких температур, чем поверхность полимера, что увеличивает теплотери из зоны горения излучением от поверхности коксового слоя, обладающего высоким коэффициентом излучения.

Частицы сажи обладают коэффициентом излучения, близким к 0,9. Попадая с продуктами пиролиза в газовую фазу, частицы сажи значительно увеличивают теплотери из зоны пламени за счет излучения тепла.

Для углубленного представления роли углерода в снижении способности полимерных материалов к горению специальными исследованиями установлена невозможность горения элементарного углерода при температуре, имеющей место в зоне горения полимерного материала. Было определено значение температуры, до которой нагреваются, но не горят углеродные волокна при выгорании связующих из массива углепластиков при высоких значениях  $C_{ox}$ .

Углепластики состоят из армирующих наполнителей, представляющих из себя материалы из углеродных волокон, и связующего, в качестве которого используются полимерные смолы. На рис. 5а и 5б приведены фотографии, на которых иллюстрируется процесс устойчивого газофазного горения (рис. 5а) и окончания горения (рис. 5б) в камере сгорания 1 элемента из углепластика на основе препрега КМКУ-3м.150.УОЛ.45 [10] толщиной 0,0015 м при значении  $C_{ox}$ , равном 29 %, – на 1,5 % превышающем показатель горючести –  $C_{lim}$  для данного углепластика. Углепластик имеет следующий состав: углеродная лента УОЛ–300Р (58 % масс.) и клеевое связующее на основе смеси эпоксидианового и эпоксимиидного олигомеров, модифицированное антипиреном в виде полиарилсульфона ВСК-14-3 (42 % масс.).

На фиг. 5а видно, что элемент 2 из указанного углепластика при  $C_{ox}$ , равном 29 %, горит устойчиво – пламенем 3. На фиг. 5б видно, что пламя 4 распространилось по элементу до верхней границы. После выгорания связующего из углепластика остается твердый остаток 5, не сгоревший при  $C_{ox} = 29$  %. Остаток состоит из несгоревшей углеродной ленты УОЛ–300Р,

пропитанной оставшимися конденсированными продуктами термического разложения связующего. Остаток имеет такие же размеры, что и элемент из углепластика до сгорания. Видно, что при горении элемента из углепластика выделяется большое количество сажи.

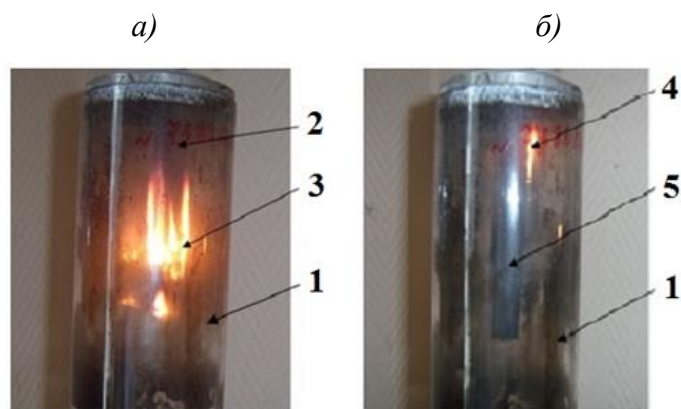


Рис. 5а – Газофазное горение элемента 2 из углепластика на основе препрега марки КМКУ-3м.150.УОЛ.45 в камере сгорания 1 при  $C_{\text{ок}}$ , равном 29 %.

Рис. 5б – . Завершение выгорания связующего из углепластика в виде очага 2; остался твердый остаток 3 из несгоревшей углеродной ленты УОЛ-300Р, упрочненный конденсированными продуктами термического разложения связующего

Остаток достаточно легко ломался, но при изгибе части остатка не разъединялись – после сгорания связующего углеродные волокна оставались целыми. То же самое наблюдалось при горении всех других углепластиков, испытанных при концентрациях кислорода в атмосфере, лежащих для разных углепластиков в диапазоне – от 21 до 50 % [10].

Для иллюстрации в табл. 3 показана зависимость температуры пламени ( $T_{\text{пл}}$ ) и поверхности материала ( $T_{\text{sur}}$ ) для одного из наиболее горючих веществ – полиметилметакрилата от концентрации кислорода.

Таблица 3

Температура пламени и поверхности органического стекла СО-120А при горении

$C_{\text{ок}}$ , %	15,5	20	25	30	35	40	45	50
$T_{\text{пл}}$ , К	1500	1670	1820	1930	2065	2200	2300	2380
$T_{\text{sur}}$ , К	706	714	723	728	730	733	743	748

Из табл. 3 видно, что у органического стекла из полиметилметакрилата температура поверхности даже на пределе горения превышает 700 К. У материалов, модифицированных введением в макромолекулу антипиренов, вследствие карбонизации их поверхности и увеличения поэтому ее черноты и, соответственно, теплопоглощения, а также вследствие увеличения коэффициента излучения пламени за счет излучения тепла частицами сажи, температура поверхности при горении достигает уровня 850–900 К. При этом горения углеродных волокон не происходит при  $C_{\text{ох}}$ , равной 50 %. Таким образом, и при температурах, создаваемых в зоне горения при практически важных концентрациях кислорода, элементы из элементарного углерода являются негорючими, то есть инертными.

Представленные механизмы увеличения значений  $C_{\text{lim}}$  подтверждаются положениями классической теории Франк-Каменецкого Д.А. [11] и результатами исследований [12], выполненными в последнее время в данном направлении.

В работах [11, 12] показано, что отток тепла из пламени может быть увеличен посредством повышения светимости пламени, обеспечиваемого за счет создания условий для увеличения в пламени концентрации сажи путем введения в полимерный материал бромсодержащих и фосфорсодержащих соединений, трехоксида сурьмы, галоидуглеводородов.

Из работ [5, 6] следует также, что эффективными добавками, которые вызывают интенсивное коксообразование при горении полимерных материалов, являются металлы и их соединения – оксиды и гидроксиды металлов. Эти добавки ускоряют химические реакции сшивания функциональных групп в полимерах, что влияет на выход кокса. Создание материалов с пониженной горючестью обеспечивается при концентрациях металлсодержащих добавок, намного меньших, чем при концентрациях фосфора и галогенсодержащих соединений.

Помимо основного назначения некоторые антипирены могут выполнять в полимерной композиции также роль пластификатора, что весьма важно для снижения пожарной опасности полимерного материала, т.к. введение в полимер традиционных пластификаторов снижает значения  $C_{lim}$  полимеров, что наблюдается, например, при пластифицировании поливинилхлорида (см. табл. 1). Введение антипиренов-пластификаторов в полимеры не приводит к этому.

Установлено, что значение  $C_{lim}$  модифицированного полимера слабо зависит от способа введения в состав макромолекулы полимера галогена. Например, ароматический полиамид, содержащий 15,7 % (масс.) брома, введенного с помощью дихлорангидрида 2-бромтерефталевой кислоты, имеет значение  $C_{lim}$ , равное 41 %. Практически такое же значение  $C_{lim}$ , равное 42 %, достигается для ароматического полиамида за счет введения в состав его макромолекулы 17,5 % (масс.) брома с помощью дихлорангидрида 2,5-дибромтерефталевой кислоты.

Известно, что эффективность действия галогенсодержащих ингибиторов на качественном уровне возрастает как:  $F < Cl < Br < I$ . В работах [8, 9] экспериментально подтверждено данное положение, Для получения вопокнообразующего ароматического полиамида со значением  $C_{lim}$ , равным несколько большим 40 %, требуется ввести в составе ингибитора на 1 кг полимера около 0,160 кг брома или около 0,180 кг фтора.

Несмотря на высокую эффективность способа создания материалов пониженной горючести посредством использования антипиренов, при реализации этого способа применительно к созданию конкретного вида материала, как правило, дополнительно выполняется большой объем поисковых исследований по определению варианта создания материала, при применении которого, кроме снижения горючести, обеспечиваются необходимые эксплуатационные и технологические свойства материала.

## **Создание полимерных материала с пониженной горючестью за счет введения в их состав инертных наполнителей**

Инертными наполнителями являются вещества, которые не влияют на состав и количество продуктов пиролиза материала, образования коксового остатка после пиролиза и горения [5]. Это:

– оксиды металлов, фториды кальция и лития, силикаты, углерод, неорганическое стекло, порошкообразные металлы и др., не изменяющие свойств при нагревании до температуры 1300 К;

– вещества, разлагающиеся при температурах ниже 700–800 К с поглощением тепла и с выделением углекислого газа и/или паров воды и аммиака. Это: гидроксиды, карбонаты, гидрокарбонаты металлов, аммонийфосфаты и др.

Считают [5, 6], что повышение значения  $C_{lim}$  при использовании инертных наполнителей происходит за счет затрат тепла из зоны горения на нагрев инертного наполнителя.

Проведены теоретические и экспериментальные исследования по определению количеств инертных наполнителей, при введении которых в состав горючего базового компонента материала можно исключить возможность горения материала при заданной концентрации кислорода в окружающей среде [5].

Установлено [5], что для предотвращения горения в среде воздуха ( $C_{ox} = 21\%$ ) полиэтилена и полиацетата, имеющих значения  $C_{lim}$  в исходном состоянии, равные 16% и 11,2%, необходимо, чтобы в составе материалов содержалось около 90% (масс.) окиси алюминия. В работе [5] установлено, что при введении в эпоксидную смолу ЭД-20, отвержденную полиэтиленполиамином, кварцевого песка в количестве 95% от общей массы композиции, ее значение  $C_{lim}$  увеличивается на 3%.

Таким образом, в независимых работах получен принципиально одинаковый результат.

Учитывая, что при введении в состав базового компонента материала инертного наполнителя в указанных количествах недопустимо ухудшаются эксплуатационные и технологические свойства полимера, использование данного способа создания материалов с пониженной горючестью может рассматриваться возможным только при создании некоторых материалов строительного назначения.

В табл. 4 для иллюстрации представлены данные о материалах, наиболее широко используемых, и/или в отношении которых применены наиболее эффективные из представленных выше способы понижения горючести.

Таблица 4

Данные о материалах, наиболее широко используемых в обитаемых гермоотсеках пилотируемых КЛА

№ п/п	Наименование материала	$C_{lim}$ , %
1.	Делрин (polyacetal). Материал производства США	11,2
2.	Шнур ШХБ 4-3,5 хлопчатобумажный. (Режим горения)	13,0
3.	Шнур ШХБ 4-3,5 хлопчатобумажный. (Режим тления)	14,0
4.	Резина ИРП-1378. Смесь изопренового и бутадиенового каучуков	14,5
5.	Термоусаживаемая трубка ОТК. Полиэтилен	15,0
6.	Лакоткань электроизоляционная ЛШМС-105	15,5
7.	Стекло органическое ТОСН-25	16,0
8.	Пенополиэтилен	16,5
9.	Ткань капроновая «Авизент» арт.56039	17,0
10.	Полиэтилен высокого давления. Материал производства США	17,2
11.	Полотно капроновое ПКО-2	17,5
12.	Пенополиуретан ППУ-3 181-220	18,0
13.	Бирка кабельная «Heatex В-7643»	18,5
14.	Полотно интерьерное ворсовое ПФО - 1	19,0
15.	Пенополиуретан ППУ-ТС-35. Эластичный	19,5
16.	Полиэтилентерефталат (ПЭТФ). Коммерческое название: «Лавсан»	20,0
17.	Углепластик на основе тканного препрега КМКУ-2м. 120.Э0,08.45	20,5
18.	Поливинилхлорид. Трубка 305ТВ-40Т	21,0
19.	Ткань «Сульфон»	21,5
20.	Ткань «Фенилон». Линейный ароматический полиамид.	22,0



Материалы и технологии нового поколения для перспективных изделий авиационной и космической техники

№ п/п	Наименование материала	C <sub>lim</sub> , %
	Фениленизофталамид. Известен под названием «Номекс»	
21.	Углепластик на основе препрега 22500/НИИКАМ-РС	22,5
22.	Поликарбонат ПК-ЛТ-10	23,0
23.	Ткань капроновая. Модифицированная, термостойкая арт. НД-250 Кр	23,5
24.	Материал ABS. Акрилбутилстирольная пластмасса	24,0
25.	Ткань «Терлон»	25,0
26.	Фторопласт-2. Поливинилиденфторид	25,5
27.	Ткань «Аримид»	26,0
28.	Кожа искусственная «Арлит» типа «Галка-1». Декоративно-отделочный материал	27,0
29.	Углепластик на основе препрега марки КМКУ-3м.150.УОЛ.45	27,5
30.	Фторопласт 40Т. Сополимер тетрафторэтилена с этиленом	28,0
31.	Лента фторопластовая пористая Ф-4ДП-У1	28,5
32.	Кожа натуральная (козлиная). Обработка: 1, 3-дихлорпропил) фосфат	29,0
33.	Покрытие теплоизоляционное ВИМ-3	29,5
34.	Материал ЭВТИ-2Б-30	30,0
35.	Ткань хлопчато-бумажная «Кирза» с огнезащитной пропиткой	31,0
36.	Пленка СКЛФ-4Д. Из фторопласта-4Д, сырая каландрированная	32,5
37.	Трубка из фторопласта Ф-4Д	33,0
38.	Арилокс-ИИ. Полифениленоксид с TiO <sub>2</sub> . Высокочастотный диэлектрик	34,0
39.	Ткань «Номекс-III А»	35,5
40.	Фторопласт Ф-4Д. Политетрафторэтилен	36,0
41.	Фторопласт Ф-2М. Модифицированный полимер винилиденфторида	37,0
42.	Фторопласт 4Д. Трубки. Фторопластовая изоляция проводов	38,0
43.	Фторопласт Ф4Г20М5С10. Состав: фторопласт-4 (65 %); графит (20 %); дисульфида молибдена (5 %); стекловолокно (10 %)	39,0
44.	Фторопласт-4МБ	40,0
45.	Лента электроизоляционная ЛЭСБ 0,15x35	40,5
46.	Кожа искусственная ТР «Галка-1». Декоративно-отделочный материал	41,0
47.	Фторопласт-3. Политрифторхлорэтилен	41,5
48.	Ткань «Лола»	42,0
49.	Винипласт	43,0
50.	Ткань «Богатырь» СТБО-80. Модифицированный политетрафторэтилен с антистатиком. Интерьерный материал	44,0
51.	Ткань «Ровилл». Разработчик и производитель ООО «Ровилл»	45,0
52.	Стеклолакоткань ЛСК-155/180	46,0
53.	Пленка из фторопласта Ф-10	50,0
54.	Прессматериал полиимидный ПМ-67. Электроизоляционный материал	51,0
55.	Фторлоновая ткань арт. 56072. Модифицированный фторопласт	52,0
56.	Лента ЛСОН-ИП «с» 13-60	53,0



№ п/п	Наименование материала	$C_{lim}$ , %
57.	Ткань полифеновая. 100 % ПТФЭ. Изготовление мягких емкостей	54,0
58.	Полотно иглопробивное Ария1, Ария2	55,0
59.	Мат АТМ-10с-10	60,0
60.	Ткань АТМ-10К. Элемент теплозащиты	63,0
61.	Материал теплозвукоизоляционный АТМ-3	64,0
62.	Пеноасбест	73,0
63.	Ткань углеродная из карбонизированных волокон, содержащих 99,5 % углерода	74,0

### Заключение

Представлены способы создания материалов с пониженной горючестью в обогащенной кислородом атмосфере. Представлен с обоснованием использования метод определения показателя горючести материалов для оценки эффективности способов создания материалов с пониженной горючестью. Представлены способы создания материалов с пониженной горючестью в обогащенной кислородом атмосфере. Оценена их эффективность.

### Литература

1. Пожары на космических станциях. Интернет: <http://glob-news.ru/cosmos/158-pozhary-na-kosmicheskikh-stanciyah.html>. Glob-news.ru. (Дата обращения в интернет от 15.05.2015).
2. Накакуки А. / Пожары и противопожарные мероприятия в камерах высокого давления и концентрации кислорода. // В журн. «Андзен Когаку». 1972, т. 2, № 5. – С. 98–105.
3. Романов С.Ю., Семенов А.В., Андреева Т.В. / Системы и средства обеспечения пожарной безопасности российского сегмента МКС. // Опубликовано: Каталог «Пожарная безопасность». Найдено в интернете: URL:[http://www.secuteck.ru/articles2/firesec/sistemi\\_i\\_sredstva\\_obesp\\_roj\\_bezop](http://www.secuteck.ru/articles2/firesec/sistemi_i_sredstva_obesp_roj_bezop). Дата обращения: 12.12.2015.

