
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»



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

Материалы конференции

28 июня 2021 г.

Электронное издание

Москва

2021

УДК 621.7:669:667:666

ББК 30.3

Р68

Редакционная коллегия:

В.А. Дуюнова, к.т.н., начальник НИО «Титановые, магниевые, бериллиевые и алюминиевые сплавы»; А.А. Селиванов, к.т.н., начальник лаборатории; А.П. Петрова, главный научный сотрудник; Е.А. Шеин, к.т.н., главный специалист.

**Роль фундаментальных исследований при реализации
Р68 Стратегических направлений развития материалов и технологий
их переработки на период до 2030 года :** материалы VII
всероссийской научно-технической конференции (г. Москва, 28 июня
2021 г.), [Электронный ресурс] / ФГУП «ВИАМ». – М. : ВИАМ, 2021. –
345 с. : ил. – ISBN 978-5-905217-71-5. – 1 электрон. опт. диск (CD-
ROM). – Систем. требования: Intel Pentium; 1,3 ГГц и выше; Windows
7/10; Adobe Reader 6.0 и выше; дисковод CD-ROM. – Загл. с экрана.

Основные тематические направления конференции:

- аддитивные технологии;
- полимерные и металлические композиционные материалы (в том числе интеллектуальные);
- легкие сплавы на основе алюминия, титана, магния (в том числе алюминий-литиевые сплавы пониженной плотности);
- жаропрочные интерметаллидные материалы на основе титана и никеля;
- технологии сварки и пайки конструкционных материалов;
- методы неразрушающего контроля;
- испытания в области оценки свойств материалов и элементов конструкций;
- комплексные системы защиты материалов от коррозии, старения и биоповреждений и др.

УДК 621.7:669:667:666

ББК 30.3

ISBN 978-5-905217-71-5

© ФГУП «ВИАМ», 2021

Организационный комитет

(ФГУП «ВИАМ»)

Председатель:

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

Заместители председателя:

М.М. Бакрадзе – к.т.н., заместитель Генерального директора по металлическим материалам;

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. Каныгин – начальник управления;

А.А. Селиванов - к.т.н., начальник лаборатории;

Л.В. Прохорова – начальник отдела;

И.Ю. Смирнова – заместитель начальника отдела;

Д.С. Трушин – начальник сектора;

К.Н. Катаев – специалист по выставочной деятельности;

Е.А. Цилин – ведущий специалист;

А.В. Бабин – ведущий специалист по связям с общественностью.

СОДЕРЖАНИЕ

Металлические материалы, аддитивные технологии

К актуальности проблемы продвижения алюминиевой брони в арктические широты. Арктика и алюминиевая броня 8

Арцруни А.А.; Купрюнин Д.Г.; Зажилов А.А.

Исследование характеристик прочности и надежности азотсодержащей улучшаемой среднеуглеродистой стали 18

Гавзе А.Л.; Андреева О.В.

Применение методов твердометрии по Виккерсу для неразрушающей оценки механических свойств деталей из стали 30ХГСА 27

Брунеткина Е.В.; Смирнов Ю.Г.; Собко С.А.

Разработка и исследование дисперсно-упрочненного металлического композиционного материала на основе алюминиевого сплава с целью изготовления статорных лопаток компрессора перспективных двигателей вертолета 41

Косолапов Д.В.; Курбаткина Е.И.; Шавнев А.А.; Няфкин А.Н.

Конструкция сварного соединения со смещенным швом из сплава алюминия АМГ6 и конечно-элементный анализ ее работоспособности 53

Гареев И.С.; Малых М.В.; Собко С.А.

Стабилизация тепловложения при контактной точечной сварке сплавов ОТ4-1 и АМг6 67

Буцыкин С.Э.

Влияние морфологии и фазового состава высокодисперсных частиц оксида алюминия на свойства водного связующего и литейных керамических форм, полученных с его применением 82

Лебедева Ю.Е.; Воронов В.А.; Чайникова А.С.; Ткаленко Д.М.

Влияние метода получения компактной заготовки на предел прочности металлического композиционного материала на никелевой матрице..... 94

Бобровский А.П.; Бурковская Н.П.; Родионов А.И.; Ефимочкин И.Ю.;
Большакова А.Н.

Расчетные и экспериментальные исследования при разработке сплава на основе интерметаллида Ni_3Al с поликристаллической структурой 99

Базылева О.А.; Луцкая С.А.; Дмитриев Н.С.

Особенности формирования структуры сплава ВТ41 при деформации в двухфазной области 112

Медведев П.Н.; Наприенко С.А.; Кашапов О.С.

Анализ макро- и микрокартины изломов образцов из алюминиевых сплавов AlSi10Mg аддитивного производства и 1163АТВ листового проката, разрушенных при испытаниях на сопротивление усталости 131

Леонтьева Ю.О.

К вопросу о разработке физической модели кристаллизации трека в процессе селективного лазерного сплавления жаропрочных сплавов 149

Евгенов А.Г.; Петрушин Н.В.; Шуртаков С.В., Зайцев Д.В.

Влияние температуры сопла на коробление образцов полиэтилена, полученных способом FDM-печати..... 162

Кондрашов С.В.; Мельников А.А.; Пыхтин А.А.; Ларионов С.А.

Неметаллические и полимерные композиционные материалы

Подходы к созданию токопроводящих клеев с улучшенными характеристиками..... 179

Исаев А.Ю.; Беседнов К.Л.; Петрова А.П.; Лукина Н.Ф.

Основные принципы создания рецептур эластомерных огнетеплозащитных материалов 190

Каблов В.Ф.; Новопольцева О.М.; Кейбал Н.А.; Кочетков В.Г.

Деформация как критерий качества углеродного волокна..... 198

Яковлев Н.О.; Попкова Е.А.; Ландик Д.Н.

**Увеличение свойств композиционных материалов при ударе
гибридизацией упрочняющих волокон 204**

Корнеева Н.В.; Крылов И.К.; Абдуллин И.Ш.

**Антиоксидантные свойства комплексов фуллерена C_{60} с фолиевой
кислотой 219**

Рябоконь И.С.; Борисенкова А.А.; Седов В.П.; Орлова Д.Н.; Суясова М.В.;
Лютова Ж.Б.

**Структурные особенности водорастворимых производных
эндометаллофуллеренов по данным ИК-, КР- и УФ-Вид-
спектроскопии..... 224**

Титова А.В.; Суясова М.В.; Седов В.П.; Орлова Д.Н.; Иванов
А.В.; Борисенкова А.А.; Лютова Ж.Б.

**Оценка микробиологического фактора очистки промышленных вод
от техногенных загрязнителей 234**

Турова Т.П.; Соколова Д.Ш.; Семёнова Е.М.; Назина Т.Н.; Лаптев А.Б.

Моделирование процессов, программное обеспечение

**Теоретические основы аналитического решения прикладных задач
механики деформирования тонкостенных элементов летательных
аппаратов 243**

Бураншина Р.Р.; Виноградов Ю.И.; Маслов А.И.; Шишурин А.В.

**Теоретическое обоснование эффективности оптоакустического
воздействия при лазерной наплавке 257**

Никифоров С.А.; Габбазов Р.М.; Цивильский И.В.; Гильмутдинов А.Х.

**Двумерное конечноразностное моделирование теплопереноса и
напряжённо-деформированного состояния в плоском сечении изделия
в процессе селективного лазерного плавления..... 266**

Рубля Р.С.; Цивильский И.В.; Никифоров С.А.

Трёхмерное конечно-элементное моделирование нестационарного теплопереноса и коробления детали в процессе изготовления методом селективного лазерного плавления.....	281

Цивильский И.В.; Рубля Р.С.

Моделирование формирования и распространения тепла и упругих колебаний в металле под действием модулированного лазерного излучения.....	297

Габбазов Р.М.; Никифоров С.А.; Цивильский И.В.; Гильмутдинов А.Х.

Электромагнитно-тепловая модель стационарного горения и динамики формирования индуктивно-связанной плазмы в пакете FEniCS с использованием адаптивной, конечно-элементной сетки.....	306

Муллин Г.Д.; Цивильский И.В.

Устранение градиента освещенности на ПЭМ-изображениях. Реализация алгоритма в программе TEM Imaging&Analysis.....	325

Заводов А.В.

УДК 623.438.3: 669.715

К актуальности проблемы продвижения алюминиевой брони в арктические широты. Арктика и алюминиевая броня

Арцруни А.А.; Купрюнин Д.Г.; Зажилов А.А.

mail@niistali.ru

АО «НИИ стали», г. Москва

Аннотация:

В докладе представляются основные характеристики алюминиевых деформируемых сплавов, в том числе броневых, в сопоставлении с традиционными стальными и титановыми деформируемыми сплавами. Основной акцент делается на отсутствии явления охрупчивания при низких (криогенных) температурах буквально всей линейки известных алюминиевых сплавов.

Ключевые слова:

охрупчивание при низких температурах, конструктивная жёсткость, бронестойкость, коррозионная стойкость, свариваемость

В настоящее время глобальная ресурсно-стратегическая ситуация мирового развития складывается в пользу постоянного роста значимости арктического региона России. Здесь имеются в виду значительные возможности как уже разведанных, так и вновь открываемых ресурсов как шельфовой, так и морской добычи углеводородного газового и нефтяного сырья, наличие полезных ископаемых и больших природных ресурсов, а также возможности их упрощённой транспортировки по СевМорПути. Названная ситуация усугубляется также климатическими изменениями и, в частности, мировым потеплением и соответствующей активизацией роли упомянутого СевМорПути как важнейшего коммуникационного торгового канала в схеме Европа-Север-Дальний Восток.

В упомянутых обстоятельствах арктические территории России нуждаются как в чёткой граничной нотификации, так и в обеспечении их нормального обустройства и функционирования и, конечно, в их военной защите. И здесь, при всей кажущейся парадоксальности, среди всех известных броневого материалов и прежде всего бронесталей особого внимания заслуживает относительный новичок бронетехники - алюминиевая броня. Для начала обозначим реальные области возможного применения алюминиевой брони. Это наземные военно-транспортные машины и судовые корпусные и надпалубные бронеконструкции [1].

Здесь, памятуя климатические особенности Заполярья и наличие в качестве типичных длиннопериодных условий температурные значения до минус 50–70 градусов Цельсия, обозначим основную особенность алюминиевой брони – **алюминиевая броня, как и все алюминиевые сплавы, не имеет склонности к охрупчиванию при низких температурах** (см. Приложение №1 к настоящей работе, где представлены характеристики ряда алюминиевых сплавов до температурных значений **минус 196 градусов Цельсия** [2]). Последнее резко контрастирует с известными данными по охрупчиванию достаточно тонкой (до трёх раз более тонкой при равном с

алюминием весе) катаной стальной брони, где, начиная с температуры уже в минус 20 градусов Цельсия, известно понятие – полухрупкости, т.е. на 50 % потеря такой важнейших характеристики брони как её бронестойкость и живучесть.

Для большинства материаловедов проблема, решаемая в настоящей работе, представляется достаточно новой. Это находит своё объяснение в двух обстоятельствах: во-первых, в закрытости тематики, и, во-вторых, в недостаточной информированности по эффективности применения алюминиевой брони взамен исторически традиционной стальной брони.

Вообще к броне военной техники как таковой предъявляется множество требований. Одни из основных – это бронестойкость, живучесть, конструктивная применимость (жесткость, свариваемость, коррозионная стойкость и т. д.)

Начнем с конструктивной применимости. Работоспособность любой конструкции в независимости от функционального назначения, наряду с прочностью, определяется также и её жесткостью. Жесткость – это способность конструкции сопротивляться действию внешних нагрузок с наименьшими деформациями. Особенно большое значение жёсткость имеет для машин облегчённого класса, со строго регламентируемыми характеристиками массы, к которому относятся машины, рассматриваемые в настоящей работе.

Устойчивость, жёсткость на изгиб, как известно из курса сопротивления материалов, определяется зависимостью

$$P = c E b^3 / l^2$$

где: c – коэффициент, определяемый способом приложения нагрузки; E – модуль упругости; b – толщина листа (плиты); l – расстояние между местами заделки листов (плит).

Модуль упругости – величина, характеризующая упругие свойства материалов при малых деформациях. Зачастую, именуется также модулем продольной или нормальной упругости, модулем Юнга или модулем упругости первого рода. Определяется экспериментально как отношение нормального напряжения σ к относительному удлинению $\varepsilon = \Delta l / l$, где Δl – абсолютное удлинение, а l – первоначальная длина.

$$E = \sigma / \varepsilon = \sigma / \Delta l / l;$$

Размерность модуля упругости

$$\dim E = L^{-1} M T^2, [E] = 1 \text{ Па}.$$

Аналогичны размерности единицы давления и напряжения.

Представленная зависимость, определяющая жёсткость, с исключением, постоянных для каждого конкретного расчёта, s и l , может быть упрощена до вида:

$$P = E b^3.$$

Таким образом, жесткость на изгиб (устойчивость) является произведением модуля упругости материала на куб его толщины.

Прежде чем обратиться к сравнительной оценке служебных свойств алюминиевой брони с другими броневыми материалами, рассмотрим общую эффективность использования алюминиевых сплавов в качестве бронекорпусного материала.

Объектом сопоставления примем алюминиевый сплав средней прочности, сталь и титан. Итак, имеем сопоставительный ряд: Алюминий, Сталь [3], Титан.

Основные сопоставляемые характеристики представлены в таблице 1 и на рис. 1.

Таблица 1

Сопоставительный анализ жесткости металлов на изгиб

Металл. (сплав)	Плотность ρ , г/см ³	Модуль упругос- ти E , МПа·10 ⁻⁴	Предел прочности σ_b , МПа	Удельная упру- гость $E/\rho \cdot 10^{-3}$	Удельная проч- ность σ_b/ρ	$1/\rho$	Толщина относит $B_{отн.}$	$E_{отн.}$	Жесткость $P=E \cdot B^3$
Алюмини й	2,8	7,4	480	264	179	0,35 7	2,79	1,0	21,7
Титан	4,5	11,5	900	25,6	200	0,22 2	1,73	1,64	8,49
Сталь	7,8	21,0	1600	26,9	205	0,12 8	1,0	3,0	3,0

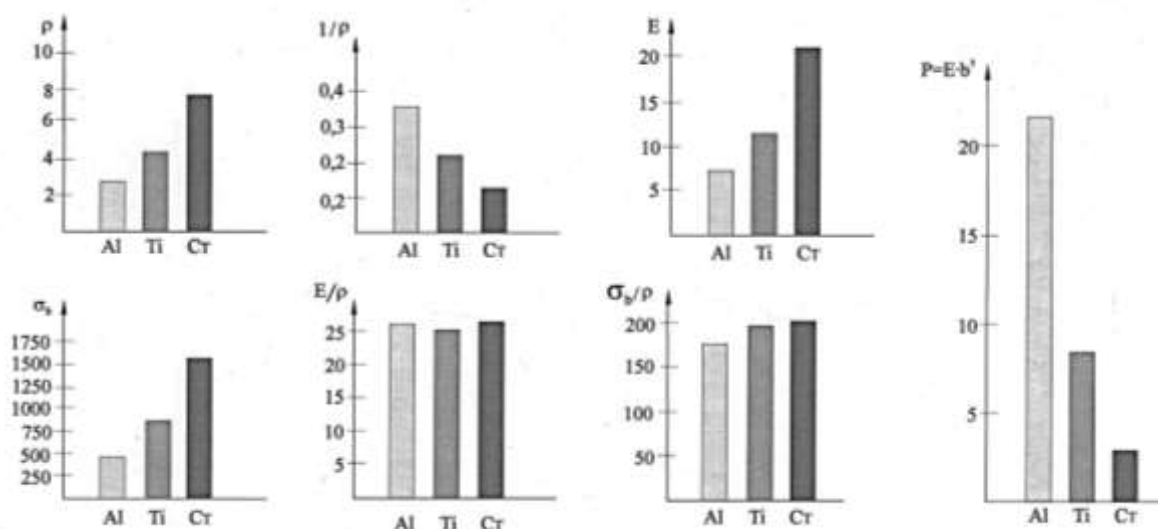


Рис. 1 – Сравнительные физические параметры алюминия (Al), титана (Ti) и стали (Ст).

Сопоставляются – плотность металлов (объёмная масса), их прочность (предел прочности на разрыв), характеристика упругости (модуль упругости) и жёсткость при равной массе. По показателям упругости и прочности сталь, в рассматриваемом ряду, является безусловным лидером. Однако, соотнесение представленных характеристик с плотностью каждого из рассматриваемых материалов и приведение их к виду $E/\rho \cdot 10^{-3}$ и σ_b/ρ , к так называемым – удельной упругости и удельной прочности - приводит рассматриваемые материалы к практически равным показателям. При этом если рассматривать возможные толщины материалов при условии равной

массы, то совершенно очевидно следует использовать величину обратную плотности или $1/\rho$.

Мы видим, что в этом случае алюминий будет в 2,8 раза толще стали и в 1,6 раза толще титана. Титан, в свою очередь, только в 1,73 раза толще стали. Таким образом, наибольшая абсолютная толщина отмечается у алюминия. Жёсткость, как это мы рассмотрели выше, является произведением модуля упругости материала на куб его толщины. Жесткость алюминия, даже с учётом в три раза меньшего, чем у стали, модуля упругости, оказывается почти в восемь раз больше жесткости стали и почти в три раза больше жесткости титана. Именно это обстоятельство и предопределило использование алюминиевой брони для изготовления бронекорпусов машин ЛКМ, так как в стальном варианте бронекорпус из-за недостаточной жесткости нуждается в использовании специального каркаса, а в алюминиевом исполнении - не нуждается.

Это, в случае использования алюминия в качестве брони, позволяет характеризовать алюминиевый корпус как «несущий», не требующий специального увеличения жесткости за счёт применения каркаса. При этом только, за счёт отказа от каркаса, переход от стального бронирования к алюминиевому, способен обеспечить экономию массы бронекорпуса до 20 %.

Однако, представленный выигрыш массы, являясь основным, не является единственным, и алюминиевая броня, в равной со стальной бронёй массе, способна, уже по броневым свойствам, обеспечить дополнительный выигрыш, достигающий при определённых условиях обстрела значений 10 и более процентов. Так, алюминиевая броня при обстреле бронебойными пулями Б-32 калибра 7,62 мм обеспечивает заметный выигрыш массы при стрельбе в вертикально установленную броню («по нормали») и под большими (более 50°) углами (см. рис.2).

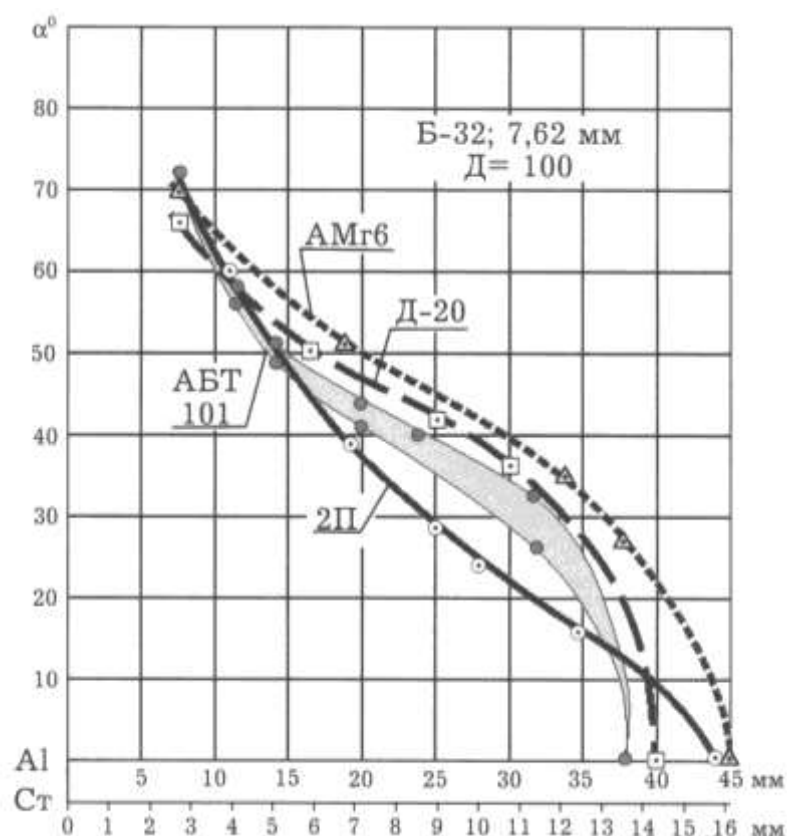


Рис. 2 – Зависимость угла $\alpha_{\text{пкп}}$ от толщины брони из алюминиевых сплавов (Д-20, АМг6, АБТ-101) и броневой стали (2П) при обстреле пуль Б-32 калибра 7,62 мм

Следует отметить, что с ростом калибра средства поражения отмеченный выигрыш возрастает.

Следует также особо отметить высокую эффективность сплавов на алюминиевой основе (композиционирования) в сравнении с эффективностью и потенциалом сплавов на основе железа и титана. Так, эффективность роста прочности в сопоставлении «чистый металл» - «сплавы на его основе» для алюминиевых сплавов способна составить 15–20 крат, в то время как для сплавов железа (сталей) составляет – 10 крат, а для сплавов титана не способна превзойти 8 крат.

Это является объяснением повышенного интереса к алюминиевым сплавам, как к высокоэффективным конструкционным и динамически нагружаемым, в том числе и броневым, материалам.

И, наконец, принимая во внимание высокую коррозионную стойкость, живучесть и свариваемость сплавов алюминия, и главное – отсутствие склонности к охрупчиванию при низких температурах, мы приходим к пониманию **целесообразности использования алюминиевых броневых сплавов в качестве брони в арктических регионах России.**

В качестве научной основы и дальнейших перспектив использования могут быть названы :

Научные основы:

1. Разработаны уникальные по составу (по соотношению Zn к Mg) отечественные броневые сплавы АБТ-101 и АБТ-102 и слойная броня на их основе.

2. Раскрыта природа шиферности алюминиевого броневого проката и разработаны приёмы её устранения.

Перспективные предложения:

1. Разработка, на основе имеющегося практического опыта применения ВМФ СССР, глубинных подводных аппаратов на основе корпусов из алюминиевой брони с расчётной нагрузкой до 400 атм.

2. Перспектива применения в качестве брони нового нагартуемого нетермоупрочняемого сплава 1565ч, разработанного совместно с ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей» и АО «АркониК».

ХАКТЕРИСТИКА ОСНОВНЫХ ТИПИЧНЫХ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ ПРИ НИЗКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ

Механические свойства прессованных полос из сплавов АК4 (числитель) и ВД17 (знаменатель) при комнатной и отрицательной температурах

Температура испытания, °С	Гладкие образцы				Образцы с надрезом			
	σ_B	S_K	ψ	δ	σ_B	S_K	a_n, B	ψ
	в кГ/мм ²		в %		в кГ/мм ²		кГ м/см ²	в %
20	$\frac{43,0}{49,1}$	$\frac{52,3}{-}$	$\frac{20,1}{19,5}$	$\frac{9,0}{10,7}$	$\frac{48,0}{63,6}$	$\frac{49,0}{66,6}$	$\frac{-}{1,90}$	$\frac{1,8}{4,1}$
-40	$\frac{42,5}{50,3}$	$\frac{52,1}{63,5}$	$\frac{19,8}{23,0}$	$\frac{8,7}{12,6}$	$\frac{47,5}{67,1}$	$\frac{48,2}{70,5}$	$\frac{-}{1,96}$	$\frac{1,59}{4,8}$
-70	$\frac{42,2}{52,5}$	$\frac{52,1}{64,7}$	$\frac{19,7}{21,7}$	$\frac{8,7}{12,1}$	$\frac{47,1}{68,3}$	$\frac{48,0}{70,3}$	$\frac{-}{2,15}$	$\frac{1,4}{3,8}$
-196	$\frac{51,0}{-}$	$\frac{62,0}{-}$	$\frac{18,0}{-}$	$\frac{8,6}{-}$	$\frac{52,2}{-}$	$\frac{53,5}{-}$	$\frac{-}{-}$	$\frac{1,0}{-}$

Механические свойства полуфабрикатов из алюминиевых деформируемых сплавов при различных температурах испытания

Температура испытания, °С	E	σ _B	σ _{0,2}	δ в %
	в кГ/мм ²			
Листы толщиной 3 мм из сплава АМцАМ				
20	7100	12	6	δ _{11,3} √F
-196	-	17,5	-	31 51,0
Листы из сплава АМг3*				
20	-	23,5 (22,5)	10	δ ₅ 22
-50	-	22,5 (23)	9,5	25
-74	-	23 –	9,5	29
-100	-	- (24)	-	-
-193	-	42 (39)	17	41,5
-196	-	33 (29)	10	43
В скобках σ _Р сварного соединения				

Температура испытания, °С	E	σ _в	σ _{0,2}	δ	ψ
	в кГ/мм ²			δ в %	
Штамповки и поковки из сплавов АК6 и АК6-1					
				δ ₁₀	ψ
20	-	42	13	40	-
-70	-	45	12	17	-
Поковки из сплава В93					
				δ ₅	-
20	-	49	42	7	-
-70	-	50	46		-
Прессованные полуфабрикаты из сплава В95					
				δ ₅	ψ
20	-	63	-	10	15
-70	-	66	-	8	14
-196	-	80	-	7	9
Прессованные полуфабрикаты из сплава В96					
				δ ₁₀	ψ
-70	-	75	73	4	10

Литература

1. Арцруни А.А., Купрюнин Д.Г. Алюминиевая броня для военной техники. Теория, технология, практика. Изд. РадиоСофт. М. 2017.
2. Материалы в машиностроении. Т1. Цветные металлы и сплавы. Изд. Машиностроение. М. 1967.
3. Марочник сталей. Под ред. Я.И. Куландина. ЦНИИТМАШ. М. 1956.

УДК 620 (16+17+18):669.15' 26' 24' 28' 292' 786' -194

Исследование характеристик прочности и надежности азотсодержащей улучшаемой среднеуглеродистой стали

Гавзе А.Л.¹, к.т.н.; Андреева О.В.², к.т.н.

n42@niistali.ru
a123123@mail.ru

¹АО «НИИ стали», г. Москва

²НИТУ «МИСиС», г. Москва

Реферат:

Приведены результаты исследований стандартных механических свойств, характеристик чувствительности к концентраторам напряжений и склонности к хрупким разрушениям при статическом, ударном и циклическом нагружении образцов из улучшаемой азотсодержащей стали 30ХЗНМАФ. Результаты исследований позволили рекомендовать её для изготовления нагруженных деталей транспортных машин, работающих в широком диапазоне климатических условий.

Ключевые слова:

улучшаемая азотсодержащая сталь, механические свойства, склонность к хрупкому разрушению, статическое, ударное, циклическое нагружение

Анализ данных по применению конструкционных сталей для объёмных силовых деталей гусеничных военных транспортных средств показывает, что с увеличением нагрузок на детали, вызываемым повышением характеристик подвижности и повышением их массы изделий в процессе модернизации, наблюдается тенденция использования всё более легированных (в первую очередь такими элементами как никель, молибден, ванадий) и, следовательно, более дорогих марок сталей. При этом используются высококачественные, а в ряде случаев и особо высококачественные (подвергаемые электрошлаковому переплаву) стали. Это вызвано стремлением улучшить комплекс механических свойств деталей за счёт повышения прокаливаемости и чистоты применяемых сталей. Связанный с недостаточной прокаливаемостью, пониженный уровень предела текучести приводит к остаточной деформации деталей при повышенных напряжениях, а пониженный предел прочности и недостаточная чистота стали по неметаллическим включениям инициируют усталостные разрушения в процессе эксплуатации. Так, традиционно применяемые для балансиров подвески стали 38ХС и 45ХН по мере увеличения нагрузок заменялись сталями марок 40ХН2МА, 40ХН2МА-Ш, 40Х2Н2А и 38ХН3МФА.

Однако выполнение повышающихся требований к надёжности материала деталей за счёт увеличения таких дефицитных и дорогостоящих легирующих элементов как никель и молибден в стали не является единственным направлением обеспечения конструктивной прочности нагруженных деталей ходовой части транспортных машин. В настоящем исследовании при разработке экономнолегированной конструкционной стали марки 30Х3НМАФ был использован принцип дисперсионного упрочнения, связанный с выделением наноразмерных частиц карбонитридов при отпуске среднеуглеродистых сталей, легированных азотом в сочетании с карбо и нитридообразующими элементами. За основу для указанной разработки,

проводимой совместно с ОАО «Уралничермет» и ПАО «Ижсталь», выбрана хромомолибденованадиевая сталь марки 30ХЗМФ [1], которая для повышения прокаливаемости и комплекса механических свойств была дополнительно легирована никелем (0,7–1,1 %) и азотом (0,02–0,04 %) при контролируемом содержании алюминия (0,02–0,06 % от массы).

Исследование влияния химического состава и режимов термической обработки на структуру и физико-механические свойства опытных плавок новой стали на начальном этапе проводили на полуфабрикатах, полученных свободной ковкой из слитков массой 50-150 кг, выплавленных в индукционных электропечах. Более широкие исследования физико-механических и технологических свойств проводили на сортовом прокате из опытно-промышленных плавок, выполненных на серийных 28-тонных электродуговых печах ПАО «Ижсталь».

В ходе разработок были проведены подробные исследования структурных и фазовых превращений, происходящих при нагреве стали, выдержках при различных температурах аустенизации, охлаждении стали из аустенитной и межкритической области с различными скоростями, а также при распаде закалочных структур в процессе отпуска. Указанные исследования осуществлялись с применением электронной, оптической, в том числе высокотемпературной, металлографии, дилатометрических, магнитометрических и микрорентгеноспектральных методов анализа. Оценку прокаливаемости стали проводили методами торцевой и объёмной закалки путём построения кривых изменения твёрдости по сечению заготовок, закалённых в воде и масле после аустенизации при 900–950 °С.

Результаты определения критических точек стали 30ХЗНМАФ при нагреве ($A_{C1}=765$ °С; $A_{C3}=830$ °С) указывают на небольшой сдвиг межкритического интервала по сравнению с данными по стали 30ХЗМФ ($A_{C1}=775$ °С; $A_{C3}=820$ °С) [2]. Стабильность переохлаждённого аустенита у стали 30ХЗНМАФ значительно выше, чем у 30ХЗМФ. На это указывают

данные о времени минимальной стабильности переохлаждённого аустенита в области промежуточного превращения на термокинетических кривых сталей 30X3HMAФ и 30X3MФ [2] (80 и 20 с соответственно), а также данные по оценке прокаливаемости указанных сталей, приведённые на рис. 1.

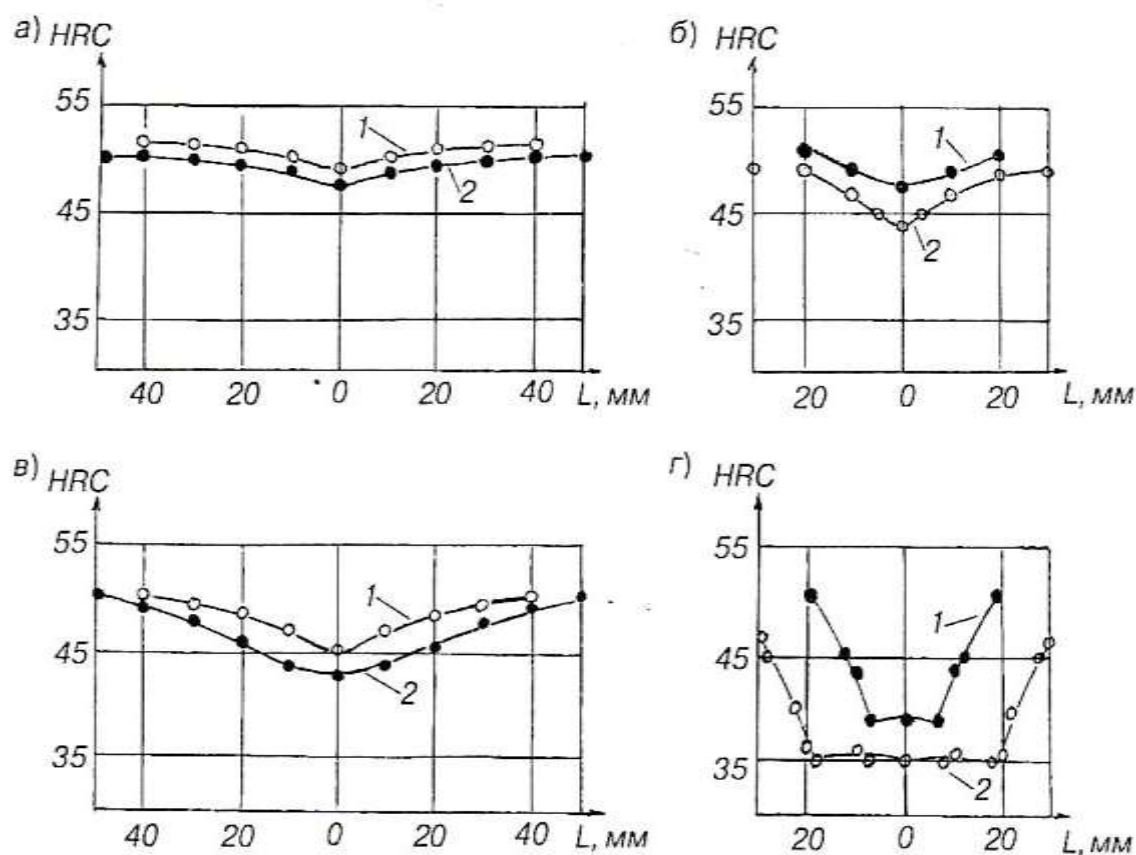


Рис. 1 – Изменение твёрдости по сечению заготовок: а, в – сталь 30X3HMAФ в сечениях Ø 80 (1) и 100 мм (2); б, г – сталь 30X3MФ в сечениях Ø40 (1) и 60 (2) мм; а, б – закалка в воде; в, г – закалка в масле

Результаты определения величины аустенитного зерна стали 30X3HMAФ указывают на способность стали сохранять мелкозернистую структуру при нагреве до 1050–1100 °С.

В табл. 1 приведены стандартные механические свойства, закалённых в масле с температуры 900 °С образцов из сталей 30X3HMAФ и 30X3MФ и образцов из стали 40XH2MA, закалённых в масле с температуры 860 °С после отпуска при различных температурах.

Таблица 1

Механические свойства сталей марок 30Х3МФ, 30Х3НМАФ и 40ХН2МА

Марка стали	Температура отпуска, °С	Механические свойства				
		σ_B , МПа	$\sigma_{0.2}$, МПа	δ , %	Ψ , %	KCU, кДж/м ²
30Х3МФ	200	1680	1480	8,0	55	600
	300	1570	1390	9,0	56	600
	400	1460	1290	8,0	55	500
	500	1320	1190	12,0	56	600
	550	1220	1100	13,0	60	950
	600	1100	1000	15,0	64	1600
	650	950	850	18,0	70	2000
30Х3НМАФ	200	1710	1500	11,5	50	600
	300	1610	1420	11,0	52	450
	400	1490	1320	11,0	53	450
	500	1370	1220	13,0	56	500
	550	1290	1150	14,0	58	950
	600	1190	1060	15,0	60	1200
	650	1050	950	17,0	64	1800
40ХН2МА	200	1800	1600	10	50	590
	300	1650	1500	10	50	490
	400	1480	1360	12	52	590
	500	1280	1190	13	58	780
	550	1170	1070	13	59	870
	600	1040	950	15	59	1270
	650	880	800	18	61	1400

Данные, приведенные в табл. 1 и на рис. 2, указывают на высокую отпускостойчивость стали 30Х3НМАФ при температурах отпуска выше 450 °С. При этом значения временного сопротивления разрыву (σ_B) при температуре отпуска 650 °С указанной стали на 10,5 % и 19 % превышают аналогичные значения для сталей 30Х3МФ и 40ХН2МА. Отмеченное превышение связано с протеканием процесса карбонитридного упрочнения в интервале температур отпуска 500–650 °С в стали с повышенным содержанием азота.

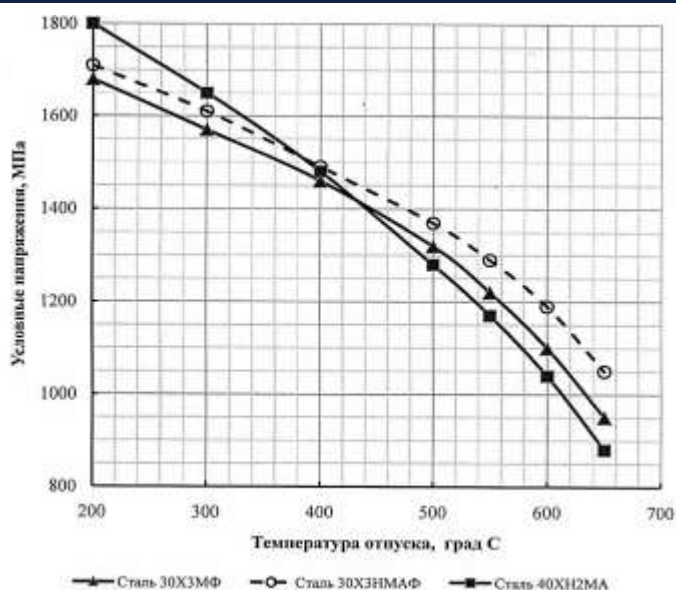


Рис. 2 – Влияние температуры отпуска на временное сопротивление сталей 30Х3МФ, 30Х3НМАФ после закалки с температуры 900 °С и стали 40ХН2МА после закалки с температуры 860 °С

Мелкозернистая структура стали в сочетании с эффектом карбонитридного дисперсионного упрочнения обеспечивают благоприятное сочетание прочностных и пластических свойств стали 30Х3НМАФ. Однако для принятия решения об использовании стали для изготовления ответственных деталей, работающих в условиях интенсивных циклических и ударных нагрузок при сложном напряженном состоянии, представлялось необходимым проведение дополнительно комплекса исследований, направленных на оценку характеристик надёжности разрабатываемого материала.

На рис. 3 приведены кривые зависимости ударной вязкости образцов из стали 30Х3НМАФ, после отпуска 620 °С от температуры испытаний. Приведенные данные наряду с исследованием изломов разрушенных образцов указывают на достаточно низкий порог хладноломкости стали. По критерию 50 % вязкой составляющей в изломе порог хладноломкости стали, отпущенной при температурах 600 °С и выше, не превышает минус 50 °С.

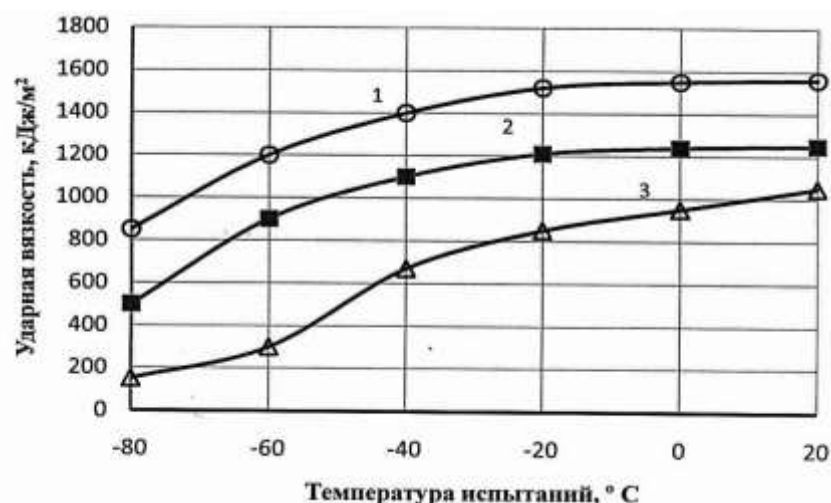


Рис 3. Зависимости ударной вязкости образцов от температуры испытаний: 1 – образцы с концентратором вида U; 2 – образцы с концентратором вида V; 3 – образцы с концентратором вида T

Результаты испытаний образцов с коэффициентом концентрации напряжений $\alpha_\sigma = 4,0$ на растяжение без перекоса и с перекосом [3] представлены в табл. 2.

Таблица 2

Механические свойства образцов стали 30ХЗНМАФ при испытании на осевое растяжение и растяжение с перекосом (закалка 950 °C, отпуск)

Температура отпуска, °C	Угол перекоса, град	Номинальное разрушающее напряжение, МПа	Пластичность в надрезе, Ψ_n %	Чувствительность к надрезу $n = \frac{\sigma_n}{\sigma_B}$	Чувствительность к перекосу $\eta = \frac{P_0 - P_\alpha}{P_0}$
200	0	2009	2,2	1,2	-
	4	1303	1,3	0,8	0,36
	8	735	0,4	0,4	0,64
500	0	1872	3,2	1,4	-
	4	1411	2,1	1,1	0,26
	8	853	1,7	0,7	0,54
550	0	1735	4,9	1,4	-
	4	1431	4,7	1,1	0,18
	8	892	3,5	0,7	0,47
600	0	1637	10,0	1,4	-
	4	1450	9,4	1,2	0,08
	8	1117	7,5	1,0	0,29
650	0	1333	16,0	1,4	-
	4	1333	16,0	1,4	0,00
	8	1274	15,0	1,3	0,04

Испытания показали, что сталь 30Х3НМАФ после отпуска при температурах выше 600 °С мало чувствительна к концентрации напряжений при статическом нагружении. На это указывают превышающие единицу значения отношения $n = \frac{\sigma_H}{\sigma_B}$, где σ_H – номинальное разрушающее напряжение в сечении надреза; σ_B – временное сопротивление разрыву, а также относительно высокие значения пластичности в надрезе: $\Psi_H = \frac{(F_0 - F_1)}{F_0} \times 100\%$, где F_1 – площадь сечения, определяемая по диаметру образца в надрезе после испытания, F_0 – площадь сечения образца в надрезе до испытания. Кроме того, следует отметить низкие значения коэффициента чувствительности к перекоосу $\eta = \frac{P_0 - P_\alpha}{P_0}$, где P_0 – максимальная нагрузка надрезанного образца без перекоаса; P_α – максимальная нагрузка надрезанного образца с заданным углом перекоаса.

Чувствительность стали к концентраторам напряжений при циклических нагрузках оценивали сравнением пределов выносливости гладких образцов (σ_{-1}) и образцов с надрезом (σ_{-1}^H) при усталостных испытаниях на изгиб с вращением при симметричном цикле (табл. 3).

Таблица 3

Характеристики выносливости образцов из стали 30Х3НМАФ

Температура отпуска, °С	Предел выносливости на базе 10^7 циклов, МПа		Эффективный коэффициент концентрации, $K_\sigma = \frac{\sigma_{-1}}{\sigma_{-1}^H}$	Коэффициент чувствительности к надрезу $q = \frac{K_\sigma - 1}{\alpha_\sigma - 1}$
	гладких образцов, σ_{-1}	образцов с надрезом σ_{-1}^H		
200	725	490	1,48	-
500	637	353	1,80	0,90
550	598	334	1,79	0,89
620	510	314	1,62	0,70
650	431		-	

Теоретический коэффициент концентрации надрезанных образцов составлял $\alpha_\sigma = 1,89$.

В условиях проведенных испытаний коэффициенты чувствительности к надрезу $q = \frac{K_{\sigma}-1}{\alpha_{\sigma}-1}$ для образцов, отпущенных при температурах выше 500 °С, ниже значений, рассчитанных для конструкционных сталей с аналогичным уровнем прочности по эмпирической зависимости Нейбера [4].

Результаты проведенных исследований указывают на целесообразность использования экономнолегированной среднеуглеродистой азотосодержащей стали марки 30ХЗНМАФ в состоянии термического улучшения (заковки на мартенсит и последующего высокого отпуска) для изготовления ответственных высоконагруженных деталей транспортной техники.

Литература

1. ГОСТ 4543-71 Сталь легированная конструкционная. Технические условия.
2. Стали с ванадием. - М.: Черметинформация, 1967. 117с.
3. Методы испытания, контроля и исследования машиностроительных материалов. Справочное пособие / Под общ. ред. А.Т. Туманова – Машиностроение, 1974, Т. 2. С. 91–92
4. Форрест П. Усталость металлов. – М.: Машиностроение, 1968. 131 с.

УДК 620.178.15

Применение методов твердометрии по Виккерсу для неразрушающей оценки механических свойств деталей из стали 30ХГСА

Брунеткина Е.В.; Смирнов Ю.Г.; Собко С.А., д.т.н.

avva@ted.ch70.chel.su

¹ФГУП Российский Федеральный Ядерный Центр – Всероссийский научно-исследовательский институт технической физики имени академика Е.И. Забабахина Россия, 456770, г. Снежинск, ул. Васильева, 13

Аннотация:

Применительно к образцам из стали 30ХГСА проведено сравнение двух неразрушающих методов определения прочности и пластичности по данным твердометрии: нового метода испытаний на основе циклического вдавливания пирамидального индентора Виккерса с увеличивающейся нагрузкой до 1 кгс и стандартного метода измерения HV5.

Ключевые слова:

микромеханические испытания, циклическое вдавливание, твердость, испытания при растяжении

Применяемые методы испытания материалов, например, при растяжении стандартных образцов, позволяют прогнозировать эксплуатационную стойкость конструкций. Вместе с тем, аттестация свойств конструкционных материалов, проводимая стандартными методами, не всегда отражает реальное состояние отдельных зон конструкции или особенности распределения этих свойств по сечению деталей конструкции.

Источником изменения свойств в таких зонах может быть отличие в концентрации легирующих элементов материала, отличие в структуре и фазовом состоянии за счет предварительной технологической обработки (литьевой, деформационной, термической, сварки), отличие в хрупкости и пластичности материала из-за наличия включений, пустот, пор, трещин в материале (исходного характера).

Учитывая то, что разрушение конструкций на практике происходит не одновременно по всему материалу конструкции, а начиная с определенных, наиболее «слабых» зон, например, сварных швов или разупрочненных околошовных зон, то стандартных испытаний для оценки эксплуатационного ресурса конструкций может быть недостаточно.

К тому же локальность этих зон на практике не позволяет изготовить стандартный образец для проведения механических испытаний растяжением с определением характеристик прочности и пластичности (предел прочности, предел текучести, относительное удлинение, ударную вязкость и т. д.) именно материала рассматриваемой зоны.

Для количественной оценки состояния таких локальных зон в сварных соединениях, зон резких переходов в сечении конкретной детали, изготавливаемой обработкой давлением или точением; зон, образуемых после локальной или поверхностной термической обработки (ТО), – применяют твердометрию. Твердометрия на практике существенно дополняет такие методы оценки состояния материала как структурно-фазовый, химический, фрактографический анализы с применением

оптической и электронной микроскопии, микрорентгеноспектральных и других локальных методов исследования [1].

К одному из широко применяемых инструментов оценки свойств относится классический метод измерения твердости с применением четырехгранного индентора Виккерса [2], позволяющий на выбранной зоне поверхности образца определить твердость в качестве одного из показателей свойств материала.

Цель работы заключалась в освоении разработанного способа локальных микромеханических испытаний (ММИ) на основе циклического вдавливания индентора Виккерса применительно к образцам из конструкционной свариваемой и термически упрочняемой стали с определением прочностных и пластических свойств неразрушающим методом.

В работе представлены также результаты исследований по применению и сравнительной оценке классического и нового разработанного метода твердомерии по Виккерсу для определения прочностных и пластических характеристик материала, в том числе с учетом их локальности. Объектом исследований являлись образцы из стали 30ХГСА, применяемой для изготовления сварных корпусов.

Разработанный ранее способ циклических микромеханических испытаний (ММИ) термоупрочняемых сталей [3, 4] позволяет на основе предварительно полученных эмпирических зависимостей по всем выполненным режимам упрочняющей ТО оценить прочностные и пластические свойства металла в любой зоне анализируемого образца.

Метод ММИ основан на циклическом вдавливании индентора Виккерса при последовательно увеличивающейся нагрузке с разгрузкой между циклами и измерением параметров восстановленного отпечатка (диагональ d , глубина h). Интервал заданных нагрузок (от 10 до 1000 гс) перекрывает, согласно [2], два диапазона измерений: микротвердости (от HV

0,01 до HV 0,2) и твердости по шкале Виккерса с малой нагрузкой (от HV 0,2 до HV 5).

По аппроксимированной зависимости циклической нагрузки P от глубины внедрения h индентора согласно формулы Мейера [4]:

$$P = ah^n \quad (1)$$

определяются коэффициенты a и n и их произведения. Затем рассчитываются уравнения зависимости механических характеристик испытанных на растяжение образцов от произведения коэффициентов a и n ; при этом преимущественно применяются линейные зависимости.

По величине коэффициентов a и n , определенных по результатам ММИ в интересующей локальной зоне детали и уравнениям зависимости механических характеристик испытанных образцов от произведения a и n определяются искомые значения механических характеристик исследуемой зоны.

Технически метод ММИ был применен непосредственно на стандартных образцах из стали 30ХГСА, предназначенных для механических испытаний растяжением и перед их изготовлением термически обработанных на различный уровень прочности.

Для получения расчетных зависимостей прочностных и пластических характеристик от коэффициентов a и n использованы образцы после 15 различных вариантов термической обработки в нескольких сочетаниях: отжиг (Отж) в интервале температур от 450 до 650 °С; нормализацию (Н) при температуре нагрева 900 °С с выдержкой 60 мин; закалку (З) при температуре нагрева 880 °С; отпуск (О) в интервале температур от 450 до 650 °С и интервале выдержек от 120 до 210 мин.

После термической обработки проведены механические испытания растяжением с определением предела прочности σ_B , предела текучести $\sigma_{0,2}$, относительного удлинения δ .

На полированных шлифах лопаток разрушенных образцов определяли твердость HV5 при нагрузке 5 кгс, а также проводили циклические ММИ последовательно в одну точку при нагрузках 10, 15, 20, 25, 50, 100, 200, 500 и 1000 гс. После каждой разгрузки измеряли диагонали отпечатка и вычисляли его глубину h , исходя из того, что глубина отпечатков по Виккерсу, с учетом углов алмазной пирамиды, в семь раз меньше его диагонали. На каждом образце измерения выполняли в трех точках произвольных зон поверхности и вычисляли средние значения.

Результаты ММИ

На рисунках 1 и 2 выборочно приведены зависимости твердости HV от нагрузки P на индентор, а также нагрузки от глубины отпечатка (по Мейеру) для образцов 5.1 и 5.2 (таблица 1), отличающихся дополнительно закалкой и отпуском (5.2)

Как видно характер изменения твердости в зависимости от нагрузки (рисунок 1) во всех случаях одинаков: при увеличении глубины отпечатка твердость снижается [5], асимптотически приближаясь к определенному значению, являющемуся реальной (объемной) характеристикой материала. Коэффициент при степенной функции является при этом обобщенным расчетным показателем твердости стали в данном состоянии.

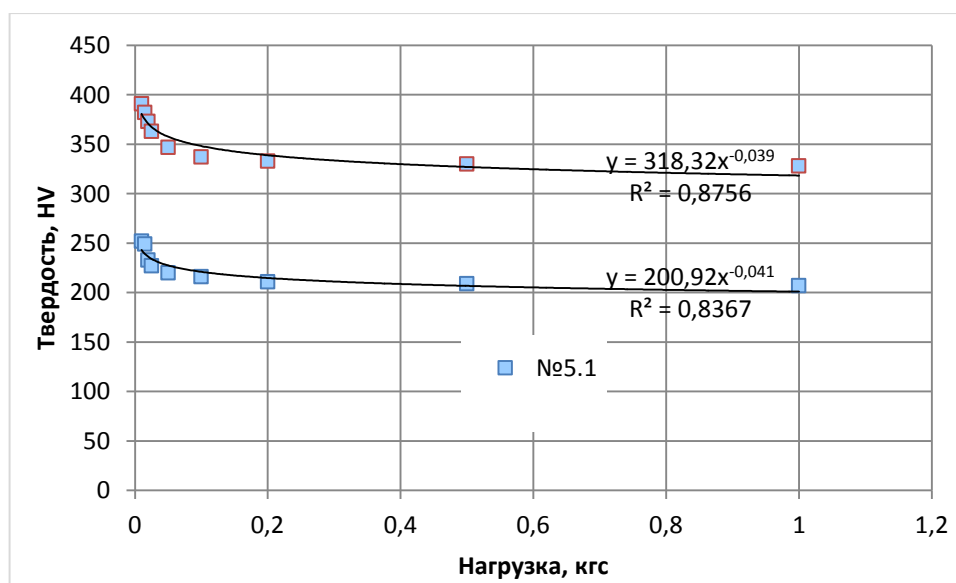


Рис. 1 – Зависимость твердости от нагрузки на индентор (образцы №5.1, №5.2)

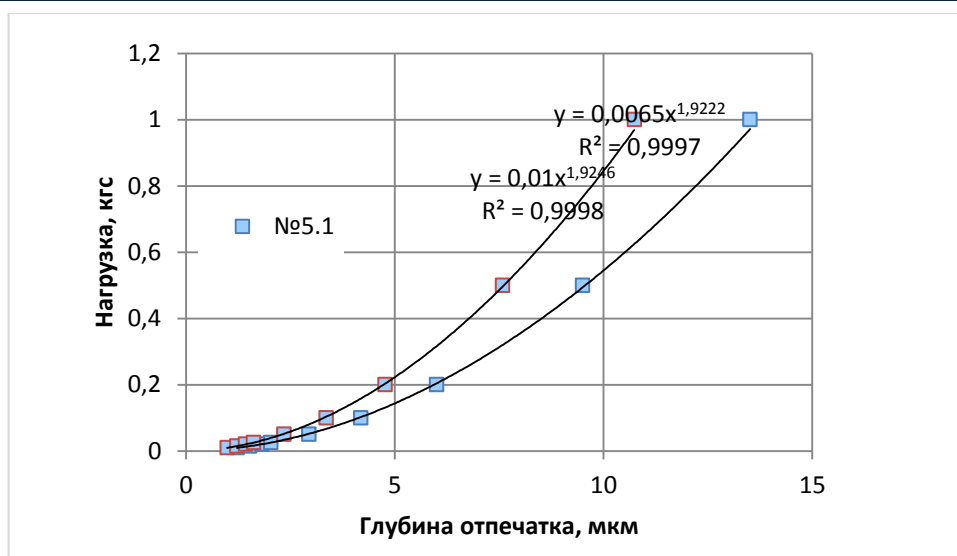


Рис. 2 – Зависимость по Мейеру нагрузки от глубины отпечатка (образцы №5.1, №5.2)

Полученные зависимости нагрузки от глубины отпечатка (рисунок 2) характеризуются наивысшей достоверностью аппроксимации R^2 , практически равной единице. Это подтверждает и достоверность всех единичных измерений после каждой нагрузки по методу восстановленного отпечатка.

Расчеты зависимостей прочностных и пластических характеристик от коэффициентов a и n

В таблице 1 приведены сводные характеристики механических характеристик образцов всех режимов ТО и результаты ММИ в виде произведения $a \cdot n$.

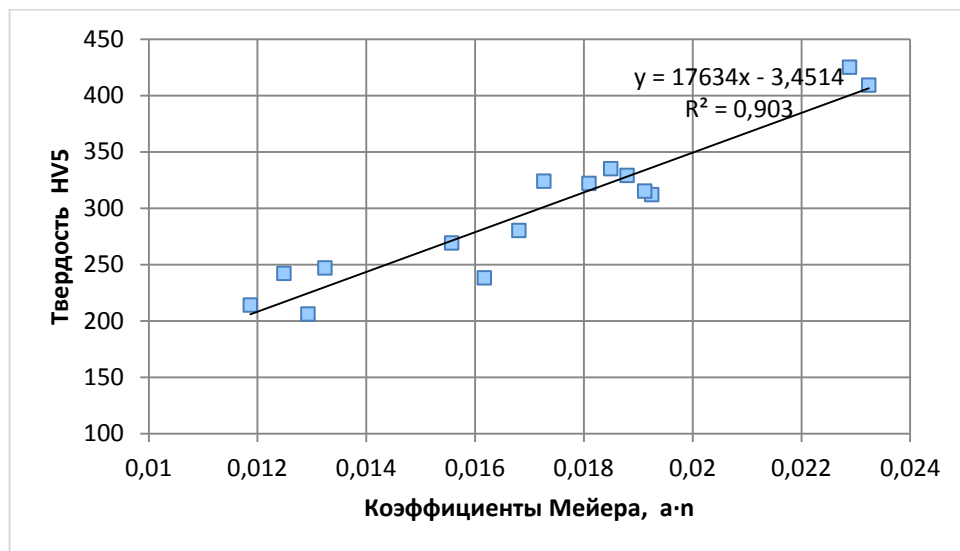
Таблица 1

Сводные результаты механических испытаний и ММИ образцов

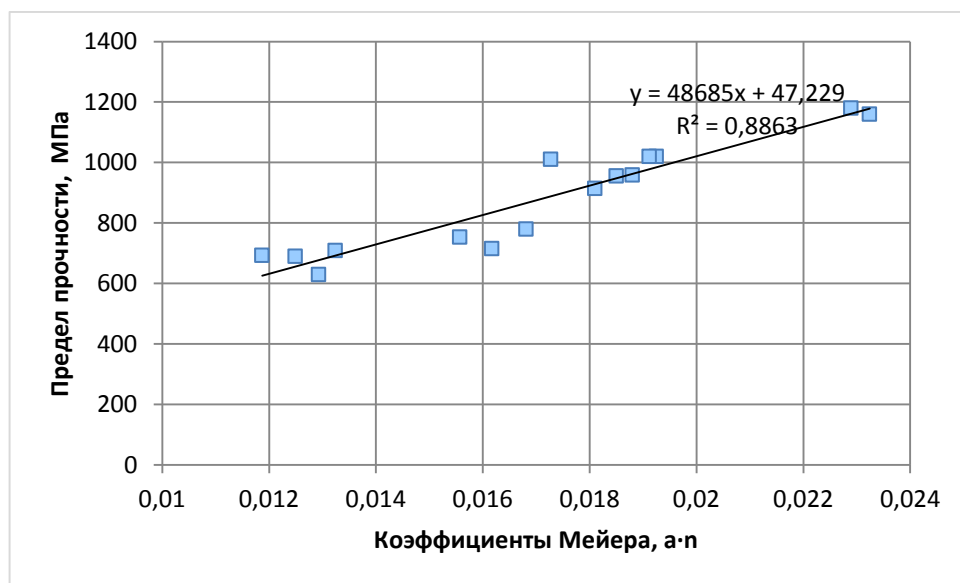
№ образца	Режим ТО	HV5	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	$a \cdot n$
B1	Отж ₁	214	693	516	21,5	0,01187
B2	ОтжН	206	629	382	20,1	0,01293
1	ОтжНЗО ₁	409	1160	1030	5,1	0,02324
2	ОтжНЗО ₂	280	779	671	10,8	0,01681
3	ОтжНЗО ₃	425	1180	1090	5,7	0,02289
4	ОтжНЗО ₄	269	753	636	10,1	0,01557
5	ОтжНЗО ₅	322	914	838	8,9	0,01810
6	ОтжНЗО ₆	335	955	878	10,9	0,01850
7	ОтжНЗО ₇	329	958	889	8,55	0,01880
5.1	Отж ₂	242	689	480	34,3	0,01249
6.1	Отж ₃	247	709	500	33,5	0,01324
7.1	Отж ₄	238	715	530	33,8	0,01617
5.2	ОтжЗО ₈	312	1020	930	19,1	0,01925
6.2	ОтжЗО ₉	324	1010	940	17,7	0,01727
7.2	ОтжЗО ₁₀	315	1020	920	18,3	0,01912

На рисунках 3 и 4 приведены графики линейных (полиномиальных) зависимостей механических характеристик от показателя $a \cdot n$, учитывающих влияние 15 различных режимов термической обработки.

а)

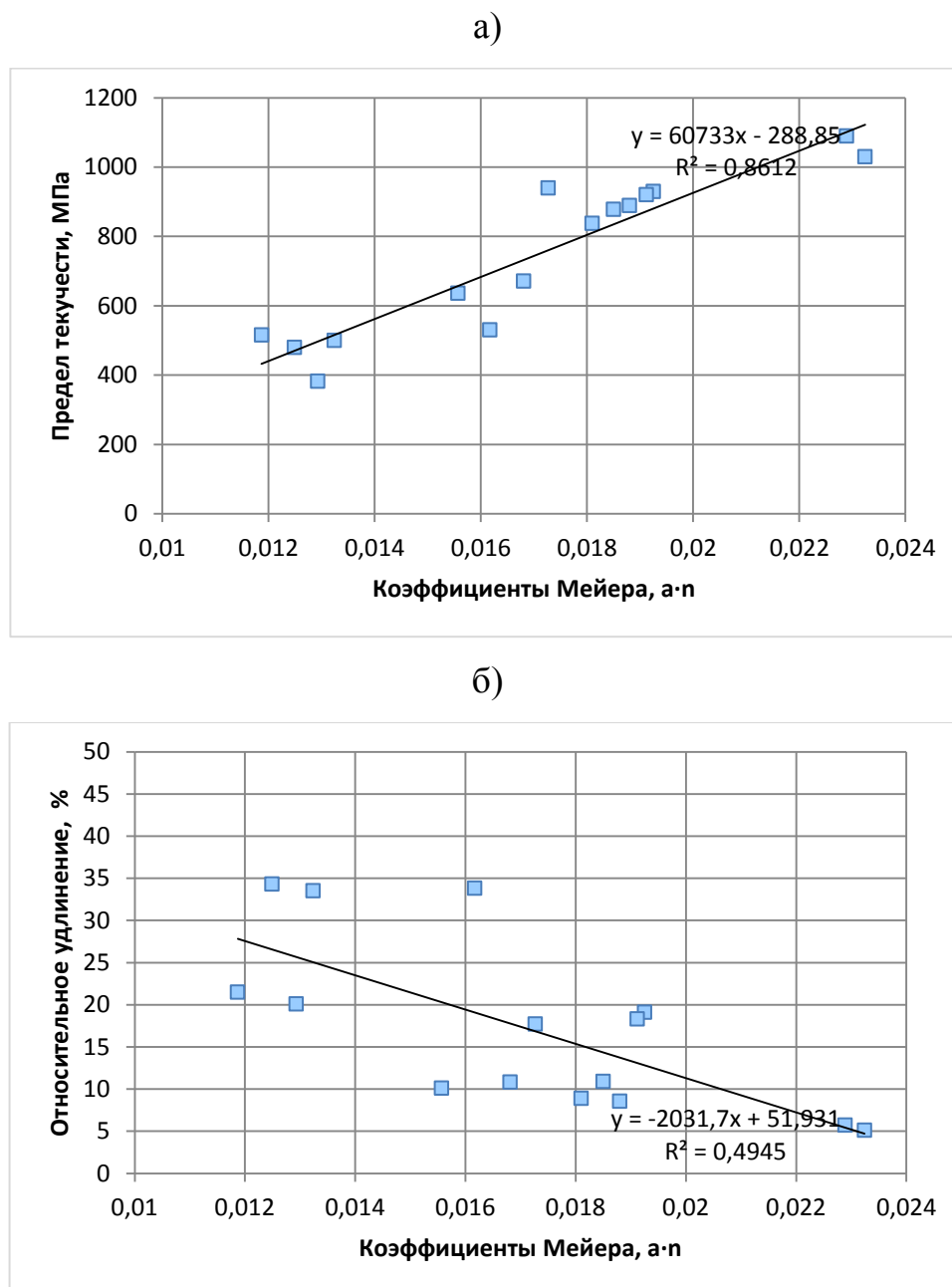


б)



а) – твердость HV5; б) – предел прочности

Рис. 3 – Графики линейных зависимостей механических характеристик металла от показателя $a \cdot n$



а) – предел текучести; б) – относительное удлинение

Рис. 4 – Графики линейных зависимостей механических характеристик термически обработанной стали 30ХГСА от показателя $a \cdot n$

Установленные (Excel 2010) линейные (и нелинейные) эмпирические взаимозависимости прочностных и пластических характеристик образцов проанализированы по тесноте связи по Чеддоку [6], с учетом значимости расчетной величины достоверности аппроксимации (коэффициента корреляции) по каждой зависимости.

Для данной совокупности режимов ТО линейная связь прочностных характеристик ($HV5$, σ_b , $\sigma_{0,2}$) с показателем $a \cdot n$ достаточно сильная, что существенно для применения в практических целях при прогнозировании механических свойств по данным ММИ.

Характеристика пластичности δ имеет умеренную связь с показателем $a \cdot n$. Это определяет возможность только оценочного подхода к относительному удлинению δ по результатам ММИ. В данном случае, при необходимости, могут быть применены более достоверные нелинейные связи.

В линейном варианте расчетные уравнения связи (2)-(5) механических характеристик – предела прочности σ_{bB} , МПа; предела текучести $\sigma_{0,2}$, МПа; относительного удлинения δ , % и твердости $HV5$ – с показателем $a \cdot n$ имеют следующий вид

$$\sigma_b = 48685 a \cdot n + 47,229; R^2 = 0,8863, \quad (2)$$

$$\sigma_{0,2} = 60733 a \cdot n - 288,850; R^2 = 0,8612, \quad (3)$$

$$\delta = -2032 a \cdot n + 51,931; R^2 = 0,4945, \quad (4)$$

$$HV5 = 17634 a \cdot n - 3,451; R^2 = 0,9030. \quad (5)$$

Таким образом, по совокупности 15 различных режимов ТО были получены уравнения связи механических характеристик с показателем $a \cdot n$. Эти зависимости по верхнему пределу ограничены нагрузкой 1 кгс на индентор.

Дополнительно, в рамках оценки попарной корреляции прочностных и пластических характеристик стали 30ХГСА (предел прочности σ_b , предел текучести σ_t , относительное удлинение δ , а также твердость $HV5$) получены соответствующие эмпирические уравнения (таблица 2).

Таблица 2

Уравнения линейной связи параметров механических характеристик термоупрочняемой стали 30ХГСА

Параметр Y	Параметр X		
	σ_T	HV5	δ
σ_B	$y = 0,7784x + 296,16$ $R^2 = 0,9704$	$y = 2,6739x + 82,656$ $R^2 = 0,9207$	$y = -11,669x + 1079,9$ $R^2 = 0,425$
σ_T	-	$y = 3,3324x - 243,72$ $R^2 = 0,8929$	$y = -15,866x + 1021,9$ $R^2 = 0,4907$
δ	-	$y = -0,1117x + 50,481$ $R^2 = 0,5145$	-

По этим результатам видно, что прочностные свойства ОМ (σ_B , σ_T и HV5) с высокой степенью достоверности аппроксимации линейно связаны между собой (R^2 порядка 0,9 и более).

В плане применения полученных результатов испытаний наибольший практический интерес представляет связь предела прочности и текучести металла с твердостью HV5, которая при определенных условиях также может быть определена в доступных локальных зонах деталей или образцов.

Вместе с тем, весь этот комплекс зависимостей характеризует довольно плотную связь между приведенными показателями механических свойств. Это может быть реальным основанием для оценки прочности и пластичности металла применением такого метода неразрушающего контроля.

Прочностные свойства (предел прочности и твердость) с относительным удлинением δ имеют умеренную (степенную) связь. Это также в практических целях позволяет использовать соответствующие эмпирические уравнения, но только оценочно. Умеренность связи является результатом учтенного в данной работе многообразия вариантов ТО материала. Так, например, в работе [7] показан нелинейный вид связи предела прочности и относительного удлинения той же стали всего лишь после одного из вариантов ТО – закалки и отпуска образцов при температуре от плюс 200 до плюс 600 °С.

Полученные в данной работе результаты показывают практическую возможность оценки пластических и прочностных свойств не только по данным циклических ММИ, но и непосредственно по твердости HV 5 при обозначенном размере интересующей зоны детали. Применение того или иного метода может быть осуществлено только после сопоставления их локальности для конкретного материала с размерами зон на изделиях, представляющих интерес для оценки их механических характеристик. Так, например, размеры сварных швов в зависимости от вида сварки могут изменяться от долей при лазерной сварке до десятков миллиметров при дуговой сварке [8]. При этом локальные зоны сварного соединения, граничащие со швом и с относительно постоянными свойствами, также могут иметь размеры порядка 0,1 мм и более [9]. Важность и роль, например, «мягкой» прослойки в околошовной зоне термоупрочняемых сталей, определяемая, в том числе ее размерами, отмечена в [10, 11] как существенно влияющая на прочность сварных соединений.

По результатам исследований установлено, что интервал твердости стали 30ХГСА в различном термоупрочненном состоянии составляет от 200 HV до 500 HV. При нагрузке на индентор $F=1$ кгс это эквивалентно диагоналям отпечатка d от 0,06 до 0,10 мм, соответственно, по формуле $HV=0,189F(H)/d^2(\text{мм})$ [2] или $HV=1,8545/d^2$. При нагрузке на индентор 5 кгс размеры диагонали отпечатка d изменяются от 0,14 до 0,22 мм. С учетом минимального количества отпечатков в локальной зоне (не менее 3), при условии их строчечного расположения в плоскости шлифа, и установленного регламента расстояний между отпечатками [12], размер повреждаемой индентацией зоны (порядка $10d$) при ММИ не превысит 1,0 мм, а при измерении HV 5 – 2,2 мм. При ММИ размер повреждаемой зоны может быть еще более уменьшен за счет снижения верхнего уровня циклических нагрузок с 1 кгс до 0,2 кгс (до 0,4 мм). Из анализа экспериментально-расчетных зависимостей $P(h)$ следует, что при

уменьшении верхнего интервала нагрузок с 1 кгс до 0,2 кгс коэффициент a формулы Мейера (1) практически не изменяется – не более, чем на 0,01 %, а коэффициент n не более, чем на 1 %, при варьировании величины их произведения для спектра упрочненных образцов практически в два раза.

Заключение

1. Применительно к образцам из стали 30ХГСА освоено и проведено сравнение двух неразрушающих методов определения прочности и пластичности на основе данных твердометрии по Виккерсу: метода ММИ на основе циклического вдавливания индентора с увеличивающейся нагрузкой до 1 кгс и стандартного метода измерения HV5.

2. Оцененная локальность каждого из методов позволяет осуществить выбор или более простого, но менее локального (HV5 – 2,2 мм), или более сложного в выполнении, но относительно более локального метода (ММИ – 0,4 мм).

3. Для количественной оценки механических характеристик стали 30ХГСА с применением ММИ рекомендованы зависимости, полученные экспериментально-расчетным путем на основе формулы Мейера и имеющие достоверность аппроксимации R^2 не ниже 0,995.

Литература

1. Практические вопросы испытания металлов. Пер. с нем. Под ред. О.П. Елютина. М., «Металлургия», 1979. 280 с.

2. ГОСТ Р ИСО 6507-1: 2007 Металлы и сплавы. Измерение твердости по Виккерсу. Часть 1. Метод измерения.

3. Способ оценки микромеханических характеристик локальных областей металлов. Патент РФ № 2554306. МПК G01N 3/44. ФГУП "РФЯЦ-ВНИИТФ им. академ. Е.И. Забабахина"/ Собко С. А., Брунеткина Е. В. Заявка № 2013146143; заявл. 15.10.2013; опубл. 20.04.2015.

4. Брунеткина Е.В., Смирнов Ю.Г., Собко С.А. Возможности микромеханических испытаний для оценки механических свойств упрочняемых материалов // Роль фундаментальных исследований при реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» : материалы IV Всероссийской конференции. [Электронный ресурс] / ФГУП «ВИАМ». – М.: ВИАМ, 2018. – 386 с. С. 347–355.
5. Григорович, В. К. Твердость и микротвердость металлов М. : Наука, 1976. - 230 с.
6. Советов Б. Я. Моделирование систем: учебник для вузов / Б. Я. Советов, С. А. Яковлев. - М.: Высшая школа, 2009. – 343 с.
7. Анастасиади Г. П., Сильников М. В. Работоспособность броневых материалов. – СПб.: Астерион, 2004. – 624 с., С.30.
8. Сварка и свариваемые материалы: В 3-х т. Т. II. Технология и оборудование. Справ. изд./Под ред. В. М. Ямпольского. - М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 1996. 574 с.
9. Теория свариваемости сталей и сплавов / Э. Л. Макаров, Б. Ф. Якушев; под ред. Э.Л. Макарова. – М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2014. - 487с. С. 6.
10. Бакши О.А., Шрон Р.З. О расчетной оценке прочности сварных соединений с мягкой прослойкой // Сварочное производство. – 1971. – № 3. С. 3.
11. Земзин В. Н., Шрон Р. З. Термическая обработка и свойства сварных соединений. – Л.: Машиностроение. Ленингр. отд-ние, 1978. 367 с. С. 75.
12. ГОСТ 9450-76. Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников. С. 33.