4. Береговой Г.Т., Тищенко А.А., Шибанов Г.П., Ярополов В.И. / Безопасность космических полетов. // – М.: «Машиностроение», 1977. – 263 с.

5. Жевлаков А.Ф., Болодьян И.А., Мелихов А.С. и др. / О влиянии состава полимерного материала на способность его к горению. // Экспресс-информация: «Пожарная опасность веществ и материалов». Сер. 1, вып. 85. – М.: ВНИИПО МВД СССР, 1976. – С. 1–9.

6. Берлин Ал. Ал. Горение полимеров и полимерные материалы пониженной горючести. Московский физико-технический институт. Химия. 1996. – С. 57–63.

7. Калинин В.И., Мелихов А.С., Писков Ю.К. и др. / Экспериментальное исследование зажигания твердых неметаллических материалов электрическими разрядами. // В сб. научн. тр. «Вопросы горения и тушения полимерных материалов в обогащенных кислородом средах». – М.: ВНИИПО МВД СССР, Вып. 3, 1979. – С. 55–62.

8. Панкратов Ю.Л. Монахов Н.А., Жевлаков А.Ф. и др. / Способность к горению фтор- и бромсодержащих полидифенилсульфонтерeftаламидов. // В сб. научн. тр. «Вопросы горения и тушения полимерных материалов в обогащенных кислородом средах». – М.: ВНИИПО МВД СССР. Вып. 3, 1979. – С. 28–35.

9. Антонов А.В., Решетников И.С., Халтуринский Н.А. / «Горение коксообразующих полимерных систем». // В сб. научн. тр. «Успехи химии», № 7, т. 68. – М.: ИСПМ им. Н.С. Ениколопова, 1999. – С. 663-673.

10. А.С. Мелихов, А.Л. Ермак. / Условия безопасного применения полимерных композиционных материалов в составе корпуса возвращаемого аппарата пилотируемого транспортного космического корабля. XL Академических чтений по космонавтике. Вып. 4. Акционерное общество

«Военно-промышленная корпорация «Научно-производственное объединение машиностроения. // – Реутов. 2016. – С. 94–105.

11. Франк-Каменецкий Д.А. / Диффузия и теплопередача в химической кинетике. – М.: Изд-во «Наука», 1967. – 430 с.

12. Болодьян И.А., Жевлаков А.Ф., Мелихов А.С. / О расчете предельных условий горения полимерных материалов. // В журн. «Пожарная профилактика». – М.: ВНИИПО МВД СССР. Вып. 13. 1977. – С. 81–88.

УДК 534\_8; 620.18; 620.19

**Практический опыт применения акустической микроскопии  
для многоцелевых исследований микроструктуры  
композиционных материалов**

Рыжова Т.Б. <sup>1</sup>, к.т.н.; Петронюк Ю.С. <sup>2</sup>, к.ф-м.н.;

Левин В.М. <sup>2</sup>, к.ф-м.н.; Мороков Е.С. <sup>2</sup>, к.ф- м.н.

tatiana.ryzhova@tsagi.ru, jps7@mail.ru, levin1943@gmail.com,  
es\_morokov@yahoo.com

<sup>1</sup> ФГУП «Центральный аэрогидродинамический институт им.  
проф. Н. Е. Жуковского (ФГУП «ЦАГИ»)

<sup>2</sup> Институт Биохимической физики им. Н. М. Эмануэля РАН (ИБХФ РАН)

**Аннотация:**

*Представлен опыт применения акустической микроскопии (АМ) для практических задач контроля качества механической обработки полимерных композитных материалов (ПКМ), выявления технологических дефектов и эксплуатационных повреждений, а также изучения изменений их внутренней микроструктуры при внешних воздействиях. Приведены акустические изображения различных дефектов и повреждений структуры углепластиков, полученные с помощью сканирующего импульсного акустического микроскопа (СИАМ, ИБХФ РАН).*

**Ключевые слова:**

*углепластик, акустическая микроскопия, визуализация внутренней микроструктуры, технологические дефекты, эксплуатационные повреждения.*

## **Введение**

Эффективность применения полимерных композиционных материалов (ПКМ) в авиаконструкциях может быть повышена при создании надежных прогностических моделей оценки прочности. Отсутствие таких моделей объясняется недостаточной изученностью влияния различных факторов и их комбинаций на функциональность и целостность ПКМ. При проектировании это приводит к введению коэффициентов запаса прочности и, как следствие, к увеличению веса конструкции. Установлено, что процесс разрушения ПКМ начинается на микроуровне материала [1–2]. На возникновение и развитие повреждений структуры влияет множество факторов, включая физико-механические характеристики компонент структуры композита, технологии изготовления и обработки, воздействие внешних факторов и их комбинаций, взаимовлияние различных мод повреждения, др. В связи с этим большой интерес представляют экспериментальные данные, связанные с изменениями внутренней микроструктуры ПКМ в условиях воздействия внешних факторов, сходных с эксплуатационными.

На практике для исследования микроструктуры ПКМ широко применяются различные методы микроскопии – оптическая, сканирующая электронная, конфокальная лазерная сканирующая микроскопия, трансмиссионная электронная, атомно-силовая, др. [3–4]. Упомянутые инструменты позволяют проводить исследования с высоким разрешением на поверхности материала и в некоторых случаях в тонком подповерхностном слое при использовании, например, фокусированного ионного пучка (FIB) [5]. Анализ повреждений в объеме материала обычно проводится методом фрактографии по специально подготовленным шлифам или по поверхности изломов [6–8]. Среди неразрушающих методов высокой разрешающей способностью обладает метод компьютерной томографии (КТ), позволяющий получать 3D-изображения внутренней структуры материала,

включая микроровень. Однако современные микротомографы пока имеют ограничения по размерам исследуемых объектов. Например, 3D-рентгеновский сканирующий томограф TDM1000-IS/SP (Yamato Scientific Co., Ltd, Japan) с применением специальных программных продуктов обработки данных позволят получить изображения внутренней структуры слоистых углепластиков с разрешением 10 мкм на образцах размером 20×10×2мм [9]. Для ряда практических задач, например, исследования динамики деградации материалов под действием внешних факторов, такое ограничение делает метод КТ по сути разрушающим и малоэффективным.

В работе представлен опыт применения метода акустической микроскопии для различных практических задач. Рассмотрены характерные технологические дефекты и эксплуатационные повреждения структур ПКМ, причины их возникновения и их влияние на эксплуатационные характеристики материала. Представлены акустические изображения дефектов и повреждений внутренней структуры углепластиков и их развития под действием внешних факторов, полученные с помощью сканирующего импульсного акустического микроскопа (СИАМ).

### **1. Метод акустической микроскопии**

По сравнению с вышеупомянутыми методами исследования микроструктуры материалов, акустическая микроскопия является более гибким инструментом, позволяющим исследовать структуру как на поверхности, так и в объеме материала. Глубина контроля зависит от используемой частоты и свойств материала. Например, при исследовании поверхности материала пространственное разрешение может достигать 0.7 мкм на частоте 1.9 ГГц [4]. Для задач исследования объемной микроструктуры ПКМ используются частоты 50–100 МГц.

Размеры дефектов микроструктуры углепластиков находится в диапазоне от 5–15 мкм (волокно) до 100–200 мкм (толщина слоя в

ламинатах). В диапазоне частот 50–100 МГц углепластиковый ламинат воспринимается как система анизотропных слоев, на границах которых ультразвуковое излучение испытывает отражение и преломление. Сигналы, отраженные от особенностей внутренней структуры ПКМ, включая дефекты и повреждения, регистрируются, преобразуются и хранятся вместе с координатами каждой точки измерения. Полученный массив данных и аппаратные средства микроскопа позволяют получать акустические изображения в виде поперечного (В-скан) или плоского (С-скан) сечений в интересующей зоне. Основные принципы метода акустической микроскопии описаны в [10, 11].

## **2. Технологические дефекты**

При изготовлении и обработке в изделиях из ПКМ могут возникать разнообразные дефекты, которые неблагоприятно влияют на характеристики материала, однако степень их влияния различна. В работах [12, 13] рассмотрены различные технологические дефекты ПКМ и причины их возникновения, а в [14] предложен перечень технологических дефектов по их значимости.

Ниже рассмотрены некоторые характерные технологические дефекты углепластиков, возможные причины их появления, влияние на эксплуатационные характеристики и их визуализация методом акустической микроскопии с помощью СИАМ.

### **2.1. Расслоение**

#### ***2.1.1 Причины появления***

В процессе изготовления изделий расслоения образуется довольно редко. Причинами их появления могут быть загрязнения, попадание посторонних предметов [14], например, анти-адгезионных смазок, пленок, неоптимальные режимы механической обработки. Образованию расслоений могут способствовать недостаточность содержания связующего, высокое

содержания летучих элементов, нарушение режимов формования (повышенная температура, высокая скорость охлаждения, ненормированные тепло- и механические воздействия), а также некачественное антиадгезионное покрытие на поверхности оснастки [15].

### ***2.1.2 Влияние на эксплуатационные характеристики***

Расслоение рассматривается как «ахиллесова пята» слоистых ПКМ [6], является самым критическим при напряжениях сжатия и часто сопровождает большинство процессов разрушения композитов. Расслоения могут влиять на прочность конструкции в результате снижения жесткости материала из-за уменьшения толщины [16], а также вести себя как трещинно-подобная несплошность между слоями и распространяться в результате действия механических и термических нагрузок, приводя к разрушению конструкции.

### ***2.1.3 Визуализация расслоений, внесенных механической обработкой***

Методом АМ проведен контроль качества изготовления плоскодонных отверстий в образце, предназначенном для настройки аппаратуры ультразвукового контроля. В слоистом углепластике (пре-прег Hexply M21/34%/UD194/IMA) фрезерованием (твердосплавные фрезы; 1200 об/мин.) были изготовлены 9 несквозных отверстий Ø4, 6, 8 мм с залеганием на глубинах 0.5, 3.0 и 6.0 мм.

На рисунке 1 приведены общий вид образца (а) и акустические изображения плоскодонного отверстия на глубине 0.5 мм (Ø8 мм). На В-скане (б) хорошо видно отклонение дна отверстия от плоскости (51-64 мкм). На С-скане (в) отчетливо видны расслоения, образовавшиеся по кромке отверстия. Причинами расслоений могли стать сниженная жесткость тонкого слоя материала и нескорректированное усилие подачи фрезы, прикладываемое перпендикулярно к направлению волокон, а в этом направлении ПКМ имеют пониженную прочность. В работе [17] рассмотрены различные технологии резки, вносимые дефекты и даны рекомендации по выбору параметров резки.



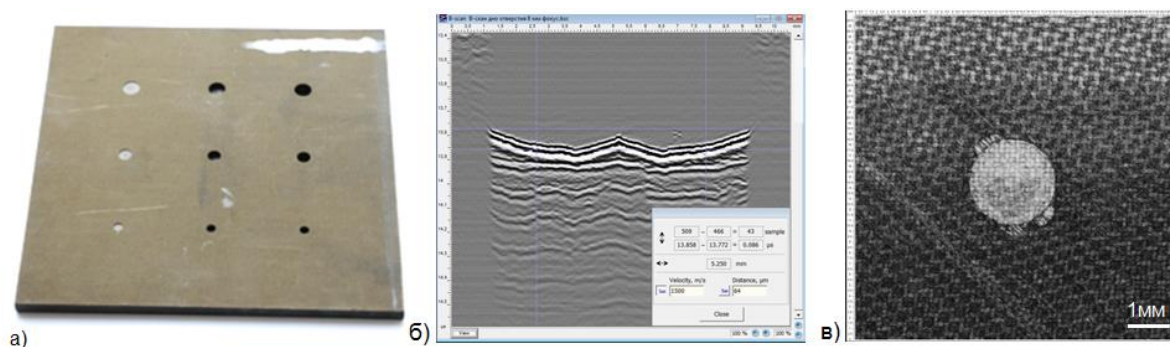


Рис. 1 – Контроль качества изготовления плоскодонных отверстий фрезерованием в калибровочном образце слоистого углеродистого пластика: (а) – внешний вид. Акустические изображения плоскодонного отверстия  $\varnothing$  8 мм: (б) – В-скан изображения профиля дна отверстия; (в) – С-скан отверстия с расслоениями по кромке на глубине 0.5 мм. Рабочая частота 50 МГц

## 2.2. Нарушение ориентации волокон/слоя

К нарушениям ориентации волокон/слоя относятся отклонения укладки от заданного угла, волнистость в плоскости и вне плоскости слоя, морщинки.

### 2.2.1 Причины появления

Существует множество причин возникновения волнистости [18–19]: нарушение ориентации в ленте препрега, используемой для изготовления ламината; температурные напряжения, возникающие в процессе отверждения смолы; недостаточность давления при пропитке смолой заготовки в преформе; слишком большая скорость потока смолы при ее введении, приводящая к вымыванию волокон; несоответствующая скорость охлаждения; некорректность натяжения волокна в процессах намотки; деформирование преформы во время наслаивания; присутствие, пор и раковин (пустот), др.

Волнистость вне плоскости может возникать по тем же причинам, что и волнистость в плоскости, но чаще ее источниками являются области с избытком связующего и особенности геометрии изделий, например, места с большой кривизной или зоны соединений элементов с изгибом. Температурные воздействия во время отверждения смолы также могут привести к образованию волнистости из-за различия в температурной усадке,

в частности, если слои тонкие и вне плоскости нет поддержки. Волнистость может появиться в процессе отверждения толстых ламинатов из-за различия в коэффициенте теплового расширения или из-за того, что другие слои были отверждены ранее.

### ***2.2.2 Влияние на эксплуатационные характеристики***

Ориентация волокон и слоя является одним из важных проектных параметров и отклонение от заданного направления является опасным дефектом, так как может внести изменения в распределение нагрузки, сделать его отличающимся от проектного. Например, отклонение укладки в пределах  $10-20^\circ$  может привести к изменению типа нагружения волокон от прямого растяжения/сжатия к нагружению на сдвиг слабой границы «волоконно-матрица» [20]. В некоторых случаях это может привести к тому, что матрица будет воспринимать основную нагрузку и композит разрушится. Отклонение слоя только на  $10^\circ$  от проектной ориентации может привести к снижению жесткости ламината на 30% [21]. Все виды волнистости влияют на такие эксплуатационные характеристики, как прочность при сжатии или поперечном/плоском сдвиге из-за потери устойчивости волокон [22,23]. Свойства ПКМ при растягивающих нагрузках страдают менее значительно - растяжение может приводить к некоторому выпрямлению волокон, снижая вредное влияние дефектов укладки. Однако, если волнистость велика, то волокна могут разрушиться преждевременно, до выпрямления.

Волнистость вне плоскости, морщинки оказывают существенное влияние на соседние слои [24]. Морщинка способствует образованию меньших морщинок в других слоях по глубине материала, а это может привести к образованию пористости и областей с избытком связующего. Вторичным отрицательным эффектом является возможное образование расслоения или расщепление слоя из-за действия напряжений вокруг

волнистости. Волнистость или морщинка вне плоскости могут стать критическим дефектом и привести к разрушению изделия.

### 2.2.3 Акустическая визуализация волнистости вне плоскости

На рисунке 2 приведены внешний вид модельного образца сетчатой конструкции и акустические изображения (В-сканы) внутренней структуры в зоне имитации пересечения ребер. Образец был изготовлен из однонаправленного углепластика (углеродное волокно IMS60 E13 24K, пропитанное связующим ЭХД-МК) методом послойной намотки в предварительно подготовленную форму с последующим отверждением при температуре в печи. Формирование элемента пересечения, перпендикулярного основному ребру, выполнялось ручной выкладкой. На изображении исходной структуры образца (рис.2б) видны технологические дефекты: избыток связующего, волнистость слоев. Вероятными причинами образования волнистости вне плоскости могли стать изменение геометрии (зона ортогонального пересечения слоев), некорректность натяжения волокна при намотке основного ребра, недостаточность давления при пропитке смолой заготовки в преформе и ручная выкладка поперечного имитатора ребра (человеческий фактор).