УДК 621.7

Разработка и исследование дисперсно-упрочненного металлического композиционного материала на основе алюминиевого сплава с целью изготовления статорных лопаток компрессора перспективных двигателей вертолета

Косолапов Д.В.; Курбаткина Е.И., к.т.н.; Шавнев А.А., к.т.н.; Няфкин А.Н.

Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)

Аннотация:

Получен методом механического легирования с последующей термомодеформационной обработкой дисперсно-упрочненный металлический композиционный материал на основе алюминиевого сплава, обладающий равномерной беспористой структурой.

Показано, что введение армирующей фазы на основе частиц карбида кремния в алюминиевый сплав позволило достигнуть увеличения показателей предела прочности при растяжении в 1,2 раза при комнатной температуре, и в 1,4 раза при температуре 120 °С по сравнению с матричным сплавом. Также было достигнуто увеличение модуля упругости с 74 до 102 ГПа. Плотность разработанного МКМ составила 2,89 г/см³.

Ключевые слова:

металлический композиционный материал, механическое легирование, алюминиевый сплав, армирующая фаза, горячее прессование, статорная лопатка

Современные летательные аппараты проектируются с учетом особых требований к безопасности полетов при достаточно жестких условиях эксплуатации: многократно повторяемых пиковых нагрузках, форсированных режимах полетов во всепогодных и всеклиматических условиях, резких перепадах температур, аэродинамического характера внешних силовых воздействий [1–3].

Решение этих задач возможно благодаря использованию металлических композиционных материалов (МКМ), в частности дисперсно-упрочненных МКМ на основе алюминиевых сплавов, которые обладают высокими удельными механическими характеристиками по сравнению с матричными алюминиевыми сплавами [4, 5], обеспечивают весовую эффективность, технологичность (включая эксплуатационную) и экономичность.

Зарубежный опыт показывает, что в качестве матричных сплавов дисперсионно-упрочненных МКМ для изготовления деталей авиационной техники применяют сплавы марок 6092, 6060, 7075, 7050 [6–9]. В России – деформируемые сплавы системы Al-Mg-Si и высокопрочные алюминиевые сплавы систем Al-Cu-Mg, Al-Zn-Mg-Cu и др. В качестве упрочняющей фазы используются частицы карбида кремния, обладающие высоким модулем упругости, высоким сопротивлением термическому удару, низкой плотностью, и образующие прочную связь на границе раздела «матрица-армирующий компонент» [10]. Армирование частицами карбида кремния позволяет повысить прочностные характеристики композиционного материала, что обусловлено торможением ими дислокаций в процессе воздействия напряжений при эксплуатационных нагрузках на материал.

Целью данной работы являлась разработка и исследование дисперсно-упрочненного металлического композиционного материала на основе алюминиевого сплава с целью изготовления статорных лопаток компрессора перспективных двигателей вертолета.

Анализ научно-технической литературы показал, что существуют две основные технологии изготовления дисперсно-упрочненных металлических композиционных материалов на основе алюминиевых сплавов:

– жидкофазная технология (введение частиц в расплав матричного сплава, совмещенное с интенсивным перемешиванием расплава, с последующей кристаллизацией, обеспечивающей распределение армирующей фазы во всем объеме слитка);

– твердофазная технология (перемешивание или механическое легирование исходных порошковых компонентов матричного сплава и армирующей фазы, компактирование с последующим термомеханическим объединением).

Жидкофазная технология наряду с возможностью получения деталей сложной формы обладает рядом недостатков, а именно: армирующие частицы контактируют с матричным расплавом и при этом происходят химические реакции, которые ведут к ухудшению свойств, получаемых МКМ. Также ряд армирующих частиц является термодинамически нестабильными в расплавах алюминия, что накладывает ограничение на продолжительность их контакта с расплавом и позволяет использовать лишь ограниченный список марок матричных сплавов, содержащих в минимальном количестве легирующие элементы, взаимодействующие с армирующими частицами [11, 12].

Твердофазная технология получения МКМ, реализуемая за счет перемешивания без существенного нагрева исходных порошковых компонентов матричного сплава и армирующих частиц, позволяет избежать недостатков жидкофазной технологии – возникновения химических реакций между матрицей и армирующей фазой, а также повышенной пористости. Кроме того, при использовании твердофазной технологии консолидация компонентов исходных порошков осуществляется в высокоэнергетическом

режиме, за счет чего обеспечивается равномерная и монолитная структура получаемого МКМ.

Наиболее распространенной схемой твердофазной технологии является механическое легирование с последующим термомеханическим объединением посредством горячего прессования.

На основе анализа научно-технической литературы в качестве матричного алюминиевого сплава для получения дисперсно-упрочненного металлического композиционного материала выбран сплав системы Al-Zn-Mg-Cu. Выбор обусловлен тем, что сплав обладает коррозионной стойкостью, хорошо обрабатывается резанием и отличается высокой прочностью (520 МПа), а также при длительной эксплуатации сплав способен сохранять свои прочностные характеристики до температуры 120 °С, что соответствует требуемой рабочей температуре статорных лопаток компрессора перспективных двигателей вертолета.

Порошки матричного сплава и армирующего компонента после перемешивания подвергали механическому легированию для получения композиционных гранул. Процесс механического легирования представляет собой получение композиционных гранул длительным смешиванием исходных компонентов в высокоэнергетической планетарной шаровой мельнице, целью которого является формирование заданной структуры и химического состава в композиционных гранулах [13, 14].

Структура композиционных гранул определяется процессами, происходящими во время механического легирования: деформацией пластичной алюминиевой матрицы, внедрением в нее частиц карбида кремния, которые также измельчаются в процессе обработки, холодной сваркой агломератов между собой и их последующим разрушением [15].

Полученные в результате механического легирования композиционные гранулы изображены на рисунке 1.

Анализ структуры гранул (рисунок 2 а, б) показал, что армирующий компонент равномерно распределен в матрице. Агломераты частиц армирующей фазы и поры не наблюдаются. В микроструктуре присутствуют как мелкие частицы карбида кремния, около 1–2 мкм и менее, так и более крупные, средним размером 3–4 мкм и более. Форма композиционных гранул близка к сферической с четко определенными границами, размер гранул находится в диапазоне от 400 до 800 мкм.



Рис. 1 – Гранулы дисперсно-упрочненного металлического композиционного материала на основе алюминиевого сплава, полученные механическим легированием

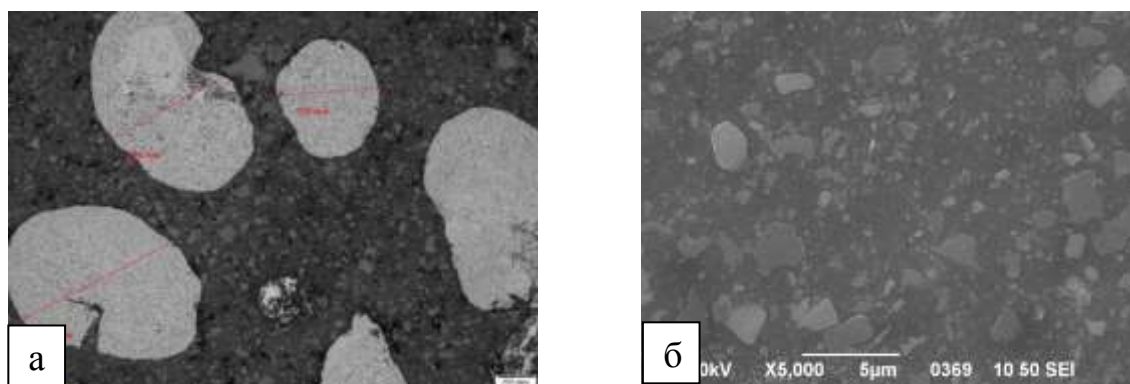


Рис. 2 – Микроструктура гранул дисперсно-упрочненного металлического композиционного материала на основе алюминиевого сплава $\times 5$ (а) и $\times 5000$ (б)

Элементный анализ, проведенный при помощи энергодисперсионного спектрометра, позволил выявить, что основная фаза МКМ состоит из алюминия и незначительного объема кремния, углерода, железа и кислорода (рисунок 3). Наличие кислорода очевидно вызвано окислительными процессами поверхности гранул, проходящими при механическом легировании.

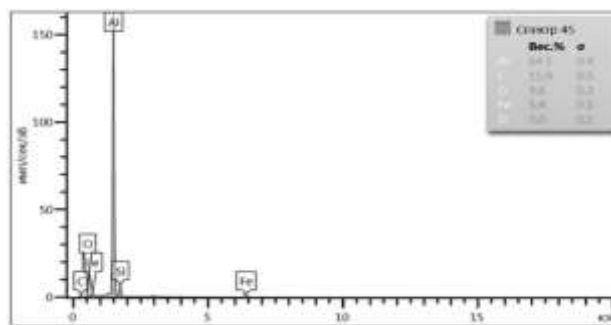


Рис. 3 – МРСА основной фазы МКМ

На спектре армирующей фазы проявились пики кремния, углерода и алюминия (рисунок 4).

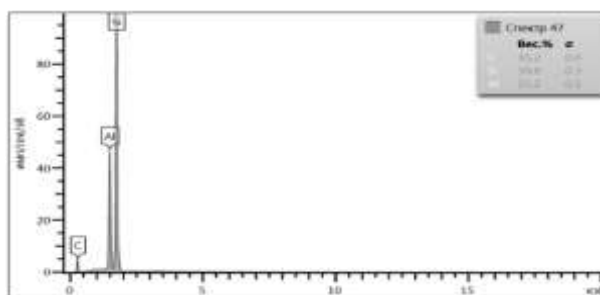


Рис. 4 – МРСА армирующей фазы МКМ

Из композиционных гранул методом горячего прессования были получены заготовки для конструктивно-подобных образцов статорных лопаток. На рисунке 5 изображена полосчатая структура прессованной заготовки, состоящая из чередования почти параллельных полос, ориентированных в направлении термдеформационной обработки.

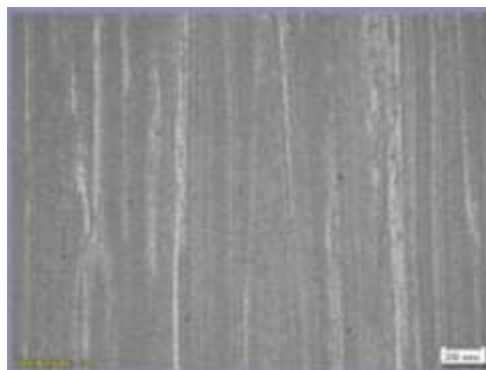


Рис. 5 – Микроструктура прессованной заготовки
из дисперсно-упрочненного МКМ на основе алюминиевого сплава

На полученных заготовках была определена плотность, предел прочности при температурах 20 и 120 °С, а также модуль упругости при растяжении.

Полученные результаты испытаний (рисунок 6) показывают, что введение армирующей фазы на основе частиц карбида кремния в алюминиевый сплав позволило достигнуть увеличения показателей предела прочности при растяжении в 1,2 раза при комнатной температуре, и в 1,4 раза при температуре 120 °С по сравнению с матричным сплавом. Также было достигнуто увеличение модуля упругости с 74 ГПа до 102 ГПа. Плотность разработанного МКМ составила 2,89 г/см³.

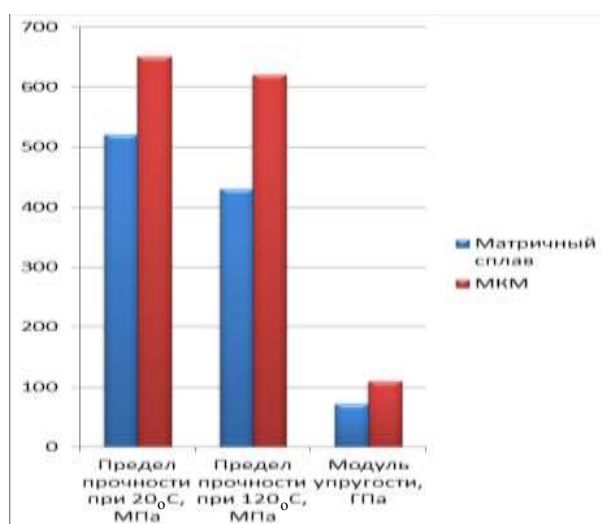


Рис. 6 – Механические свойства металлического композиционного материала на основе алюминиевого сплава в сравнении с матричным сплавом

Увеличение прочностных характеристик, а также отсутствие пористости свидетельствуют о правильно выбранной схеме получения МКМ, а также в наличии прочной связи между армирующей фазой и матричным сплавом, способствующей перераспределению прилагаемой нагрузки между компонентами гетерогенной системы композиционного материала.

Испытания на определение предела выносливости КПО статорных лопаток из дисперсно-армированного МКМ проводились на установке для усталостных испытаний (вибростенд электродинамический) (рисунок 7).

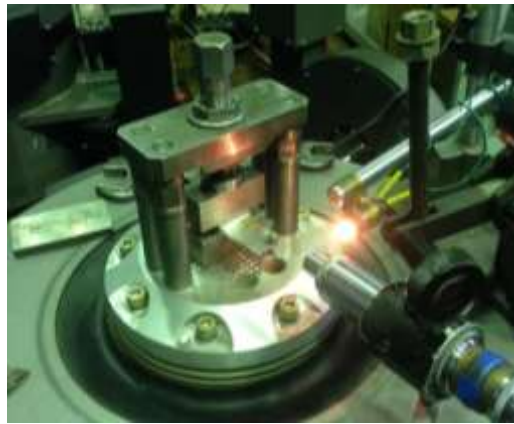


Рис. 7 – КПО статорной лопатки, закрепленный на вибростенде

Схема препарирования и результаты исследования распределения напряжений по КПО статорной лопатки из МКМ представлены на графике (рисунок 8). Согласно полученным данным было экспериментально определено место расположения контрольного тензорезистора.

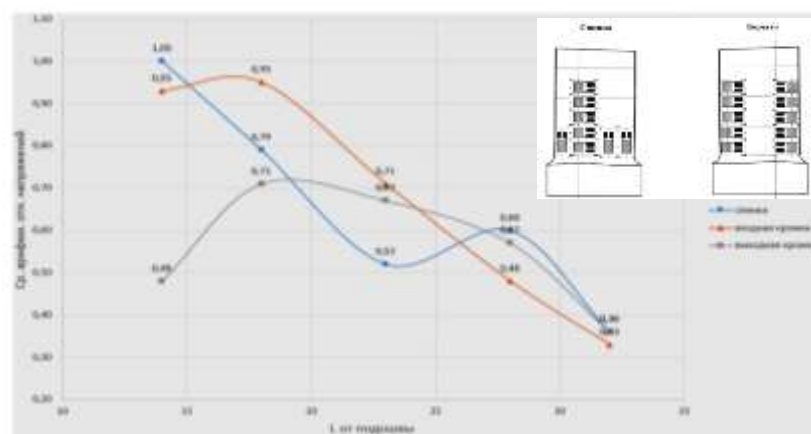


Рис. 8 – График распределения напряжений по лопатке

Испытания на усталость прототипов статорных лопаток проводились по следующим режимам:

– при резонансных изгибных колебаниях по основному тону их профильной части (при колебаниях пера лопатки по 1-й изгибной форме) с симметричным циклом нагружения при комнатной температуре и консольном закреплении;

– за предел выносливости принимают те максимальные напряжения, при которой без разрушения выдерживают заданную базу ($2 \cdot 10^7$ циклов) испытаний не менее шести прототипов статорных лопаток;

– при падении частоты собственных колебаний на 1,5–3 %, независимо от количества пройденных циклов, прототип статорной лопатки снимался с испытаний и направлялся на неразрушающий контроль.

Кривая усталости в координатах $\lg \sigma - \lg N$, полученная по результатам испытаний представлена на рисунке 9.

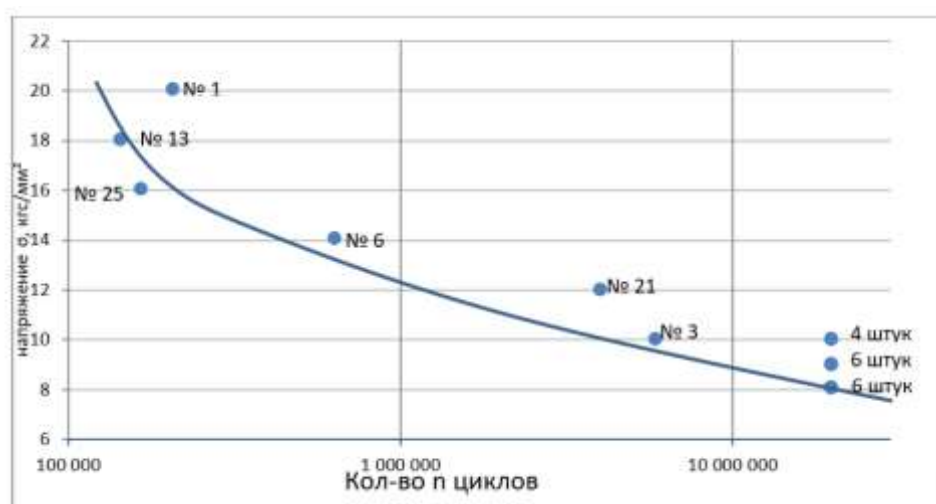


Рис. 9 – Кривая усталости прототипов статорной лопатки

По результатам проведения испытаний рассчитан предел выносливости на уровне 9 кгс/мм^2 . Однако поскольку измеряющий тензорезистор был установлен не в области максимальных напряжений, для определения действительного уровня напряжений, воздействующего на лопатку, вычислен коэффициент пересчета на основе коэффициентов $K=1,265$, полученных на этапе получения распределения напряжений. Согласно данному коэффициенту действительный уровень напряжений, который выдержали КПО составил $\approx 11 \text{ кгс/мм}^2$, что превосходит в 1,3 раза уровень рабочих напряжений на лопатке направляющего аппарата 3-й ступени компрессора, взятой за образец.

Выводы

Получен методом механического легирования с последующей термомодеформационной обработкой дисперсно-упрочненный металлический композиционный материал на основе алюминиевого сплава, обладающий равномерной беспористой структурой.

Показано, что введение армирующей фазы на основе частиц карбида кремния в алюминиевый сплав позволило достигнуть увеличения показателей предела прочности при растяжении в 1,2 раза при комнатной температуре, и в 1,4 раза при температуре 120 °С по сравнению с матричным сплавом. Также было достигнуто увеличение модуля упругости с 74 до 102 ГПа. Плотность разработанного МКМ составила 2,89 г/см³.

КПО лопаток из металлического композиционного материала выдержали напряжения, соответствующие действительному уровню напряжений ≈ 11 кгс/мм², что превосходит в 1,3 раза уровень рабочих напряжений на лопатке направляющего аппарата 3-й ступени компрессора, взятой за образец.

Литература

1. Дуюнова В.А., Волкова Е.Ф., Уридия З.П., Трапезников А.В. Динамика развития магниевых и литейных алюминиевых сплавов // Авиационные материалы и технологии. 2017. № S. С. 225–241. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-225-241.
2. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения – основа инноваций, технологического лидерства и национальной безопасности России // Интеллект и технологии, 2016. № 2 (14). С. 16–21.
3. Каблов Е.Н. Современные материалы – основа инновационной модернизации России // Металлы Евразии. 2012. № 3. С. 10–15.
4. Стоякина Е.А., Курбаткина Е.И., Симонов В.Н., Косолапов Д.В., Гололобов А.В. Механические свойства алюмоматричных композиционных

материалов, упрочненных частицами SiC, в зависимости от матричного сплава (обзор) // Труды ВИАМ. 2018. № 2 С. 62–73. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 02.10.2019) DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-2-8-8.

5. Campbell G.T., Raman R., Fields R., Optimum press and sinter processing for aluminum/SiC composites, in: Jandeska W.F., Chernenkoff R.A., Powder Metallurgy Aluminum and Light Alloys for Automotive Applications, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, 1998, P. 43–50.

6. G. B. Veeresh Kumar, C. S. P. Rao, N. Selvaraj, M. S. Bhagyashekar Studies on Al6061-SiC and Al7075-Al₂O₃ Metal Matrix Composites // Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering. 2010. V. 9, No. 1, PP. 43–55.

7. Косолапов Д.В., Шавнев А.А., Няфкин А.Н., Гришина О.И. Исследование формирования структуры композиционных гранул Al-SiC // Авиационные материалы и технологии. 2016. № 3 (42). С. 49–52. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-3-49-52.

8. В.М. Белецкий, Г.А. Кривов Алюминиевые сплавы (состав, свойства, технология, применение): справочник. Киев: Коминтех. 2005. 75–83 с.

9. Prasad Reddy, A., Vamsi Krishna, P., Narasimha Rao, R., & Murthy, N.V. Silicon Carbide Reinforced Aluminium Metal Matrix Nano Composites-A Review // Materials Today: Proceedings. 2017. 4(2). PP. 3959–3971. DOI:10.1016/j.matpr.2017.02.296.

10. Квасов Ф.И., Фридляндер И.Н. Промышленные деформируемые, спеченные и литейные алюминиевые сплавы. М.: Металлургия. 1972. 72 с.

11. Xuezheng Zhang, Tijun Chen, He Qin and Chong Wang A Comparative Study on Permanent Mold Cast and Powder Thixoforming 6061 Aluminum Alloy and SiC_p/6061Al Composite: Microstructures and Mechanical Properties // Materials. 2016. 9, 407. DOI:10.3390/ma9060407.

12. Гончаренко Е.С., Трапезников А.В., Огородов Д.В. Литейные алюминиевые сплавы (к 100-летию со дня рождения М.Б. Альтмана) // Труды

ВИАМ. 2014. № 4. С. 8–14. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 17.09.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-4-2-2.

13. Sankar R., Singh P. Synthesis of 7075 Al/SiC particulate composite powders by mechanical alloying // Materials Letters. 1998. V. 36, № 1-4. PP. 201–205.

14. Lu L., Lai M.O., Ng C.W. Enhanced mechanical properties of an Al based metal matrix composite prepared using mechanical alloying // Materials Science and Engineering: A. 1998. V. 252, № 2. P. 203–211.

15. R. Deaquino-Lara, E. Gutierrez-Castaneda, I. Estrada-Guel, G. Hinojosa-Ruiz, E. Garcia-Sanchez, J. M. Herrera-Ramirez, R. PerezBustamante, R. Martinez-Sanchez Structural characterization of aluminium alloy 7075-graphite composites fabricated by mechanical alloying and hot extrusion // Materials and Design. 2014. 53. PP. 1104–1111.

УДК 621.791.011, 621.791.053

Конструкция сварного соединения со смещенным швом из сплава алюминия АМГ6 и конечно-элементный анализ ее работоспособности

Гареев И.С.; Малых М.В.; Собко С.А., д.т.н.

avva@ted.ch70.chel.su

¹ФГУП Российский Федеральный Ядерный Центр – Всероссийский научно-исследовательский институт технической физики имени академика Е.И. Забабахина Россия, 456770, г. Снежинск, ул. Васильева, 13

Аннотация:

Разработанная конструкция сварного соединения из сплава алюминия гарантирует предотвращение недопустимых дефектов сварки. На основе анализа напряженно-деформированного состояния соединения рекомендованы варианты его механической доработки.

Ключевые слова:

конструкция сварного соединения, дуговая сварка, дефекты шва, напряженно-деформированное состояние соединения, концентраторы зоны шва

При изготовлении сварных конструкций широко применяют сплавы алюминия. Это обусловлено, прежде всего, необходимостью снижения общей массы ответственных корпусных конструкций при высокой их коррозионной стойкости. При проектировании конструкций сварных соединений таких корпусов основной задачей, при невысокой прочности свариваемых сплавов алюминия, является обеспечение расчетного запаса прочности сварной конструкции. Необходимо также при этом в конструкции разделки соединения учитывать возможность обеспечения равнопрочности шва и основного металла за счет обеспечения сквозного провара.

Наиболее распространенным материалом конструкций из алюминиевых сплавов является сплав АМг6. Его применение в корпусных конструкциях ответственного назначения требует учитывать в части сварки специфические свойства данного материала, конструктивные особенности сварного соединения и определенные требования к технологии сварки.

Особенность сварки алюминия и его сплавов связана со склонностью металла шва к образованию различных дефектов, в том числе пор и кристаллизационных трещин [1].

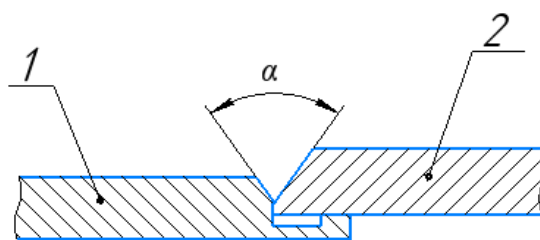
Производственный опыт сварки алюминиевых сплавов показывает, что многие дефекты в сварных швах обусловлены состоянием их поверхности. Причем, под термином «состояние поверхности» следует понимать микрогеометрию поверхности и наличие оксидных (или пассивных) пленок [2].

Высокая химическая активность алюминия и его сплавов к кислороду приводит к образованию на поверхности металла тугоплавкой оксидной плёнки (Al_2O_3). Оксидная плёнка не плавится и не растворяется в жидком металле сварочной ванны. Частицы пленки, замешанные в ванну, а также часть пленок с поверхности основного металла, не разрушенных в процессе сварки, могут образовывать оксидные включения в швах, снижающие свойства соединений и их работоспособность.

Предварительное удаление оксидной пленки перед сваркой не дает положительных результатов, поскольку она мгновенно образуется на воздухе вновь [1]. При различных вариантах исполнения конструкции свариваемых кромок существует вероятность наличия оксидных включений и в корне сварных швов [3].

Важным фактором обеспечения равнопрочности сварного соединения и получения качественных швов является выбор конструкции сварного соединения, устойчивой к дефектам сварки. Одним из таких вариантов является стыковое соединение деталей с полным проплавлением кромок, в том числе рекомендуемое для алюминиевых сплавов при односторонней сварке «на весу» с глубоким проплавлением [4]. Однако для ряда сварных корпусных конструкций исключена возможность механической доработки внутренней поверхности сварных соединений, что ограничивает возможности этого варианта.

В данной работе для соединения ступенчато располагающихся деталей корпуса в качестве компромиссного варианта предложена конструкция сварного соединения замкового типа из сплава АМгб и рассмотрены технологические особенности «сквозной» сварки смещенным относительно стыка швом, выполненным за два прохода. По результатам экспериментально-расчетного моделирования была разработана нестандартная конструкция сварного соединения с подкладной частью для формирования корня шва и с разделкой кромок со скосом в интервале углов $\alpha=68...72^\circ$, рисунок 1 [5].



1, 2 – свариваемые корпусные детали

Рис. 1 – Конструкция сварного соединения замкового типа

Подкладная часть выполнена с учетом того, что при сквозном проваре соединений из сплавов алюминия из-за их высокой жидкотекучести и малой устойчивости расплава высока склонность к «провалу» сварочной ванны и неконтролируемому провисанию корня шва [6].

При разработке конструкции сварного соединения экспериментально смоделировано определенное соотношение размерных параметров разделки кромок a , b , c , d , e (рисунок 2).

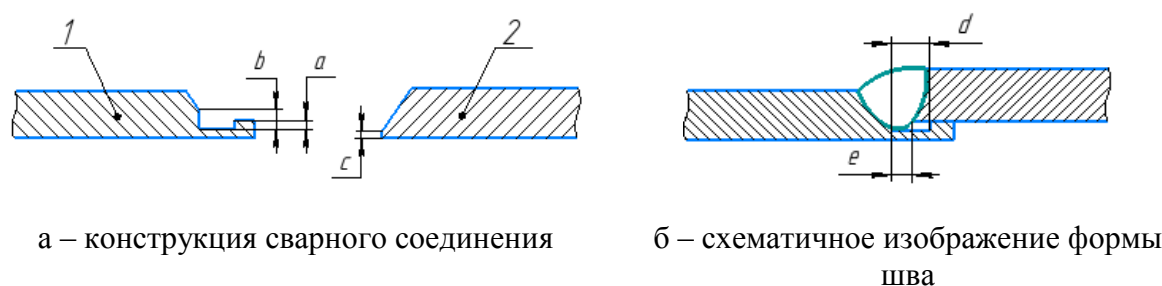


Рис. 2 – Параметры разделки кромок сварного соединения и шва

При условии $c = b - a$, как правило, шов формируется по классическому варианту с симметричным расположением сварного шва первого прохода относительно оси стыка свариваемых деталей, при котором возможно образование пор в корне шва (рисунок 3) со стороны детали поз.1 рисунка 2, а.



Рис. 3 – Схема расположения дефектов в виде одиночных пор в корне шва при условии $c = b - a$

Применительно к данной конструкции соединения выполнение условия $c < b - a$ является ключевым с точки зрения бездефектной сварки, поскольку

этим критерием обеспечивали смещение оси сварного шва в сторону технологической канавки, рисунок 2б.

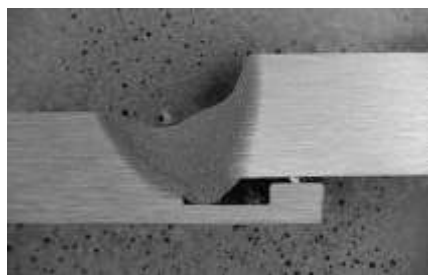
Для оценки эффективности разработанной конструкции сварного соединения были выполнены экспериментальные исследования по автоматической аргонодуговой сварке неплавящимся электродом. Непосредственно перед выполнением сварки для обеспечения качественного формирования шва все поверхности соединения подвергали травлению и механической очистке шабером.

Сварку выполняли за два прохода: первый проход – без сварочной проволоки с проплавлением и формированием корня шва в зоне подкладной части разделки, рисунок 4а; второй проход для заполнения разделки выполняли с применением сварочной проволоки, рисунок 4б. В качестве присадочного материала применяли проволоку СвАМг6 ГОСТ 7815-75 диаметром 2,0 мм. По результатам проведенных экспериментов были определены режимы сварки (таблица 1) и получены соединения со смещенным швом в сторону канавки детали поз.1 рисунка 2.

Таблица 1

Параметры режима автоматической АДС

Наименование параметра	Значение параметра режима сварки	
	1 проход	2 проход
Ток сварки, А	165	175
Скорость сварки, мм/мин	100	100
Диаметр электрода, мм	4,0	4,0
Диаметр сварочной проволоки, мм	–	2,0



а – формирование корня шва после первого прохода



б – формирование шва после второго прохода

Рис. 4 – Снимки шлифов поперечных сечений сварного соединения после каждого прохода, 7^х

На изломах рабочего сечения шва, полученных преднамеренным разрушением вдоль оси шва образцов, выполненных ранее в варианте конструкции без канавки, присутствовали дефекты в виде цепочки пор разного размера в корне шва и свищей в верхней части шва, рисунок 5.

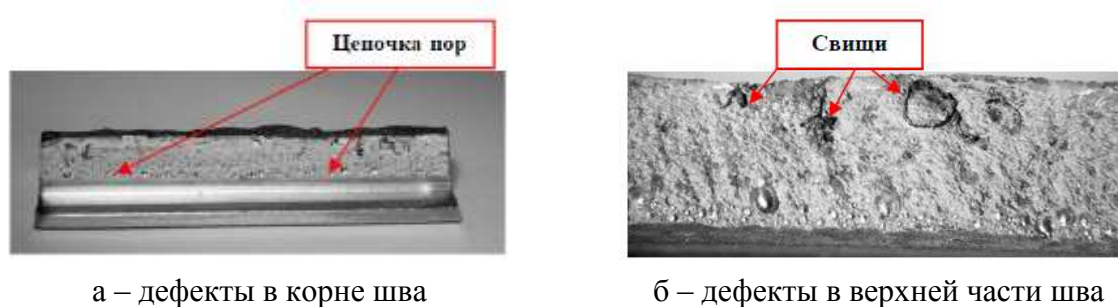


Рис. 5 – Общий вид излома сварного шва образца с вариантом конструкции без технологической канавки

В образце с технологической канавкой и смещением шва дефектов в виде пор и оксидных включений на шлифах и изломах не выявлено. Наличие канавки на детали позволило обеспечить качественное формирование сварного шва с вытеснением оксидных включений и примесей в объем канавки.

На рисунке 6 представлена микроструктура, характерная для каждой зоны сварного соединения, выполненного с технологической канавкой.

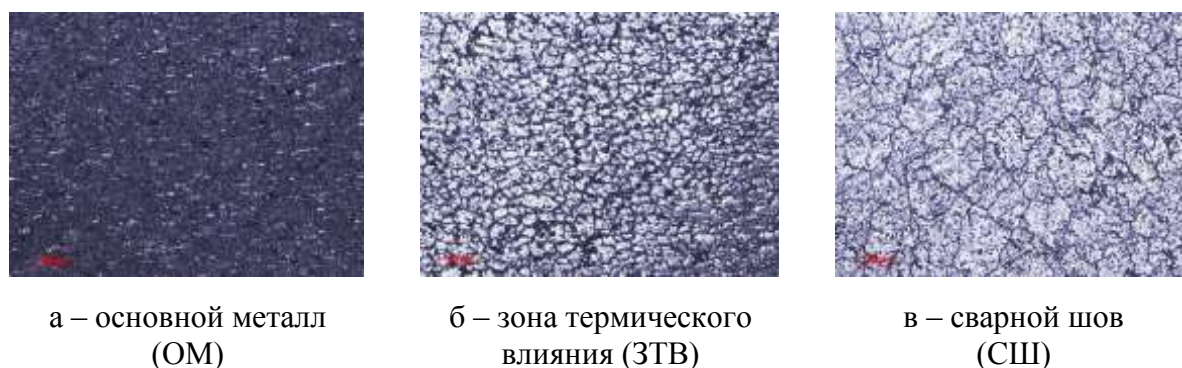


Рис. 6 – Микроструктура основных зон сварного соединения, 200^x

Сравнительные значения твёрдости металла этих зон сварного соединения представлены в таблице 2.

Таблица 2

Твердость металла HV5 в основных зонах сварного соединения
(среднее и среднеквадратичное отклонение)

ОМ	ЗТВ	СШ
82,0±3,3	80,4±0,8	76,7±1,9

Так как твердость СШ ниже твердости ЗТВ и ОМ, то наиболее слабым местом при испытании сварного соединения растяжением должна быть зона шва. Это подтверждено результатами механических испытаний, при которых установлено, что разрушение сварных соединений происходит непосредственно по СШ. Прочность сварного соединения составила 304 ± 5 МПа, что не менее 96 % от прочности ОМ.

Выполненными исследованиями показана эффективность разработанной конструкции сварного соединения из алюминиевого сплава АМг6 со смещенной геометрией шва в объем канавки, как в части обеспечения бездефектности и требуемой геометрии шва, так и достаточной прочности и равнопрочности сварного соединения в целом.

Вместе с тем, с учетом несимметричности разделки кромок соединения и наличия резких переходов в зоне шва, целесообразно оценить работоспособность такого соединения, в том числе при нескольких возможных вариантах его доработки по наружной (и внутренней поверхности) без ослабления рабочего сечения, определяемого разностью толщины деталей (рисунок 1) и высоты подкладной части соединения (рисунок 2).

Известно, что деформации как внутренние в процессе сварки, так и внешние, при несвободном перемещении элементов сварного соединения могут привести к образованию трещин. Это характерно и для алюминиевых сплавов, которые отличаются высокими коэффициентами линейного расширения и теплопроводности, большой усадкой кристаллизующегося

металла, а также сильной чувствительностью к концентраторам напряжений [7].

Рассмотрим влияние концентраторов напряжений, которые могут проявляться в виде неснятых усилений швов, накладок, ребер жесткости, а также наружных или внутренних дефектов швов в виде непроваров [8] на работоспособность конструкции соединения после сварки.

В соответствии с размерами свариваемых деталей соединения применительно к образцам рисунка 2 была применена модель, позволяющая провести оценку напряженно-деформированного состояния (НДС) сварного соединения (без учета остаточных сварочных напряжений) методом конечных элементов [9, 10].