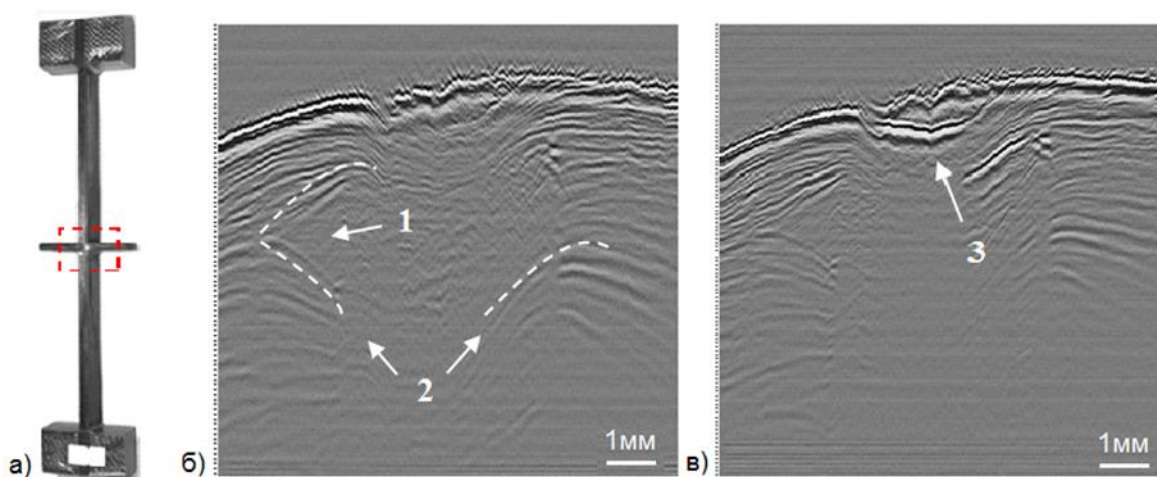


Рис. 2 – Контроль качества изготовления модельного образца сетчатой конструкции в зоне имитации пересечения ребер: (а) – внешний вид образца, (б) – акустическое изображение технологических дефектов (В-скан), (1) – «карман связующего», (2) – волнистость вне плоскости; (в) – В-скан образца после растяжения до 50 кН с образовавшимся расслоением (3) между 1 и 2 слоями. Рабочая частота 50 МГц

При испытании образца на растяжение проявилось влияние близко расположенных технологических дефектов: при нагрузке 50 кН образовалось расслоение по границе 1 и 2 слоев (рис.2в) с последующим расщеплением при 60 кН.

### **2.3. Дефекты соединения по границе «волокно-матрица»**

#### ***2.3.1 Причины появления***

Причинами слабой адгезии по границе «волокно-матрица» могут служить недостаточная пропитка соединяемых поверхностей; некорректные условия отверждения [14], например, увеличенная выдержка при формовании деталей; загрязнения на поверхности армирующей компоненты, не удаленные в процессе графитизации, др. При нагрузках в зонах со слабым сцеплением происходит отсоединение матрицы от волокна [19]. В углепластиках к нарушению соединения волокна с матрицей может приводить повреждение поверхности волокна в процессе производства, возникающее, например, при соприкосновении с металлическими частями высокоскоростного оборудования [24]. Согласно [25] технологические матричные трещины, захватывающие влагу, могут также вызывать отсоединение волокна от матрицы.

#### ***2.3.2 Влияние на эксплуатационные характеристики***

Нарушение адгезии по границе «волокно-матрица» делает матрицу неспособной распределять усилия между волокнами, это приводит к исключению волокон из процессов, происходящих в материале при нагружении, к снижению жесткости и других эксплуатационных характеристик композита, включая усталостную прочность. В слоистых ПКМ первым типом формирующегося повреждения являются трещины в матрице тех слоев, ориентация армирующей компоненты в которых не совпадает с действием нагрузки (поперечные трещины). При статическом или циклическом нагружении происходит слияние зон нарушенной адгезии по

границе «волокно-матрица» и образование поперечных трещин [26]. Рост и слияние поперечных трещин может привести к макротрещине и последующему катастрофическому разрушению изделия.

### 2.3.3 Визуализация дефектов адгезии «волокно-матрица»

На рисунке 3 представлены акустические изображения исходной внутренней структуры модельного образца сетчатой конструкции (тип «ребро») с технологическими дефектами нарушения адгезии по границе соединения армирующей компоненты с матрицей: В-скан (а) и С-скан (б) на глубине 400 мкм. Способ изготовления образца описан в п. 2.2.3. Возможными причинами образования дефектов могли стать недостаточная пропитка соединяемых поверхностей, некорректные условия отверждения.

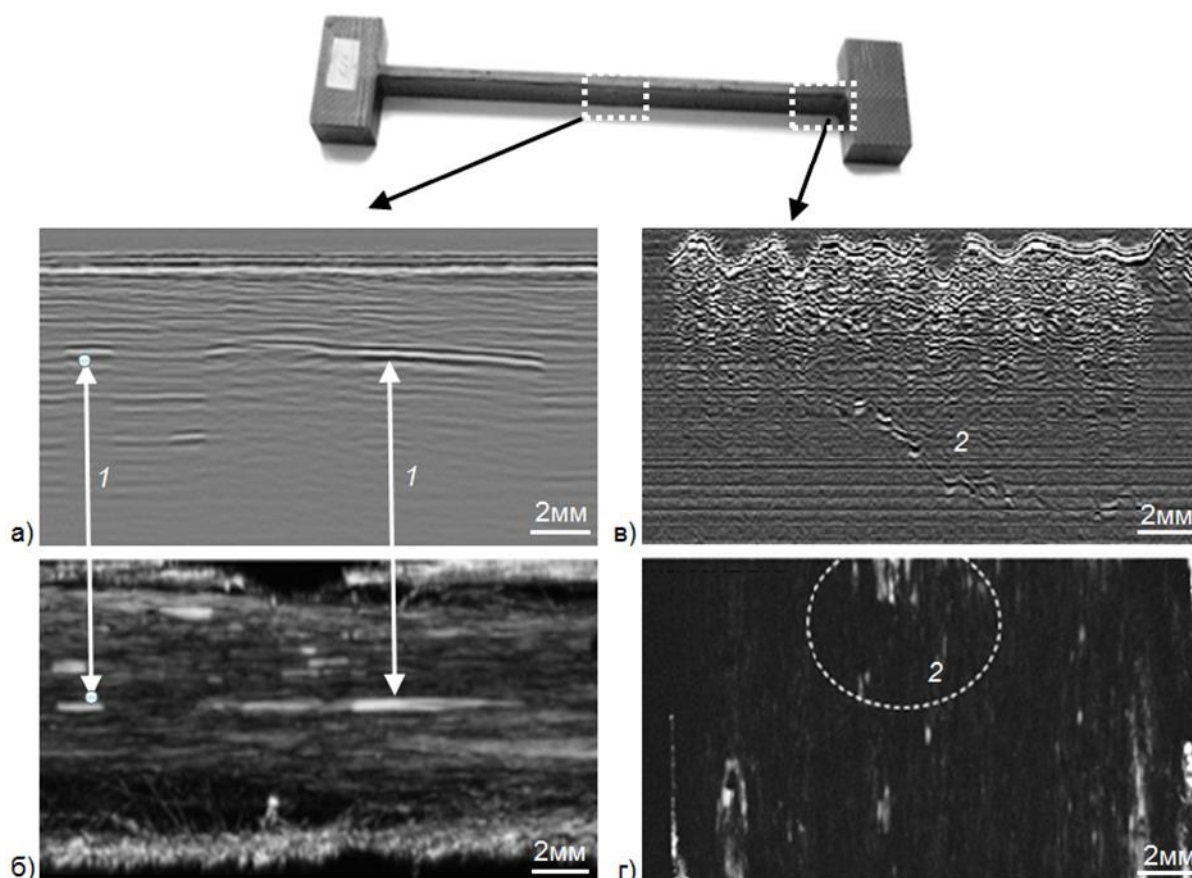


Рис. 3 – Контроль качества изготовления модельного образца сетчатой конструкции типа «ребро» (однонаправленный углепластик). Акустические изображения: (а) – В-скан и (б) – С-скан технологических дефектов нарушения адгезии (1) по границе «волокно-матрица» на глубине 400 мкм; (в) – В-скан и (г) – С-скан технологической поперечной межслоевой трещины (2) на глубине 2-2.5 мм. Рабочая частота 50 МГц



## **2.4. Растрескивание матрицы/слоя**

В литературе встречается несколько терминов, обозначающих одни и те же дефекты в матрице композиционного материала – трещины в матрице, микро-растрескивание матрицы поперечные трещины, внутрислойные трещины, слоевые трещины [27, 2]. В слоистых материалах (ламинатах) эти трещины сосредоточены в границах одного слоя. Ориентация трещин в матрице однонаправленного ламината неизменно зависит от направления армирующей компоненты: трещины ориентированы к ней либо параллельно, либо перпендикулярно [28].

### ***2.4.1 Причины появления***

В производстве возможно образование термически введенных трещин, возникающих при некоторых наплавлениях из-за разницы в усадке слоев после отверждения [14] или при несоблюдении температурного режима при отверждении [19]. Особенно чувствительны терморезактивные смолы. Микротрещины могут возникать в зонах с избытком связующего. Причинами их образования могут явиться другие технологические дефекты (поры, инородные включения) [27]. Широко применяемые эпоксидные матрицы имеют довольно низкое предельное удлинение. Этот недостаток дополнительно усугубляется наличием остаточных напряжений, появляющихся при отверждении и охлаждении материала из-за различия коэффициентов теплового расширения армирующей компоненты и матрицы.

### ***2.4.2 Влияние на эксплуатационные характеристики***

Микротрещины являются инициаторами процесса разрушения ПКМ [28]. Они оказывают прямое влияние на деградацию термомеханических свойств ламинатов, включая изменения в модулях, коэффициенте Пуассона, коэффициенте теплового расширения. Растрескивание матрицы может приводить к возникновению непредсказуемой деформации в изделии. Вторичным эффектом микротрещин является порождение других

повреждений, таких как расслоения, разрыв волокон, а также они создают путь для проникновения влаги и других жидкостей. Действуя как резервуары для газов и жидкостей, они могут явиться причиной необратимых процессов в композиционном материале.

### ***2.4.3 Визуализация матричных трещин***

На рисунке 3 представлены акустические изображения: В-скан (в) и С-сканы (г) в зоне с выявленной технологической трещиной на глубине 2-2.5мм. Можно предположить, что поперечная матричная трещина явилась результатом термических процессов при отверждении или из-за разницы в усадке слоев после отверждения, так как дефект образовался в зоне соединения однонаправленного углепластика законцовкой, изготовленной из другого материала.

## **2.5 Посторонние включения**

Постороннее включение – присутствие в структуре материала вещества или предмета, не относящегося к компонентам ПКМ и не предусмотренного технологией изготовления.

### ***2.5.1 Причины появления***

Подготовка слоев волокон, насыщенных смолой (изготовление препрега), а также изготовление деталей из ПКМ может быть ручным или машинным. При любом способе существует вероятность попадания в материал разнообразных инородных предметов, таких как кусочки пленки, пыль, волосы, жир (отпечатков пальцев), др.

### ***2.5.2 Влияние на эксплуатационные характеристики***

Инородные тела, попадающие между слоями, снижают эксплуатационные характеристики материала. Например, такие включения как жир могут ослаблять соединения между слоями и приводить к отслоениям. Относительно большие инородные включения могут нарушать ориентацию волокон и слоев, образовывать воздушные полости. Вокруг

инородных включений могут развиваться напряжения, которые могут приводить к образованию расслоений и других повреждений.

### **2.5.3 Визуализация посторонних включений**

На рисунке 4 приведены С-сканы: (а) – тканого углепластика с дополнительной прошивкой нитями, которые были выявлены только при исследовании внутренней структуры методом АМ; (б) – углепластика с сажевыми включениями.

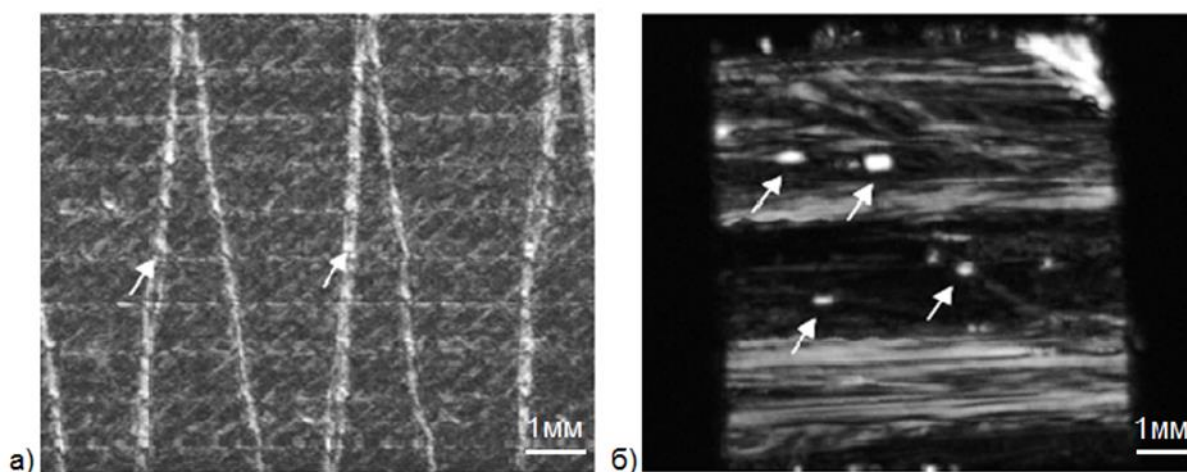


Рис. 4 – Акустические изображения (С-сканы) тканого углепластика: (а) – с дополнительно введенными армирующими нитями; (б) – с сажевыми включениями. Рабочая частота – 50 МГц

## **3. Эксплуатационные дефекты**

В эксплуатации деградация ПКМ может протекать по различным механизмам, но в результате образуется сравнительно небольшое количество типов повреждений [14]: расслоение; разрушение соединений (клеевых); трещины/растрескивание матрицы; проникновение влаги; разрушение или потеря устойчивости волокон; разрушение границы между волокнами и матрицей.

Механизмы повреждения ПКМ можно условно разделить на длительные и мгновенные. При мгновенных воздействиях, таких как удары, в материале может мгновенно возникнуть практически весь спектр особо



опасных повреждений структуры – растрескивание матрицы, отслоения волокон от матрицы, расслоения, разрушения волокон. При длительных воздействиях идет постепенное накопление повреждений, приводящее, в конечном счете, к разрушению. К длительным воздействиям относят различные механические нагрузки, усталость, гидротермальные воздействия, перегрев, ультрафиолетовое излучение. Многочисленные исследования влияния различных длительных механических воздействий показывают, что накопление повреждений происходит по близким схемам.

### **3.1. Ударные повреждения**

В монолитных конструкциях низкоскоростной удар приводит к растрескиванию матрицы, расслоениям, разрыву волокон и иногда к пробою поверхности изделия. Однако часто на поверхности удара образуется едва видимая вмятина. Одновременно внутри возникают обширные внутренние повреждения, а на поверхности, противоположной удару (часто не доступной для визуальных осмотров в эксплуатации), может произойти разрыв материала. В международной терминологии такие повреждения получили название «едва видимые ударные повреждения» (barely-visible impact damage, BVID).

#### **3.1.1 Причины появления**

В эксплуатации ударные повреждения авиаконструкций могут возникать в связи с явлениями окружающей среды, ударами посторонними предметами в полете и при наземном обслуживании.

Согласно российским и зарубежным исследованиям ударные повреждения, связанные с ошибками при наземном обслуживании, являются доминирующими: столкновения с другими воздушными судами (ВС) при буксировке или с объектами аэродромной инфраструктуры, наезд спецтранспорта, удар багажом/грузом, повреждение от падения инструмента, др.

Ударные воздействия, связанные с явлениями окружающей среды, встречаются существенно реже - около 8% от общего числа случаев, большая часть которых приходится на удары молнии. К ударным повреждениям приводят также разряды статического электричества, попадание ВС в град и порывы ветра (опрокидывание самолета, разворот, приводящий к столкновению с другими объектами, др.).

Удары посторонними предметами в полете (крайне редкое событие) - менее 1% от общего числа зарегистрированных повреждений. Наиболее опасными повреждениями в этой категории являются разрушение вращающихся деталей двигателей и столкновение с птицей.