Состояние шва в соединении исследовали при влиянии статического растяжения и сжатия. В расчетной модели были приняты следующие упрощения: с учетом соотношения размеров образцов деформации при решении плоской задачи принимали двухмерными; физико-механические характеристики ОМ и СШ считали в первом приближении идентичными (с учетом допусков по твердости шва и ОМ, таблица 2) и представляющими собой одну неделимую модель. Свойства материала (алюминиевый сплав АМгб) задавали по справочным данным (таблица 3) [11] и с учетом испытаний сварных образцов со смещенным швом (таблица 2).

Таблица 3

Задаваемые свойства материалов

Параметр	Значение
Модуль упругости E , ГПа	71
Модуль сдвига G , ГПа	27
Предел прочности σ_b , МПа	304
Предел текучести $\sigma_{0,2}$, МПа	170
Коэффициент Пуансона	0,33

Для задания напряженного состояния соединения в расчетной модели проводили фиксацию (ограничение перемещений) одного из торцов модели

образца по всем координатам и наложение на противоположном торце перемещения величиной 0,01 мм, при этом изменяли направление вектора приложения перемещения для вариантов расчета при растяжении и сжатии.

На рисунке 7 представлена эпюра распределения эквивалентных напряжений СШ при статическом растяжении.

Эквивалентные напряжения определяются по следующей формуле:

$$\sigma_{\text{экв}} = \frac{\sqrt{2}}{2} \sqrt{(\sigma_x - \sigma_y)^2 + (\sigma_x - \sigma_z)^2 + (\sigma_y - \sigma_z)^2} = \frac{\sqrt{2}}{2} \sqrt{(\sigma_x - \sigma_y)^2 + \sigma_x^2 + \sigma_y^2} \quad (1)$$

где – нормальные напряжения в соответствующих осях координат [9].

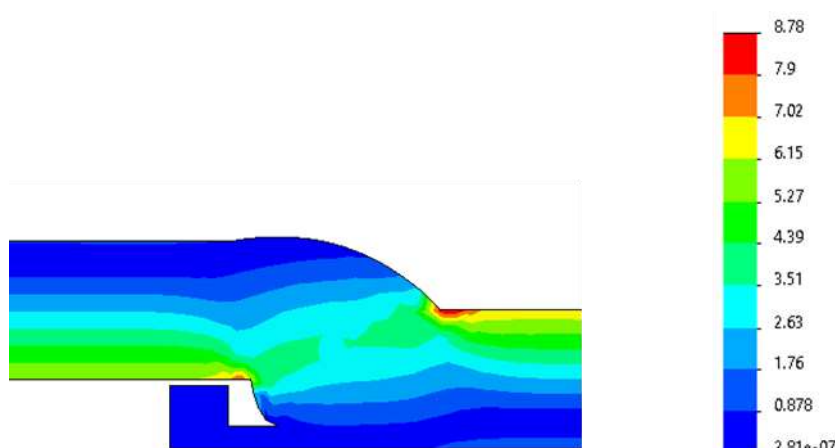


Рис. 7 – Эпюра распределения эквивалентных напряжений, МПа

Максимальные напряжения отмечены в зоне прилегания СШ шва к ОМ, что связано с действием изгибающего момента, возникающего вследствие несоосности приложения нагрузки, обуславливаемой конструкцией исследуемого соединения. Это подтверждается наличием в сварном соединении напряжений сдвига (рисунок 8).

Поля распределений эквивалентных напряжений при растяжении (рисунок 9) и сжатии совпадают, а максимальные значения напряжений практически равны. При этом изменяется только знак действующих нормальных напряжений.

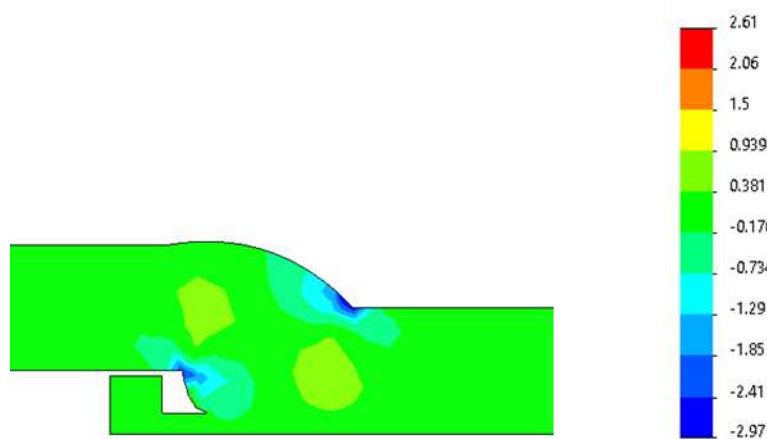


Рис. 8 – Эпюра напряжений сдвига в плоскости XY, МПа

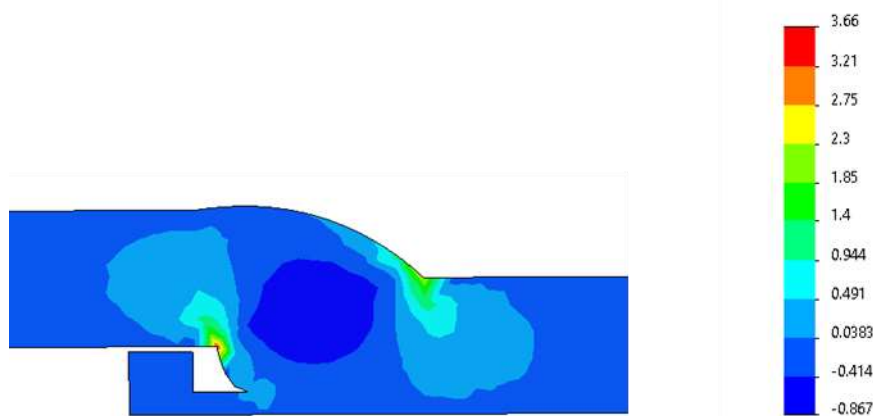


Рис. 9 – Эпюра распределения нормальных напряжений по Y(вертикаль) при растяжении, МПа

В результате анализа эпюр эквивалентного распределения напряжений (рисунок 7) было выявлено, что основную нагрузку при статическом растяжении и сжатии воспринимает на себя средняя часть (рабочее сечение) исследуемого соединения. Поэтому целесообразно рассмотреть возможные варианты доработки сварного соединения с устранением концентраторов напряжений и созданием условий однородного напряженного состояния.

Рассмотрено три варианта: вариант № 1 с удалением избыточного материала верхней части сварного соединения; № 2 – с удалением избыточного материала нижней части; № 3 – с полным удалением избыточного материала.

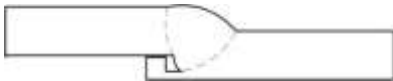
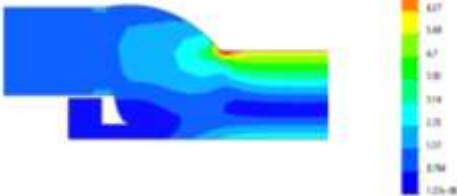
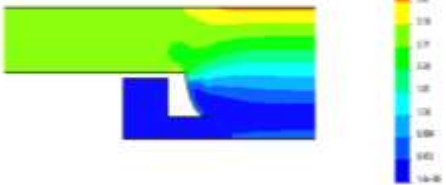
По всем вариантам выполнены расчеты при одинаковых условиях воздействия внешней растягивающей нагрузки ($P = 0,1 \text{ Н}$). Результаты представлены в таблицах 4 и 5.

Для варианта № 3 при удалении избыточной верхней и нижней части сварное соединение будет представлять собой полосу толщиной 3 мм, что гарантирует отсутствие всех переходных участков (концентраторов напряжений). При статическом растяжении в доработанном соединении внутренние силы распределены равномерно, следовательно, нормальные напряжения в любой точке будут равны, и определяются как: $\sigma = \frac{N}{F}$, где N – нормальная сила, равная внешней силе P ; F – площадь поперечного сечения [12].

Доработка сварного соединения по вариантам № 1 и № 3 приводит к снижению возникающих максимальных напряжений по сравнению с исходным вариантом в 1,65 и в 2,22 раза, соответственно. Применение варианта № 2 увеличивает максимальные напряжения в 1,74 раза.

Таблица 4

Определение НДС различных вариантов доработки

Вариант	Схема соединения	Эпюра эквивалентных напряжений, МПа
Исходный		
№1		

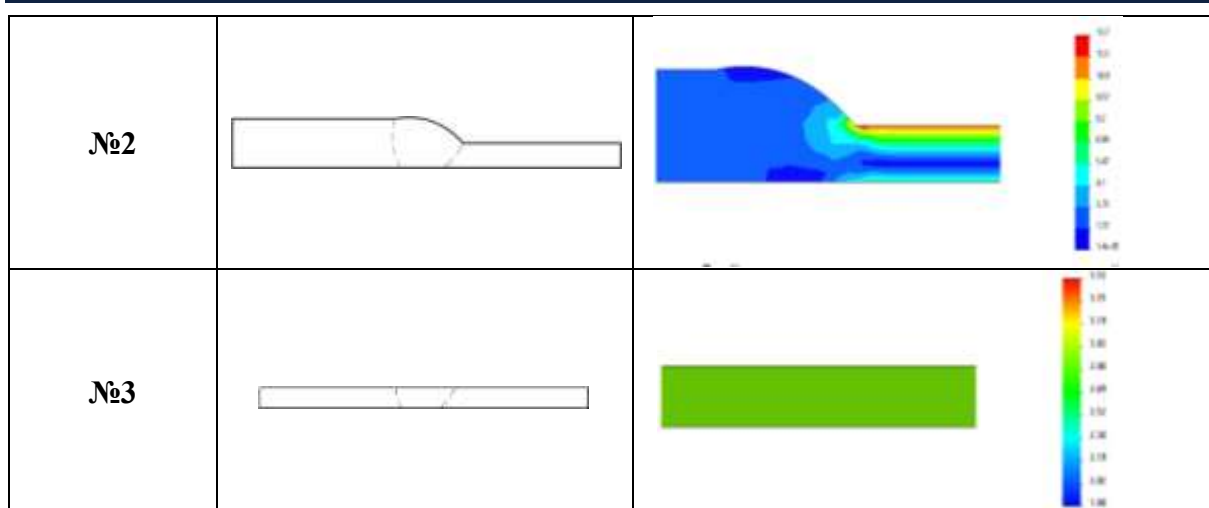


Таблица 5

Значения характеристик НДС для различных вариантов доработанных соединений

Параметр	Вариант расчета			
	Исходный	№ 1	№ 2	№ 3
Макс. напряжения, МПа	7,84	4,52	13,7	3,52
Макс. перемещение, мм	0,1857	0,0972	0,731	0,01546
Макс. деформация	0,00007125	0,0000445	0,000132	0,00003831

Следовательно, наиболее работоспособна конструкция сварного соединения с доработанной верхней частью и полностью доработанными верхней и нижней частями. Доработка только нижней части приводит к большему напряженному состоянию сварного соединения, чем у исходного.

В случае невозможности доступа для механической обработки к нижней части сварного соединения корпуса после его сварки рекомендуется доработка верхней его части.

Заключение

1) Разработана новая конструкция сварного замкового соединения с технологической канавкой и подкладной частью.

2) Экспериментальная отработка двухпроходной дуговой сквозной сварки образцов из сплава АМг6 смещенным швом подтвердили эффективность конструкции сварного соединения в части предотвращения пор, свищей, оксидных плен, а также обеспечения требуемой геометрии и прочности шва.

3) С учетом НДС конструкции сварного соединения, определенного методом конечных элементов, для исключения влияния концентраторов напряжений рекомендована доработка верхней части сварного соединения или полная доработка, что может быть реализовано с учетом возможности доступа при механической доработке к нижней части соединения.

Литература

1. Гуревич С.М. Справочник по сварке цветных металлов / С.М. Гуревич, В.Н. Замков. – Киев: Изд. «Наукова думка», 1990.
2. Рязанцев В.И., Федосеев В.А. Подготовка поверхности алюминиевых сплавов под дуговую сварку // Сварочное производство. – 2002. №4. С. 24–29.
3. Мамон М.Д., Новиков О.М. Аргонодуговая сварка нахлесточных и тавровых соединений алюминиевых сплавов // Сварочное производство. – 1990. №9. С. 2–4.
4. Быковский О.Г. Сварка и резка цветных металлов / О.Г Быковский, В.А Фролов, В.В. Пешков. – М.: Альфа-М, ИНФРА-М, 2014. – 336 с. С. 32.
5. Способ автоматической аргонодуговой сварки неплавящимся электродом: Пат. 2650463 Россия, МПК В23К 33/00, В23К 9/23. Госкорпорация "Росатом", ФГУП РФЯЦ-ВНИИТФ им. академ. Е.И. Забабахина / Гареев И.С., Писарев М.С., Лобанов С.Н., Собко С.А., Филимоненко А.Г. №2017102809; заявл. 27.01.2017; опубл. 13.04.2018.
6. Виноградов В.М. Основы сварочного производства / В.М. Виноградов, А.А. Черепанов, Н.Ф. Шпунькин. – М.: Издательский центр «Академия», 2008. – 272 с. С. 192.
7. Бондарев А.А., Воропай Н.М. Поперечные деформации при электронно-лучевой и аргонодуговой сварке стыковых соединений сплава АМг6 // Автоматическая сварка. – № 12 (273). С. 31–33.
8. Кудрявцев И.В. Усталость сварных конструкций / И.В. Кудрявцев, Н.Е. Наумченков. – М.: «Машиностроение», 1976. 272 с. С. 34–35.

9. Чернявский А.О. Метод конечных элементов. Основы практического применения / А.О. Чернявский. – М.: Машиностроение, 2007. 106 с.
10. Норри Д. Введение в метод конечных элементов: пер. с англ./ Д. Норри, Ж. де Фриз. – М.: Мир, 1981. 304 с.
11. Конструкционные материалы: Справочник / Б.Н. Арзамасов, В.А. Брострем, Н.А. Буше и др.; под общ. ред. Б.Н. Арзамасова. – М.: Машиностроение, 1990. – 688 с.
12. Соппротивление материалов. Федосьев В.И., Главная редакция физико-математической литературы изд-ва «Наука», 1970. 544 с.

УДК 621.791.763.1

Стабилизация тепловложения при контактной точечной сварке сплавов ОТ4-1 и АМг6

Буцыкин С.Э.

butsykin.s.e@gmail.com

¹АО «Научно-производственный центр «Полюс», пр. Кирова, 56в, Томск, 634050

Аннотация:

Для достижения стабильного тепловыделения при контактной точечной сварке и, соответственно, снижения дисперсии сопротивлений между электродами была проведена оценка влияния четырех подогревающих импульсов тока на разброс значений сопротивления. Во всех исследованных случаях подогревающий импульс имел положительный эффект.

Ключевые слова:

контактная точечная сварка; сопротивление между электродами; тепловыделение; подогревающий импульс

Введение

Контактная точечная сварка (КТС) применяется во многих отраслях промышленности с начала XX века. Уже в 1930-е годы были определены основные закономерности формирования соединений при КТС и сформулированы требования к сварочному оборудованию [1]. Общепринятые технологии вполне удовлетворяли требуемому уровню качества в массовом производстве на протяжении десятилетий [2]. Однако более серьезные условия эксплуатации, а также разработка новых сталей и сплавов обуславливают спрос на получение неразъемных соединений деталей со стабильно высоким качеством [3], особенно в конструкциях ответственного назначения.

Алюминиевые сплавы характеризуются относительно высокой тепло- и электропроводностью, что является причиной ограниченного интервала температур, в котором происходит образование неразъемного соединения [1]. Кроме того, алюминиевые сплавы имеют на поверхности естественную оксидную пленку, обладающую большим электрическим сопротивлением и неоднородностью состава и толщины по поверхности листа. В свою очередь, титановые сплавы имеют довольно низкую тепло- и электропроводность, а также, соответственно, большую склонность к росту зерен при нагреве до высоких температур [4].

Специфика формирования сварной точки при КТС состоит в отсутствии возможности визуально контролировать как процесс, так и результат без применения разрушающих методов. В связи с этим попытки разработать методы предсказания качества сварной точки, используя обратную связь от различных датчиков, предпринимаются уже более полувека [2, 4]. Критериями служат сопротивление между электродами, сила сжатия и смещение электродов, результаты обработки инфракрасного теплового изображения, ультразвуковые и акустико-эмиссионные сигналы и т.д. Для повышения достоверности предсказаний применяют алгоритмы

искусственного интеллекта, включая машинное обучение, нейронные сети, нечеткую логику и т.д. Другим актуальным направлением исследований является управление процессом КТС путем программированных алгоритмов изменения сварочного тока [5].

Известно, что тепло Q генерируется за продолжительность сварки t при силе тока I через сопротивление между электродами R согласно закону Джоуля–Ленца:

$$Q = \int_0^t I^2(t)R(t)dt .$$

Сопротивление между электродами, в свою очередь, состоит из объемных сопротивлений свариваемых деталей, контактных сопротивлений между деталями и электродами, а также непосредственно между деталями. Значения всех перечисленных составляющих изменяются в процессе КТС и характеризуются существенной неопределенностью. Наибольший вклад в дисперсию значений сопротивлений вносят первоначальные контактные сопротивления, зависящие от следующих факторов:

- материала электродов, их формы и силы сжатия;
- материала и толщины свариваемых деталей;
- состояния контактирующих поверхностей.

Большое количество фактически возможных комбинаций этих факторов является одной из основных причин отсутствия стабильности тепловложения и, как следствие, устойчивости характеристик сварного соединения. Для снижения дисперсии сопротивлений и, соответственно, стабилизации тепловложения при КТС предложено использовать подогрев зоны сварки предварительным импульсом тока малой величины [2, 6]. При этом микрошероховатости поверхностей деформируются и их оксидные пленки разрушаются, что приводит к увеличению площади фактического контакта металлических поверхностей [7–9]. Следствием является уменьшение средних значений контактных сопротивлений и их дисперсия.

Благодаря этому снижается нестабильность тепловложения при КТС и уменьшается вероятность формирования дефектов, таких как выплески, непровары и прожоги. Дополнительно контролировать тепловложение при КТС можно с помощью современных источников питания, которые позволяют стабильно обеспечивать предустановленные алгоритмы сварочного тока. Это открывает новые возможности в повышении качества сварных соединений и, соответственно, надежности сварных конструкций. Однако отсутствуют четкие рекомендации об оптимальных алгоритмах подогревающих импульсов в зависимости от свариваемых деталей. Цель настоящих исследований – более глубокое изучение эффекта подогревающего импульса тока на стабилизацию контактного сопротивления и, соответственно, тепловложения при КТС для деталей из алюминиевых и титановых сплавов.

Материалы и методы

Для экспериментального определения начального сопротивления между электродами и стабилизации их значений подогревающим модулированным импульсом тока использовалась специальная сварочная установка, в состав которой входили источник питания ИПТКМ-10 и модернизированный механизм сжатия от контактной машины МТТ-02. Источник питания ИПТКМ-10 представлял собой цифровой синтезатор униполярных импульсов тока с требуемыми алгоритмами независимо от сопротивления нагрузки. Цифровой осциллограф RIGOL MSO 1074 и активное сопротивление использовались для измерения фактических значений тока и напряжения.

Неизменными параметрами исследований являлись радиус рабочей поверхности 20 мм и усилие сжатия 300 Н электродов из сплава БрХЦР. Эти значения являлись средними из исследованных ранее диапазонов, применяемых при массовом промышленном производстве [10] (следует

отметить, что отсутствовала корреляция между этими параметрами и сопротивлением во всех исследованных случаях).

Диаграммы подогревающих импульсов тока (аналогичные использованным в [10]) представлены на рисунке 1. Они различались по алгоритмам нарастания тока: дискретным (режимы 1 и 3) и ступенчатым (режимы 2 и 4), а также резким (рисунок 1, а) и плавным с более длинным нарастанием (рисунок 1, б). Интегральная погонная энергия во всех случаях была примерно одинаковой. Сваривание деталей не наблюдалось ни в одном исследованном случае.

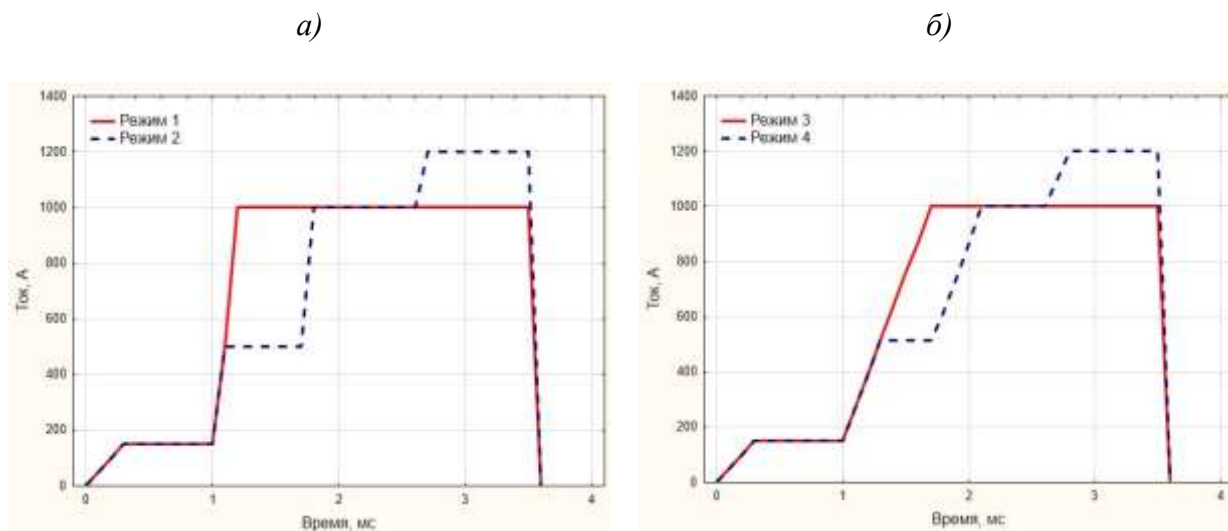


Рис. 1 – Диаграммы подогревающих импульсов тока

В качестве образцов использовались пластины из сплавов ОТ4-1 и АМг6 толщиной 0,5 и 1,0 мм соответственно. Непосредственно перед исследованиями поверхности всех деталей тщательно зачищали последовательно наждачными бумагами Р100 (размер зерен 125–160 мкм), Р240 (50–63 мкм) и Р600 (20–28 мкм) для удаления окисных пленок и унификации шероховатости. Затем образцы промывали проточной горячей водой, просушивали и обезжировали этиловым спиртом.

Для определения сопротивлений между электродами ток и напряжение измеряли 200 раз для каждой комбинации деталей, причем перемещали их относительно друг друга каждый раз для того, чтобы контактировали разные

участки поверхностей. Значения сопротивлений рассчитывались с использованием данных об измеренных значениях тока и напряжения по закону Ома. Затем данные были обработаны статистически с помощью программы MS Excel аналогично методике, примененной в [10]. Сначала кривые динамического сопротивления сглаживали по трем точкам. Затем начальные значения сопротивлений оценивались через 0,5 мс после включения тока около 125 А для завершения переходных процессов во вторичной цепи, а значения сопротивлений при предварительном нагреве оценивались непосредственно перед отключением тока (примерно через 3,5 мс в соответствии с диаграммами, показанными на рисунке 1). Дисперсию сопротивлений оценивали по абсолютным значениям (максимальное, среднее, минимальное) для каждой комбинации деталей и подогревающих импульсов тока, а также используя статистические функции «стандартное отклонение» (SD), которое было мерой того, насколько широко точки данных были разбросаны по отношению к их среднему значению, и «среднее абсолютное отклонение» (MAD), которое было средним расстоянием между каждым значением данных и их средним значением.

Результаты

Типовые экспериментально измеренные кривые тока и напряжения, а также вычисленные контактные сопротивления согласно закону Ома показаны на рисунках 2 и 3 для разных профилей тока и материалов. Их сравнение позволяет утверждать, что тип контактного сопротивления зависел не только от профилей тока, но и от электрических свойств металлов и поверхностных оксидов. Во всех исследованных случаях значения сопротивлений уменьшались по мере прохождения электрического тока (рисунки 2 и 3). Кроме того, можно сделать вывод, что существовали динамические электрические процессы в сварочном контуре, помимо переходных процессов после резкого изменения тока. Причем ток и напряжение были в противофазе, что являлось следствием гораздо большей

дисперсии вычисленных значений сопротивления в каждый момент времени. Это существенно усложняло определение его фактического уровня.

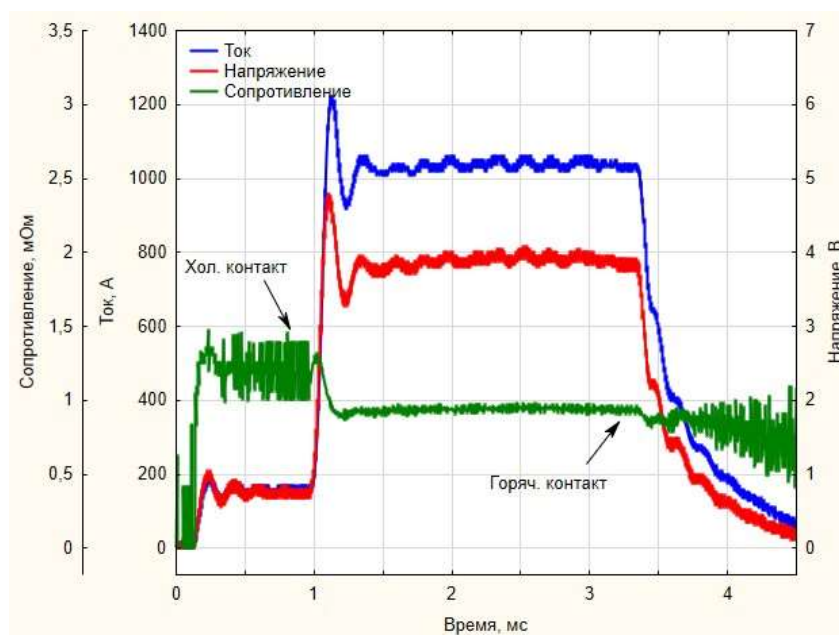


Рис. 2 – Кривые тока, напряжения и сопротивления сплава ОТ4-1 (режим 1)

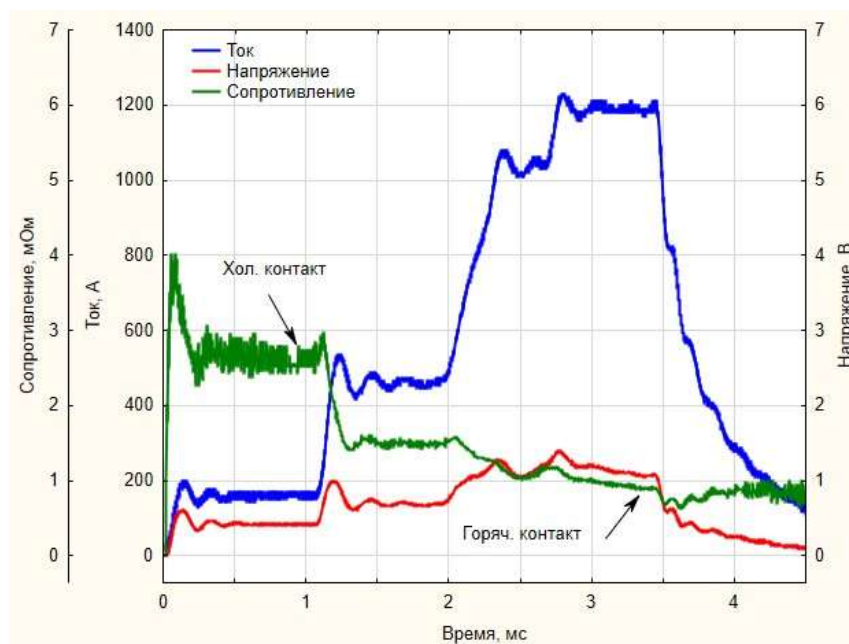


Рис. 3 – Кривые тока, напряжения и сопротивления сплава АМг6 (режим 4)

Результаты статистической обработки всех значений сопротивления при холодном и горячем контакте, а также вычисленные значения объемного сопротивления деталей представлены в таблице 1. Анализ этих данных позволил сделать вывод, что в целом наблюдалось соответствие

максимальных, средних и минимальных значений сопротивления (как при холодном, так и при горячем контакте) объемному сопротивлению деталей при комнатной температуре, уровень которого был меньше примерно на четыре порядка. Это подтвердили вычисленные значения коэффициентов корреляции между этими параметрами, значения которых находились в диапазоне от 0,86 до 0,89. Однако коэффициенты корреляции между уровнями объемного сопротивления деталей и дисперсией значений сопротивления при холодном контакте были значительно ниже (0,74 при SD и 0,73 при MAD).

На рисунке 4 представлены максимальные, минимальные и средние значения сопротивлений для всех комбинаций в горячем и холодном контакте.

Таблица 1

Значения сопротивления и их отклонения

Комбинация		ОТ4-1 0,5 мм + ОТ4-1 0,5 мм				АМг6 1,0 мм + АМг6 1,0 мм			
Расчетное объемное сопротивление при 20 °С, 10^{-10} Ом		4,20				1,35			
Режим импульса тока		1	2	3	4	1	2	3	4
Сопротивление холодного контакта, мОм	Max	3,09	4,73	5,98	5,30	2,12	2,52	4,43	4,39
	Mean	2,21	3,22	4,49	2,79	1,06	1,28	2,45	2,16
	Min	1,58	2,17	2,05	1,44	0,62	0,70	0,89	0,75
Сопротивление горячего контакта, мОм	Max	1,98	1,97	2,02	1,73	0,84	0,90	0,99	1,01
	Mean	1,82	1,79	1,88	1,54	0,57	0,78	0,79	0,83
	Min	1,38	1,44	1,39	1,31	0,69	0,62	0,64	0,69
Горячий контакт	SD	0,34	0,55	0,80	0,97	0,32	0,39	0,75	0,78
	MAD	0,28	0,44	0,62	0,82	0,25	0,32	0,63	0,65
Холодный контакт	SD	0,10	0,11	0,11	0,10	0,06	0,06	0,06	0,06
	MAD	0,08	0,09	0,08	0,09	0,05	0,04	0,05	0,05

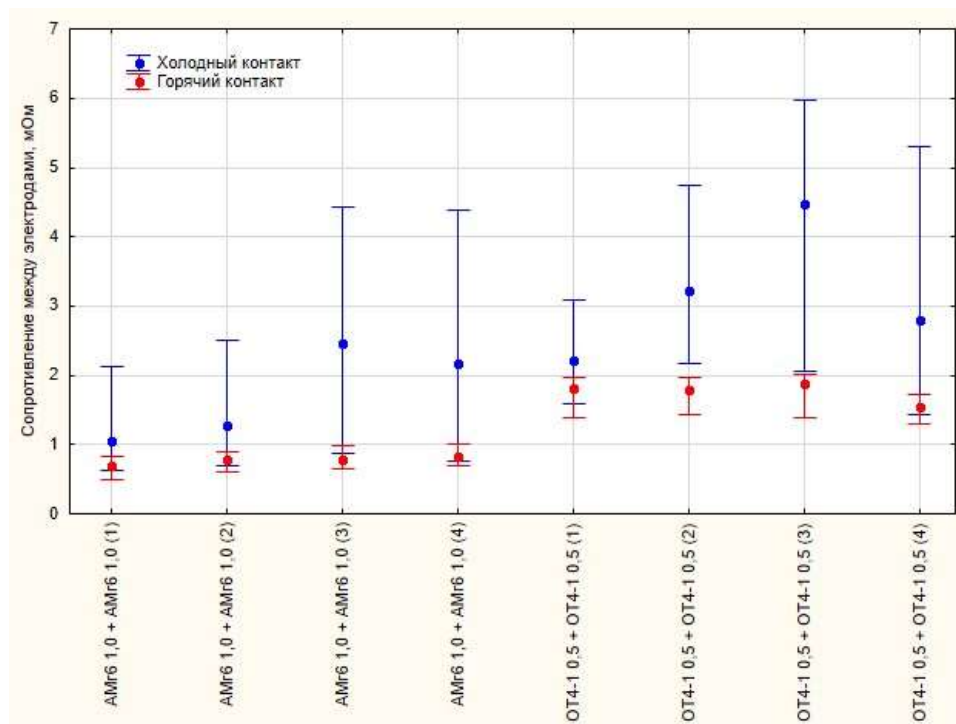


Рис. 4 – Сопротивление между электродами и их дисперсия

Влияния исследованных алгоритмов изменения подогревающих импульсов тока на стабилизацию значений обнаружено не было. Коэффициенты корреляции между использованными режимами и вариациями значений контактного сопротивления варьировались от минус 0,02 (для алюминиевого сплава) до 0,64 (для титанового сплава). Хотя можно утверждать в целом, что подогревающие импульсы оказывали положительный эффект на стабилизацию значений сопротивления. Диапазон дисперсий между максимальными и минимальными значениями значительно снизился после подогрева с 4,68–11,06 раза до 1,64–4,85 раза.

Обсуждение

Обсуждение полученных результатов следует начать с факта, что уровни дисперсии значений сопротивления при горячем контакте являлись довольно высокими, учитывая их эффект на тепловложение при КТС (от которого зависит качество сварных соединений) по линейной зависимости согласно формуле Джоуля–Ленца. К тому же данные исследования проводили, используя детали с тщательно подготовленными поверхностями

в лабораторных условиях. При индустриальном поточном производстве результаты ожидаются значительно хуже, так как известно, что контактное сопротивление чистых шероховатых поверхностных металлов обусловлено в основном туннельным эффектом вследствие стягивания тока к контактирующим микрошероховатостям. В этом случае электроны могли с некоторой степенью вероятности проникнуть через тонкий запорный слой (потенциальный барьер), если их собственная длина волны была соизмерима с толщиной поверхностной пленки. На реальных металлических поверхностях общее контактное сопротивление нельзя было вычислить простым сложением переходного сопротивления чисто металлического контакта и сопротивлений оксидов, сульфидов и прочих загрязнений, так как поверхностная пленка изменяла распределение плотности тока вблизи поверхности контакта. Оно было более равномерным, и, соответственно, переходное сопротивление было выше. В общем случае ток протекал через несколько контактных площадок, неравномерно распределенных по общей контактной поверхности. Чем толще были окисные пленки, тем меньший вклад в контактное сопротивление вносил туннельный эффект.

Также следует более подробно рассмотреть возможности моделирования реальных контактирующих поверхностей и теоретического вычисления значений сопротивления при холодном контакте с какой-либо приемлемой степенью достоверности. Анализ данных, опубликованных в справочниках, позволил сделать вывод, что решение подобной задачи невозможно в настоящее время для большинства (возможно, для всех) контактных пар реальных металлических поверхностей. Этот вывод основывался на следующих причинах.

Во-первых, природа проводимости различных оксидов на исследуемых материалах различалась. Они могли быть диэлектриками (Al_2O_3 , MnO , TiO_2) либо полупроводниками обоих: *n*- и *p*-типов (Mn_3O_4 , Mn_2O_3). Кроме того, проводимость некоторых оксидов (если они реально присутствовали на

поверхностях) могла изменяться в зависимости от температуры (например, Ti_2O_3 , являющегося полупроводником-металлом (или полуметаллом) из-за неопределенности критериев и расхождения свойств его высокотемпературной фазы) [11].

Во-вторых, невозможно было прогнозировать химический состав поверхностей даже в лабораторных условиях, когда они в основном были покрыты исключительно окислами (с высокой степенью вероятности без значительного количества сульфидов, окси- и карбонитридов и других химических соединений). Это обусловлено различными физическими и химическими свойствами металлов и сплавов. Например, в деталях из алюминиевого сплава непрерывная окисная пленка толщиной, как минимум, 2,5–3,0 нм однозначно присутствовала на поверхностях. Молекулярный объем подобных пленок почти в 1,3 раза больше, чем объем алюминия, участвовавшего в реакции окисления. Поэтому поверхностный слой находился под действием сжимающих напряжений и быстро восстанавливался при повреждении [12].

В-третьих, динамика процесса могла сильно различаться после сжатия деталей электродами для разных партий поставки металлопроката в зависимости от загрязнения металла, термомеханической обработки и т. д. Известно, что сначала соприкасались наиболее высокие микрошероховатости всех металлических поверхностей, покрытых оксидными пленками. При этом микрошероховатости подвергались упругой деформации, металл деформировался, поверхности соприкосновения сильно увеличивались и химические поверхностные пленки разрывались. Одновременно возникали новые точки контакта между небольшими микрошероховатостями. В итоге отдельные контактные точки объединялись в большие области при достаточно большой нагрузке. Процессы деформации контактов были очень сложны, ибо пластичный материал не только течет в стороны, но и деформируется вглубь контакта. При этом происходил наклеп

поверхностного слоя металла и искажение кристаллической решетки при температуре ниже некоторой граничной [7–9]. Кроме того, металлы дилатометрически расширялись (что еще сильнее увеличивало давление) и их физические свойства, зависящие от температуры, изменялись. Как результат, сопротивление типично уменьшалось, поскольку общее снижение контактного сопротивления значительно превосходило снижение удельной электрической проводимости материалов деталей при повышении температуры [1–4]. Однако динамика сопротивления определялась толщинами и свойствами окисных пленок, которые различались не только электрической проводимостью, но и, помимо прочего, механическими характеристиками. Некоторые из них были твердыми и хрупкими, другие могли быть мягкими и текучими. Поэтому нельзя было определить общий паттерн для исследуемых материалов. Соответственно, хрупкие пленки отслаивались и растрескивались. В то же время сплошные, но тонкие и слабо держащиеся на металле мало влияли на контактное сопротивление. Рыхлые пленки могли вызвать резкое изменение его значения, а пластичные – вдавливаясь в промежутки между контактирующими микрошероховатостями, заполняя их и увеличивая контактное сопротивление [7]. Как результат такое большое количество неопределенностей интегрально не позволило выявить какие-либо паттерны стабилизации значений сопротивления в зависимости от алгоритма ввода энергии посредством протекания подогревающих импульсов тока.

Выводы

Результаты проведенных исследований позволили сделать следующие выводы:

1. Искажение экспериментально измеренных кривых общего контактного сопротивления увеличивалось с увеличением удельного электрического сопротивления деталей.

2. В целом наблюдалось соответствие минимального, среднего и максимального значений сопротивления (как в холодном, так и в горячем контакте) удельному электрическому сопротивлению деталей при комнатной температуре, уровень которого был примерно на четыре порядка ниже. Коэффициент корреляции между этими параметрами составлял от 0,86 до 0,89, но между удельными электрическими сопротивлениями деталей и дисперсией значений сопротивления холодного контакта был значительно ниже (0,74 при SD и 0,73 при MAD).

4. Все исследованные импульсы предварительного нагрева положительно влияли на стабилизацию сопротивления. После протекания тока разброс между максимальным и минимальным значениями сопротивления существенно уменьшился: с 4,68–11,06 раза до 1,64–4,85 раза. Однако влияния исследованных алгоритмов импульсов тока предварительного нагрева на стабилизацию сопротивлений не наблюдалось. Коэффициент корреляции между используемыми режимами тока и вариациями значений сопротивления при предварительном нагреве составляли от минус 0,02 (для алюминиевого сплава) до 0,64 (для титанового сплава).

5. Дальнейшим направлением исследований должна стать разработка как оборудования КТС, управляемого цифровыми сигнальными процессорами, так и методов сварки, основанных на адаптивном изменении сварочного тока (и, соответственно, подводимой теплоты) в зависимости от значений сопротивления после предварительного нагрева. В реальном времени данные должны быть получены с помощью обратной связи, отфильтрованы от шума и распознаны с использованием алгоритмов искусственного интеллекта. Профили сварочного тока следует задавать с учетом материалов и толщины свариваемых деталей. В этом случае следует учитывать не только их амплитуду и продолжительность для образования сварных точек необходимых размеров, но и то, что после предварительного

нагрева деталей необходимо измерять ток и напряжение, обрабатывать полученные данные и принимать решение о требуемом профиле сварочного тока. Кроме того, окончательное плавное снижение сварочного тока представляется полезным для уменьшения образования закалочных микроструктур и остаточных напряжений.

Литература

1. Кислюк Ф.И. Курс электрической сварки сопротивлением. М.: Машгиз, 1940.
2. Патон Б.Е., Лебедев В.К. Электрооборудование для контактной сварки. Элементы теории. М.: Машиностроение, 1969.
3. Zwolsman J.O. Quality in resistance welding: an analysis of the process and its control. Cambridge: Abinton, 1991.
4. Zhang H., Senkara J. Resistance Welding. Fundamentals and Applications. 2nd ed. Boca Raton, CRC Press, 2011.
5. Lee H.-T., Chang Y.-C. Effect of double pulse resistance spot welding process on 15B22 hot stamped boron steel // Metals 10 (2020) 1279. doi: 10.3390/met10101279.
6. Brechelt S., Wiche H., Wesling V. Influence of pre-pulse in spot weld bonding of three-sheet steel stack-up // Welding in the World 63 (2019) 771–782. doi: 10.1007/s40194-019-00706-3.
7. Jones F.L. The Physics of Electrical Contacts. Oxford, Clarendon Press, 1957.
8. Усов В.В. Металловедение электрических контактов. Л.: Госэнергоиздат, 1963.
9. Holm R. Electric Contacts. Theory and Application. 4th ed. Berlin: Springer-Verlag, 1981. doi: 10.1007/978-3-662-06688-1.
10. Akbolatov E.Z., Kiselev A.S., Slobodyan M.S. Prediction and stabilization of initial resistance between electrodes for small-scale resistance spot

welding // Welding in the World 63:2 (2019) 443–457. doi: 10.1007/s40194-018-0671-x.

11. Лазарев В.Б., Соболев В.В., Шаплыгин И.С. Химические и физические свойства простых оксидов металлов. М.: Наука, 1983.

12. Hatch J.E. Aluminum: Properties and Physical Metallurgy: ASM International, 1984.

УДК 666.3

Влияние морфологии и фазового состава высокодисперсных частиц оксида алюминия на свойства водного связующего и литейных керамических форм, полученных с его применением

Лебедева Ю.Е., к.т.н.; Воронов В.А., к.х.н.;

Чайникова А.С., к.т.н.; Ткаленко Д.М.

lab13@viam.ru

Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)

Аннотация:

Исследовано влияние метода получения оксида алюминия, его фазового состава и морфологии частиц на реологические свойства водных связующих на основе оксида алюминия с концентрацией основного вещества от 17 до 32 масс.%. С применением разработанных связующих изготовлены литейные керамические формы и изучены их физико-механические свойства, а также шероховатость внутренней поверхности. Проведено изготовление отливок из титанового интерметаллидного гамма-сплава марки ВИТ7Л.

Ключевые слова:

оксид алюминия, водные дисперсии, реологические свойства, седиментационная устойчивость, керамические образцы, литейные керамические формы

Введение

Для изготовления литейных керамических форм для литья деталей авиационных двигателей из химически активных сплавов в серийном производстве в настоящее время используется технология литья по выплавляемым восковым моделям по принципу: окунание – обсыпание – послойная сушка. Такая технология позволяет достичь высокие требования точности и воспроизводимости характеристик при изготовлении партии одинаковых сложнопрофильных изделий.

Производство литейной керамической формы требует получения точной восковой модели изделия, применения керамической суспензии, включающей водные или органические связующие (дисперсии) на основе оксидов элементов III и IV-групп, термостойкие частицы, органические и неорганические добавки, а также термостойкие частицы для обсыпки. В случае литья отливок из жаропрочных сплавов предварительно проводят термообработку литейной керамической формы при температуре выше 1000 °С в вакууме. Использование органических и водных связующих на основе кремния и его соединений при изготовлении первого (лицевого) и последующих слоев литейной керамической формы приводит к образованию на рабочей поверхности оксида кремния SiO_2 в свободном виде (кварц, тридимит, кристобалит) и нестехиометричного муллита, что вызывает активное взаимодействие на границе: металл / керамическая форма и приводит к появлению поверхностных дефектов при формировании точных отливок ответственного назначения, требующих дополнительных технологических операций по их удалению [1–4]. Полученные данные свидетельствуют о том, что в вакууме уже при температуре формы не более 1400 °С происходит разложение кремнезема на монооксид кремния и кислород, при этом давление паров над ним достигает 0,0032 Па, при повышении температуры до 1550–1700 °С – увеличивается практически в

1000 раз. По сравнению с оксидом кремния оксид алюминия Al_2O_3 более устойчив к разложению в вакууме [5–8].

В связи с этим, связующие на основе оксида алюминия является наиболее подходящей альтернативой аналогичных на основе кремния и его соединений при изготовлении первого (лицевого) и последующих слоев керамической формы для литья по выплавляемым моделям отливок из титановых и жаропрочных сплавов, заливаемых в условиях вакуума. Его применение должно обеспечить значительное снижение взаимодействия на границе: металл / керамическая форма, и, следовательно, избавить от образования поверхностных дефектов на отливках, требующих дополнительных технологических операций по их удалению.

Связующее, входящее в состав керамической суспензии, должно обладать стабильностью свойств (в частности, агрегативной и седиментационной устойчивостью) в широком диапазоне pH, длительной «живучестью» и низкой температурой спекания, а также обеспечить необходимую вязкость керамической суспензии, смачивающую и адгезионную способность как к зернам термостойких частиц так и к поверхности восковой или полимерной подложки, что позволит достичь заданный уровень микрогеометрии и физико-механических свойств сложнопрофильной керамической форме.

В большинстве случаев, водные связующие получают с использованием субмикронных и микронных частиц при высоком сдвиговом перемешивании (ультразвук, шаровая мельница, гомогенизатор и другие) с добавлением различных водорастворимых диспергаторов (пигментные диспергаторы, поверхностно-активные вещества, смачивающие агенты, связующие агенты и другие). Диспергаторы варьируются от небольших молекул до олигомерных материалов, полимеров и связующих веществ и имеют множество различных поверхностных групп (кислых, основных или

нейтральных), а также имеют различный ионный характер (катионный, анионный или нейтральный).

Как известно, на свойства связующих на основе оксидов элементов III и IV-группы влияет их природа, дисперсность частиц, форма и распределение по размерам, плотность, смачиваемость жидкой средой. В основном, нанопорошки оксида алюминия представляют собой наноразмерные агломераты или сферические частицы с широким распределением по размерам, что затрудняет их использовать для получения стабильных дисперсий с «живучестью» более 1 месяца.

Данная работа направлена на исследование влияния фазового состава и морфологии частиц оксида алюминия на седиментационную устойчивость водного связующего на основе оксида алюминия.

Целью данной работы является установление закономерностей влияния метода получения основного компонента и его концентрации, содержание диспергирующих добавок на свойства водного связующего на основе оксида алюминия необходимых для получения стабильного связующего с длительным сроком «живучести», применяемого при изготовлении керамических форм для литья по выплавляемым моделям отливок из титанового интерметаллидного гамма-сплава марки ВИТ7Л.

Экспериментальная часть

В настоящей научной работе для получения водных связующих на основе оксида алюминия с концентрацией от 17 до 32 масс.% использовали порошки оксида алюминия, полученные различными методами: соосаждение нитрата алюминия аммиачным раствором с последующей термообработкой полученного оксогидроксида алюминия ($S_{уд} \geq 70 \text{ м}^2/\text{г}$) – далее ОАС, термообработка гидроксида алюминия ГОСТ 11841-76 ($S_{уд} \geq 200 \text{ м}^2/\text{г}$) – далее ОАТ, плазмохимический ($S_{уд} \geq 40 \text{ м}^2/\text{г}$) – далее ОАПХ и алкоголятный ($S_{уд} \geq 120 \text{ м}^2/\text{г}$) – далее ОАА.

Водные связующие получали при высокоэнергетическом смешивании и измельчении порошка оксида алюминия в водной системе в аттриторе с добавлением в необходимом соотношении (от 0,1 до 2,0 масс.%) диспергирующей добавки (DISPERBYK 180 (соль алкиламмония и сополимера с кислотными группами, pH - 5,3, DISPERBYK 199 (раствор сополимера с пигментными аффинными группами, pH – 8,2), полиакрилат натрия (CHP-804, pH – 7,5 – 8,5)).

Изучение химического и фазового состава, pH, плотности, вязкости, морфологии, знака заряда поверхности частиц и ζ -потенциала частиц и водных связующих различных составов на основе оксида алюминия проводилось в центре коллективного пользования ФГУП «ВИАМ» с помощью аппаратуры и методов рентгенофлуоресцентного и рентгенофазового (CuK_α -излучение) анализов, pH-метр, ареометр, растровой и просвечивающей электронной, электрофоретического рассеивания света.

Результаты и их обсуждение

Корунд ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) является термодинамически устойчивой модификацией оксида алюминия во всем интервале температур и является единственной модификацией представленной в природе. Корунд обладает полностью упорядоченной структурой с плотнейшей гексагональной упаковкой. Плотность корунда составляет 3,95–4,02 г/см³. Остальные модификации оксида алюминия являются лабораторно или промышленно получаемыми продуктами с применением различных химических и физических методов (термическая обработка [9–10], соосаждение нерастворимых солей с последующей термической обработкой [11], гидротермальный и золь-гель [12] синтеза, метод Печини [13], газофазный синтез с конденсацией паров [14], электрический взрыв металлической проволоки [15]) из следующих прекурсоров: металлический алюминий или его соли, гидроксиды или оксигидроксиды алюминия.

Наиболее распространенными прекурсорами оксида алюминия являются гидроксиды и оксигидроксиды алюминия, причем все из них, кроме диаспора, переходят в фазу корунда через переходные метастабильные модификации оксида алюминия, которые подразделяют на низкотемпературные (γ -, ϵ -, χ - Al_2O_3), образующиеся при температурах 500–700 °С, и высокотемпературные (δ -, κ -, θ - Al_2O_3), образующиеся при 700–900 °С. Дальнейшее нагревание приводит к образованию корунда при температурах 900–1200 °С. При этом метод получения прекурсора и размер кристаллитов значительно влияет на температуру фазовых переходов. Низкотемпературные оксиды содержат на 1 моль Al_2O_3 до 0,6 моль H_2O , в то время как высокотемпературные – практически безводные [5-7].

В работе использовали порошки оксида алюминия, полученные различными методами. С помощью рентгенофлуоресцентного анализа установлен химический состав порошков (табл. 1).

Таблица 1

Результаты химического анализа порошков оксида алюминия.

Наименование порошка	Содержание, % масс.				
	Al_2O_3	SiO_2	Na_2O	ZrO_2	Fe_2O_3
ОАС	99,64	0,13	0,02	0,04	0,17
ОАТ	99,86	0,03	0,05	–	0,06
ОАПХ	99,83	0,05	0,04	–	0,08
ОАА	99,91	0,07	0,02	–	–

С помощью рентгенофазового анализа установлен фазовый состав как прекурсоров оксида алюминия, в случае ОАС и ОАТ, так и порошков, используемых в водных связующих. Установлено, что при взаимодействии 9-водного нитрата алюминия с 25 % аммиачным раствором образовывался аморфный гидроксид алюминия. Только после его последовательного обжига при температурах до 300 °С на рентгенограммах удалось идентифицировать рефлексы, относящиеся к смеси фаз бемита (γ - AlOOH) и гамма-оксида алюминия. Последующая термообработка порошка до 1200°С привела к образованию термостабильной фазы –

α - Al_2O_3 . В случае прекурсора ОАТ было установлено, что порошок гидроксида алюминия обладает явной кристаллической структурой, индексированные рефлексы относятся к фазе гиббсита (γ - $\text{Al}(\text{OH})_3$). Последующая термообработка порошка до 1200 °С также привела к образованию смеси фаз – θ - и α - Al_2O_3 . Фазовый состав ОАПХ расшифрован как смесь фаз γ - и α - Al_2O_3 , а ОАА – α - Al_2O_3 .

Исходя из результатов растровой электронной микроскопии (рис. 1), были определены размеры кристаллитов исходных порошков: ОАС – 6,43 мкм; ОАТ – 3,16 мкм; ОАПХ – 8,57 мкм; ОАА – 4,69 мкм (рис. 1).

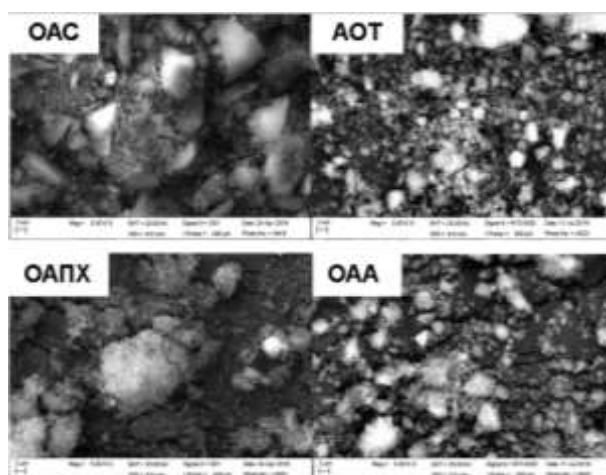


Рис. 1 – Микрофотографии исходных порошков оксида алюминия

В ходе выполнения работы были получены водные суспензии с содержанием частиц оксида алюминия от 17 до 32 % масс. без использования различных добавок для определения основных реологических свойств водной системы (табл. 2). Однако, полученные системы обладали низкой седиментационной устойчивостью, при этом, в случае суспензий на основе ОАА и ОАПХ с содержанием основного компонента менее 28 % масс. и суспензии на основе ОАТ с содержанием основного компонента 17 % масс. наблюдалось разделение фаз с выпадением осадка. Было установлено, что при повышении концентрации основного компонента увеличивалась и плотность, и вязкость суспензий. Наилучшей седиментационной устойчивостью систем характеризовались также суспензии на основе ОАС и

ОАТ, обладающие наименьшим размером частиц и более узким распределением, их стабильность достигала не менее 336 часов. При этом связующие на основе ОАС с содержанием основного компонента более 23 % масс. обладали тиксотропными свойствами.

Таблица 2

Свойства водных суспензий на основе различных порошков оксида алюминия

Содержание Al_2O_3 , % масс.	17	23	25	28	30	32
Связующее на основе ОАС						
Вязкость, мПа·с	22,1	25,9	27,6	29,2	30,4	32,1
Средний размер частиц, нм	83-136					
Плотность, г/см ³	1,09	1,12	1,14	1,19	1,29	1,39
Связующее на основе ОАТ						
Вязкость, мПа·с	20,6	25,8	27,2	28,6	29,8	31,1
Средний размер частиц, нм	32-58					
Плотность, г/см ³	1,07	1,10	1,12	1,18	1,28	1,41
Связующее на основе ОАПХ						
Вязкость, мПа·с	16,6	19,8	20,2	22,6	27,8	28,3
Средний размер частиц, нм	70 - 130					
Плотность, г/см ³	1,02	1,08	1,13	1,15	1,27	1,38
Связующее на основе ОАА						
Вязкость, мПа·с	17,3	21,1	22,4	24,1	28,3	29,8
Средний размер частиц, нм	18-52					
Плотность, г/см ³	1,07	1,10	1,12	1,16	1,23	1,31

Значения pH свежеприготовленных водных суспензий на основе оксида алюминия составляли: ОАС – 7,61; ОАТ – 7,05; ОАПХ – 6,91; ОАА – 6,23.

В итоге были изготовлены водные суспензии различных составов с концентрацией оксида алюминия 32 % масс. с применением различных диспергирующих добавок (DISPERBYK 180, DISPERBYK 199, СНР-804). В результате было установлено, что использование добавки DISPERBYK 199 в количестве не более 0,2 % масс. приводит к значительному увеличению вязкости (до 368,3 мПа·с) водных суспензий и проявлению тиксотропных свойств. При использовании добавок DISPERBYK 180 и СНР-804 по отдельности в количестве не более 0,5 % масс. суспензии на основе ОАА и ОАПХ обладали низкой седиментационной устойчивостью (менее 2 суток),

суспензии на основе ОАС и ОАТ – не более 2 недель. По результатам исследования реологических свойств, было установлено, что наилучшей седиментационной и агрегативной устойчивостью, «живучестью» и текучестью обладают составы, содержащие одновременно диспергирующие компоненты DISPERBYK 199 не более 0,05 % масс. и СНР-804 не более 0,5 % масс. В итоге с применением выбранного состава диспергирующих компоненты были изготовлены водные суспензии с концентрацией 32 % масс. оксида алюминия различной природы.

Таблица 3

Свойства водных суспензий на основе различных порошков оксида алюминия

Характеристика	Связующее	ОАС	ОАПХ	ОАА	ОАТ
Содержание Al_2O_3 , % масс.		32			
рН		7,5	7,2	6,4	7,1
Вязкость, мПа·с		86,2	28,4	34,2	30,2
Средний размер частиц (d_{50}), нм		126	327	130	<40
Плотность (при 20 °С), г/см ³		1,41	1,16	1,35	1,37
Дзета-потенциал, мВ		-29,6	-28,5	-30,5	-39,5

Для определения физико-механических свойств, а именно, предела прочности при статическом четырехточечном изгибе $\sigma_{изг}$, изготавливали керамические образцы и проведена их термическая обработка при температуре не более 1400 °С. Испытания на изгиб проводили четырехточечным методом согласно ГОСТ Р 57749-2017 со скоростью нагружения 0,5 мм/мин и расстоянием между опорами 40,0 мм. Проведенные испытания основных физико-механических свойств керамических образцах, изготовленных с использованием ОАТ, показали наилучшие результаты: предел прочности при изгибе при температуре + 20 °С – 10,4 МПа; предел прочности при изгибе при 1600 °С – 5,8 МПа. А

шероховатость поверхности R_a полученных образцов находилась в диапазоне от 6,4 до 8,3 мкм.

В результате с применением водного связующего на основе ОАТ были изготовлены керамические формы и проведено изготовление КПО отливок лопаток из титанового интерметаллидного гамма-сплава марки ВИТ7Л с применением вакуумной индукционной печи с водоохлаждаемым тиглем. В результате визуального контроля КПО отливок лопаток выявлено, что поверхность отливок гладкая, матовая, дефекты, связанные с качеством первого слоя керамической формы отсутствуют. Толщина зоны взаимодействия расплава с керамической формой не превышала 20–30 мкм. Отливки характеризуются высоким качеством поверхности и отсутствием частиц корунда как внутри отливки, так и в приповерхностном слое.

Заключение

Таким образом, в настоящей работе показана возможность получения стабильных водных связующих на основе оксида алюминия, полученных различными методами. При этом связующее на основе оксида алюминия, полученное термической обработкой гидроксида алюминия, с введением 0,55 % масс. смеси диспергирующих добавок способствовало образованию тиксотропных свойств, при этом связующее обладало длительным сроком «живучести» не менее 6 месяцев, и обладало необходимыми реологическими свойствами для применения его при изготовлении керамических форм для литья по выплавляемым моделям отливок из титанового интерметаллидного гамма-сплава марки ВИТ7Л. Полученные керамические формы обладают необходимым уровнем физико-механических свойств для изготовления деталей авиационного назначения из титановых и жаропрочных сплавов. Отливки характеризуются высоким качеством поверхности и отсутствием частиц корунда как внутри отливки, так и в приповерхностном слое, при этом дефектный слой составляет не более 30 мкм.

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. С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
2. Гращенков Д.В., Ваганова М.Л., Щеголева Н.Е., Чайникова А.С., Лебедева Ю.Е. Высокотемпературный стеклокристаллический материал барийалюмосиликатного состава, полученный с применением золь-гель синтеза, и композиционные материалы на его основе // Авиационные материалы и технологии, 2017. № S. С. 290–305. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-290-305.
3. Каблов Е.Н., Гращенков Д.В., Уварова Н.Е. Исследования методом инфракрасной спектроскопии структурных изменений гелей в процессе термической обработки при получении высокотемпературных стеклокерамических материалов по золь-гель технологии // Авиационные материалы и технологии, 2011. № 2. С. 22–25.
4. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Вершков А.В. Редкие металлы и редкоземельные элементы – материалы современных и высоких технологий будущего // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журнал., 2013. № 2. Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 02.11.2020).
5. Кулаков Б.А., Дубровин В.К., Карпинский А.В., Чесноков А.А. Технологические особенности получения отливок из титановых сплавов // Литейщик России. 2014. № 1. С. 18–20.
6. Братухин А.Г., Бибииков Е.Л., Глазунов С.Г. и др. Производство фасонных отливок из титановых сплавов. М.: ВИЛС, 1998. 292 с.
7. Кулаков Б.А., Дубровин В.К., Павлинич С.П., Гойхенберг Ю.Н., Карпинский А.В. Отливки из интерметаллидных титановых сплавов // Литейное производство. 2012. № 7. С. 6–9.

8. Л.И. Рассохина, О.Н. Битюцкая, М.В. Гамазина, А.С. Кочетков. Особенности технологии изготовления высокоогнеупорных керамических форм для получения отливок из γ -TiAl сплавов Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журнал., 2020 № 2. Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 04.11.2020).

9. Avinash, Chunduri L. A. Single step preparation of nano size gamma alumina exhibiting enhanced fluoride adsorption / L. A. Avinash Chunduri, Tanu Mimani Rattan, Muralikrishna Molli, Venkataramaniah Kamiseti // Materials Express. 2014. V.4. - №3. doi: 10.1166/mex.2014.1162.

10. Карякин, Ю.В. Чистые химические вещества / Карякин Ю. В., Ангелов И.И. - М. – Химия. 1974.

11. Byrappa, K. Handbook of hydrothermal technology / K. Byrappa, M. Yoshimura. – 2nd ed. – Oxford, Waltham: Elsevier, 2013. 779 p. 118.

12. Tang, Z. Synthesis of flower-like Boehmite (γ -AlOOH) via a one-step ionic liquid-assisted hydrothermal route / Z. Tang, J. Liang, X. Li, J. Li, H. Guo, Y. Liu, C. Liu // J. Solid State Chem. 2013. V. 202. P. 305–314.

13. Panasyuk, G. P. The study of hydrargillite and gamma-alumina conversion process in boehmite in different hydrothermal media / G.P. Panasyuk, V.N. Belan, I.L. Voroshilov, I.V. Kozerozhets, I.V. Luchkov, D.F. Kondakov, L.I. Demina // Theoretical foundations of chemical engineering. - 2013. V.47. №4. P. 415–421. doi: 10.1134/S0040579513040143.

14. Панасюк, Г.П. Модель процесса формирования частицы бемита из поликристаллического прекурсора в гидротермальных условиях / Г.П. Панасюк, Е.А Семенов, И.В. Козерожец, Л.А. Азарова, А.Н. Аронов, И.Л. Ворошилов // Химическая технология. 2018. № 14. С. 694–696. DOI: 10.31044/1684-5811-2018-19-14-694-696.

15. Brunner, G. Hydrothermal and Supercritical Water Processes / G. Brunner. – Amsterdam: Elsevier, 2014. 666 p.

УДК 621.7

Влияние метода получения компактной заготовки на предел прочности металлического композиционного материала на никелевой матрице

Бобровский А.П.; Бурковская Н.П., к.х.н.; Родионов А.И.;
Ефимочкин И.Ю.; Большакова А.Н., к.х.н.

aiam.mcm@mail.ru

Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)

Аннотация:

В работе проводили исследование зависимости предела прочности при растяжении металлического композиционного материала на никелевой матрице от метода получения компактной заготовки из композиционного материала на основе сплава ВКНА-4У, армированном наноразмерными частицами оксида алюминия. Образцы, полученные методом высокотемпературной экструзии с последующей прокаткой, показывают несколько лучшие результаты за счет формирования в процессе деформации материала направленной структуры.

Ключевые слова:

дисперсно-упрочненные композиционные материалы, ВКНА-4У

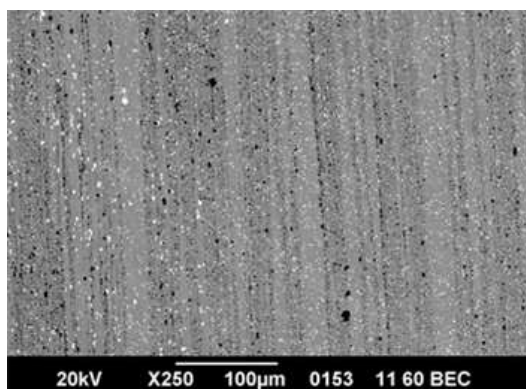
Повышение рабочих характеристик металлических материалов в настоящее время является актуальной проблемой современного материаловедения в связи с постоянно растущими требованиями со стороны конструкторов перспективных летательных аппаратов (ЛА). Одними из перспективных материалов для создания деталей и узлов неохлаждаемой турбины на сегодняшний день являются материалы на основе интерметаллидных сплавов системы никель-алюминий: Ni_3Al ($T_{\text{пл}} = 1395^\circ\text{C}$, $\rho \sim 7,5 \text{ г/см}^3$) и NiAl ($T_{\text{пл}} = 1640^\circ\text{C}$, $\rho \sim 5,9 \text{ г/см}^3$) [1]. Материалы на основе таких систем характеризуются по сравнению с традиционными жаропрочными никелевыми сплавами более низкой плотностью, обладают более высокими температурами плавления, имеют высокую жаропрочность и жаростойкость при рабочих температурах, высокую стабильность структурного и фазового состояния, могут быть изготовлены по технологиям, аналогичным никелевым жаропрочным сплавам, а также по технологии порошковой металлургии.

В работе проводили исследование зависимости предела прочности при растяжении металлического композиционного материала на никелевой матрице от метода получения компактной заготовки из композиционного материала на основе сплава ВКНА-4У, армированном наноразмерными частицами оксида алюминия. Для получения компактной заготовки были выбраны два метода: высокотемпературная экструзия с последующей прокаткой в качестве более традиционного и позволяющего получать направленную структуру в материале и искровое плазменное спекание в качестве современного и более производительного метода получения компактных заготовок с мелкозернистой структурой. Порошок металлического композиционного материала на никелевой матрице получали порошковой металлургией, т. е. предварительно распыленный порошок сплава ВКНА-4У армировали наноразмерным порошком оксида алюминия с помощью метода механического легирования. Процесс

высокотемпературной экструзии и искрового плазменного спекания проводили при одинаковой температуре. Были исследованы микроструктура и предел прочности при растяжении образцов, изготовленных различными методами.

Полученный высокотемпературной экструзией с последующей прокаткой дисперсно-упрочненный композиционный материал условно можно рассматривать как волокнистую композицию (рис. 1), в котором зерна матричного сплава, состоящие из γ'/γ -фаз, упрочненные дисперсными частицами Al_2O_3 , выполняют роль дискретных «волокон» и ориентированы в направлении экструзии. Микроструктурные исследования показали, что в структуре образца «волокнутого» композита наблюдается незначительное количество пор и рыхлот размерами 1–2 мкм.

а)



б)

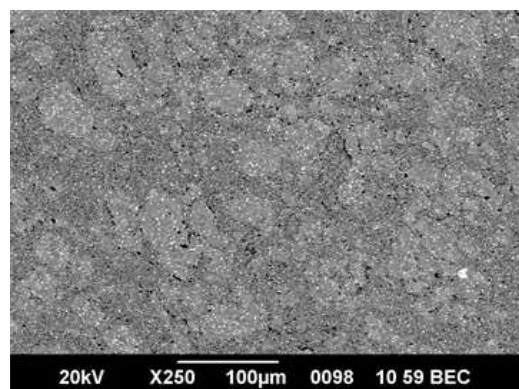


Рис. 1 – Микроструктура образца КМ на основе интерметаллида никеля, изготовленные высокотемпературной экструзией с последующей прокаткой, $\times 250$: а – вдоль направления экструзии; б – поперек направления экструзии

Микроструктура образца металлического композиционного материала на никелевой матрице, изготовленного методом искрового плазменного спекания приведена на рисунке 2. В отличие от образца, полученного экструзией, микроструктура образца изготовленного методом искрового плазменного спекания изотропна.

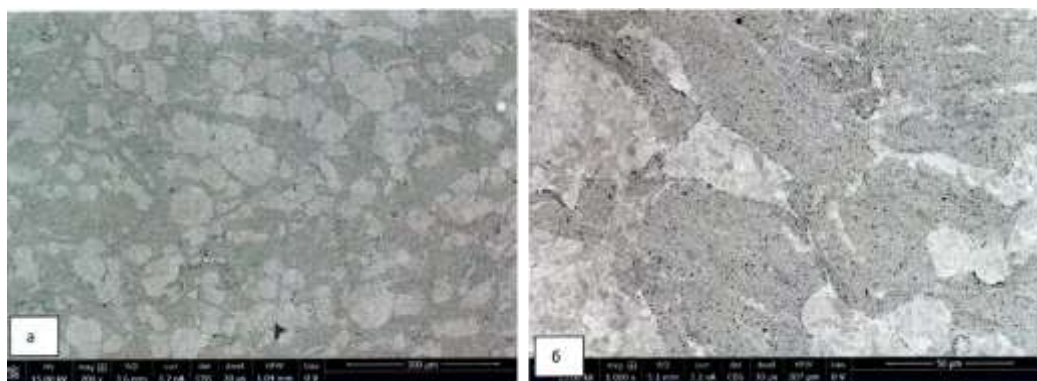


Рис. 2 – Фотографии микроструктуры образцов металлического композиционного материала на никелевой матрице, изготовленные методом искрового плазменного спекания

Результаты испытаний на кратковременную прочность образцов КМ на основе интерметаллидного сплава ВКНА-4У при температуре 20 °С приведены в таблице 1.

Таблица 1

Результаты исследований предела прочности образцов

Номер образца	Предел прочности σ_b , МПа	
	ВКНА-4У- Al_2O_3 экструзия с прокаткой	ВКНА-4У- Al_2O_3 СПС
1	990	965
2	1010	955
3	980	950
4	960	930
5	950	950
Среднее	978	950

Высокие значения прочности на разрыв образцов: ~1000 МПа для дисперсно-упрочненного Al_2O_3 КМ на основе ВКНА-4У обусловлены вертикально направленной «волокнуистой» структурой КМ. Значения кратковременной прочности полученных для дисперсно-упрочненных КМ на основе интерметаллидных сплавов серии ВКНА превышает прочность литых сплавов ВКНА-4У (770 МПа) и ВКНА-1В (740 МПа) с направленной столбчатой структурой, но уступает ВКНА-4У и ВКНА-1В (1340 и 1350 МПа

соответственно) с монокристаллической структурой и кристаллографической ориентацией $\langle 111 \rangle$ [2,3].

Независимо от метода изготовления образцы характеризуются равномерным распределением частиц армирующего компонента в матричном сплаве ВКНА-4У. Разница в пределе прочности между образцами, изготовленными различными методами при одинаковых температурах, не является существенной. Образцы, полученные методом высокотемпературной экструзии с последующей прокаткой, показывают несколько лучшие результаты за счет формирования в процессе деформации материала направленной структуры.

Литература

1. Бунтушкин В.П., Каблов Е.Н., Базылева О.А., Морозова Г.И. Сплавы на основе алюминидов никеля // Металловедение и термическая обработка металлов. 1999. № 1. С. 32–34.
2. Бурковская Н.П., Ефимочкин И.Ю., Базылева О.А., Туренко Е.Ю., Севостьянов Н.В., Карачевцев Ф.Н. Исследования структурных особенностей, прочностных свойств и жаростойкости дисперсно-упрочненного композиционного материала на основе интерметаллида никеля // Материаловедение, № 3, 2016. С. 8–15.
3. Базылева О.А., Аргинбаева Э.Г., Туренко Е.Ю. Жаропрочные литейные интерметаллидные сплавы // Авиационные материалы и технологии. 2012. № 5. С. 57–60.

УДК 669.715'24

Расчетные и экспериментальные исследования при разработке сплава на основе интерметаллида Ni_3Al с поликристаллической структурой

Базылева О.А., к.т.н.; Луцкая С.А.; Дмитриев Н.С.

lab3@viam.ru

¹*Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)*

Аннотация:

Рассмотрены основные методы компьютерного прогнозирования свойств жаропрочного сплава по его химическому составу. Представлены расчетные и экспериментальные значения основных термодинамических и физических параметров экономнолегированного поликристаллического сплава на основе интерметаллида Ni_3Al . Экспериментально подтверждено, что сплав термически стабилен и работоспособен при температурах до 1200 °С длительно и 1250 °С кратковременно.