Возможны повреждения от ударов камнями при взлете и посадке, от разрыва пневматики (фрагментами разорвавшихся покрышек колес шасси), от удара о препятствие (при крене - касание законцовкой крыла о землю, касание крылом или фюзеляжем верхушек деревьев, антен, др.).

### ***3.1.2 Влияние на эксплуатационные характеристики***

Ударное повреждение приводит к образованию практически всех опасных для ПКМ повреждений (расслоение, растрескивание матрицы, разрыв волокон, др.). Эти микроскопические повреждения развиваются в объеме материала без внешних проявлений, ухудшают его эксплуатационные свойства и могут привести к катастрофическому разрушению изделия.

### ***3.1.3 Визуализация повреждений структуры углепластика, внесенных низкоскоростным ударом***

На рисунке 5 (сверху) приведены акустические изображения внутренней структуры слоистого углепластика (укладка волокон  $(0/\pm 45/90)_8$ , толщина 4.152 мм, 24 слоя) после удара с энергией 30 Дж: (а) – изображение суммарного повреждения (С-скан), (б) – послойные повреждения в одном из поперечных сечений образца (В-скан).

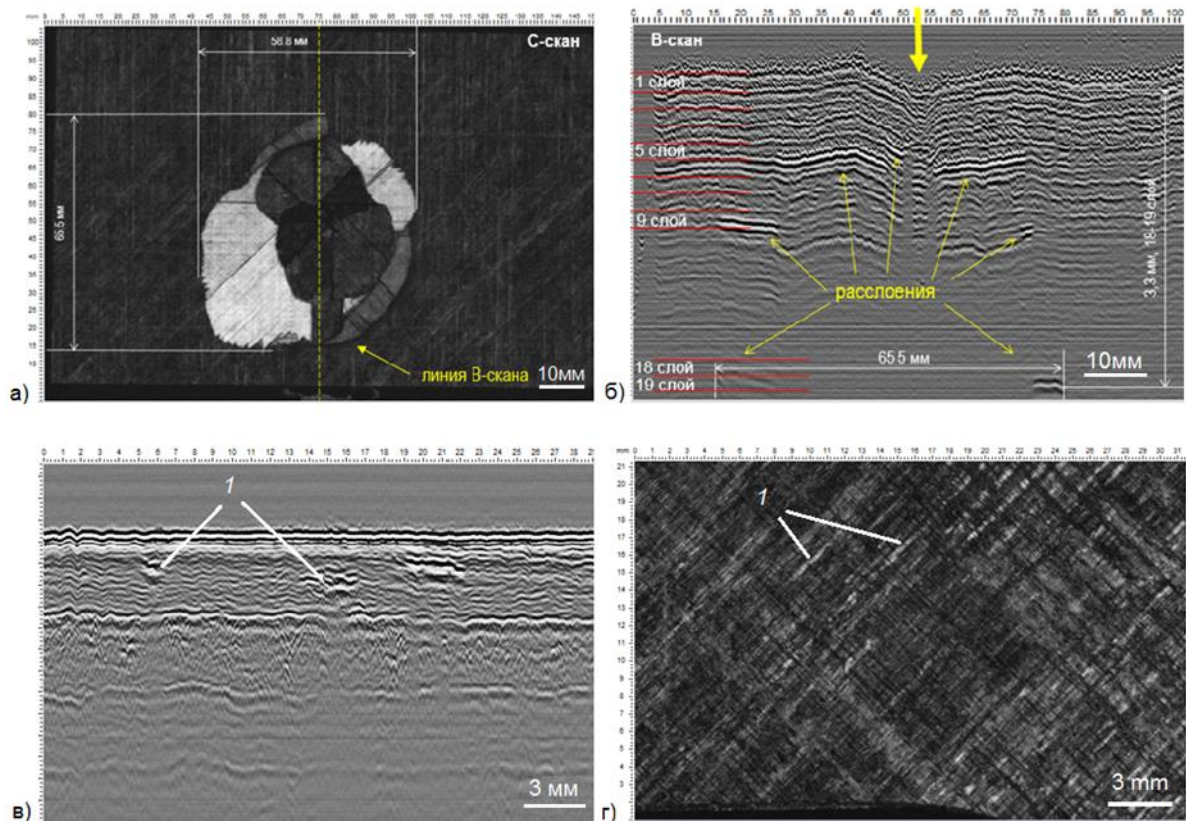


Рис. 5 – Акустические изображения внутренней структуры образцов слоистого углепластика с эксплуатационными повреждениями. Сверху образец с укладкой волокон  $(0/\pm 45/90)_8$  после удара 30 Дж: (а) – С-скан полной картины повреждений, (б) – распределение повреждений по слоям (В-скан). Внизу образцы после растягивающей нагрузки: (а) – В-скан образца с укладкой  $(0/90)_8$ , (б) – С-скан образца с укладкой  $(+45/-45)_8$ . 1 – многочисленные микротрещины по границе «волокно-матрица». Рабочая частота 100 МГц

## 3.2 Растрескивание матрицы

### 3.2.1 Причины появления

В слоистых углепластиках, имеющих  $90^\circ$  слои, часто первой формой повреждения является микро-растрескивание матрицы этих слоев. Микротрещины возникают при статических, динамических, ударных и усталостных нагружениях, а также при изменениях температуры и термоциклировании. Абсорбция влаги, растворов может также вызывать формирование и распространение микротрещин [28,29].

### **3.2.2 Влияние на эксплуатационные характеристики**

Влияние микротрещин, образовавшихся в условиях эксплуатации, сходно с технологическими микротрещинами (описано в разделе 2.4).

### **3.2.3 Визуализация растрескивания матрицы**

Образцы, изготовленные по технологии препрега (M21/35%/268/T700GC

HEXEL, толщина 4.32 мм, 16 слоев) с различной укладкой были испытаны на одноосное растяжение. На рисунке 5 (внизу) представлены акустические изображения внутренней структуры образцов: (в) – В-скан образца (0/90)<sub>8</sub> после нагрузки 63.97 кН (деформация 1.11%); (г) – С-скан образца (+45/-45)<sub>8</sub> после нагрузки 10.77 кН (деформация 1.53%). Многочисленные матричные трещины по границе «волокно-матрица», образовавшихся в результате растяжения, отчетливо видны на приведенных В и С-сканах.

### **Заключение**

Практический опыт применения сканирующей импульсной акустической микроскопии (микроскоп СИАМ) показал, что данный метод является эффективным неразрушающим инструментом:

- при отработке технологий изготовления и последующей обработки изделий из ПКМ;
- при исследованиях процессов деградации структуры ПКМ при различных видах внешних воздействий;
- для визуализации и характеристики различных дефектов и повреждений структуры, включая ударные повреждения, а также для измерения с высокой точностью глубины вмятины, возникшей на поверхности удара. Это может быть полезно при реконструкции ударного повреждения (по существующим программам) для оценки энергии нанесенного удара;

- для верификации многоуровневых моделей разрушения материалов;
- для оценки физико-механических характеристик углепластика (модуля Юнга, коэффициента Пуассона, др.);
- при проведении ремонтных работ на изделиях повышенной важности.

#### Литература

1. Композиционные материалы. Разрушение и усталость, т.5, ред. Браутман Л., Крок Р., перевод Черепанов Г.П., М., Изд-во «Мир», 1978
2. Jollivet T., Walaszek H., Terrien N. Damage and harmfulness of defects, JEC Composites Magazine #81 May-June 2013, pp. 70-76
3. Norio Sato, Toshio Kurauchi, Osami Kamigaito Fracture mechanism of unidirectional carbon-fibre reinforced epoxy resin composite, Journal of Materials Science, March 1986, Volume 21, Issue 3, pp 1005–1010
4. Summerscales J., ed., Microstructural Characterisation of fibre-reinforced composites, CRC Press
5. Napke, J.; Gehrig, F.; Huber, N.; Schulte, K.; Lilleodden, E.T. Compressive Failure of UD-CFRP containing void defects: In situ SEM Microanalysis, Composites Science and Technology, 2011, Elsevier, DOI: 10.1016/j.compscitech.2011.04.009
6. Greenhalgh E.S. Failure Analysis and Fractography of Polymer Composites. Woodhead Publishing Limited, Cambridge, CRC Press, 2009, p. 595
7. M.S. Vinod, Sunil B.J., Vinay Nayaka, Raghavendra Shenoy, M.S. Murali, A. Nafidi Fractography of compression failed carbon fiber reinforced plastic composite laminates, Journal of Mechanical Engineering Research Vol. 2 (1), pp. 001-009, February 2010, Available online at <http://academicjournals.org/jmer>
8. Irene Garcia-Moreno, Angel Caminero, Gloria Patricia Rodriguez, Juan Jose Lopez-Cela Effect of Thermal Ageing on the Impact and Flexural Damage

Behaviour of Carbon Fibre-Reinforced Epoxy Laminates, *Polymers* 2019, 11, 80; doi:10.3390/polym11010080

9. Yu-Chein Ho, Hideki Sasayma, Jun Yanagimoto Mechanical properties and drawing process of multilayer carbon-fiber-reinforced plastic sheets with various prepreg thicknesses, *Advances in Mechanical Engineering*, 2017, Vol. 9(3)1-12, DOI: 10.1177/1687814017692695, [journals.sagepub.com/home/ade](http://journals.sagepub.com/home/ade)

10. Маев Роман Григорьевич, Акустическая микроскопия: монография / Р. Г. Маев. — М.: Торус Пресс, 2005, 383 с. ISBN 5-94588-031-0: 150.00

11. Закутайлов К.В., Левин В.М., Петронюк Ю.С. Ультразвуковые методы высокого разрешения: визуализация микроструктуры и диагностика упругих свойств современных материалов (обзор). «Заводская лаборатория. Диагностика материалов» №8, 2009, т.75, с. 28-34

12. Unnthorsson R., Jonsson M.T., Runarsson T.P. NDT Methods for Evaluating Carbon Fiber Composites, 2004. Research Grant, funded by RANNIS, Iceland, [https://www.academia.edu/28448949/NDT\\_Methods\\_forEvaluating\\_Carbon\\_Fiber\\_Composites](https://www.academia.edu/28448949/NDT_Methods_forEvaluating_Carbon_Fiber_Composites)

13. Гайдачук В.Е., Коваленко В.А. Уровни дефектов структуры в изделиях из полимерных композиционных материалов, возникающих в процессе их производства, *Авиационно-космическая техника и технология*, 2012, №6 (93) ISSN 1727-7337

14. Smith R.A. Composite Defects and Their Detection, *Materials Science and Engineering*, Vol. III, ©Encyclopedia of Life Support Systems (EOLSS), *Material Science and Engineering - Volume 3* No. of Pages:354, ISBN: 978-1-84826-034-4 (eBook), ISBN: 978-1-84826-484-7, <https://www.eolss.net/Sample-Chapters/C05/E6-36-04-03.pdf>

15. Мурашов В.В., Румянцев А.Ф. Дефекты монолитных деталей и многослойных конструкций из полимерных композиционных материалов и



методы их выявления. Часть 1. Дефекты монолитных деталей и многослойных конструкций из полимерных композиционных материалов. ВИАМ/2006-204706, Контроль. Диагностика №4, 2007 г.

16. António T. Margues, Luis M. Durão, António G. Magalhães, João M. Tavares, Delamination analysis of carbon fibre reinforced laminates, 16<sup>th</sup> International Conference on Composite Materials, 2007, Kyoto, Japan

17. Дударев А.С. Конструкции сверел и фрез для алмазно-абразивной обработки стеклопластиков и углепластиков, Известия ТулГУ. Технические науки. 2012. Вып. 1 стр. 361-370

18. Christian W.J.R., DiazDelaO F.A., Atherton K. and Patterson E.A. An experimental study on the manufacture and characterization of in-plane fibre-waviness defects in composites, Cite this article: Christian WJR, DiazDelaO FA, Atherton K, Patterson EA. 2018 An experimental study on the manufacture and characterization of in-plane fibre-waviness defects in composites. R. Soc.opensci5:180082. <http://dx.doi.org/10.1098/rsos180082>

19. Summerscales J. Manufacturing Defects in Fibre Reinforced Plastics Composites, Insight, December 1994, 36(12), pp 936-942

20. Yolken T.H., Matzkanin G.A. Nondestructive Evaluation of advanced Fiber Reinforced Polymer Matrix Composites. A Technology Assessment. NASA/CR-2009-215566, 2009, USA

21. Senthil K., Arockiarajan A., Palaninathan R., Santhosh B., Usha K.M. Defects in composite structures: Its effects and prediction methods – A comprehensive review, Composite structures, 2013, Vol. 106, p.139-149/ DOI: 10.1016/j.compstruct.2013.06.008

22. Hiroyuki Kosukegawa , Yuki Yoshikawa, Ryoichi Urayama, Tetsuya Uchimoto, Toshiyuki Takagi, Non-Destructive Assessment of Fiber Alignment in CFRP using Eddy Current Testing with Differential Type Probe, 19th World

Conference on Non-Destructive Testing 2016,  
[www.ndt.net/article/wcndt2016/papers/we1e1.pdf](http://www.ndt.net/article/wcndt2016/papers/we1e1.pdf)

23. Antonio Fernandez-Lopez, Beatriz Larranaga-Valseiro, Alfredo Guemes, Wrinkle detection with ultrasonic phased array technology, 6<sup>th</sup> International Symposium on NDT in Aerospace, 12-14<sup>th</sup> November 2014, Madrid, Spain  
\_Madrid-Spain, [www.ndt.net/app.aeroNDT2014](http://www.ndt.net/app.aeroNDT2014)

24. White S.R., Kim Y.K. Staged Curing of Composite Materials. Composites Part A, Vol. 27 (No 3), 1996, p. 219-227

25. Schwartz M.M. Composite Materials – Properties, Nondestructive Testing, and Repair, Vol. 1, Prentice-Hall, 1997

26. Gamstedt E.K., Correa E. Mixed-Mode Fibre-Matrix Debonding in Transversal Cyclic Lading of Unidirectional Composite Plies, ECF 15

27. Ramesh Talreja and Chandra Veer Singh Damage and Failure of Composite Materials, Cambridge University Press, NY, 2012, p.315, ISBN 978-0-521-81942-8

28. Nairn J.A. Matrix microcracking in composites. In *Polymer Matrix Composites* Edited R. Talreja and J.A.E. Manson. Elsevier Scienca , 200), pp. 403-432.

29. Hayes B.S., Gammon L.M. Optical Microscopy of Fiber-Reinforced Composites, Chapter 9, 2010, ASM International, [www.asminternational.org](http://www.asminternational.org), ISBN-10:0-61503-044-1



УДК 678.073 : 678.027

## **Высокотермостойкие композиционные материалы ТЕРМОРАН для изделий аэрокосмической техники**

Саморядов А.В.<sup>1</sup>, д.т.н.; Усенко Е.С.<sup>1</sup>

a2612sam@yandex.ru, ues@techprom.net

<sup>1</sup>*ФГБУН Межведомственный центр аналитических исследований в области физики, химии и биологии при Президиуме РАН*

### ***Аннотация:***

*Исследованы свойства и характеристики высокотермостойких стеклонаполненных композиционных материалов на основе полифениленсульфида товарного знака ТЕРМОРАН, особенности их переработки литьем под давлением, приведены примеры применения.*

### ***Ключевые слова:***

*стеклонаполненный полифениленсульфид, литье под давлением.*

## **Вводная часть**

Существенное повышение требований к технологичности, эксплуатационным и габаритно-массовым характеристикам изделий аэрокосмической техники обусловили потребность в высокотехнологичных пластмассах с качественно лучшими технологическими и эксплуатационными характеристиками по сравнению с применяемыми пресс-материалами.

Данная проблема в США и Европе была решена за счет применения композиционных материалов на основе высокотермостойких термопластов, таких как полиэфирэфиркетоны Victrex, полиэфиримиды Ultem и полифениленсульфиды Fortron, Ryton [1–3]. Доступность сырья, простота синтеза и относительно низкая стоимость, предопределили бурное развитие композиционных материалов на основе полифениленсульфида, особенно в Юго-восточной Азии, где темпы роста составляют 30–40% в год [4–5]. В настоящее время материалы на основе ПФС производят более 20 компаний разных стран под торговыми наименованиями: Ryton (Chevron-Phillips, CPC), Fortron (Celanese, Ticona), Tedur (Albis Plastics), Craston (Ciba-Geigy), Primef (Solvay), Supac (GE Plastics) и др., а количество марок превышает 100 наименований [4–6].

Данные материалы, благодаря высокой технологичности и способности эксплуатироваться до 200–250°C уже нашли применение в зарубежной авиакосмической технике, электронике, электротехнике, медицине, автомобилестроении, спортивном инвентаре и т.д. [1–5]. В России до последнего времени аналоги указанных композиционных материалов не производились.

В докладе представлены результаты исследований свойств стеклонаполненных полифениленсульфидов марок ТЕРМОРАН ПФС СВ-40 и ТЕРМОРАН ПФС СВ-40УП, ТУ 20.16.59-001-01531596-2018, работы по

разработке и исследованиям которых осуществляются с 2016 г., а промышленное производство освоено в РФ с 2018 г.

### **Экспериментальная часть**

Материал марки ТЕРМОРАН ПФС СВ-40 представляет собой высокопрочный стеклонаполненный полифениленсульфид, а марки ТЕРМОРАН ПФС СВ-40УП – его ударопрочный аналог. Как видно из данных таблицы 1, материалы ТЕРМОРАН имеют высокие физико-механические, электро- и теплофизические свойства: определение параметров и характеристик материалов осуществлялось по стандартизованным методикам, приведенным в таблице 1.

По комплексу свойств материалы ТЕРМОРАН не уступают лучшим мировым аналогам, наиболее близкими из которых являются стеклонаполненные полифениленсульфиды марок FORTRON 1140L4 (Celanese, Ticona, США) PPS FZ-2140 (DIC Co., Япония), Torelina A504X90 и A674V2 (Toray, Япония), Durafide 1140A4 (Polyplastics, Япония) и др.

Согласно данным термогравиметрического анализа (прибор TGA Q50 фирмы TA Instruments, скорость подъема температуры 10°C/мин.), температура начала потери массы на воздухе стеклонаполненным полифениленсульфидом марки ТЕРМОРАН ПФС СВ-40, определенная согласно ГОСТ Р 56721 (ИСО11358-1:2014), составляет 483°C, а марки ТЕРМОРАН ПФС СВ-40УП – 420°C. Характер термоокислительной деструкции двухстадийный: на первой стадии в интервале температур 410–600°C потери массы составляют порядка 25%, на второй стадии разложения от 600 до 700°C массовые потери составляют около 35% в результате деструкции основной полимерной цепи и конденсированных продуктов, а при температурах выше 700°C формируется коксовый остаток, равный содержанию стеклонаполнителя в материале (40 мас.%).

Свойства стеклонаполненных полифениленсульфидов марок ТЕРМОРАН ПФС СВ-40 и ТЕРМОРАН ПФС СВ-40УП

№ п/п	Наименование параметра, единица измерения	Метод испытаний	Значение параметра для марки	
			ТЕРМОРАН ПФС СВ-40	ТЕРМОРАН ПФС СВ-40УП
<b>Физико-механические характеристики</b>				
1	Прочность при разрыве, МПа	ГОСТ 11262	205	186
2	Модуль упругости при растяжении, МПа	ГОСТ 9550	15960	14500
3	Изгибающее напряжение при максимальной нагрузке, МПа	ГОСТ 4648	291	278
4	Модуль упругости при изгибе, МПа	ГОСТ 4648	14100	12620
5	Ударная вязкость по Шарпи образца без надреза (23° С) в ребро, кДж/м <sup>2</sup>	ГОСТ 4647	53,0	63,0
6	Водопоглощение за 24 часа, %	ГОСТ 4650	0,02	0,02
7	Плотность, г/см <sup>3</sup>	ГОСТ 15139	1,65	1,60
<b>Электрофизические характеристики</b>				
8	Удельное объемное электрическое сопротивление, Ом·см	ГОСТ 6433.2	6·10 <sup>16</sup>	6·10 <sup>16</sup>
9	Удельное поверхностное электрическое сопротивление, Ом	ГОСТ 6433.2	4·10 <sup>16</sup>	10 <sup>16</sup>
10	Электрическая прочность, кВ/мм,	ГОСТ 6433.3	28	32
11	Тангенс угла диэлектрических потерь при частоте 10 <sup>6</sup> Гц	ГОСТ 22372	0,0024	0,0026
12	Диэлектрическая проницаемость при частоте 10 <sup>6</sup> Гц	ГОСТ 22372	4,0	3,9
<b>Теплофизические характеристики</b>				
13	Температура изгиба под нагрузкой 1,8 МПа, °С	ГОСТ 12021	271	265
14	Коэффициент линейного теплового расширения, град <sup>-1</sup>	ГОСТ 32618.2	14·10 <sup>-6</sup>	15·10 <sup>-6</sup>
15	Теплопроводность, Вт/м·К	ISO 2207-2	0,36	0,35
16	Стойкость к горению (категория)	ГОСТ 28157	ПВ-0	ПВ-0
17	Стойкость к воздействию нагретой проволоки, °С	ГОСТ 27483	960	960
<b>Технологические характеристики</b>				
18	Показатель текучести расплава (320°С, 5 кг·с), г/10 мин.	ГОСТ 11645	55	30
19	Термостабильность (320°С), мин.	ГОСТ 11645	20	20
20	Технологическая усадка (по направлению течения расплава), %	ГОСТ 18616	0,38	0,39

Температуры плавления, кристаллизации и стеклования, установленные методом дифференциальной сканирующей калориметрии

(прибор DSC 6000 фирмы Perkin Elmer) по методикам ГОСТ 55134 (ISO 11357-1:2009) и ГОСТ Р 55135 (ISO 11357-2:1999), составляют:

- температурная область стеклования ( $T_g$ ) – 90–135°C;
- температурная область кристаллизации – 230–200°C;
- температурная область плавления кристаллитов – 260–290°C.

Температуры фазовых и релаксационных переходов определяли методом динамического механического анализа (ДМА) на ротационном вискозиметре модели AR2000Ex фирмы TA Instruments (скорость подъема температуры 5 °C/мин.): на образец с частотой 1 Гц прикладывается синусоидальная деформация, составляющая 0,03% от прочности при сдвиге материала образца, т.е. деформация, не приводящая к какому-либо изменению анализируемого материала [7].

Как видно из данных ДМА образцов материалов (рис. 1), модуль накопления  $G'$  (красные линии) образцов обеих марок остается неизменным до температуры ~90°C, несколько снижается в области 100–150°C, а затем стабилизируется вплоть до 250°C. Такой характер изменения модуля накопления, а также модуля потерь  $G''$  (синие линии) [7] соответствует фазовому переходу (стеклованию) полифениленсульфида, хорошо коррелирующим с данными ДСК.

В области низких температур вплоть до минус 196°C на кривых ДМА отсутствуют какие-либо перегибы (отклонения), характерные для релаксационных переходов, что должно обеспечить возможность использования материалов при очень низких температурах. Проведенные с положительным результатом испытания изделия с корпусом из материала марки ТЕРМОРАН ПФС СВ-40 показали, что он обеспечил надежное функционирование и работоспособность изделия при температуре жидкого азота (минус 196°C).

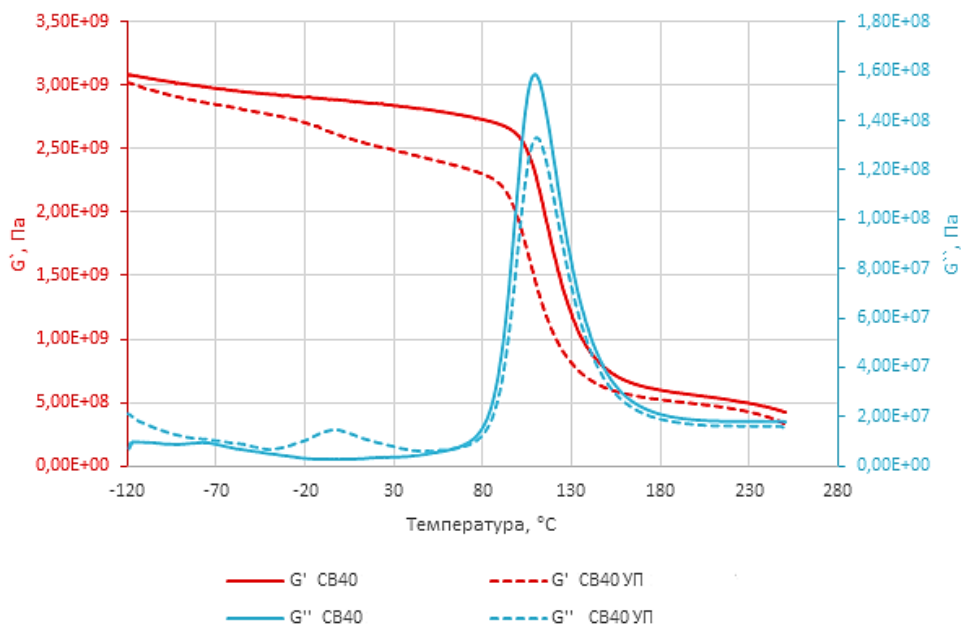


Рис. 1 – Результаты ДМА стеклонаполненного полифениленсульфида марок

### ТЕРМОРАН ПФС СВ-40 и ТЕРМОРАН ПФС СВ-40УП

Область работоспособности материала определяли по методу Слонимского–Аскадского по ГОСТ 9.715: релаксация напряжения в образце материала измерялась при постоянной начальной деформации сжатия и непрерывном росте температуры с заданной скоростью 2°С/мин. В результате теплового расширения в неподвижно закрепленном образце возникают напряжения, возрастающие по мере роста температуры, но при достижении температуры фазовых переходов полимера напряжения начинают быстро релаксировать и снижаются.

Сплошная линия, проведенная по точкам этих максимумов, ограничивает область напряжений и температур, в которой материал способен работать как физически твердое тело, т.е. область работоспособности материала.

Как видно из рис. 2, первые максимумы на кривых неизотермической релаксации напряжения материала появляются при сравнительно низких

температурах (от отрицательных температур до 90–100°C), но высоких механических напряжениях (рис. 2).

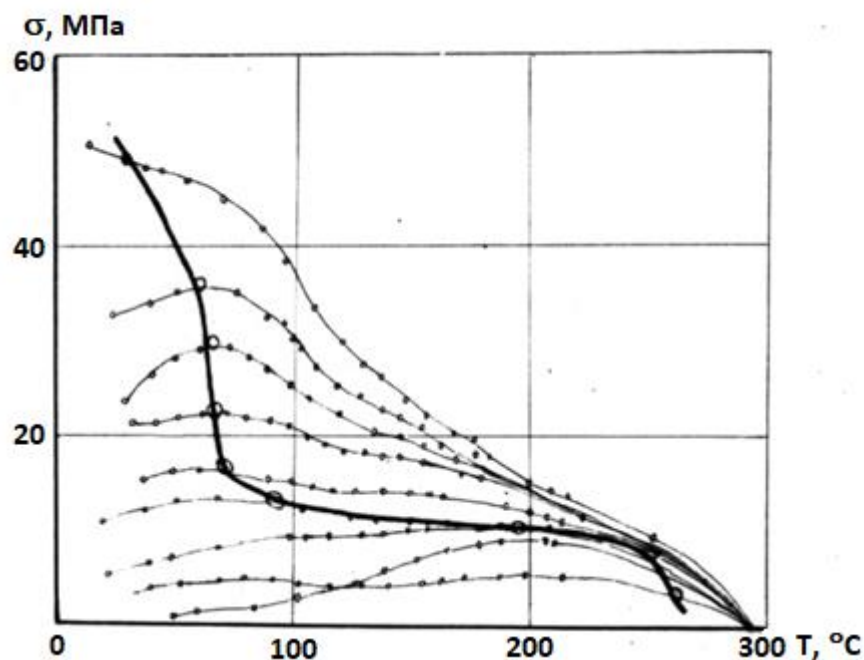


Рис. 2 – Область работоспособности стеклонаполненного полифениленсульфида марки ТЕРМОРАН ПФС СВ-40

С дальнейшим ростом температуры в области более низких напряжений появляется новый максимум, что характерно для частично-кристаллических полимеров, и еще одна область работоспособности (от 100 до 260–270°C), в которой имеет место стабилизация прилагаемых напряжений: сохранение формы образца при нагрузках 10–15 МПа обусловлено кристаллической фазой ПФС, при плавлении которой происходит полная релаксация прилагаемых напряжений.

Высокая теплостойкость при изгибе, который по ГОСТ 12021 (ИСО 75-1,2) при нагрузке 1,8 МПа (таблица 1), обеспечивает возможность длительной эксплуатации изделий до 240°C и кратковременно – до 270°C.

Таким образом, из приведенных выше данных можно констатировать, что температурный интервал безопасной эксплуатации деталей и образцов из стеклонаполненных полифениленсульфидов марки ТЕРМОРАН составляет



от минус 196 до примерно 90–100°C, а при небольших нагрузках или в отсутствие таковых – почти до температуры плавления кристаллической фазы полимера.

Стеклонаполненные полифениленсульфиды обеих марок в широком температурном диапазоне имеют достаточно низкий  $(14-16) \cdot 10^{-6}$  град<sup>-1</sup> (что в точности соответствует цветным металлам и сплавам) и стабильный показатель коэффициента линейного теплового расширения (ГОСТ 32618-2 /ISO 11359-2:1999/, прибор ТМА Q400ЕМ фирмы TA Instruments), что обеспечивает получение прочных и герметичных армированных металлической арматурой конструкций из данного материала.

Материалы ТЕРМОРАН являются негорючими и имеют высшую категорию стойкости пластмасс к горению (таблица 1) - категория ПВ-0 по ГОСТ 28157 (V-0 по UL 94).

Испытаниями на пожароопасность по ГОСТ 27483 (МЭК 695-2-1-80) установлена стойкость к воздействию нагретой проволоки в 960°C (таблица 1), что позволяет использовать материалы ТЕРМОРАН для оборудования под постоянной нагрузкой для эксплуатации в жестких условиях.

Стеклонаполненные полифениленсульфиды обеих марок относятся к гидрофобным материалам и характеризуются очень низким водопоглощением, составляющим 0,02 мас. % (таблица 1).

Испытания материала марки ТЕРМОРАН ПФС СВ-40 по ГОСТ 10315 выдержкой образцов в климатической камере в атмосфере воздуха с относительной влажностью  $(93 \pm 2)\%$  и температуре  $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$  (влагостойкость), а также в дистиллированной воде при температуре  $(23 \pm 0,5)^\circ\text{C}$  (водостойкость), показали, что изменения геометрических размеров и массы образцов в результате экспозиции в течение 12 месяцев составили всего 0,025 и 0,038% и 0,032% и 0,080%, соответственно.

Проведенными исследованиями и испытаниями на стойкость к эксплуатационным и внешним воздействующим факторам установлено, что стеклонаполненный полифениленсульфид ТЕРМОРАН:

– устойчив к многократному изменению температуры (термоциклостойкость) по ГОСТ РВ 20.57.416 (метод 205-1) в диапазонах температур от -70 до 90°С и от -60 до 125 °С;

– обладает высокой химической стойкостью по ГОСТ 12020: не растворим в известных химических растворителях, стоек к автомобильному и авиационному топливу, ГСМ, очищающим растворителям, растворам кислот и щелочей, электролитам для конденсаторов, моющим средствам;

– грибостоек: стойкость к плесневым грибам по ГОСТ 9.049 по методу 1 составляет 0 баллов, а по методу 2 - 1 балл;

– устойчив к воздействию соляного тумана (камера соляного тумана модели CORROSIONBOX 1000 He) по ГОСТ РВ 20.57.306 (п 5.12) и солнечной радиации (камера испытательная световая /везерометр/ модели Q-Sun Xe-3HSC) по ГОСТ РВ 20.57.306 (п. 5.10);

– выдерживает условия пайки высокотемпературными припоями по ГОСТ РВ 20.57.416 (метод 403-1) и ГОСТ 28211 (расплав 260°С, время 10 с и расплав 350°С, время 3,5 с) и вакуумной металлизации деталей;

– является радиационностойким по ГОСТ 25645.331 и по уровню радиационной стойкости в соответствии с ГОСТ 9.711 относится к I группе (облучение проводилось по ГОСТ 9.706: установка КСВ-500, диапазон мощностей доз гамма-излучения от 10 до 5000 Гр/ч).

По результатам длительных испытаний на климатическое старение установлен гарантийный срок сохраняемости стеклонаполненного полифениленсульфида марки ТЕРМОРАН ПФС СВ-40 в условиях хранения в неотопливаемом складском помещении при равновероятном размещении на

территории РФ в упаковке изготовителя до переработки - 10 лет, а в составе изделий - не менее 30 лет.