Ключевые слова:

литейные сплавы, интерметаллидные сплавы на основе Ni_3Al , γ' -фаза, компьютерное конструирование

Введение

Первостепенной задачей отечественного двигателестроения является создание перспективных газотурбинных двигателей (ГТД) авиационного назначения, разработка которых должна базироваться на основе отечественных материалов нового поколения и технологий их производства и переработки [1, 2]. Реализация этой задачи в значительной степени связана с разработкой высокотемпературных материалов, обладающих низкой плотностью. Такими материалами являются сплавы на основе интерметаллида никеля, которые благодаря высокому содержанию алюминия имеют меньший удельный вес, чем жаропрочные сплавы на основе никеля (ЖНС). Кроме того, несомненным преимуществом интерметаллидов является рабочая температура. Так как в составе материалов содержится свыше 80 % об. упорядоченной γ' -фазы (Ni_3Al), обладающей кристаллической решеткой типа L1_2 и упорядоченной структурой, сохраняющейся вплоть до температуры плавления, интерметаллидные сплавы термически стабильны до температур 1200–1250 °С и при этом более экономнолегированные по сравнению с ЖНС [3, 4].

Изначально при создании конструкционных жаропрочных материалов использовали преимущественно эмпирический подход, однако нахождение химического состава, обеспечивающего необходимые эксплуатационные и технологические свойства, является трудоемкой и дорогостоящей задачей. С развитием методов компьютерного конструирования традиционный эмпирический подход заменяется на расчетный [5]. При разработке интерметаллидных сплавов применяются методы сбалансированности химического и фазового составов, позволяющие спрогнозировать вероятность образования нежелательных ТПУ фаз и термостабильность фазового состава в процессе работы. Основными принципами, которыми руководствуются при создании интерметаллидных сплавов, являются создание гетерофазной структуры (γ -твердый раствор + γ' -фаза), обеспечение

ее высокой термодинамической стабильности и обеспечение фазовой стабильности полученной структуры в процессе высокотемпературной работы. Для обеспечения высоких механических свойств необходимо увеличение энергии межатомной связи в γ' -фазе, которое достигается легированием тугоплавкими элементами: Mo, W, Ta, Re.

При создании гетерофазной структуры для повышения прочностных характеристик сплава используют три основных вида упрочнения: дисперсионное упрочнение γ -твердого раствора частицами γ' -фазы, твердорастворное упрочнение γ -твердого раствора легированием тугоплавкими элементами и зернограничное упрочнение (для поликристаллических материалов) легированием C, B и редкоземельными металлами. Для обеспечения пластичности конструируемого материала, особенно при растяжении при комнатной температуре, необходимо, чтобы в фазовом составе присутствовало не менее 10% об. вязкого γ -твердого раствора с неупорядоченной кристаллической ГЦК-решеткой [6]. Фазовая и термодинамическая стабильность оценивается по методам New PHACOMP Md [7] и по методике расчета баланса легирования Г.И. Морозовой [8].

Материалы и методы

Поиск композиции интерметаллидного сплава с поликристаллической структурой проводили на базе системы Ni-Al-W-Mo-Ti, сведя к минимуму суммарное содержание тугоплавких (W, Mo) элементов. Nb не рассматривался как легирующий элемент, поскольку он в наибольшей степени снижает температуру плавления интерметаллидных сплавов [9]. При поиске состава учитывались ранее установленные корреляции между параметрами кристаллических решеток γ - и γ' - фаз и пределами текучести при комнатной температуре и прочности при 1200 °С интерметаллидных ($\gamma'+\gamma$)-сплавов, согласно которым сплавы с более высокими значениями параметров кристаллических решеток фаз имеют большие значения характеристик прочности [10]. Оценку сбалансированности химического

состава проводили на основе расчета параметра фазовой стабильности ΔE по формуле [8]:

$$\Delta E = \sum_{i=1}^n E_i C_i - \left(\sum_{i=1}^n A_i C_i + 6,28 \right),$$

где C_i – атомная доля i -го элемента, A_i – атомная масса i -го элемента, E_i – число электронов на s и p орбиталях i -го элемента, n – количество элементов, включая основу сплава без учета микродобавок углерода, бора, редкоземельных элементов (La, Ce, Y и др.) и примесей. Величина параметра ΔE определяет вероятность образования избыточных фаз: при $\Delta E < 0$ сплавы проявляют склонность к образованию двойных карбидов или ТПУ фаз, при $\Delta E > 0$ композиции проявляют склонность к образованию фаз типа Ni_3Ti , Ni_3Nb и эвтектических (перитектических) фаз на основе Ni_3Al . Химический состав вариантов конструируемого сплава считали сбалансированным, если для них выполнялось условие $0,1 \geq \Delta E \geq -0,02$.

Сбалансированные по условию $0,1 \geq \Delta E \geq -0,02$ композиции вариантов сплава оценивали по методу New PHACOMP Md [7]. По этому методу оценивают средние параметры Md для γ -фазы и сравнивают со значением $Md_{\gamma_{\text{крит}}}$, которое зависит от содержания тугоплавких элементов в композиции и рассчитывается через среднюю атомную массу компонентов γ -фазы.

$$(Md)_{\gamma} = \sum_{i=1}^n C_i (Md)_i \leq (Md)_{\gamma_{\text{крит}}}$$
$$(Md)_{\gamma_{\text{крит}}} = 1,44 - 0,009 \bar{A}_{\gamma},$$

где C_i – атомная доля i -го химического элемента в составе γ -фазы, Md_{γ} – величина энергетического уровня d -орбиталей i -го химического элемента в составе γ -фазы, $\bar{A}_{\gamma}$ – средняя атомная масса компонентов γ -фазы.

Для фазово-стабильных композиций сплава рассчитывали физико-химические свойства и структурно-фазовые характеристики по моделям, полученным ранее методом регрессионного анализа [11]. По результатам

расчетов выбирали состав сплава, обеспечивающий выполнение заданных условий конструирования:

- объемное содержание γ' -фазы в сплаве при $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C} \geq 85\text{ \% об.}$;
- плотность $\leq 7,98\text{ г/см}^3$;
- температура плавления $\geq 1325\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- температура полного растворения γ' -фазы $\geq 1310\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Интерметаллидный сплав выбранного состава выплавляли в вакуумной индукционной печи [12], полученные шихтовые заготовки переплавляли методом точного литья по выплавляемым моделям на установке типа УППФ-У.

Структурные исследования проводили методом растровой микроскопии на электронном микроскопе JSM-840 (Япония).

Испытания на длительную прочность проводили по стандартной методике согласно ГОСТ 10145 [13], испытания на кратковременную прочность – согласно ГОСТ 1497, ГОСТ 9651.

Результаты исследований

С учетом достигнутых расчетным путем заданных условий конструирования для экспериментального исследования был выбран состав сплава на основе интерметаллида Ni_3Al системы Ni-Al-W-Mo-Ti с добавлением C и Hf , содержание основных легирующих элементов представлено в табл. 1.

Таблица 1

Содержание основных легирующих элементов в сплаве
на основе интерметаллида Ni_3Al с поликристаллической структурой

Al, % масс.	Cr, % масс.	Mo, % масс.	W, % масс.	Ti, % масс.
8,5	5,5	3,5	3,0	1,5

В табл. 2 приведены полученные расчетные характеристики сплава на основе интерметаллида Ni_3Al в сравнении с данными, полученными экспериментальным путем. Для выбранной композиции значение параметра $\text{Md}_{\text{крит}}$ составило 0,9486, то есть полученное значение параметра $(\text{Md})_{\gamma}$ свидетельствует об отсутствии у рассматриваемого сплава склонности к образованию ТПУ-фаз.

Таблица 2

Физико-химические свойства сплава
на основе интерметаллида Ni_3Al с поликристаллической структурой

Параметр	Значение параметра	
	расчетное	экспериментальное
ΔE	0,004	-
$(M_d)_\gamma$	0,9163	-
Объемное содержание γ' -фазы в сплаве при $T = 20^\circ\text{C}$, %	85,4316	85
Плотность сплава, г/см^3	7,8615	7,938
Температура плавления, $^\circ\text{C}$	1326,32	1358,2
Температура полного растворения γ' - фазы, $^\circ\text{C}$	1320,43	1331,6

Микроструктура интерметаллидного сплава системы легирования Ni-Al-W-Mo-Ti в литом состоянии представлена на рис. 1. Фазовый состав представлен γ - и γ' -фазами, а так же карбидами типа MeC на основе Ti (рис. 2). Частицы γ' -фазы разделяются на дисперсные, образовавшиеся в процессе распада γ -твердого раствора и крупные частицы эвтектического (перитектического) происхождения, расположенные в междендритных областях.

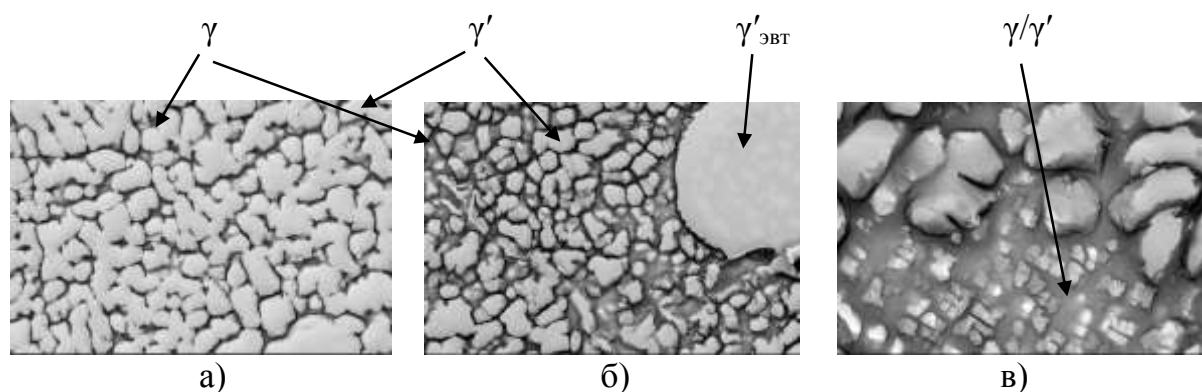


Рис. 1 – Микроструктура интерметаллидного сплава системы легирования Ni-Al-W-Mo-Ti в литом виде: а) дендриты первого порядка, $\times 5000$, б) междендритная область, $\times 5000$, в) междендритная область, $\times 20000$

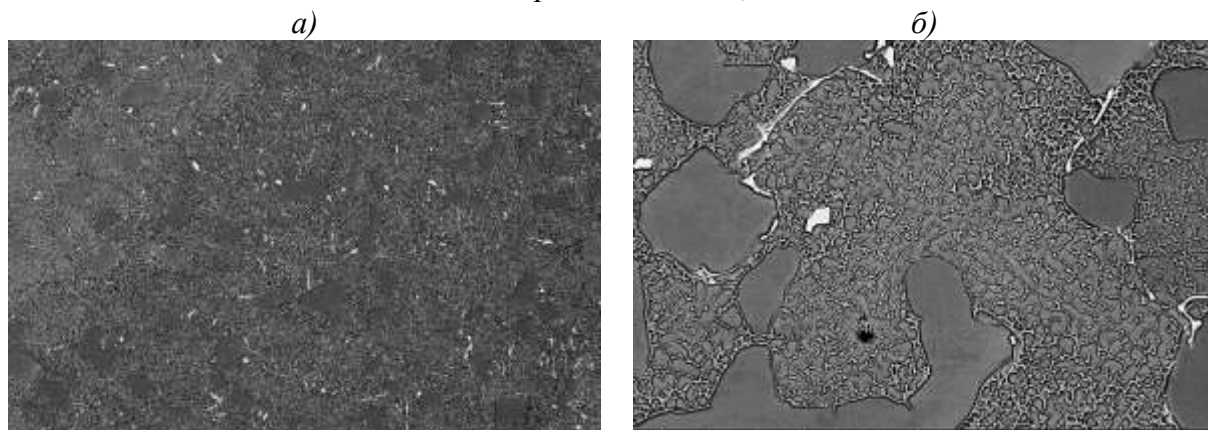


Рис. 2 – Карбидные образования в отливках интерметаллидного сплава системы легирования Ni-Al-W-Mo-Ti: а) $\times 200$, б) $\times 1000$

С целью проверки высокотемпературной стабильности сплава были проведены высокотемпературные выдержки образцов и анализ произошедших структурных превращений. На рис. 3 представлена микроструктура интерметаллидного сплава после выдержки при 1200 °С в течение 50 часов. Как видно из представленных микроструктур, высокотемпературная выдержка отливок интерметаллидного сплава не приводит к существенному изменению фазового состава материала. В прослойках γ -фазы наблюдается выделение частиц вторичной γ' -фазы.

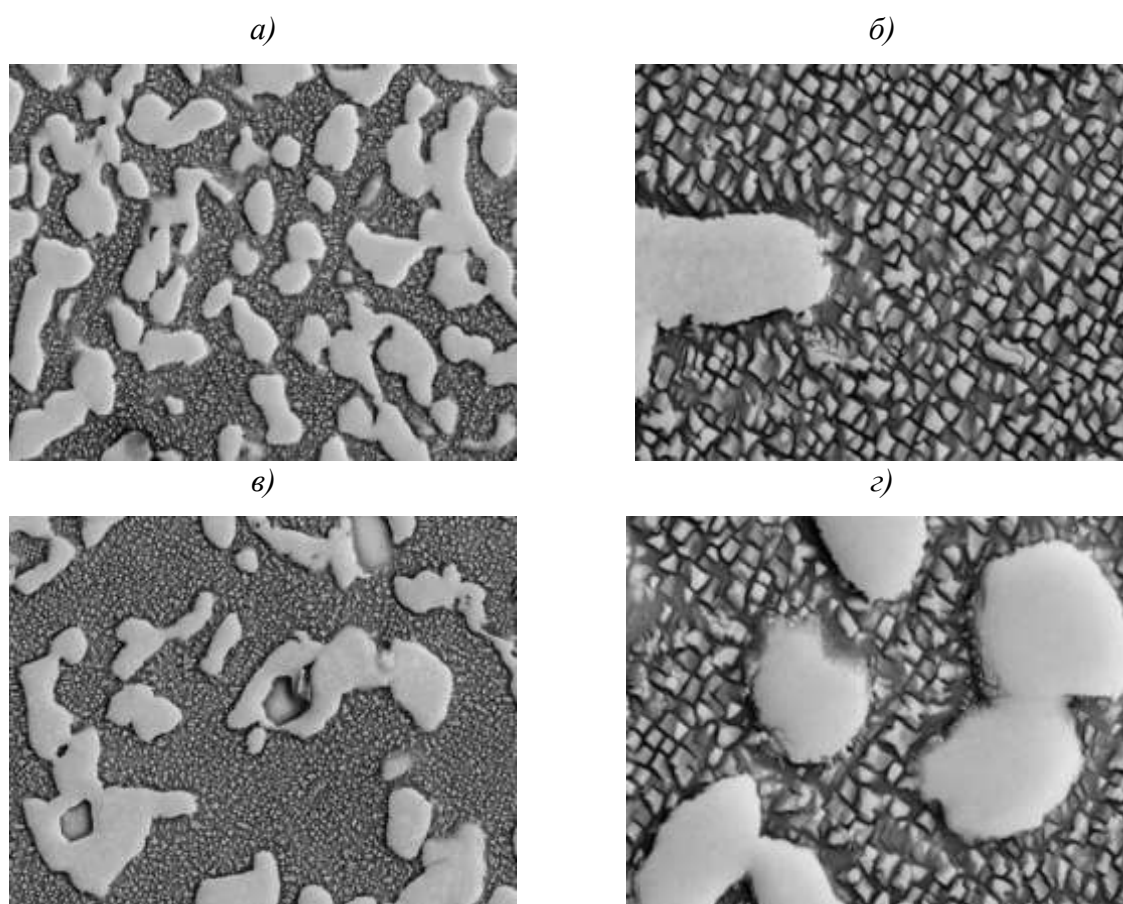


Рис. 3 – Микроструктура интерметаллидного сплава системы легирования Ni-Al-W-Mo-Ti после выдержки при 1200 °С в течение 50 ч: а) дендриты первого порядка, $\times 5000$, б) дендриты первого порядка, $\times 20000$, в) междендритная область, $\times 5000$, г) междендритная область, $\times 20000$.

На рис. 4 представлена микроструктура интерметаллидного сплава после выдержки при 1300 °С в течение 10 часов. Как видно из представленных микроструктур, фазовый состав остается стабильным, в сплаве отсутствует выделение ТПУ-фаз. Наблюдаются превращения по типу $\gamma + \text{MeC} \rightarrow \gamma' + \text{Me}_6\text{C}$.

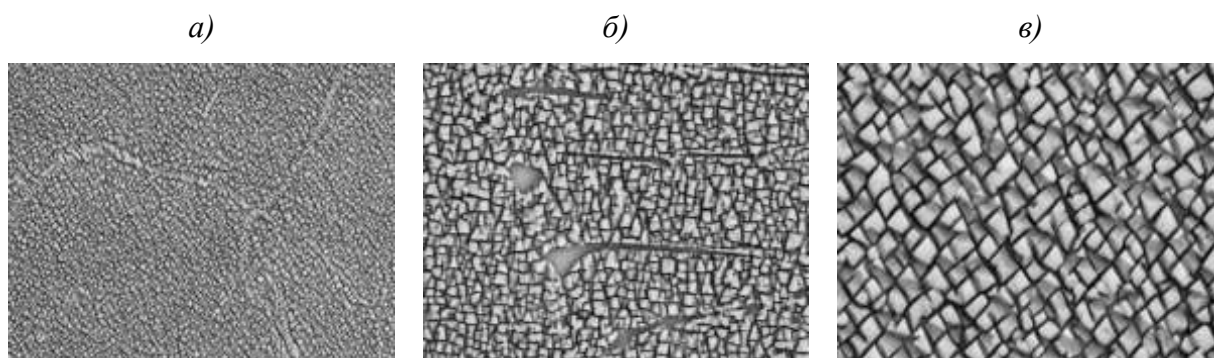


Рис. 4 – Микроструктура интерметаллидного сплава системы легирования Ni-Al-W-Mo-Ti после выдержки при 1300 °C в течение 10 ч: а) $\times 5000$, б) $\times 10000$, в) $\times 10000$.

По полученным экспериментальным данным построена зависимость объемной доли γ' -фазы от температуры, представленная на рис. 5.

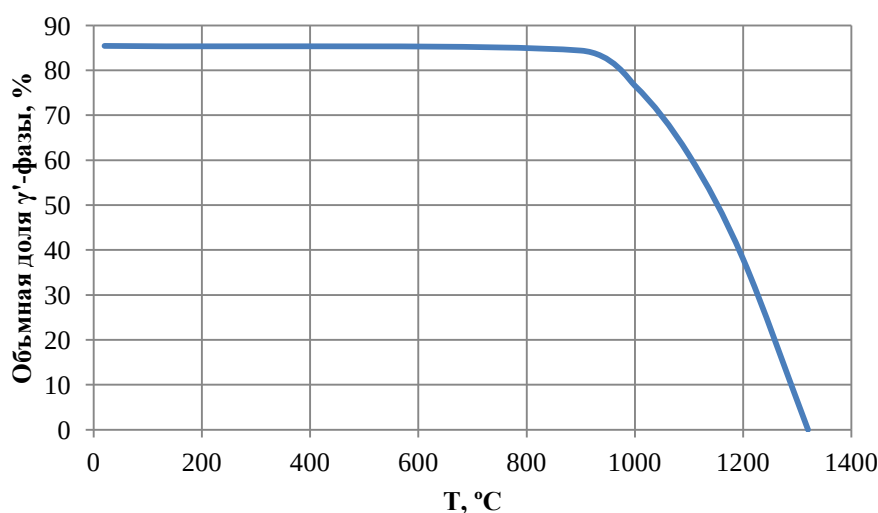


Рис. 5 – Зависимость объемной доли γ' -фазы в интерметаллидном сплаве системы легирования Ni-Al-W-Mo-Ti от температуры

Механические свойства интерметаллидного сплава с поликристаллической структурой приведены в табл. 3. Наблюдается уменьшение пластичности с увеличением температуры, характерное для всех интерметаллидных сплавов. Температурные зависимости пределов текучести и прочности приведены на рис. 6. Характер кривых зависимости σ_B и $\sigma_{0,2}$ от температуры объясняется аномальной температурной зависимостью предела текучести, характерной для γ' -фазы [14].

Таблица 3

Механические свойства интерметаллидного сплава

системы легирования Ni-Al-W-Mo-Ti

Температура испытания, °C	E, ГПа	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	Относительное удлинение δ_5 , %
20	198	590	360	5,0
1000	125	465	400	4,7
1100	127	345	315	4,2
1150	93	265	255	3,9
1200	94	180	175	2,3
1250	65	100	95	3,7

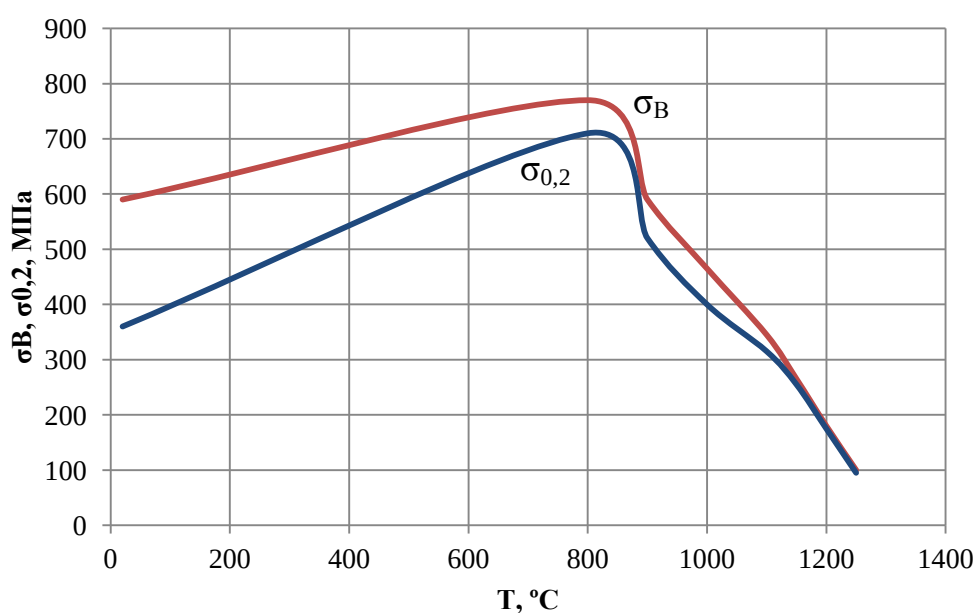


Рис. 6 – Температурные зависимости предела текучести $\sigma_{0,2}$ и предела прочности σ_B интерметаллидного сплава системы легирования Ni-Al-W-Mo-Ti

Длительная прочность интерметаллидного сплава с поликристаллической структурой представлена в табл. 4 и 5. При температурах 1200 и 1250 °C испытания проводились на меньших базах. Кривые длительной прочности приведены на рис. 7.

Таблица 4

Характеристики длительной прочности интерметаллидного сплава

системы легирования Ni-Al-W-Mo-Ti в интервале температур 900–1150 °С

Температура испытания, °С	σ_{10} , МПа	σ_{100} , МПа	σ_{500} , МПа	σ_{1000} , МПа
900	360	220	145	115
1000	145	95	60	50
1100	65	40	25	20
1150	45	30	20	15

Таблица 5

Характеристики длительной прочности интерметаллидного сплава системы легирования Ni-Al-W-Mo-Ti при температурах 1200 и 1250 °С

Температура испытания, °С	σ_1 , МПа	σ_5 , МПа	σ_{10} , МПа	σ_{100} , МПа
1200	-	-	35	20
1250	31	24	20	-

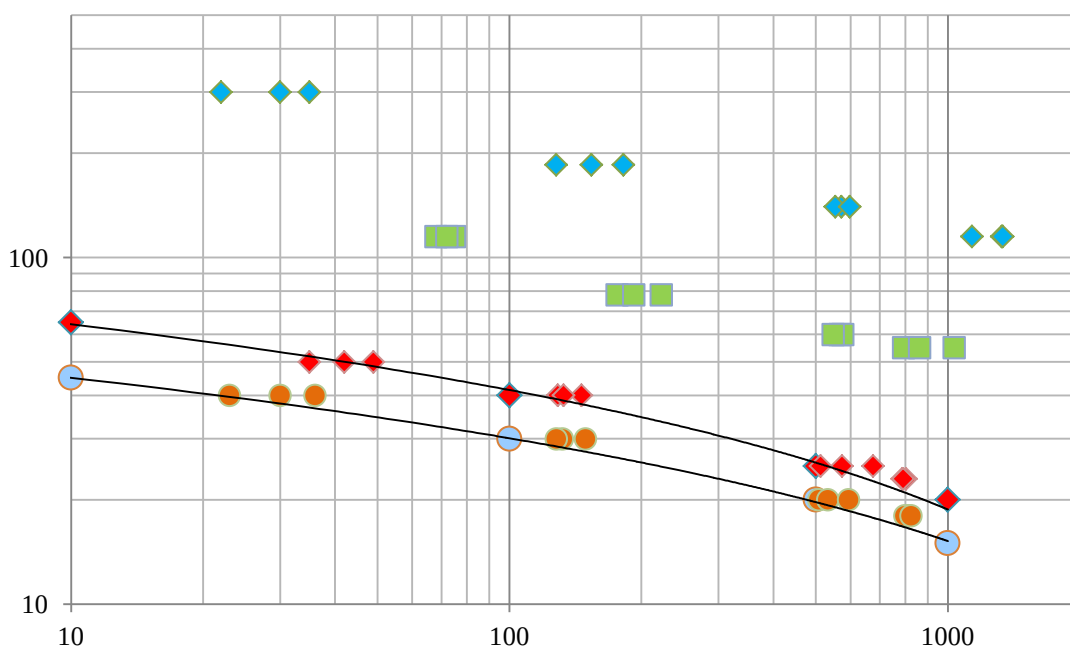


Рис. 7 – Кривые длительной прочности интерметаллидного сплава системы легирования Ni-Al-W-Mo-Ti

Из представленных в табл. 3–5 данных следует, что рассматриваемый экономнолегированный интерметаллидный сплав с поликристаллической структурой имеет достаточно высокие характеристики кратковременной и длительной прочности, позволяющие использовать его для изготовления

лопаток турбин ГТД, работающих в условиях предельно высоких рабочих температур.

Выводы

Результаты проведенных исследований подтверждают термическую и фазовую стабильность сплавов на основе интерметаллида Ni_3Al . Применение новых интерметаллидных сплавов в перспективных ГТД позволит повысить рабочие температуры турбинных лопаток и создать турбинные лопатки с рекордно высокими характеристиками жаропрочности и ресурса.

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.
2. Оспенникова О.Г. Стратегия развития жаропрочных сплавов и сталей специального назначения, защитных и теплозащитных покрытий //Авиационные материалы и технологии. 2012. № S. С. 19–35.
3. Базылева О.А., Оспенникова О.Г., Аргинбаева Э.Г., Летникова Е.Ю., Шестаков А.В. Тенденции развития интерметаллидных сплавов на основе никеля // Авиационные материалы и технологии. 2017. № S. С. 104–115. DOI:10.18577/2071-9140-2017-0-S-104-115.
4. Базылева О.А., Аргинбаева Э.Г., Туренко Е.Ю. Жаропрочные литейные интерметаллидные сплавы // Авиационные материалы и технологии. 2012. № 5. С. 57–60.
5. Петрушин Н.В., Чабина Е.Б., Назаркин Р.М. Конструирование жаропрочных интерметаллидных сплавов на основе γ' -фазы с высокой температурой плавления. Часть 1 // МиТОМ. 2012. № 2. С. 32–38.
6. 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.

7. Yukawa N., Morinaga M., Ezaki H., Murata Y. Alloy design of superalloys by the d-electrons concept // High Temperature Alloys for Gas Turbines and Other Applications: Proc. of Conf., Liege (Belgium), 6-9 October 1986. – Dordrecht: C.R.M., 1986. P. 935–944.

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

9. Петрушин Н.В., Елютин Е.С. Влияние легирования на температуру плавления интерметаллида Ni_3Al // Вопросы материаловедения. 2017. № 1 (89). С. 75–83.

10. Бондаренко Ю.А., Базылева О.А., Раевских А.Н., Нарский А.Р. Исследования по созданию новой высокотемпературной жаростойкой матрицы на основе интерметаллидов $NiAl-Ni_3Al$ // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2018. № 11(71). С. 3–11. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 10.06.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-11-3-11.

11. Ножницкий Ю.А., Голубовский Е.Р. Обеспечение прочностной надежности монокристаллических рабочих лопаток высокотемпературных турбин перспективных ГТД // Научные идеи С.Т. Кишкина и современное материаловедение: тр. междунар. научн.-техн. конф. М.: ВИАМ. 2006. С. 65–71.

12. Каблов Д.Е., Шомполов Е.Г., Сидоров В.В., Горюнов А.В. Вакуумная индукционная плавильно-разливочная установка VIM 12 III НМС для получения высококачественных жаропрочных никелевых сплавов // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2014. № 5. Ст. 05. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 10.06.2021).

13. Соловьев А.Е., Голынец С.А., Хвацкий К.К., Асланян И.Р. Проведение статических испытаний при растяжении на машинах фирмы

Zwick/Roell // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2015. № 8. Ст.12.
(URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 03.02.2020). DOI:
10.18577/2307-6046-2015-0-8-12-12.

14. Шалин Р.Е., Светлов И.Л., Качанов Е.Б., Толораия В.Н., Гаврилин О.С. Монокристаллы никелевых жаропрочных сплавов. М.: Машиностроение, 1997. 336 с.

УДК 621.7

Особенности формирования структуры сплава ВТ41 при деформации в двухфазной области

Медведев П.Н., к.ф.-м.н.; Наприенко С.А., к.т.н.; Кашапов О.С., к.т.н.

Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)

Аннотация:

В работе проведено исследование структуры осажденного в $(\alpha + \beta)$ области титанового сплава ВТ41. Показано наличие неоднородности структуры материала по высоте образца. Методами оптической и растровой электронной микроскопии выявлены линии течения материала. Пластинчатая α фаза претерпевает рекристаллизацию в зоне локализации деформации формируя мелкие глобулы. Отжиги при различных температурах показали, что полиморфные превращения первичных и вторичных глобулярных зерен происходят при различных температурах (995 и 1040 °С, соответственно), что свидетельствует о разности химического состава данных частиц. При стандартной термообработке существенно повышается однородность структуры заготовки по сравнению с деформированным состоянием.

Ключевые слова:

титановые сплавы, деформация, рекристаллизация, металлография, РЭМ

Введение

Формирование структуры титановых сплавов широко освещено в литературе [1, 2], но неизменный интерес к этой теме связан с тем, что тип структуры сильно влияет на ответственные эксплуатационные характеристики изделий из титановых сплавов. Предельными состояниями являются глобулярная (равноосная) структура и пластинчатая (крупнозернистая, бета-превращенная). Наиболее широкое применение нашла переходная микроструктура, сочетающая в себе эти структурные составляющие, получившая название глобулярно-пластинчатой или бимодальной [3]. Управляя параметрами такой структуры, в определенной мере можно получать комплекс механических свойств, необходимый для успешной эксплуатации деталей в конкретных условиях работы материала [1, 4]. В том числе, размер β -зерна и соотношение объемной доли частиц первичной и вторичной альфа-фазы оказывают влияние на характеристики кратковременной прочности, жаропрочности, усталостной прочности и коррозионного поведения [4–15].

Необходимо отметить, что ранее подход к формированию структуры в малолегированных титановых сплавах, таких как OT4, BT20, BT18Y, сводился в основном к получению или глобулярных или пластинчатых типов структур, что было обусловлено рядом причин: химический состав сплавов выбирался исходя из принципа твердорастворного упрочнения, технологические возможности по обеспечению точности и регламентации режимов деформации полуфабрикатов были ограничены. В соответствии с этим, предпочтение отдавалось более низким температурам термической обработки, не зависящим от температуры полного полиморфного превращения. Однако, с конца 70-х годов, в США для жаропрочного псевдо-альфа сплава Ti6242S, а затем в середине 80-х годов в Великобритании, для менее легированного бета- стабилизаторами жаропрочного сплава IMI 834

(Ti-834), была показана перспективность получения структуры переходного типа применительно к дискам и лопаткам компрессора.

В работе речь пойдет об исследовании титанового сплава ВТ41, относящегося к классу псевдо-альфа сплавов и предназначенному для изготовления роторных деталей компрессора авиационных ГТД с рабочей температурой до 600 °С [16].

Альфа фаза титана (около 95 % содержания в сплаве ВТ41) присутствует в различных структурных видах (рисунок 1) от равноосных первичных зерен (глобулярных частиц) до разнообразных по морфологии пластинчатых частиц (первичные, вторичные, третичные и альфа- оторочки по границам бета- зерен). Такое разнообразие форм существования альфа фазы связано с тем, что она образуется из твердого раствора бета фазы, но по разным механизмам [17].



Рис. 1 – Схематичное представление разнообразия морфологии α -фазы в титановых сплавах по [17]

Пластинчатые элементы глобулярно-пластинчатой структуры в работе [17] образуются путем многостадийной термической обработки, при этом, формирование глобулярной фазы является преимущественно результатом термомеханического воздействия на исходные пластины β - зерна и последующей рекристаллизации. Для исследования формирования структуры титанового сплава ВТ41 необходимо варьирование температуры и деформации.

Целью данной работы является исследование влияния неоднородности деформации в двухфазной области ($\alpha+\beta$) на формирование структуры титанового сплава ВТ41. Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 2.1. Фундаментально-ориентированные исследования («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [18].

Исходный материал, методика и оборудование

В качестве исходного материала использовали прутки из сплава ВТ41, полученный ковкой на прессе при температурах двухфазной области с глобулярно-пластинчатой микроструктурой (рисунок 2).

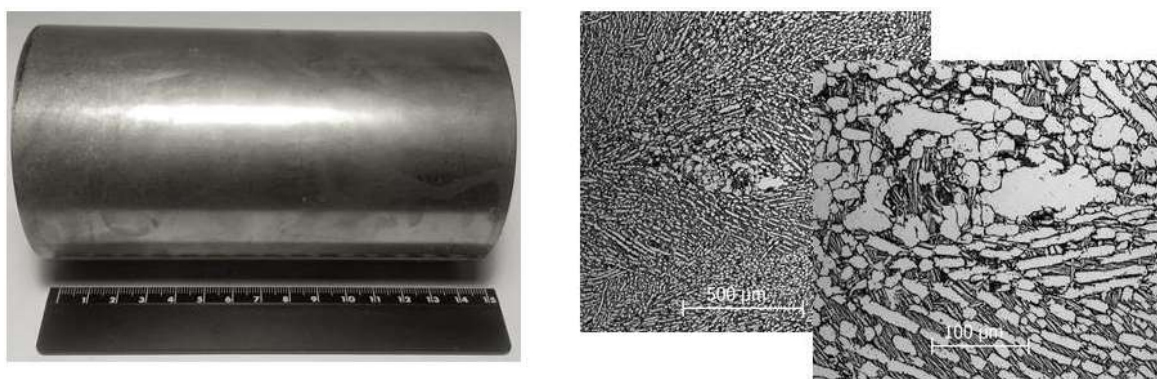


Рис. 2 – Исходный прутки из сплава ВТ41

Модельную штамповку получали осадкой на прессе из мерной заготовки $\varnothing 80 \times 150$ мм при температурах нагрева на 75°C ниже температуры полного полиморфного превращения. Исходный прутки деформировался со скоростью 10^{-3} (1/с) для создания изотермических условий. При данной схеме деформация происходит в двухфазной области ($\alpha+\beta$), а структура состоит из первичных глобулярных α -зерен и чередующихся пластин α - и β -фазы. Для подавления процессов спонтанной рекристаллизации [1] штамповку после осадки на высоту 40 мм охладили в воду. Методически, для варьирования степени деформации в пределах одной заготовки, реализовывалась неидеальная схема деформации без смазки нижнего торца прутка

прилегающих к инструменту. Верхний торец деформировался под инструментом с остаточным слоем смазки, которая зачастую остается после предыдущих механических операций на установке. Микроструктуру исследовали после осадки на 75 %, при температуре двухфазной области, принятой для сплава ВТ41.

Металлографический анализ после термомеханической обработки и последующей термической обработки проводили на растровом электронном микроскопе (РЭМ) Zeiss EVO MA10 и оптическом микроскопе Leica DM IRM. Исследование микроструктуры проведено по всей толщине центральной части образца с увеличением $\times 50$ и $\times 200$ с последующим количественным анализом микроструктуры, с применением программного комплекса Image Expert Pro.

Измерение распределения микротвердости по Виккерсу проведено на твердомере DuraScan 80 с нагрузкой 10Н и шагом между отпечатками 200 мкм. Распределение строилось в центральной зоне по толщине образца от верхнего к нижнему торцу. Расчет значений микротвердости производился в автоматическом режиме. Моделирование процесса деформации проведено в программном пакете Q-form методом конечных элементов. Поскольку рассчитывается цилиндрический образец, который является телом вращения, то для упрощения задачу можно свести к двумерной модели.

Экспериментальная часть

Макроструктура

На фотографии макроструктуры четко определяются основные зоны деформированного металла и линии его течения при деформации. Штриховой линией отмечена зона наибольшего искривления волокон металла, штрих-пунктирной отмечены застойные области, а сплошными линиями траектория течения материала (искривление волокон).

Несимметричность картины в высотном направлении, а именно неодинаковый размер застойных зон сверху и снизу заготовки и смещение

зоны локализации деформации к верхней части, указывает на то, что в верхних слоях силы трения с инструментом меньше, чем нижней поверхности заготовки (на рис. $F_{T1} < F_{T2}$) – застойная зона сверху более широкая (форма диска), а в нижней части менее широкая (усеченный конус). Вероятно, из-за высокой нижней застойной области зона наибольшей локализации деформации смещается из центральной части к верху заготовки. Участок верхней поверхности между застойной зоной и боковой частью формировался за счет боковой стороны исходного прутка. Подобная зона в нижней части заготовки значительно больше, за счет меньшего размера застойной зоны.

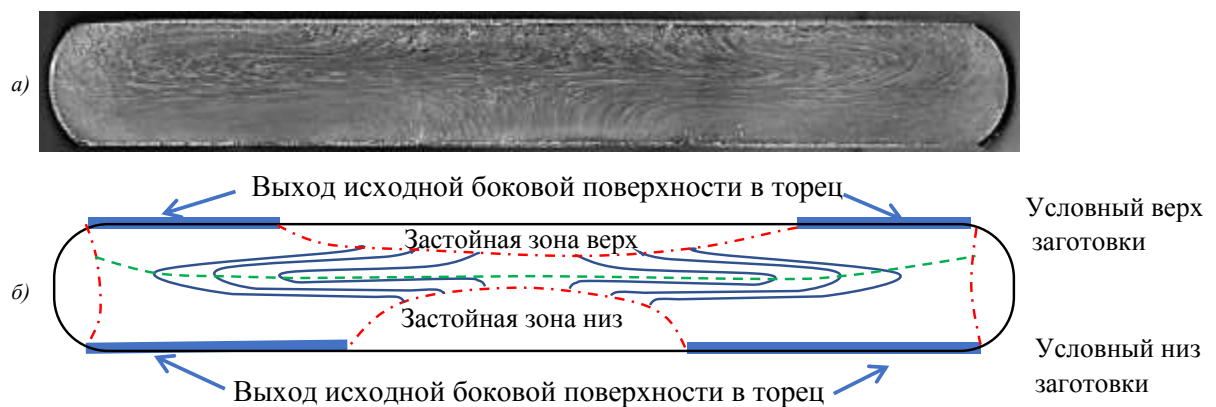


Рис. 3 – Макроструктура образца после осадки (а).
Схематично отмечены характерные зоны структуры металла после деформации (б)

Анализ действия напряжений и деформации

При однородной деформации (когда сила трения на основаниях равна силе трения между слоями металла) макродеформация соответствует микродеформации в любом выбранном объеме данной заготовки. При этом углы исходного цилиндра остаются углами цилиндра деформированного, без образования формы «бочки» на боковых поверхностях. Каждый элементарный объем смещается от центра в той же пропорции, как увеличивается радиус основания цилиндра. При однородной деформации тензор напряжений в каждом элементарном объеме соответствует одноосному сжатию.

В случае, когда деформация происходит без смазки, силы трения максимальны, основания цилиндра практически не перемещаются, и под инструмент попадает боковая часть цилиндра. Боковая сторона изгибается и формируется форма типа «бочка». При такой схеме макроволокна металла изгибаются и формируют характерную картину течения металла с сильной локализацией деформации в центре заготовки. В результате распределение деформации симметричное с высокой локальной неоднородностью в высотном направлении, в основании формируются застойные зоны, в которых деформация близка к нулю, а в центре деформация максимальна и в разы выше общей деформации заготовки. При изгибной деформации тензор напряжений в каждом элементарном объеме меняется и соответствует одноосному сжатию со сдвиговыми компонентами.

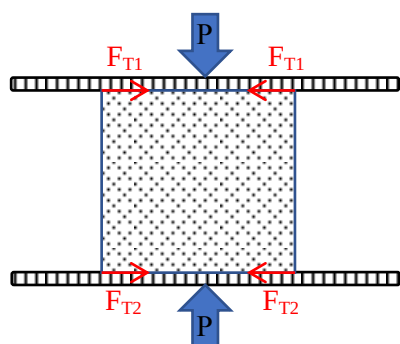


Рис. 4 – Схематичное представление сил, действующих при одноосном сжатии

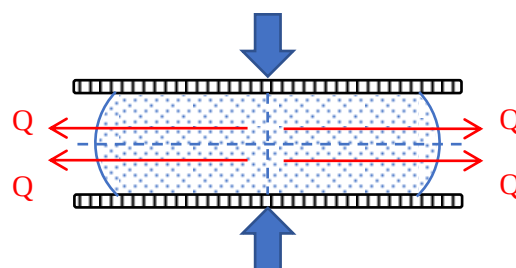


Рис. 5 – Схематичное представление потока вытеснения металла (Q) при одноосном сжатии

В случае рассматриваемой заготовки, при разной силе трения ($F_{T1} < F_{T2}$ на рис. 3) на основаниях цилиндра на начальных этапах деформации будет формироваться усеченный конус (рис. 5б). В части с низкой силой трения условия будут близки к условиям одноосного сжатия, а в части с высокой силой трения – к сжатию с изгибом. Далее, с увеличением степени деформации, происходит изгиб волокон, выход боковых поверхностей на торец, то есть процессы близкие к деформации осадкой без смазки, описанные выше (рис. 6в). При такой схеме деформации зона локализации деформации смещается в сторону зоны с меньшей силой трения.

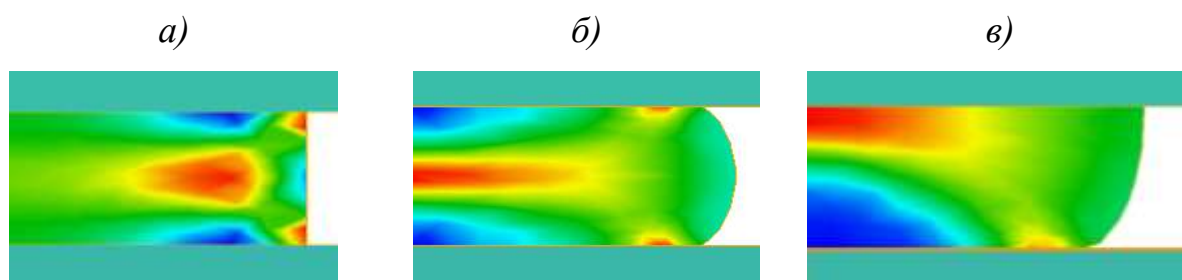


Рис. 6 – Модели распределения деформации при идеальной смазке торцев (а), без смазки (б) и когда одна поверхность смазана, а другая нет (в)

Микроструктура

Для исследования изменения микроструктуры в высотном направлении проведена множественная съемка структуры на РЭМ фотографий «стык в стык» с увеличением $\times 2000$. Данный подход позволил детально исследовать изменение структуры глобулярной и пластинчатой фаз α -Ti, а также состояние прослоек бета фазы.

Особенности течения металла при деформации

В условиях горячей деформации при температуре на 75°C ниже ТПП альфа-бета существуют две фазы альфа и бета. Альфа фазы представляют собой глобулярные и пластинчатые зерна, перемежающиеся с пластинами бета фазы. Исходя из характеристик меньшей прочности и пластичности бета фазы следует, что при деформации именно она вносит наибольший вклад в пластическую деформацию. Для описания особенностей течения материала при деформации используется феноменологический подход через анализ изображения микроструктуры.

Альфа пластинки, которые интегрированы в бета матрицу, в ходе деформации движутся в совместном потоке $(\alpha+\beta)$ фазы. Более крупные глобулярные зерна движутся медленнее потока и являются стопорами для движения потока. На рисунке 7 просматривается траектория движения потока, которую можно идентифицировать по развороту групп однонаправленных зерен пластинчатой альфа фазы. В местах пересечения

потоков под углом возникает разворот потоков и формируются локальные зоны с зернам развернутыми поперек вектору вытеснения металла (Q). Подобные зоны с поперечным разворотом пластин наблюдаются также в случае, когда поток упирается в крупное альфа зерно. Вероятно, что такой разворот позволяет огибать препятствие в виде глобулярного зерна в пространстве в плоскости отличной от представленной на микрошлифе. Вокруг глобулярных α -зерен образуются зоны обогащенные бета матрицей. Вероятно, при взаимодействии потока с крупной частицей возникает локальный противоток, который на определенном расстоянии от препятствия отклоняет пластинчатые зерна и позволяет огибать глобулярные зерна. Крупные зерна в свою очередь перемещаются в потоке, вращаются и деформируются в направлении вытеснения металла (Q).

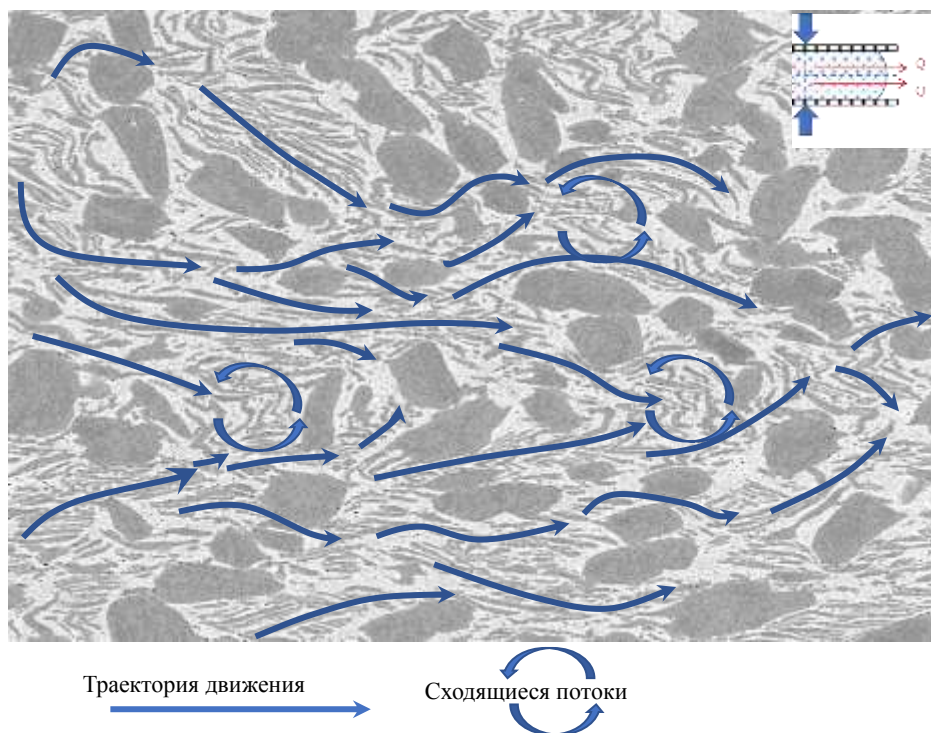


Рис. 7 – Схематично стрелками отмечено движение деформированных потоков на микроструктуре

Микроструктура глобулярных зерен

Анализ микроструктуры показал, что площадь, занимаемая глобулярными зернами фазы α -Ti в единице площади по толщине образца не

изменяется, однако распределение размера зерна и количества зерен на единицу площади имеют неравномерный характер. Размещение зерен увеличивается от верхнего терца к нижнему в высотном направлении заготовки. Плотность зерен ведет себя обратным образом. Зерна из зоны с большей степенью деформации из-за сплющивания в высотном направлении на срезе X-Z приобретают меньший размер, однако одновременно с этим уменьшается расстояние между соседними зернами, что приводит к увеличению их плотности. Вытянутость частиц альфа фазы монотонно уменьшается при переходе от верхней к нижней части заготовки.

В верхней и нижней зонах первичные глобулярные зерна ориентированы в направлении оси прутка, а в центральных частях они развернуты в направлении течения материала Q. Такой характер ориентировки зерен соответствует линиям течения на макроструктуре. При наличии разворота и отсутствии вытянутости можно утверждать, что имеет место механизм зернограницного проскальзывания глобулярных зерен.

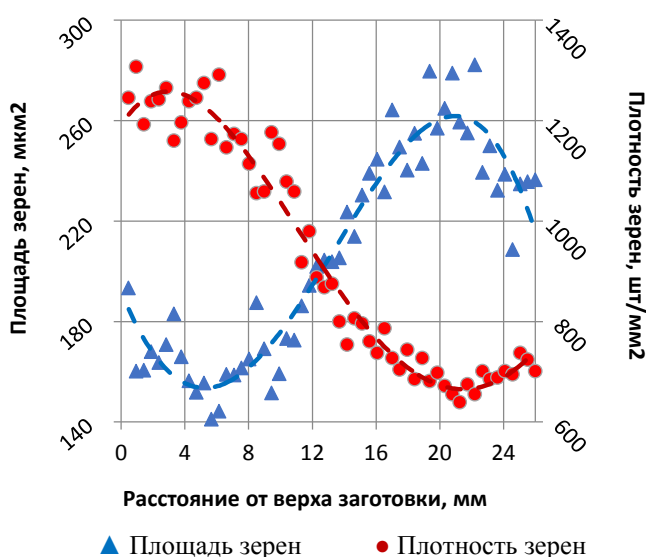


Рис. 8 – Распределение плотности и площади зерен глобулярной фазы α -Ti по толщине образца

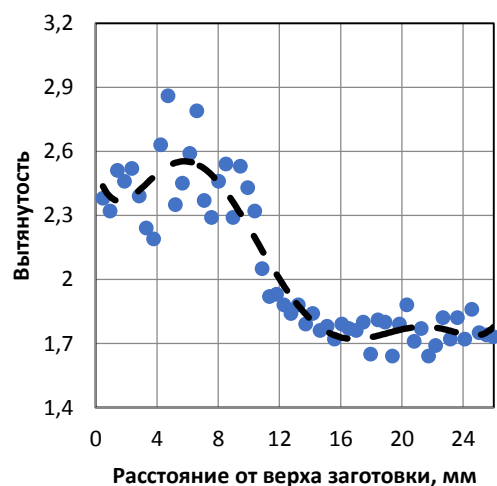


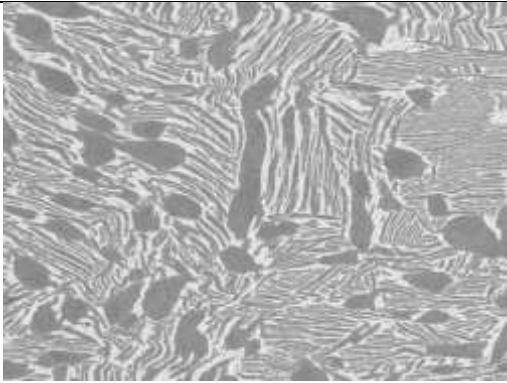
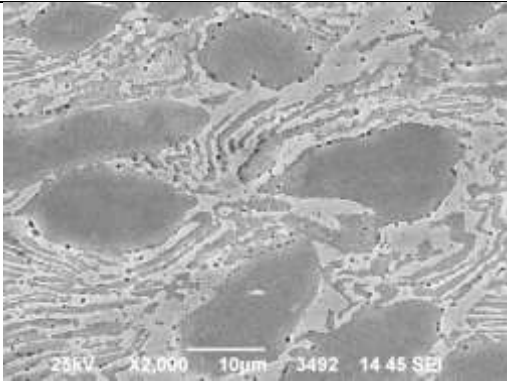
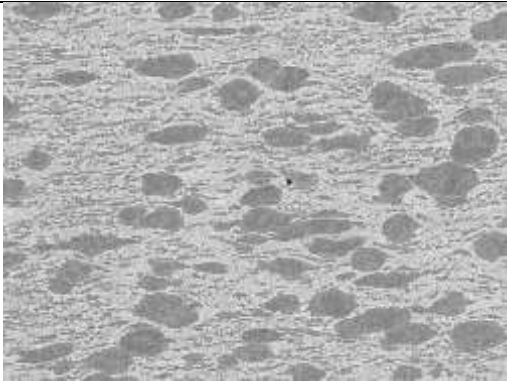
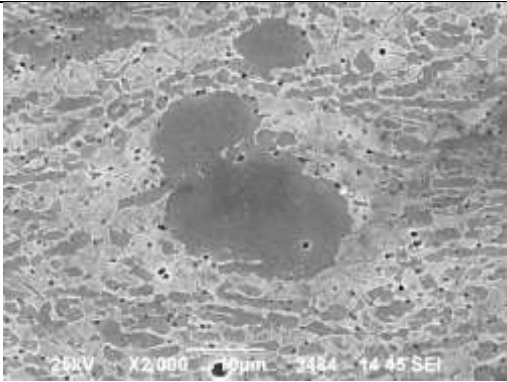
Рис. 9 – Распределение параметра вытянутости зерен глобулярной фазы α -Ti после горячей деформации

Микроструктура пластинчатой фазы и бета прослоек

В застойных зонах как сверху, так и снизу наблюдаются длинные деформированные альфа пластинки. Поверхность пластинок гладкая. Деформация выражается единичными или множественными искривлениями вытянутых зерен. Распад бета фазы в застойных областях не выявлен – бета области на фотографиях выглядят однородными светло-серыми участками. В центральных областях заготовки наблюдается распад бета фазы, при котором на светло-серые участки представлены пластинчатой структурой. Это связано со скоростью охлаждения при закалке после деформации – центральные области медленнее остывают, чем приповерхностные и поэтому в приповерхностных зонах образовывается остаточная бета фаза или игольчатый мартенсит, а в центральных областях – пластинки.

Таблица 1

Изображения микроструктуры в застойной зоне и в зоне локализации деформации на увеличениях $\times 500$ и $\times 2000$ раз

	Увеличение $\times 500$	Увеличение $\times 2000$
Застойная зона сверху		
Зона локализации деформации		

В зоне локализации деформации пластины разбиваются на равноосные зерна как соединенные внутри прослойками бывших пластинок, так и на отдельные фрагментированные зерна. Также существует переходная зона, в которой присутствуют как мелкоглобулярные зерна, так и деформированные пластинки. Качественный анализ изображений заключается в их классификации на структуры: глобулярно-пластинчатая, бимодально-глобулярная и смешанная. Измерение размера зон осуществлялось с шагом 0,2 мм (рис. 10, табл. 2). Точность в оценки размера зон, проведенного таким образом, можно оценить исходя из общего количества кадров (139 кадров), размера заготовки (27 мм) и ошибки (± 1 кадр). Итого погрешность составляет $\pm 1,5\%$ ($\pm 0,4$ мм).

Пластинчатая структура характерна для застойных зон снизу и сверху. В зоне локализации деформации формируется мелкоглобулярная структура (наряду с крупными глобулями). В переходной зоне присутствуют оба варианта микроструктуры. По макроструктуре (рис. 10) видно, что волокна изменяют траекторию от вертикальных линий в застойных зонах до горизонтальных в зоне локализации деформации. Отмечено, что в переходной зоне угол разворота волокон от исходного вертикального положения лежит в диапазоне $65\text{--}70^\circ$. Вероятно, такой разворот волокон соответствует критической деформации, при которой начинается процесс рекристаллизации искаженного объема материала, имеющего пластинчатую структуру.

Таблица 2

Доля и размер зон, занимаемых в центральной части образца

	Доля/размер занимаемая в центральной части образца
Застойная зона сверху/глобулярно-пластинчатая структура	27 % / 7,2 мм
Переходная зона сверху/ смешанная структура	9 % / 2,3 мм
Зона локализации деформации/ мелкоглобулярная структура	14 % / 3,7 мм
Переходная зона снизу/ смешанная структура	7 % / 1,9 мм
Застойная зона снизу/глобулярно-пластинчатая структура	43 % / 11,8 мм

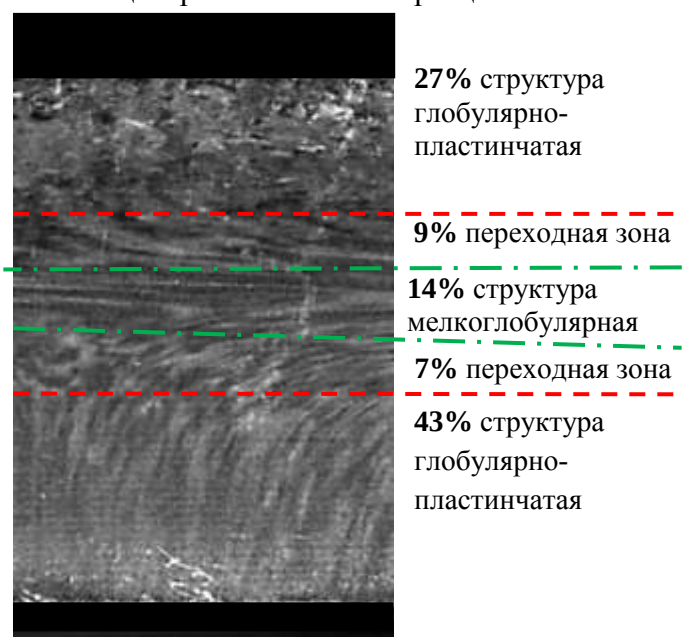


Рис. 10 – Соответствие макроструктуры зонам разного структурного состояния альфа фазы с пластинчатой морфологией

Термообработка

На образцы из зоны локализации деформации был наложен отжиг в диапазоне температур 950–1040 °С. По мере повышения температуры доля мелкоглобулярных зерен падает, а их размер растет (рисунок 11). При температуре 995 °С мелкоглобулярные зерна, а также пластинчатые зерна в застойных зонах, полностью переходят в бета фазу, а первичные глобули полностью переходят в бета фазу при 1025–1040 °С. Температуры полного полиморфного превращения ($T_{пп}$) первичных и вторичных глобулей отличаются более чем на 30 °С. Подобное поведение может быть вызвано различным химическим составом этих структурных компонент. Условия формирования и последующей диффузии альфа и бета стабилизаторов в глобулях и пластинках отличны. Глобули должны быть насыщены алюминием, и обеднены бета стабилизаторами, а пластинки наоборот.

По полученным микроструктурам (рисунок 11), можно видеть, что в образце, отожженном при 995 °С, наблюдается полное растворение вторичных равноосных зерен. При 1040 °С полностью растворяются первичные глобулярные зерна. Количественный анализ микроструктуры позволил рассчитать объемную долю первичных глобулярных зерен (рисунок 12), и выявить, что она уменьшается с увеличением температуры отжига.

Наиболее активный спад происходит после 990 °С, а до этой температуры падение незначительное. Отжиг ($T_{\text{отж}} = 995\text{ °С}$) приводит к растворению мелкоглобулярных зерен. Отжиг при более низких температурах позволяет варьировать количество и размер мелкоглобулярных зерен без изменения крупноглобулярных зерен. Поведение титановых сплавов под нагрузкой во многом зависит от его структурного состояния, поэтому наличие мелкоглобулярных зерен может расширить комплекс механических свойств присущих для псевдо-альфа сплавов. Условия формирования мелкоглобулярных зерен может быть перенесено на сплавы ($\alpha+\beta$) класса.

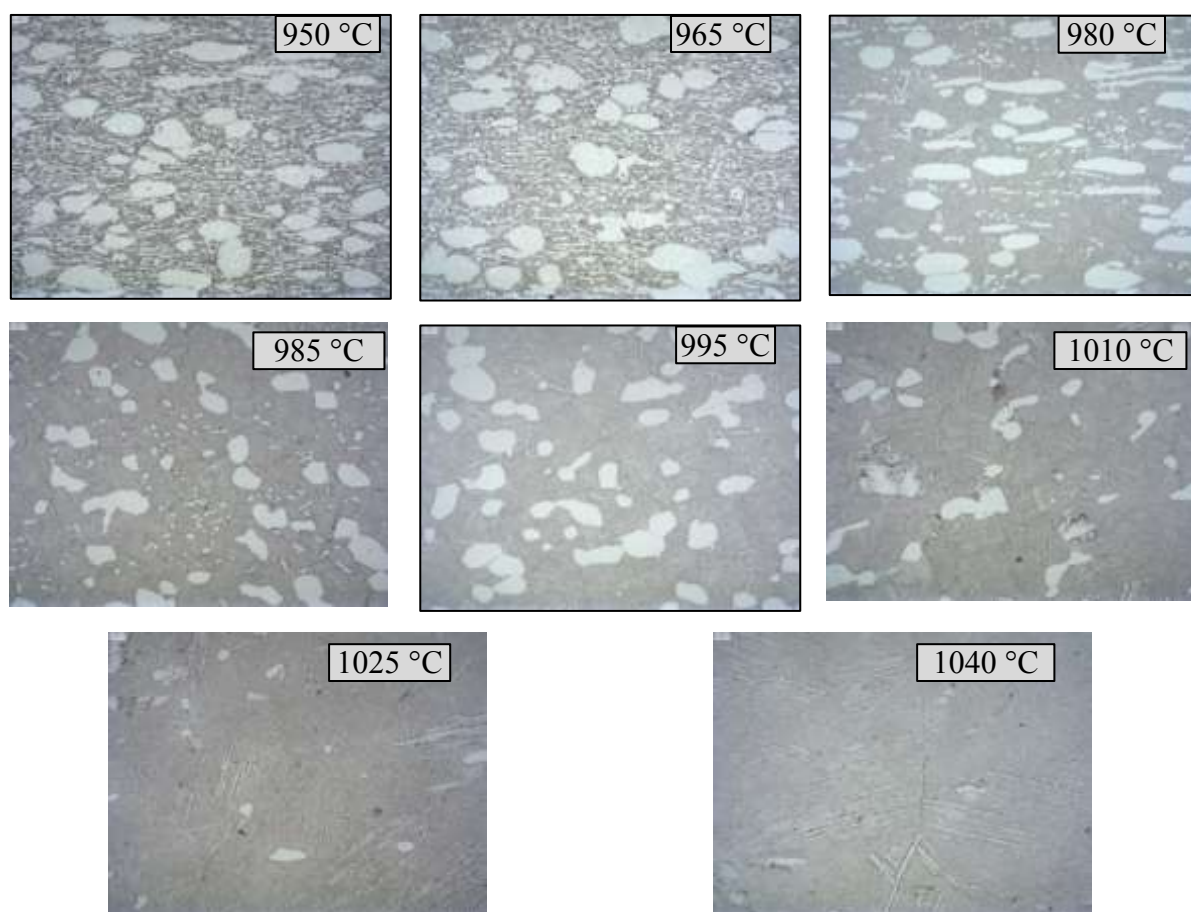


Рис. 11 – Микроструктура образцов, подверженных отжигу при различных температурах

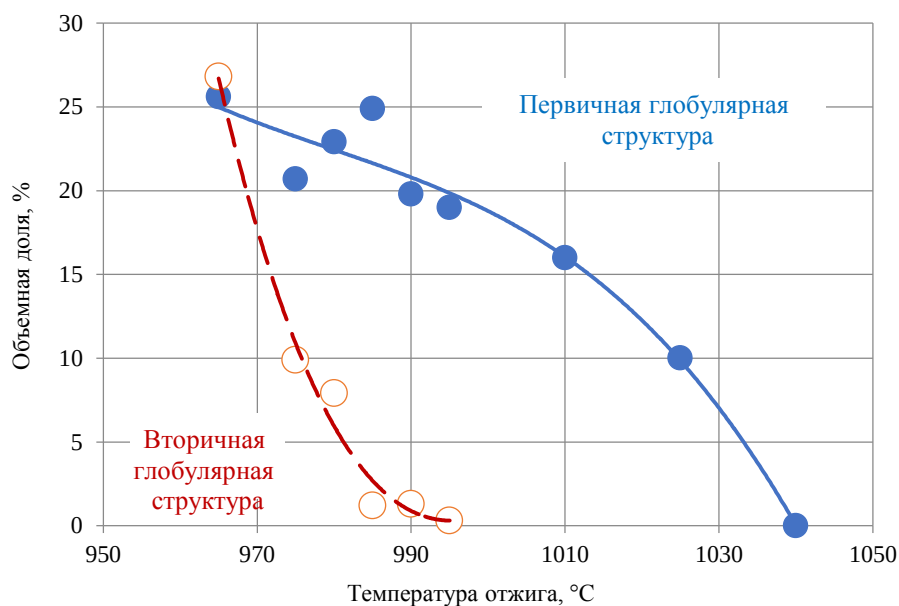


Рис. 12 – Доля первичных и вторичных глобулярных зерен при разных температурах отжига

Обсуждение результатов

Анализ полученных данных макро- и микроструктуры позволяет определить влияние характера развития деформации на особенности формирования различных структурных составляющих (глобулярных, пластинчатых альфа и бета зерен) по объему заготовки. Монотонный характер изменения размера глобулярных зерен и их плотности указывает на то, что деформирование этих зерен в основном происходило на малых степенях деформации, в процессе образования конусности и линейном распределении нормальной компоненты напряжений в высотном направлении. Распределение структурных зон с пластинчатыми и мелкоглобулярными зернами centrosymmetric — с максимумом, совпадающим с зоной локализации деформации волокнистой структуры.

Отсутствие центра симметричности распределения глобулярных зерен в соответствии с линиями течения волокон на макроструктуре и большей проработки центральных областей образца указывает на то, что глобулярные частицы в потоке более пластичной матрицы бета фазы и превращенной альфа-фазы перемещались и вращались с малым вкладом в их деформирование. Также первичные глобулярные зерна являются помехами

для течения деформированного потока. При деформации пластинчатых зерен α -фазы происходит их перемещение, разворот и искривление, а в случае критических степеней деформации происходит рекристаллизация с образованием мелкоглобулярных зерен.

В результате исследований после отжигов при различных температурах выявлена разность температур полиморфных превращений первичных и вторичных глобулярных зерен (995 и 1040 °С, соответственно), что свидетельствует о разности химического состава данных частиц.

В результате термообработки при 995 °С существенно повышается однородность структуры заготовки по сравнению с деформированным состоянием, что связано с перекристаллизацией пластинчатых и мелкоглобулярных зерен и сохранением первичных глобулярных зерен α -фазы.

Выводы

1. Выявлена структурная неоднородность деформированной заготовки с застойными зонами вблизи контакта с инструментом и зоной локализации деформации в центральной части заготовки. Макроструктура несимметрична относительно плоскости параллельной плоскости бойка, что связано с различием сил трения на верхнем и нижнем бойке.

2. При неоднородности деформации, характеризующейся искривлением и удлинением макроволокон, в основном деформируются пластины (a+b) фаз. В зоне локализации деформации выявлено прохождение рекристаллизации альфа пластинок. Степень рекристаллизации частиц превращенной α -фазы увеличивается с увеличением степени деформации.

3. В результате стандартной термообработки существенно повышается однородность структуры заготовки по сравнению с деформированным состоянием, что связано с перекристаллизацией пластинчатых и мелкоглобулярных зерен и сохранением первичных глобулярных зерен α -фазы.

Литература

1. Александров В.К., Аношкин Н.Ф., Бочвар Г.А. и др. Полуфабрикаты из титановых сплавов. М.: Металлургия, 1979. 512 с.
2. Солонина О.П., Глазунов С.Г. Жаропрочные титановые сплавы. М.: Металлургия, 1976. 448 с.
3. Аношкин Н.Ф., Брун М.Я., Шаханова Г.В. Требования к бимодальной структуре с оптимальным комплексом механических свойств и режимы ее получения // Титан, 1998. № 1 (10). С. 35–41.
4. Lutjering G., Williams J.C. Titanium. 2nd edition. Springer-Verlag Berlin Heidelberg. 2003, 2007. 449 pages.
5. Sauer C., Lutjering G. Influence of layers at grain boundaries on mechanical properties of Ti-alloys // Materials Science and Engineering A319–321 (2001) 393 – 397.
6. Es-Souni M. Creep behaviour and creep microstructures of a high-temperature titanium alloy Ti–5.8Al–4.0Sn–3.5Zr–0.7Nb–0.35Si–0.06C (Timetal 834). Part I. Primary and steady-state creep. Materials Characterization 46 (2001) 365–379.
7. Davies P., Pederson R., Coleman M., Biroscas S. The hierarchy of microstructure parameters affecting the tensile ductility in centrifugally cast and forged Ti-834 alloy during high temperature exposure in air // Acta Materialia 117 (2016) P/51-67.
8. Кашапов О.С., Павлова Т.В., Калашников В.С., Кондратьева А.Р. Исследование влияния режимов термической обработки на структуру и свойства опытных поковок из сплава ВТ41 с мелкозернистой структурой // Авиационные материалы и технологии, 2017. № 3 (48). С. 3–9. DOI: 10/18577/2071-9140-2017-0-3-3-7.
9. Russo P.A., Yu K.O. Effect of Ni, Fe, and primary alpha on the creep of alpha-beta processed and annealed Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.09Si // In: Titanium-99. Science and technology. 1999. P. 596–603.

10. Brain A. Welk. Microstructural and Property Relationships in Titanium Alloy Ti-5553 // Presented in Partial Fulfillment of the Requirements for the Degree Master of Science in the Graduate School of The Ohio State University. The Ohio State University. 2010. 88 p.

11. Zeng W.D., Zhou Y.G. The influence of microstructure on dwell sensitive fatigue in Ti-6.5Al-3.5Mo-1.5Zr-0.3Si alloy // Materials Science and Engineering. 2000. № A290. P. 33-38.

12. Горбовец М.А., Ночовная Н.А. Влияние микроструктуры и фазового состава жаропрочных титановых сплавов на скорость роста трещины усталости // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн., 2016. № 4. Ст. 03. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 03.12.2018). DOI:10/18577/2307-6046-2016-0-4-3-3.

13. Захарова Л.В. Влияние химического состава, термической обработки и структуры на стойкость титановых сплавов к растрескиванию от горячесолевой коррозии // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн., 2016. №9. Ст. 11. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 03.12.2018). DOI: 10/18577/2307-6046-2016-0-9-11-11.

14. Орлов М.Р., Наприенко С.А. Разрушение двухфазных титановых сплавов в морской воде // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн., 2017. № 1. Ст. 10. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 03.12.2018). DOI: 10/18577/2307-6046-2017-0-1-10-10.

15. Kablov E.N., Kovalev I.E., Zhemanyuk P.D., Tkachenko V.V., Voitenko S.A., Pirogov L.A., Banas F.P., Kovalev A.E. EFFICIENCY OF SURFACE COLD-WORK HARDENING OF TITANIUM ALLOYS HAVING DIFFERENT PHASE COMPOSITION //Computational and Experimental Methods Fifth International Conference on Computer Methods and Experimental Measurements for Surface Treatment Effects, Surface Treatment V. Сер. "Surface Treatment V: Computer methods and Experimental Measurements". Seville, 2001. P. 23-32.

16. Каблов Е.Н., Кашапов О.С., Павлова Т.В., Ночовная Н.А. Разработка опытно-промышленной технологии изготовления полуфабрикатов из псевдо- α титанового сплава BT41 // Титан, 2016. № 2 (52). С. 33–42.

17. Zhichao Sun, Xuanshuang Li, Huili Wu, He Yang. Morphology evolution and growth mechanism of the secondary Widmanstätten α phase in the TA15 Ti-alloy // Materials Characterization. 2016. Vol. 118. P. 167–174.

18. Каблов Е.Н. Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года // Авиационные материалы и технологии. 2012. № S. С. 7–17.