Стеклонаполненные полифениленсульфиды марок ТЕРМОРАН ПФС СВ-40 и ТЕРМОРАН ПФС СВ-40УП сертифицированы в системе сертификации ГОСТ Р (сертификат соответствия № РОСС RU.АЮ64.Н09074, срок действия: с 27.03.2019 г. по 26.03.2022 г.) и паспортизованы [8].

Материалы ТЕРМОРАН имеет хорошую текучесть и высокую термостабильность расплава (таблица 1), обеспечивающие переработку литьем под давлением на серийных термопластавтоматах при температуре 310–330°C, давлении литья 70-110 МПа и температуре формы 140–150°C. Продолжительность цикла литья определяется размерами детали и составляет от 10 до 60 секунд.

Наиболее значимое влияние на уровень прочностных свойств, внешний вид и размерную точность изготавливаемых деталей при литье материалов ТЕРМОРАН оказывает температура пресс-формы и скорость впрыска.

Как следует из реологических исследований методом капиллярной вискозиметрии на приборе Smart Rheo 5000 SR50 фирмы Ceast-Instron (рис. 3) вязкость расплава заметно снижается с повышением скорости сдвига и слабо зависит от температуры расплава, из чего следует, что при переработке материала текучесть следует регулировать не повышением температуры, а скоростью сдвига, реализуемой на термопластавтоматах через скорость впрыска расплава в пресс-форму.

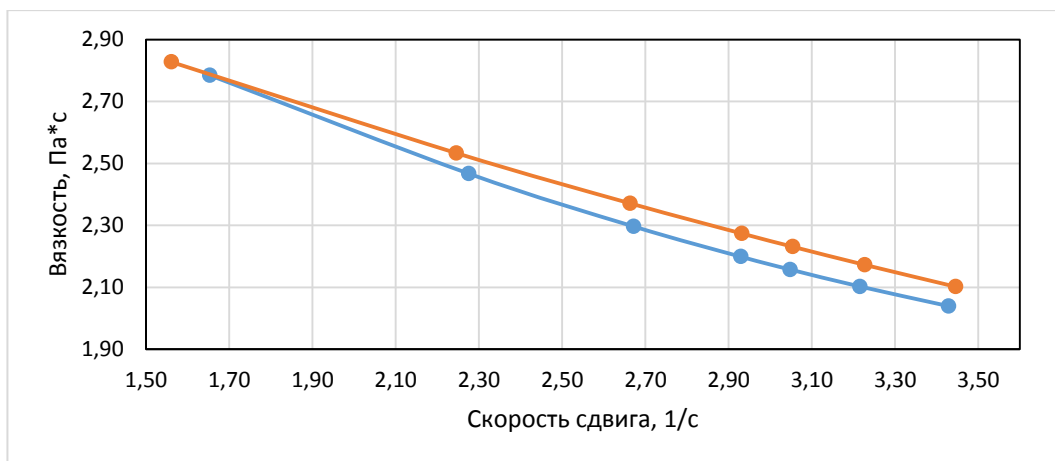


Рис. 3 – Зависимость вязкости расплава стеклонаполненного полифениленсульфида марки ТЕРМОРАН ПФС СВ-40 от скорости сдвига при температуре 310 (верхняя кривая) и 330°C (нижняя кривая)

Температура пресс-формы влияет не только на заполняемость пресс-формы, но и определяет условия формирования кристаллической структуры полифениленсульфида. Как показали ДСК-исследования, при переработке в пресс-форму с температурой 145°C получаемые изделия имеют не только высокие прочностные характеристики и прекрасный внешний вид, но и высокую степень кристалличности (близкую к равновесной кристаллическую структуру) полимера, что должно обеспечить стабильность размеров и основных характеристик изделий в процессе эксплуатации.

Материалы ТЕРМОРАН успешно прошли практическое опробование более, чем на 20 предприятиях показавших, что они по технологичности удовлетворяют требованиям серийного производства и перерабатываются в детали различной конфигурации на термопластавтоматах обычного (стандартного) исполнения.

Практика применения показала, что благодаря хорошим технологическим характеристикам материала ТЕРМОРАН (таблица 1), обеспечивается изготовление тонкостенных (от 0,2 мм), в т.ч. армированных деталей, сложной геометрической конфигурации с высокой размерной точностью (класс точности f по ГОСТ 30893.1) и стабильностью. Детали,

изготовленные из данного материала, не подвержены термическим деформациям и не нуждаются в дополнительной обработке в виде заневоливания после формования.

На рис. 4 приведены примеры использования стеклонаполненных полифениленсульфидов ТЕРМОРАН для изготовления высокоточных армированных тонкостенных (рис. 4а), корпусных деталей сложной конфигурации (рис. 4б), крепежных элементов (рис. 4в), а также силовых толстостенных (толщина стенок от 10 до 40 мм) деталей (рис. 4г) изделий аэрокосмической, специальной, электротехнической и др. видов техники, эксплуатируемой в широком диапазоне температур в жестких условиях внешних воздействующих факторов: температура, влажность, химические и агрессивные среды, различные виды излучений, перепады температур и т.д.

К настоящему времени по результатам эксплуатационных испытаний стеклонаполненный полифениленсульфид марки ТЕРМОРАН ПФС СВ-40 внесен в конструкторскую документацию более 150 деталей изделий, предназначенных для эксплуатации в условиях повышенных механических нагрузок, влажности, высоких электрических потенциалов, электрической дуги и перепадов температур. Применение материалов ТЕРМОРАН обеспечивает по сравнению с прессматериалами снижение трудоемкости изготовления деталей до 10 раз и улучшение габаритно-массовых характеристик до 25%.

Негорючесть, химическая, биологическая, водо- и влагостойкость обеспечили успешное применение стеклонаполненных полифениленсульфидов для замены прессматериалов типа АГ-4В, ДСВ, amino- и фенопластов, а также композиционных материалов на основе полисульфонов, полиарилатов, полифениленоксида, полиамида-66, поликарбоната, полибутилентерефталата и др. термопластов.

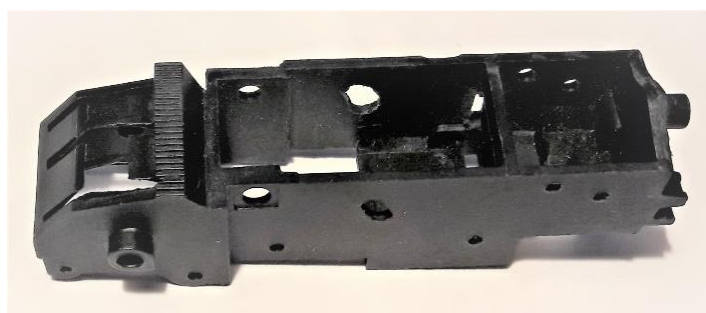
a)



б)



в)



г)



Рис. 4 – Высокоточные (а), корпусные (б), крепежные (в) и толстостенные (г) детали из материала ТЕРМОРАН ПФС СВ-40.

### Выводы и рекомендации

Анализ вышеприведенных результатов исследований показал, что разработанные и освоенные в производстве стеклонаполненные полифениленсульфиды марок ТЕРМОРАН ПФС СВ-40 и ТЕРМОРАН ПФС СВ-40УП имеют высокий уровень прочностных, тепло- и электрофизических



свойств, обладают высокой термической устойчивостью, негорючестью, абсолютной гидрофобностью, пожаростойкостью, стойкостью к эксплуатационным, климатическим и внешним воздействующим факторам, способны эксплуатироваться в широком диапазоне температур от минус 196°С до 240°С, т.е. являются перспективными высокотехнологичными полимерными материалами для применения в изделиях аэрокосмической, специальной и др. видов техники.

Полученные результаты рекомендуется использовать при разработке и производстве деталей изделий аэрокосмической, специальной, электротехнической и др. видов техники, предназначенных для экстремальных условий эксплуатации.

#### Литература

1. Михайлин Ю.А. Термоустойчивые полимеры и полимерные материалы. - СПб.: Профессия, 2006. - 624 с.
2. Михайлин Ю.А. Специальные полимерные композиционные материалы. - СПб. : Научные основы и технологии, 2009. - 660 с.
3. Полифениленсульфид: производство, применение, перспективы // Полимерные материалы. – 2012. - № 2. - С. 40-44.
4. Тенденции рынка полифениленсульфида в мире и России // Евразийский химический рынок. - 2013. - № 10(109). - С. 24–30.
5. Барвинский И.А., Барвинская И.Е. Справочник по литьевым термопластичным материалам / [www.barvinsky.ru](http://www.barvinsky.ru)
6. База полимеров Пластинфо / Сайт: [www.plastinfo.ru](http://www.plastinfo.ru).
7. Грэлльман В., Сэйдлер С. Испытания пластмасс. - М. : НОТ, 2010. - 720 с.
8. Полифениленсульфид стеклонаполненный марок ТЕРМОРАН ПФС СВ-40, ТЕРМОРАН ПФС СВ-40УП. Паспорт. - 2019. - 70 с.



УДК 666.3.7:629.76:536.21

**Влияние типа высокотемпературных армирующих слоев на формирование структуры и свойства трещиностойкого керамического композиционного материала**

Сорокин О.Ю.<sup>1</sup>, к.т.н.; Ваганова М.Л.<sup>1</sup>, к.х.н.; Кузнецов Б.Ю.<sup>1</sup>;

Ляхов А.А.; Житнюк С.В.;

os1981@list.ru

<sup>1</sup>Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)

***Аннотация:***

*В работе методом диффузионной сварки под давлением получены образцы многослойного композиционного материала системы «высокотемпературная керамика - Мо», определены прочностные свойства и характер разрушения.*

*Установлено, что выбранные технологические параметры проведения диффузионной сварки под давлением позволяют получить практически беспористый многослойный композиционный материал со значениями открытой пористости и плотности равными  $P_{откр} \leq 2,2\%$  и  $\rho = (7,0-7,4) \text{ г/см}^3$  соответственно. С помощью метода электронной микроскопии установлено, что образующийся диффузионный слой на границе раздела «металл-керамика» имеет толщину  $d = 46 \pm 10$  мкм.*

*Изучена микроструктура многослойного композиционного материала на основе смеси порошков с различным соотношением элементов Si:B:Mo:C, а также молибденовых фольг толщиной 70–200 мкм.*

*Результаты анализа микроструктуры показывают, что образующийся порошковый слой можно идентифицировать как керамический с металлическими включениями.*

*Проведена предварительная оценка термохимической совместимости исходных компонентов композиционного материала. Показано, что для уменьшения толщины диффузионного слоя необходимо нанесение специального барьерного покрытия на Mo фольги непосредственно перед проведением процесса диффузионной сварки под давлением.*

*Установлено, что полученный композиционный материал обладает более высокой трещиностойкостью по сравнению с монолитной керамикой аналогичного состава.*

***Ключевые слова:***

*многослойный композиционный материал, прессование, искровое плазменное спекание, микроструктура, изгиб.*

## Введение

Для повышения КПД газотурбинных двигателей (ГТД) нового поколения требуются высокотемпературные материалы, обладающие балансом свойств жаростойкости, жаропрочности, трещиностойкости, сопротивления ползучести и др.[1–5].

Современные жаропрочные сплавы на основе интерметаллидов, например семейства сплавов ВКНА, обладают высоким сопротивлением высокотемпературному окислению, работоспособны при температуре до 1250°C (кратковременно), однако при этом интерметаллидные сплавы имеют высокую плотность и стоимость [6].

Монолитные керамические материалы на основе карбида и нитрида кремния ( $\text{SiC}$ ,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) потенциально позволяют повысить рабочую температуру наиболее теплонагруженных элементов конструкций камеры сгорания, турбины высокого и низкого давления, однако до сих пор несмотря на солидный объем работ, проведенный в РФ и за рубежом в период 70х-90х годов по их разработке, стендовым испытаниям, данные материалы пока не нашли своего практического применения в авиационных ГТД. Основной причиной является недостаточная надежность керамических конструкций и деталей на их основе, определяемая низким значением коэффициента интенсивности напряжений на уровне  $K_{IC}=(3-9) \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$  [7-8].

По некоторым оценкам для наиболее теплонагруженных статических деталей ГТД значение  $K_{IC}$  должно составлять  $15 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$ , а для роторных деталей – не менее  $20 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$ [9].

На сегодняшний день определенных успехов добились научные коллективы, проводящие работы по разработке высокотемпературных сплавов на основе систем, например, Co-Re, Nb-Si, Mo-Si-B, с рабочими температурами 1300°C и более [10–11].

Компании General Electric удалось достичь наибольшего успеха по практическому применению высокотемпературных материалов в ГТД с рабочими температурами 1300°C и выше. Керамические композиционные материалы класса SiC/SiC удалось внедрить в конструкции ГТД двигателей семейства LEAP, а в ближайшей перспективе планируется опробование с последующим внедрением в ГТД семейства GE9X, ADVENT [12].

Практический интерес также представляют многослойные композиционные материалы, в которых чередование керамических и металлических слоев с высоким и низким значением модуля упругости позволяет заметно повысить значение трещиностойкости композиционных материалов данного класса до уровня  $K_{IC}=(12,0-20,5) \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$  [14–15].

Целью данной работы является исследование микроструктуры многослойного композиционного материала системы «высокотемпературная керамика – Мо», прочностных свойств и его характера разрушения.

Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 14.1.: Конструкционные керамические композиционные материалы («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [1].

### **Экспериментальная часть**

В качестве исходных компонентов использовали смесь порошков с различным соотношением элементов Si:В:Мо:С, а также молибденовые фольги толщиной 70–200 мкм.

Для получения суспензии предварительно измельченную порошковую смесь смешивали с изопропиловым спиртом, а затем наносили на поверхность молибденовой фольги.

Пакет высотой  $h=5$  мм и длиной стороны  $a=50$  мм, состоящий из молибденовых фольг с нанесенной суспензией, просушивали в сушильном шкафу, а затем выкладывали в графитовую пресс-форму для проведения

процесса диффузионной сварки под давлением на установке искрового плазменного спекания FCT H-HP D 25 (Германия) при давлении прессования не менее 30 МПа и температуре  $T \approx 0,9 \cdot T_{\text{кер}}$ , где  $T_{\text{кер}}$  – температура спекания слоя суспензии.

Для проведения сравнительных испытаний прочностных свойств на установке искрового плазменного спекания FCT H-HP D 25 (Германия) был изготовлен монолитный образец из порошковой смеси – образец №4.

Кажущуюся плотность и открытую пористость экспериментальных образцов определяли методом гидростатического взвешивания в соответствии с ГОСТ 473.4-81 на электронных весах GR-200 (Япония) с применением дистиллированной воды в качестве насыщающей жидкости. Значения открытой пористости и кажущейся плотности вычисляли как среднее значение по 3-м образцам.

Исследование микроструктуры экспериментальных образцов изучали с помощью растрового электронного микроскопа Verios 460 XHR (США), оснащенного энергодисперсионным спектрометром «X-Max».

Исследование прочностных свойств КМ проводили на универсальной электродинамической испытательной машине Instron ElectroPuls E1000 (США). Образцы размером 5x5x55 мм испытывали на трехточечный изгиб в исходном состоянии, после нанесения концентратора напряжений в виде надреза, а также после появления усталостной трещины, выращенной из надреза.

### **Обсуждение результатов**

Разработка многослойных композиционных материалов, в частности системы «керамика - металл», подразумевает решение сложных как научных, так и технологических задач [16]. Необходимо, чтобы керамическая и металлическая фазы обладали термохимической стабильностью в диапазоне рабочих температур (длительно) вплоть до температуры спекания

(кратковременно). Чрезмерная химическая активность компонентов многослойного композиционного материала способствует образованию значительного по толщине реакционного слоя высокой плотности, который приводит к охрупчиванию материала вследствие образования новых керамических соединений и/или твердых растворов соединений на границе раздела «керамика - металл». Для сохранения «квазипластичного» характера разрушения материала толщина диффузионного слоя должна быть стабильной или изменяться незначительно в течение нескольких тысяч часов при рабочей температуре.

Металлическая и керамическая фазы также должны быть термомеханически совместимыми, т.е. иметь близкие значения температурных коэффициентов линейного расширения (ТКЛР), в противном случае в процессе нагрева и охлаждения в КМ будут возникать напряжения, приводящие к образованию трещин.

Учитывая особенности работы наиболее теплонагруженных деталей ГТД в различных режимах полета композиционный материал должен обладать достаточной стойкостью к тепловому удару, жаропрочностью, сопротивлением ползучести.

Детали ГТД подвергаются длительной высокотемпературной газовой коррозии продуктами сгорания топлива –  $O_2$ ,  $N_2$ ,  $CO_2$ ,  $H_2O$ . В связи с этим, необходима многоуровневая система защиты КМ от длительного воздействия продуктов сгорания топлива, которая должна обладать свойствами термобарьерного покрытия, а также защищать от коррозии и эрозии, быть устойчивой к попаданию посторонних предметов.

Наконец, необходимым требованием к КМ для изготовления изделий сложной конфигурации является его способность к механической и иным видам обработки.

Для получения композиционного материала в настоящей работе был выбран молибден по ряду причин, основными из которых являются:

- 1) Высокая удельная прочность;
- 2) Относительно невысокая стоимость;
- 3) Наилучшая проработанность методов защиты Мо и материалов на его основе от длительной высокотемпературной газовой коррозии.

В настоящей работе была исследована возможность применения молибденовых фольг различной толщины для изготовления многослойных пакетов системы «керамика - металл», проведена первичная оценка химической совместимости керамического слоя с молибденовой фольгой при проведении процесса диффузионной сварки под давлением, получены предварительные данные по прочностным свойствам композиционного материала при комнатной температуре.

### *Исследование микроструктуры КМ*

Нанесение слоя порошковой суспензии состава Si-B-Mo-C на молибденовую фольгу во всех случаях было односторонним. В таблице 1 представлены свойства КМ с разным содержанием элементов Si:B:Mo:C.

Таблица 1

Свойства КМ до и после проведения диффузионной сварки (ДС) под давлением

№ п/п	КМ	Толщина Мо фольги, мкм	Свойства КМ после ДС под давлением	
			Плотность $\rho$ , г/см <sup>3</sup>	Пористость $P_{откр}$ , %
1	КМ №1	70	7,0	2,0
2	КМ №2	200	7,1	2,2
3	КМ №3	200	7,4	0,2
4	КМ №4	-	3,3	1,4

Микроструктура поперечного сечения образца состава №2 с толщиной Мо фольги равной 200 мкм после проведения диффузионной сварки (ДС) под



давлением приведена на рисунке 1. На электронном снимке можно выделить 3 характерные области, заметно отличающиеся по цвету.

Фотографии микроструктуры выполнены в режиме композиционного контраста, изображение в котором формируется обратно отраженными электронами. Контраст изображения определяется средним атомным номером исследуемой области, т.е. чем выше средний атомный номер исследуемой области, тем светлее данный участок выглядит на снимке.

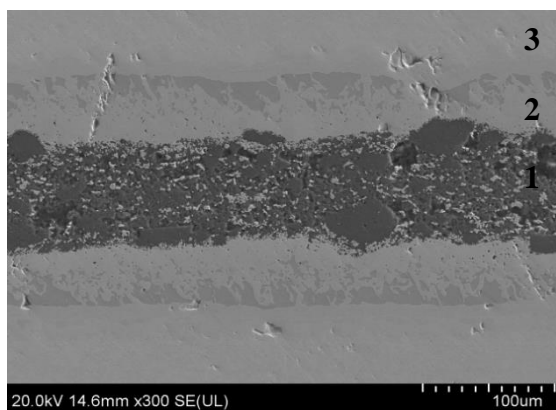


Рис. 1 – Микроструктура многослойного композиционного материала состава №2

Область белого цвета с номером 3 соответствует молибденовой фазе, серая область с номером 2 является диффузионным слоем, а область темного цвета с номером 1 – порошок элементного состава Si-B-Mo-C.

Характерной особенностью порошкового, диффузионного и металлического слоев как это следует из рисунка 1 является равномерность их толщины в плоскости, параллельной направлению слоев.

Детальный анализ микроструктуры границы раздела «керамика - металл» показал, что первоначальная толщина металлического слоя равная ~200 мкм уменьшилась и составила толщину  $d=(156\pm 17)$  мкм, толщина диффузионного слоя  $d=(46\pm 10)$  мкм, толщина керамического слоя  $d=(75\pm 8)$  мкм.

В случае применения Mo фольги толщиной 70 мкм (образец состава №1) в структуре КМ присутствуют только 2 непрерывные области:

диффузионный слой с включениями Mo и порошковый слой состава Si-B-Mo-C.

Анализ значений плотности и открытой пористости образцов КМ показал, что при выбранной температуре спекания и времени выдержки не более 20 минут удастся получить плотные материалы со значением открытой пористости  $P_{откр} \leq 2,2\%$ , что сопоставимо со значением пористости  $P_{откр} = 1,4\%$  монолитной керамики аналогичного состава.

Увеличение Mo-содержащей составляющей в порошковом слое с 20 до 38 масс.% позволяет добиться более полного спекания, что подтверждается снижением значения открытой пористости образцов с 2,2% до 0,2%.

Выбранная в процессе спекания температура прессования ( $T_{пресс}$ ) позволяет добиться получения практически беспористого материала с диффузионным слоем на границе раздела «металл-керамика» толщиной  $d = 46 \pm 10$  мкм, что сопоставимо с толщиной диффузионного слоя  $d = 50$  мкм в КМ на основе системы Mo-MoSi<sub>2</sub>-SiC, полученном в работе [17] методом горячего прессования при температуре спекания  $T_{пресс} = 1600^\circ\text{C}$  и времени выдержки  $t = 1$  ч.

Таким образом, полученные экспериментальные результаты указывают на то, что Mo обладает невысокой термохимической совместимостью с порошковым слоем состава Si-B-Mo-C при повышенных температурах по сравнению с другими тугоплавкими металлами, такими как Nb и Ta. А спеченный порошковый слой можно характеризовать как керамический с металлокерамическими включениями. В работах [16-17] приводятся данные по толщине диффузионных слоев в КМ на основе систем Nb-MoSi<sub>2</sub> ( $T_{пресс} = 1500^\circ\text{C}$ ,  $P_{пресс} = 30$  МПа), Ta-MoSi<sub>2</sub>-SiC ( $T_{пресс} = 1600^\circ\text{C}$ ,  $P_{пресс} = 27$  МПа), равные соответственно 17,5 мкм и 10 мкм, что в 3-4,5 раза меньше по сравнению с толщиной диффузионного слоя рассматриваемой в настоящей работе системы. Очевидно, что для более полного исследования

термохимической совместимости исходных компонентов композиционного материала необходимо проведение длительных высокотемпературных испытаний. Кроме того, что для уменьшения толщины диффузионного слоя, по всей видимости, необходимо нанесение специального барьерного покрытия на Мо фольги непосредственно перед проведением процесса диффузионной сварки под давлением.

### *Исследование прочностных свойств КМ*

На рисунке 2 представлены диаграммы изгиба образцов №2 и №4 в исходном состоянии и образца №2 с усталостной трещиной. Усталостная трещина была выращена в образце из концентратора в виде надреза с радиусом 0,32 мм в его вершине. Трещину выращивали при жестком нагружении при изгибе образца. Для этого задавали прогиб образца равный 0,12 мм в процессе усталостного синусоидального нагружения с частотой 10 Гц.

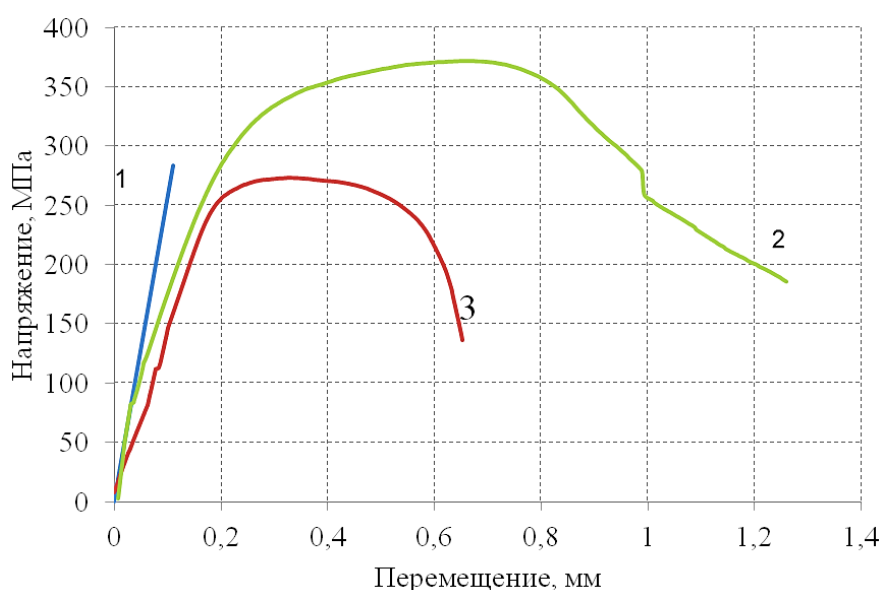


Рис. 2 – Диаграммы «напряжение - прогиб»: 1 – образца №4 из монолитной керамики; 2 – образца №2 в исходном состоянии; 3 – образца №2 с усталостной трещиной

Диаграмма изгиба образца №4 (кривая 1 на рисунке 2) из монолитной керамики имеет линейную зависимость напряжения от величины прогиба,

что, в совокупности с видом разрушенного образца, приведенном на рисунке 3, говорит о хрупком поведении материала.

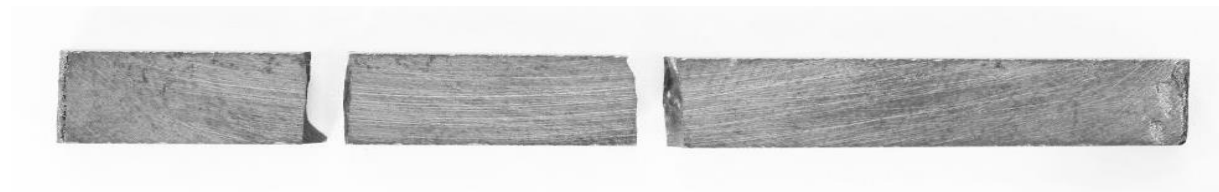


Рис. 3 – Фотография разрушенного образца № 4 после испытания на статический изгиб

Вид диаграммы изгиба образца №2 в исходном состоянии (2), а также снимок образца после испытания, приведенный на рисунке 5, хорошее сопротивление материала процессу разрушения образца. Появлению трещины предшествует значительная пластическая деформация. Рост трещины также сопровождается пластической деформацией металлических слоев в ее вершине. Как это следует из рисунка 4, при статическом изгибе образца №2 с усталостной трещиной (зависимость 3 на рисунке 2), также как и образца №2 в исходном состоянии (зависимость 2 на рисунке 2) оба образца не были разрушены окончательно. Удалось остановить процесс разрушения, прекратив нагружение образцов в обоих случаях, что говорит о высокой энергоемкости, требуемой для их разрушения.

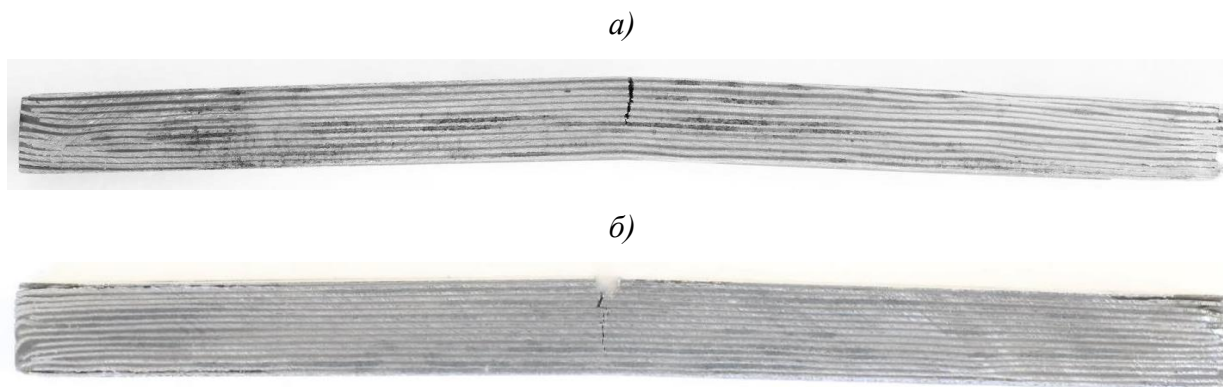


Рис. 4 – Фотография образца №2 после испытания на статический изгиб: а – исходного образца; б – образца с усталостной трещиной

Фотография области разрушения образца из КМ с усталостной трещиной после проведения испытания на статический изгиб приведена на

рисунке 5. Видно, что направление развития трещины изменилось при ее входе в керамический слой. Трещина начала развиваться параллельно слоям фольги.

Рассчитать коэффициент интенсивности напряжений образца из КМ при таком виде усталостной трещины не удалось, однако вид диаграммы изгиба и образца после испытания свидетельствуют о существенно более высокой трещиностойкости многослойного композиционного материала по сравнению с монолитной керамикой аналогичного состава.

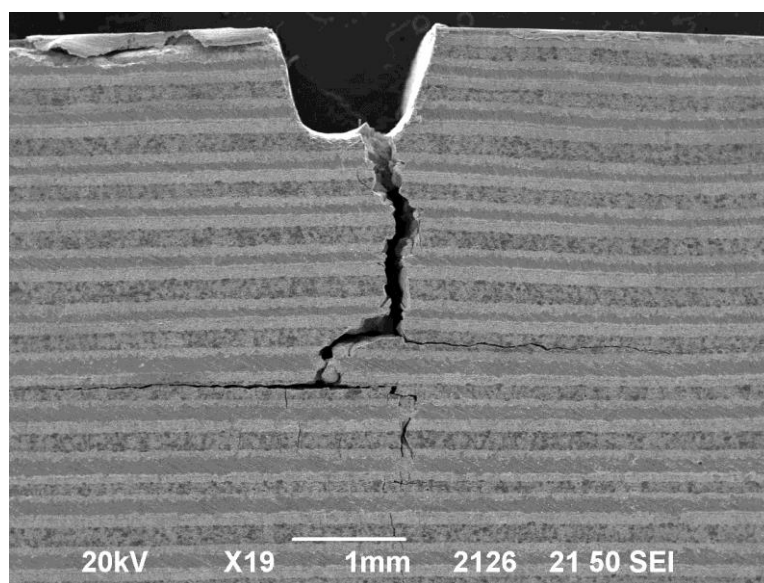


Рис. 5 – Область разрушения образца с усталостной трещиной после испытания на статический изгиб

Таким образом, по результатам проделанной работы можно сделать следующие выводы:

1) Применение метода искрового плазменного спекания позволяет получить плотный многослойный КМ со значением открытой пористости не более 2,2% и плотностью (7,0–7,4) г/см<sup>3</sup>;

2) Микроструктура композиционного материала сохраняет свою многослойную структуру после проведения процесса спекания, состоящую

из последовательно чередующихся металлического, диффузионного и порошкового слоев;

3) Результаты анализа микроструктуры и РФА и РМСА показали, что образующийся порошковый слой можно идентифицировать как керамический с металлическими включениями.

4) Многослойная структура композиционного материала позволяет обеспечить более высокое сопротивление композиционного материала процессу разрушения по сравнению с монолитной керамикой аналогичного химического состава.

Авторы выражают благодарность коллегам по лаборатории Осину И.В., Головкину Г.Н., а также другим сотрудникам ФГУП «ВИАМ»: Филоновой Е.В., Журавлевой П.Л., Карачевцеву Ф.Н., Лашову О. А. за помощь в проведении процессов прессования образцов, подготовки и анализа их микроструктуры, проведении рентгеноструктурных исследований, механических испытаний, обсуждении результатов и ценные замечания.

#### Литература

1. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. №1 (34). С. 3-33. DOI:10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.

2. Mileiko S.T. High temperature molybdenum matrix composites / S.T. Mileiko// Ceramics International. (2018), <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.08.296> (in print).



3. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Светлов И.Л. Высокоэффективное охлаждение лопаток горячего тракта ГТД // Авиационные материалы и технологии. 2017. №2. С. 3–14. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-2-3-14.

4. Kablov E.N., Zhestkov B.E., Grashchenkov D.V., Sorokin O.Yu., etc. Investigation of the oxidative resistance of high-temperature coating on a SiC material under exposure to high-enthalpy flow // High Temperature, 2017. Vol.55. No.6. P.873–879. DOI: 10.7868/S0040364417060059.

5. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Вершков А.В. Редкие металлы и редкоземельные элементы – материалы современных и будущих высоких технологий // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2013. №2. ст. 01 URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 04.12.2018).

6. Оспенникова О.Г. Разработка научных основ создания нового поколения литейных жаропрочных наноструктурированных никелевых сплавов пониженной плотности с требуемым комплексом механических свойств. автореф. дис. ...докт. тех. наук: 05.16.09/ Оспенникова Ольга Геннадиевна. - М., 2018 г. - 34 с.

7. Nozhnitsky Y.A., Fedina Y.A., Rekin A.D., etc. Development and investigation of ceramic parts for gas-turbine engines / International Gas Turbine and aeroengine congress and exhibition // 1997. Orlando. Florida. 2-5 June. P. 1–8.

8. Келина И.Ю., Чевыкалова Л.А., Русин М.Ю., Забежайлов А.О. Опыт разработки высоко- и ультравысокотемпературных керамических материалов на основе тугоплавких нитридов и диборидов и перспективы их развития // Тр. конф. «Высокотемпературные керамические композиционные материалы и защитные покрытия». М.: ФГУП «ВИАМ», 2014. С. 1–31.

9. Roode M. V. Ceramic gas turbine development: need for a 10 year plan // Journal of Engineering for gas Turbine and Power, 2010. Vol.132. №1. P. 1–7.



10. Mukherjia D., Röslera J., Strunzb P. Beyond Ni-based superalloys: Development of CoRe-based alloys for gas turbine applications at very high temperatures // *Int. J. Mat. Res.*, 2011. Vol. 102, №9. P. 1125-1132.

11. Gombola C., Schliephake D., Heilmaier M., Perepezko J. H. Enhanced oxidation resistance of Ti-rich Mo-Si-B alloys by pack-cementation process // Conference «Beyond Nickel-Based Superalloys II», 17-21 July. 2016. Cambridge University.

12. Оспенникова О.Г. Тугоплавкие сплавы для новой техники / О.Г. Оспенникова, В.Н. Подъячев, Ю.В. Столянков // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн.*, 2016. №10. С. 55–64. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 02.11.2018). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-10-5-5.

13. Corman S. G., Luthra K.L. Development history of GE's prepreg melt infiltrated ceramic matrix composite material and application // *Comprehensive Composite Materials II*, 2018. Vol.5. P. 325–328.

14. M. K. Jain, J. Subrahmanyam, S.Ray. Development of Mo and Ta foil reinforced (MoSi<sub>2</sub>+20 vol.% SiCp) matrix laminated composites // *Advanced Materials Research*, 2012. Vol. 585. P. 306–310.

15. Коржов В.П., Кийко В.М., Прохоров Д.В. Структура и жаропрочность слоистых композитов тугоплавких металлов твердофазного способа получения // *Сб. междунар. симпозиума «Перспективные материалы и технологии»*. М.: МИСиС. 2017. С. 6–8.

16. Борисова А.Л. Совместимость тугоплавких соединений с металлами и графитом. К.: Наукова думка. 1985. 248 с.

Borisova A.L. *Sovmestimost' tugoplavkikh soedinenii s metallami I grafitom* [Compatibility of refractory compounds with metals and graphite]. Kiev., Naukova Dumka, 1985. 248 p.

16. Sang-Pill L., Jin P., Hideharu F. Effect of interfacial shear strength on impact properties of Nb/MoSi<sub>2</sub> laminated composites // Materials Transactions JIM. 2000. Vol. №7. P. 831–836.

17. M. K. Jain, J. Das, J. Subrahmanyam, M. K. Jain, S. Ray. Interfacial characterization in ductile refractory metals reinforced MoSi<sub>2</sub> based laminated composites // International Journal of Refractory Metals & Hard Materials, 2017. Vol. 66. P. 258–270.

УДК: 669; 662.76

**Новые технологии и сплавы алюминия для  
получения водородного топлива для автомобилей**

Терещук В.С.<sup>1</sup>; Троицкий О.А.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>ИМАШ РАН

***Аннотация:***

*Приведены отдельные сведения о сплавах на основе алюминия для получения водорода при взаимодействии их со слабощелочной и дистиллированной водой.*

***Ключевые слова:***

*алюминиевые сплавы.*

Одной из проблем XXI века является проблема быстрого истощения топливно-энергетических ресурсов Земли. На смену углеводородному сырью, которого должно хватить на ближайшие 50–70 лет, придут ядерное топливо и возобновляемые экологически чистые источники энергии. К возобновляемым источникам энергии относится также и водород, который при сжигании с кислородом образует воду, а из воды опять получаем водород или электролизом или с помощью химических реакций. Водород с помощью топливных элементов превращается в электроэнергию.

Основными потребителями водорода в ближайшем будущем станет транспорт: наземный, водный и воздушный.

15 апреля 1988 года самолет Ту-155 совершил первый полет (экипаж под руководством летчика-испытателя В. Севанакаева). Это была одна из глобальных программ советского времени по замене нефтяного углеводородного топлива альтернативным и экологически чистым, т.е. водородом. В самолете была установлена емкость объемом 17,5 куб. метров, частично заполненная жидким водородом.



Рис. 1 – Вид самолета Ту-155

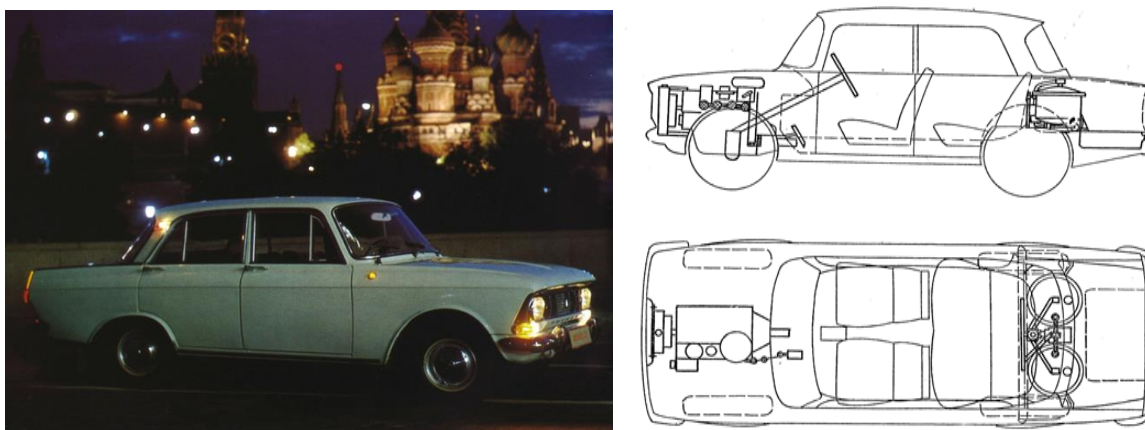
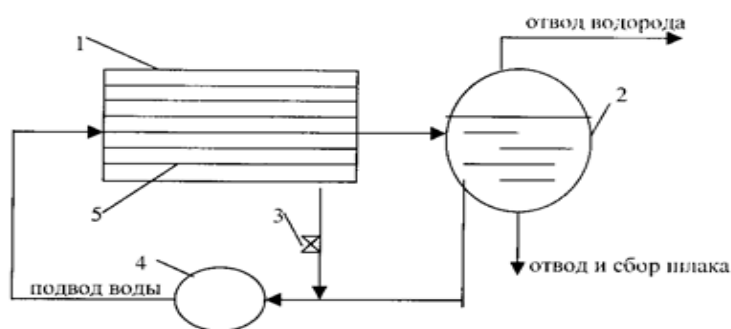


Рис. 2 – Вид автомобиля и схема установки газогенератора



1 – корпус газогенератора, 2 – ресивер, 3 – кран слива воды, 4 – насос, 5 – пластины активированного А1

Рис. 3 - Схема газогенератора водорода

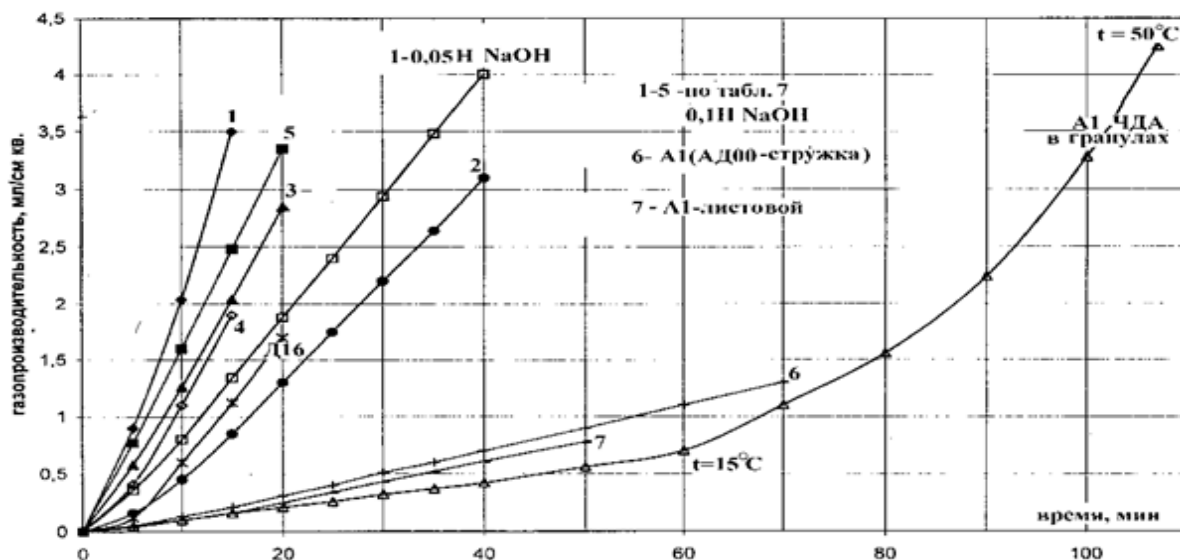


Рис. 4 – Газопродуктивность по водороду для различных А1-ых сплавов в растворе 0,1 N NaOH. Экспериментальные кривые 1-5 соответствуют сплавам приведенным в таблице 1. Кривая 1 – 0,05 соответствует сплаву №1 испытанному в растворе 0,05N NaOH, 8 – сплав Д16, 6 – стружка А1 марки АД00, 7 – листовый электротехнический А1, 9 – А1 ЧДА в гранулах, испытанный в диапазоне температур 15–50°C. Результат по образцу №6 на графике не приводится, чтобы не загромождать соседние кривые – он проходит ровно между результатами образцов №1 и №5.

Таблица 1

Процентный состав разработанных и испытанных сплавов

№ сплава	Al	Cu	Mg	Zn	Fe
1	96	4	-	-	-
2	99	1	-	-	-
3	94,5	4	1,5	-	-
4	90,5	4	1,5	4	-
5	92	4	-	4	-
6	91	4	-	4	1

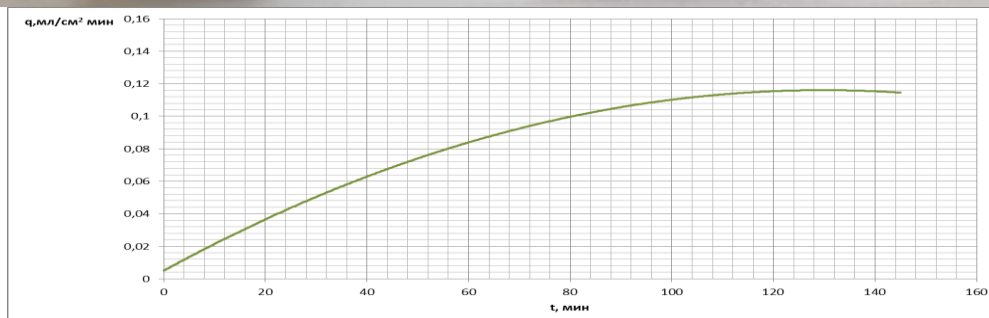
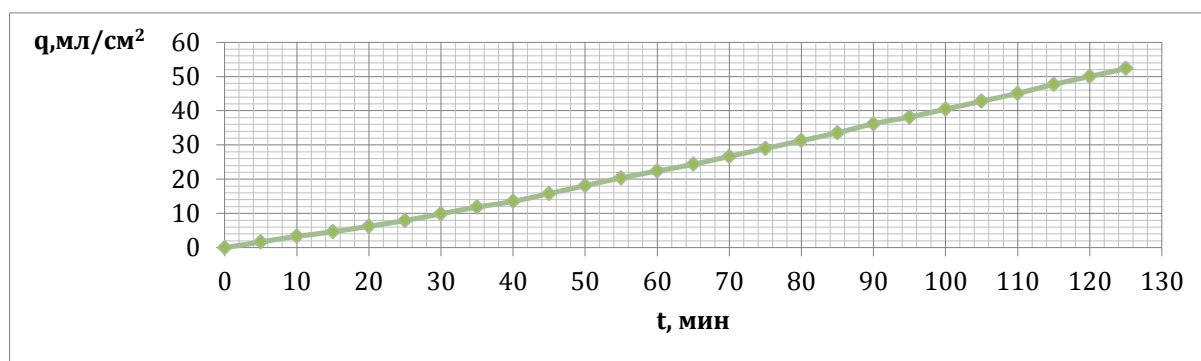


Таблица 2

Сравнение систем питания автомобиля

Система питания автомобиля	Объем топливного бака (ТБ), Л	Вес топлива + вес ТБ, кг
Сжиженный водород	157	12 + 164
Газобаллонная система	620	12 + 1078
Термосорбционный компрессор на $LaNi_5$	310	12 + 826
На активированном Al	43 + 30(ресивер)	57,6 + 57,6(доп. вода)

### **Выводы**

Созданы специальные сплавы и композиты на основе Al для получения водорода при взаимодействии их со слабощелочной и дистиллированной водой. Получена экспериментальная зависимость газопроизводительности от температуры, состава воды и рецептуры сплава. При повышении температуры от 20°C до 50°C увеличивалась скорость выделения водорода в 10 раз. Данное явление позволяет осуществить регулирование газоприхода в реальных установках в широких пределах.



**Системные требования:** Intel от 1,3 ГГц; Windows XP/Vista/7; Adobe Reader; дисковод CD-ROM; 10 Мб; Загл. с экрана.

**Использованное программное обеспечение:** Microsoft Office Word 2010

*Статьи представлены в авторской редакции*

За содержание статей, точность приведенных фактов и цитирование  
несут ответственность авторы публикаций

**Объем издания:** 10 Мб.

Тираж 100 экз.

Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов»,  
Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»  
ГНЦ РФ)

Изд-во ФГУП «ВИАМ»

admin@viam.ru



МИНИСТЕРСТВО СВЯЗИ И МАССОВЫХ  
КОММУНИКАЦИЙ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ  
В СФЕРЕ СВЯЗИ, ИНФОРМАЦИОННЫХ ТЕХНОЛОГИЙ  
И МАССОВЫХ КОММУНИКАЦИЙ

ФГУП НТЦ "ИНФОРМРЕГИСТР"

**РЕГИСТРАЦИОННОЕ СВИДЕТЕЛЬСТВО**  
обязательного федерального экземпляра  
электронного издания

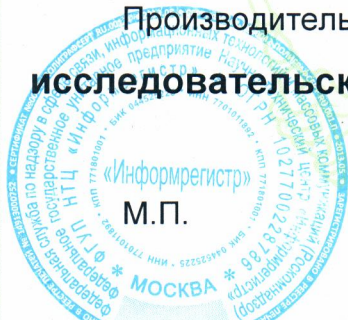
№ 60007

Электронное издание на 1 CD-R  
«Материалы и технологии нового поколения для  
перспективных изделий авиационной и космической  
техники: материалы IV Всероссийской научно-  
технической конференции (г. Москва, 26 авг. 2019 г.):  
научное электронное издание локального  
распространения. Москва, 2019. ISBN 978-5-905217-48-7»  
(© 2019 ФГУП ВИАМ)

зарегистрировано 30 сентября 2019 г. и ему присвоен  
номер государственной регистрации 0321903031.

Производитель: ФГУП "Всероссийский научно-  
исследовательский институт авиационных материалов".

И. о. директора ФГУП НТЦ "Информрегистр"



*Т.В. Плескачева*

Т.В. Плескачева

Дата выдачи: 01 октября 2019 г.