УДК 620:669.715

Анализ макро- и микрокартины изломов образцов из алюминиевых сплавов AlSi10Mg аддитивного производства и 1163АТВ листового проката, разрушенных при испытаниях на сопротивление усталости

Леонтьева Ю.О.

juliana.leonteva@mail.ru

Федеральное государственное унитарное предприятие «Центральный аэрогидродинамический институт имени профессора Н.Е. Жуковского» (ФГУП «ЦАГИ»)

Аннотация:

На полученных методом селективного лазерного сплавления (СЛС) образцах из алюминиевого сплава AlSi10Mg после их испытаний на сопротивление усталости проводились исследования с целью установления их микроструктурных особенностей, дефектности и характера разрушения. Приведены результаты сравнительного анализа полученных данных с аналогичными показателями для исследованных образцов из катаного листа алюминиевого сплава марки 1163АТВ. Фрактографические исследования образцов с изучением макро- и микрокартин изломов проводились на предмет установления особенностей строения изломов, определялись очаги усталостного разрушения и их связь с дефектами, устанавливался характер разрушения.

Ключевые слова:

алюминиевые сплавы, технология селективного лазерного сплавления (СЛС), усталостное разрушение, фрактографические исследования

Введение

Методы аддитивного производства представляют собой альтернативную технологию существующим традиционным методам получения и обработки изделий и позволяют изготавливать принципиально новые и сложные детали с использованием широкого ряда материалов для 3D-печати, увеличивая коэффициент использования материала и ускоряя рыночное продвижение опытного или серийного изделия. В авиационной отрасли аддитивные технологии применяются для изготовления как высоконагруженных, так мало нагруженных деталей и элементов конструкций летательных аппаратов.

В настоящее время в сфере аддитивных технологий одним из перспективных направлений является метод СЛС [1, 2]. Данная технология позволяет изготавливать как прототипы и модели изделий, так и готовые изделия из металлических материалов – наиболее востребованной группы материалов в авиационной промышленности для аддитивного производства ответственных деталей.

Отечественный и зарубежный опыт проведенных научно-исследовательских работ обнаружил предрасположенность применяемого метода СЛС к возникновению пор, трещин и других дефектов (раковин, дополнительных включений и т. п.) в зависимости от фракционного состава, неоднородностей порошка и других параметров процесса [3–5]. Присутствие пор и раковин в микроструктуре материала, как правило, отрицательно влияет на механические свойства готовых изделий из-за концентрации напряжений на границах дефектов, приводя к снижению характеристик прочности, сопротивления деформации, пластичности, вязкости разрушения и других служебных свойств, что ограничивает область применения подобных изделий [6–8]. Образование трещин и их рост может приводить к преждевременному разрушению изделия, полученному СЛС-методом.

Несмотря на несомненные преимущества метода СЛС, применяемые на практике СЛС-технологии, приводящие к образованию технологических дефектов, нуждаются в дополнительных междисциплинарных исследованиях с целью получения изделий с требуемыми характеристиками твердости, прочности, сопротивления усталости и т.п. К настоящему времени не существует устойчивых норм или правил составления технологических процессов получения изделий методом СЛС, а контроль их качества в большинстве случаев производится с определением только механических свойств при статическом растяжении [9]. Отсутствует систематизированная и общепризнанная информация по механическим свойствам многих металлических материалов, полученных методом СЛС, включая исследуемый в настоящей работе алюминиевый сплав AlSi10Mg, применяемый для изготовления тонкостенных изделий авиационного назначения со сложной геометрией.

В работе проведены сравнительные исследования процесса разрушения материала, полученного методом СЛС (сплав AlSi10Mg), и алюминиевого сплава традиционного производства марки 1163АТВ. Проведены испытания образцов на сопротивление усталости с последующими фрактографическими исследованиями макро- и микрокартин изломов с целью установления причин разрушения, их связи со структурными дефектами.

Материалы и методы исследований и испытаний

Для изготовления изделий и элементов авиационных конструкций, к которым предъявляются требования по высоким характеристикам прочности и технологичности, применяется получаемый аддитивным производством сплав AlSi10Mg с хорошим сочетанием механических и термических свойств, обладающий небольшой плотностью, хорошей свариваемостью и поддающийся механической, электроэрозионной, дробеструйной обработке и полировке [10].

Образцы для испытаний на сопротивление усталости получали проплавлением мелких глобулярных частиц порошка системы Al-Si-Mg на установке лазерного сплавления «EOSINT M 280» в инертной газообразной среде. Мощность лазера составляла 350 Вт, температура платформы 150 °С, толщина слоя порошка 50 мкм. Образцы из порошка EOS AlSi10Mg в количестве 3 штук синтезировались в виде прямоугольных пластин в направлении, совпадающем с плоскостью рабочей платформы. По завершении процесса СЛС образцы отрезались от платформы электроэрозионным методом. В образцах просверливались центральные отверстия диаметром 5,0 мм с последующей доводкой с помощью развёртки. Частота вращения развёртки при доводке^{*1)} отверстия 1000 оборотов в минуту. Поверхность образцов подвергалась шлифованию согласно требованиям к качеству поверхности образца.

Базовым материалом для критических по усталостной долговечности зон и в условиях периодического растяжения-сжатия основных несущих элементов конструкции летательных аппаратов является деформируемый среднепрочный сплав марки 1163АТВ с высокими характеристиками сопротивления усталости и трещиностойкости. Образцы в виде пластин в количестве 3 штук вырезались из катаного листа сплава 1163АТВ номинальной толщиной 4 мм по ОСТ 1 9022456-77. В каждом образце просверливалось центральное отверстие диаметром 6,0 мм по технологии, аналогичной в случае образцов из сплава EOS AlSi10Mg.

Методом энергодисперсионного микроанализа установлен химический состав образцов на сканирующем электронном микроскопе Phenom ProX фирмы Thermo Fisher Scientific (Нидерланды), результаты приведены в таблице 1.

^{*1)} удаление припуска до 0,1 мм на сторону

Таблица 1

Результаты энергодисперсионного микроанализа
по определению химического состава образцов из алюминиевых сплавов

Материал образца	Содержание химических элементов, вес. %										
	Алюминий	Кремний	Железо	Медь	Марганец	Магний	Никель	Цинк	Свинец	Олово	Титан
EOS AlSi10Mg	89,62	10,09	—	—	—	0,29	—	—	—	—	—
1163ATB	94,15	—	—	3,26	0,34	2,25	—	—	—	—	—

Образцы из алюминиевого сплава EOS AlSi10Mg, синтезируемые методом СЛС без термической обработки в двух направлениях – горизонтальном (совпадает с плоскостью платформы) и вертикальном (перпендикулярно плоскости платформы), согласно техническим данным обладают при испытаниях на разрыв следующими значениями механических характеристик [11]:

– временное сопротивление разрыву σ_b , МПа:

при нагружении в горизонтальном направлении 445 ±20, 335±20

при нагружении в вертикальном направлении 405±20, 325±20

– условный предел текучести $\sigma_{0,2}$, МПа:

при нагружении в горизонтальном направлении 275±10, 225±10

при нагружении в вертикальном направлении 230±10, 220±10

– модуль упругости E , ГПа:

при нагружении в горизонтальном направлении 70±5, 70±5

при нагружении в вертикальном направлении 65±5, 65±5

– относительное удлинение δ , %:

при нагружении в горизонтальном направлении 6,5±2, 11±2

при нагружении в вертикальном направлении 3,5±2, 7±2

– твёрдость HBW (по Бринеллю): 120±5, 112±5

Как видно из сравнения значений вышеприведенных характеристик, а также согласно результатам исследований отечественных авторов, представленных в работе [9], направление выращивания оказывает некоторое влияние на прочностные характеристики образцов, в основном снижая показатели $\sigma_{0.2}$, E и δ при вертикальном направлении выращивания.

Образцы из алюминиевого сплава марки 1163АТВ после термического упрочнения в виде закалки и естественного старения имеют следующие механические свойства [12]:

– временное сопротивление разрыву σ_B , МПа:	420÷460
– условный предел текучести $\sigma_{0.2}$, МПа:	340÷380
– модуль упругости E , ГПа:	72
– относительное удлинение δ , %	11÷15
– твёрдость HB (по Бринеллю):	≥105

Несмотря на микроструктурные различия, разный химический состав и проведенную термическую обработку в случае образцов из сплава 1163АТВ образцы из сплавов EOS AlSi10Mg и 1163АТВ обладают сопоставимыми в исходном (до испытаний) состоянии вышеупомянутыми характеристиками.

Испытания на сопротивление усталости проводились на универсальной сервогидравлической испытательной машине 100 кН модели 8801 фирмы Instron в воздушной среде. Испытания проводились на трех образцах из сплава EOS AlSi10Mg и трех образцах из сплава 1163АТВ в условиях одноосного продольного растяжения при регулярном нагружении с коэффициентом асимметрии цикла 0,05 и частотой от 3 до 5 Гц. Силовые параметры нагружения вышеуказанных образцов и их циклическая долговечность до разрушения приведены в таблице 2.

Таблица 2

Результаты испытаний образцов из алюминиевых сплавов
на сопротивление усталости по ГОСТ 25.502-79 [13]

Материал	№ образца	Толщина t , мм	Ширина B , мм	Площадь $F_{\text{нетто}}$, мм ²	Нагрузка P_{max} , кгс	Напряжение $\sigma_{\text{max, нетто}}$, кгс/мм ²	N, цикл
EOS AlSi10Mg	1	2,69	29,93	67,1	1073,0	16,0	32 233
	2	2,60	29,97	64,9	1038,8	16,0	53 606
	3	2,63	29,89	65,8	988,0	16,0	58 434
$\bar{N} = 10^{\lg \bar{N}} = 46565; S_{\lg N} = 0,14$							
1163ATB	008119	3,79	36,0	113,7	1592,0	16,0	135 917
	008121	3,79	36,0	113,7	1592,0	16,0	103 282
	008123	3,79	36,0	113,7	1592,0	16,0	104 764
$\bar{N} = 10^{\lg \bar{N}} = 113720; S_{\lg N} = 0,067$							

В результате усталостных испытаний для образцов EOS AlSi10Mg получили снижение циклической долговечности и увеличение рассеяния $\bar{N}$ более чем в два раза по сравнению с образцами из алюминиевого листа 1163ATB.

Результаты исследований и их обсуждение

Анализ особенностей строения различных зон излома алюминиевых образцов, последовательное изучение процесса продвижения трещины от зоны её зарождения и стабильного роста до окончательного долома производилось посредством визуального осмотра и изучения полученных макро- и микрофотографий изломов образцов.

Изображения характерных видов излома по каждой из ветвей усталостной трещины, образовавшейся в процессе испытаний на сопротивление усталости, на примерах образца № 2 из сплава EOS AlSi10Mg и образца № 008123 из сплава 1163ATB представлены на рисунке 1, а и б, соответственно.

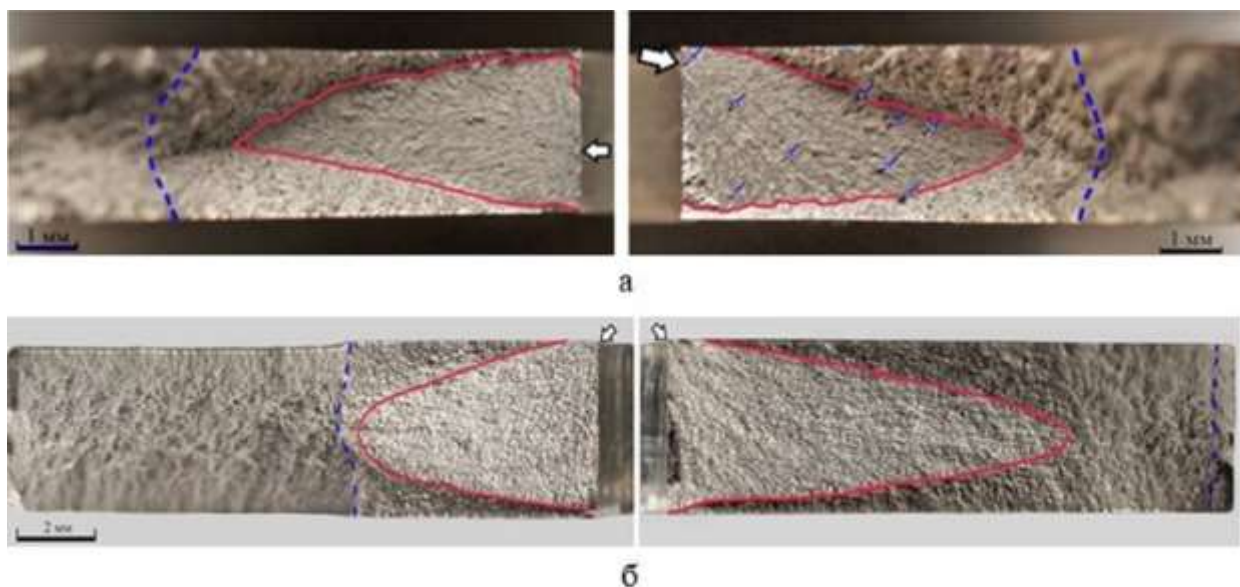


Рисунок 1 – Макрофотографии характерного вида излома по противоположным ветвям трещины образца № 2 из сплава EOS AlSi10Mg при увеличении 13× (а) и образца № 008123 из сплава 1163ATB при увеличении 9× (б)

Короткими толстыми стрелками отмечены места расположения очагов усталостного разрушения, сплошной линией в зоне усталости – граница между областями прямого излома в форме языка и косого излома в виде губ среза, примыкающих к фасадным поверхностям пластины, пунктирной линией – граница между зонами усталости и долома. Последняя имеет наклонную поверхность разрушения, как и у губ среза в зоне усталости. Тонкие короткие стрелки указывают на визуально обнаруживаемые металлургические дефекты в образце из сплава EOS AlSi10Mg, наиболее распространёнными из которых являются поры и раковины. Размеры дефектов варьируются от нескольких микрометров до полумиллиметра. Для более информативного анализа характеристик и числа пор в микроструктуре получаемых методом СЛС образцов применяется метод томографии. В изломах образцов из листового сплава 1163ATB металлургические дефекты столь большого размера не наблюдаются.

Сравнительный анализ макрочертин усталостных изломов алюминиевых сплавов EOS AlSi10Mg и 1163ATB, испытанных до разрушения в практически одинаковых условиях, показал, что прохождение стадий процесса распространения усталостной трещины, сопровождающееся

формированием вначале прямого, а затем косого излома, а также формирование макропризнаков самого усталостного разрушения у обоих материалов не имеют принципиальных отличий. Вместе с тем макрокартины анализируемых изломов образцов из EOS AlSi10Mg и 1163ATB имеют некоторые отличия:

- в области прямого излома в образцах из EOS AlSi10Mg визуально наблюдаемая шероховатость поверхности разрушения меньше, чем в образцах из сплава 1163ATB, и увеличение этой шероховатости по мере удаления от очагов усталостного разрушения существенно менее заметно, чем в образцах из сплава 1163ATB в той же области;

- в области зон усталости с косым изломом и в зоне долома шероховатость поверхности разрушения у образцов из EOS AlSi10Mg больше, чем у образцов из сплава 1163ATB.

Макроструктура образца из сплава EOS AlSi10Mg, представленная на рисунке 2, состоит из куполообразных кристаллов размером от 200 до 300 мкм, представляющих собой дискретные зоны сплавления порошка и имеющих очень тонкое внутреннее дендритное строение.

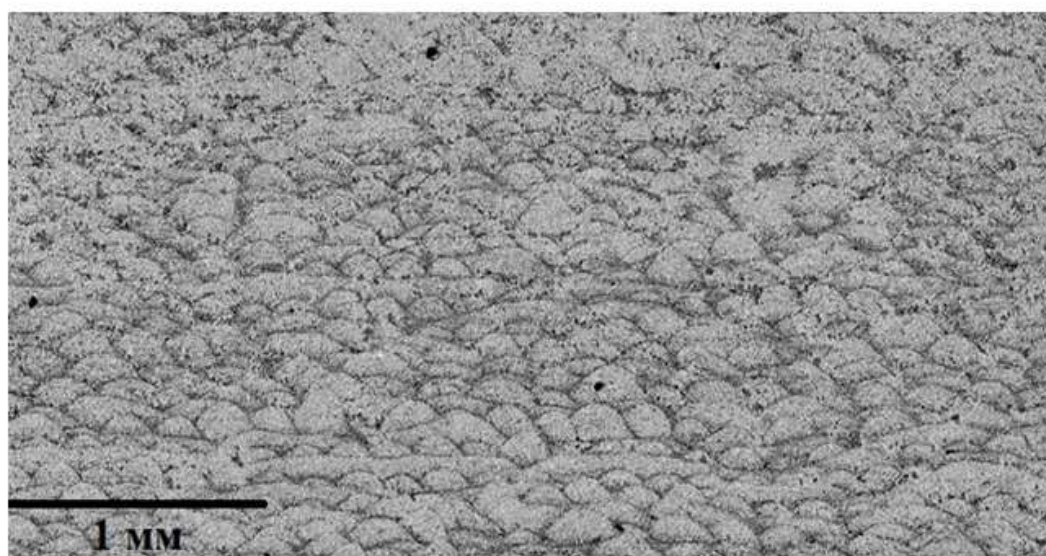


Рисунок 2 – Характерный вид макроструктуры поверхности образца из сплава EOS AlSi10Mg, увеличение 65×

Размеры сечений ветвей дендритов внутри макрокристалла в основном варьируются от 1 до 3 мкм, а на границах зон сплавления смежных макрокристаллов от 2,5 до 5 мкм. При этом структура сплава представлена двумя фазами: α - твёрдым раствором кремния и магния в алюминии в объёме 77,5 % и эвтектикой (α +кремний) в объёме 22,5 % (см. рисунок 3, б) (значения содержания установлены экспериментально в настоящей работе на данном образце по линейному металлографическому методу Розиваля). Мелкодисперсная легкоплавкая эвтектика (α +кремний) равномерно по объёму заполняет пространство между ветвями дендритов первично закристаллизовавшейся алюминиевой матрицы. При этом составляющие эвтектику кристаллы кремния не имеют игольчатого строения, характерного для структуры обычных отливок сплавов алюминия с кремнием. Пунктирными линиями на рисунке 3 обозначено расположение границ микрозёрен, наблюдаемых на рисунке 2.

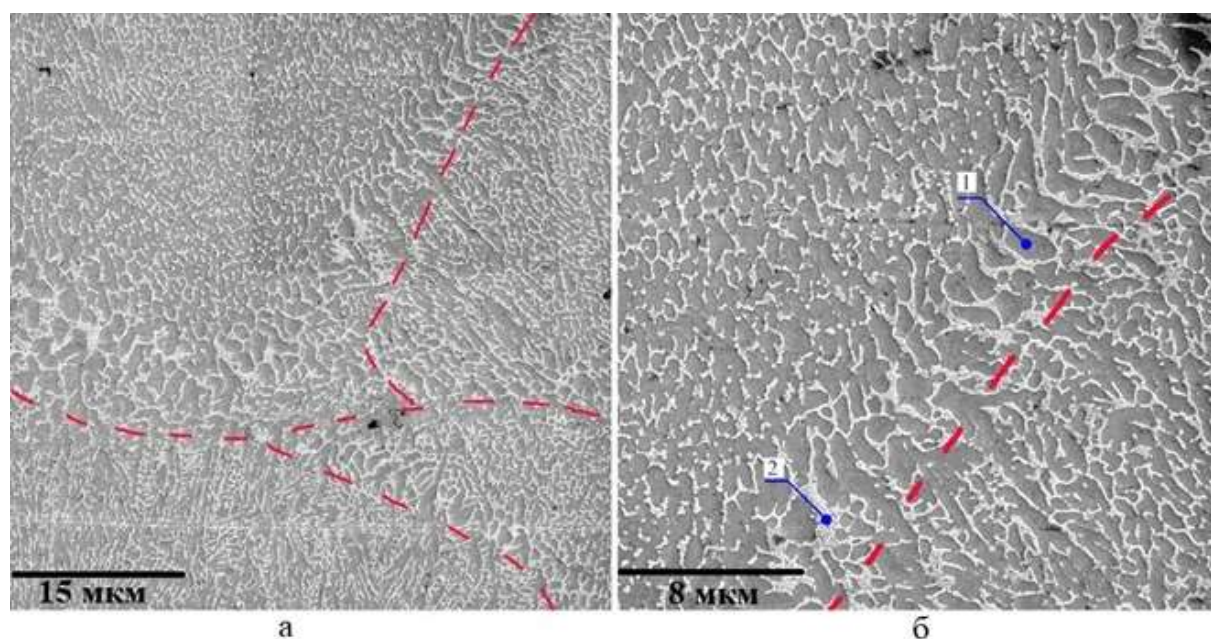


Рисунок 3 – Характерный вид микроструктуры образца из сплава EOS AlSi10Mg, имеющего структурный состав:
1 – α -твёрдый раствор Si и Mg в Al; 2 – эвтектика (α +Si)
а – увеличение 5000 $\times$; б – увеличение 10000 $\times$

Макроструктура образцов из катаного листа сплава 1163АТВ (см. рисунок 4, а, б) представлена рекристаллизованными зёрнами α твёрдого раствора меди и магния в алюминии (расположение границ некоторых микрозёрен обозначено линиями на рисунке 4, а) с отдельными кристаллами интерметаллидов CuAl_2 , содержание которых не превышает по объёму 1 %. Размеры зёрен варьируются от 17,6 до 74,0 мкм (при вероятности выхода за указанные границы 5 %).

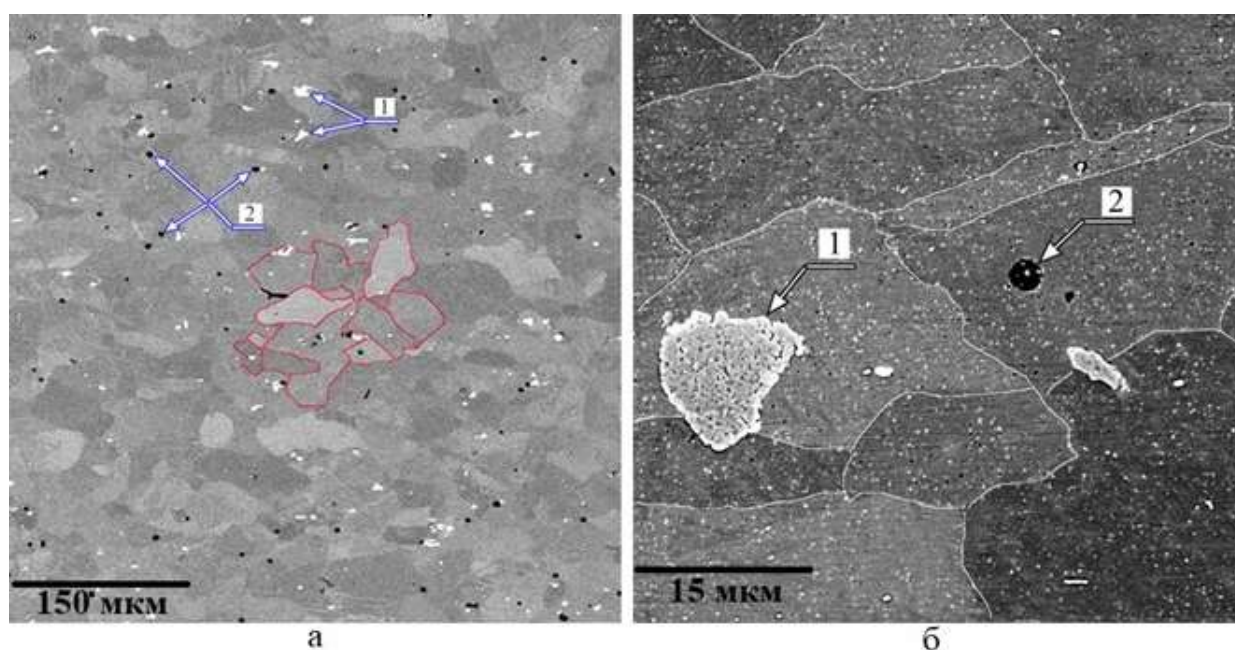


Рисунок 4 – Характерный вид микроструктуры образца из сплава 1163АТВ, 1 – включения интерметаллидов CuAl_2 ; 2 – микропоры
а – увеличение 500 $\times$; б – увеличение 5000 $\times$

Для исследованного образца из сплава 1163АТВ определена экспериментальная функция распределения десятичных логарифмов размера зёрен. Согласно параметрам статистической функции, среднее значение размера зёрен в образце из сплава 1163АТВ составляет 35,1 мкм, что приблизительно на порядок меньше размеров макрозерна в исследуемых образцах из сплава EOS AlSi10Mg и на порядок больше размеров микрозерна образца, полученного методом СЛС.

Изучались картины микрорельефа усталостных изломов образцов из сплавов EOS AlSi10Mg и 1163АТВ в диапазоне увеличения от 500 до

10 000 крат. На рисунках 5 и 6 представлены характерные микрофрактограммы для образцов из сплавов EOS AlSi10Mg и 1163ATB при увеличениях 4000 и 5000 крат, соответственно. Направление распространения трещины на фрактограммах показано слева направо.

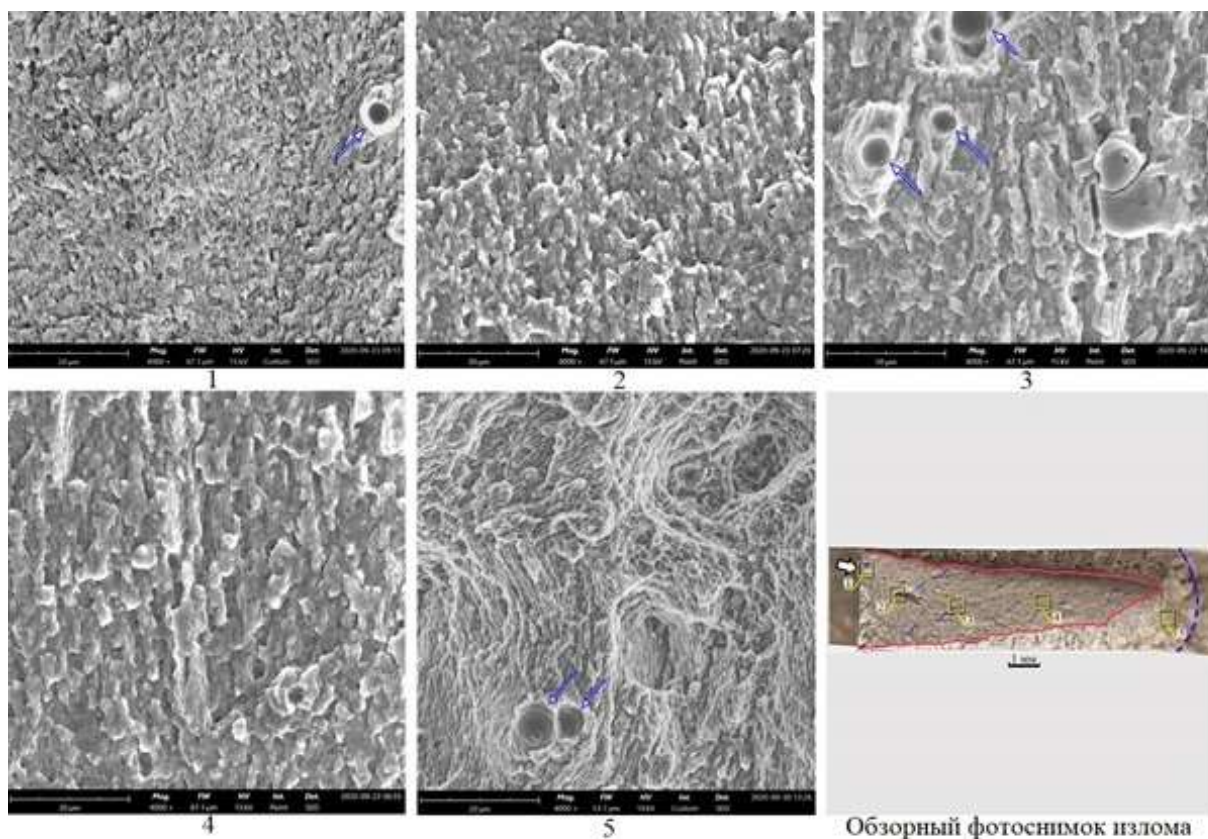


Рисунок 5 – Фрактограммы областей (1 – 5) усталостной зоны излома образца из сплава EOS AlSi10Mg, расположенных на разном удалении от очага усталостного разрушения (показаны на обзорном фотоснимке), увеличение 4000×

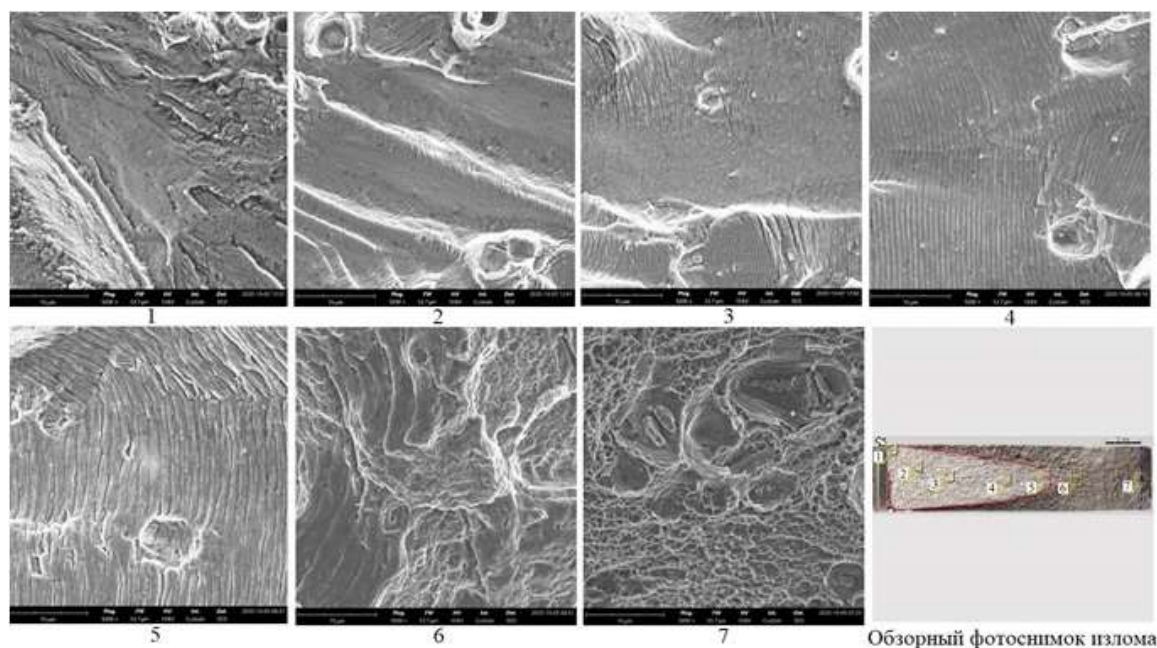


Рисунок 6 – Фрактограммы областей (1 – 7) усталостной зоны излома образца из сплава 1163АТВ, расположенных на разном удалении от очага усталостного разрушения (показаны на обзорном фотоснимке), увеличение 5000×

Общим в строении микрорельефа усталостной зоны образцов из алюминиевых сплавов, полученных методом СЛС, и образцов из листового проката является:

- наличие веерообразного узора на участках излома, непосредственно примыкающих к очагам усталостного разрушения (см. рисунки 5 и 6);
- складки и бороздки ориентированы перпендикулярно локальному направлению распространения усталостной трещины, то есть отдельная складка, как и отдельная усталостная бороздка, представляет собой след фронта усталостной трещины, который сформировался в процессе деформационного раскрытия вершины трещины и её дискретного продвижения при реализации цикла нагружения материала образца. Кроме того, и складки, и бороздки увеличиваются в размерах по мере удаления места их расположения на изломе относительно места зарождения усталостной трещины – очага усталостного разрушения. Это обстоятельство свидетельствует о связи размеров обоих вышеуказанных элементов строения

рельефа излома с размахом и максимальным значением коэффициента интенсивности напряжений, которые увеличиваются вследствие продолжения роста усталостной трещины в процессе периодического нагружения образцов обоих сравниваемых материалов.

К различиям строения микрорельефа можно отнести следующие особенности:

- микрорельеф усталостной зоны излома образца из сплава EOS AlSi10Mg, полученного методом СЛС, представлен прерывистыми (раздробленными) складками, напоминающими вспаханную поверхность земли (см. рисунок 5);

- микрорельеф усталостной зоны излома образца из листового проката из сплава 1163АТВ имеет вид, напоминающий речной поток в каменистом русле. Гладкие микроучастки поверхности излома содержат усталостные микробороздки (см. рисунок 6).

Образцы из сплава EOS AlSi10Mg имеют строение изломов со всеми характерными фрактографическими признаками усталостного разрушения, наблюдаемого также и у образцов из сплава 1163АТВ, полученных по традиционной технологии.

При изучении усталостных изломов было отмечено, что очаги усталостного разрушения образцов из сплава EOS AlSi10Mg располагаются под поверхностью на малом расстоянии от поверхности образцов и практически во всех случаях в зоне очага находится способствующий его образованию металлургический дефект в виде поры или раковины размером свыше 50 мкм.

Обнаруженная дефектность в исследованных образцах из сплава EOS AlSi10Mg, а также связь очагов усталостного разрушения с этими металлургическими дефектами, расположенными на поверхности этих образцов в зоне типового концентратора напряжений в виде отверстия, являются причинами более низких показателей сопротивления усталости и

циклической долговечности образцов из сплава EOS AlSi10Mg по сравнению с образцами из листа сплава 1163АТВ (см. таблицу 2).

Заключение

Усталостные изломы образцов из сплава EOS AlSi10Mg, полученных методом СЛС в среде инертного газа, имеют в основном те же морфологические и характерные фрактографические признаки, что и изломы образцов из алюминиевого сплава листового проката 1163АТВ. Отличие заключается в отсутствии у образцов из сплава EOS AlSi10Mg чётко оформленных границ деформационных складок (бороздок), формируемых при вершине раскрытой трещины в процессе её смыкания во время каждого цикла нагружения, начиная с момента зарождения микротрещины.

Структура образцов из сплава EOS AlSi10Mg, полученных методом СЛС, имеет поликристаллическое строение с макрозёрнами куполообразной формы размером от 200 до 300 мкм, содержащими тонкие плотноупакованные кристаллы в виде дендритов с ветвями, размеры сечений которых варьируются от 1 до 3 мкм. При этом структура сплава представлена двумя фазами: α - твёрдым раствором кремния и магния в алюминии с объёмным содержанием 77,5 % и эвтектикой α +кремний с объёмным содержанием 22,5 %.

Сплав EOS AlSi10Mg имеет хорошие перспективы применения за счет совокупности факторов – наличия не имеющих игольчатого строения, приводящего в традиционных сплавах к их охрупчиванию, кристаллов кремния в эвтектике и дисперсных частиц второй фазы, препятствующих движению дислокаций и создающих тем самым дополнительный фактор упрочнения, а также мелкозернистой структуры, обеспечивающей хорошие показатели сопротивления усталости и циклической долговечности в образцах из сплава EOS AlSi10Mg.

Проведенные исследования подтвердили, что технологические дефекты являются основной причиной снижения показателей сопротивления усталости и циклической долговечности образцов, изготовленных методом СЛС.

Выявлено, что особенности структуры образцов из сплава EOS AlSi10Mg обладают потенциалом повышения прочностных характеристик по сравнению с традиционным сплавом при условии усовершенствования СЛС-технологии, направленного на снижение уровня дефектности структуры получаемых изделий.

Благодарность

Автор выражает благодарность за предоставление данных по испытаниям образцов на сопротивление усталости сотрудника НИО-18 Центрального аэрогидродинамического института имени профессора Н.Е. Жуковского Кулёмина Александра Васильевича.

Литература

1. Смуров И.Ю., Мовчан И.А., Ядройцев И.А., Окунькова А.А., Цветкова Е.В., Черкасова Н.Ю. Аддитивное производство с помощью лазера // Вестник МГТУ «Станкин», 2011, Т. 2, № 4, С. 116–146.
2. Смуров И.Ю., Мовчан И.А., Ядройцев И.А., Окунькова А.А., Черкасова Н.Ю., Антоненкова Г.В. Аддитивное производство с помощью лазера. Проведение экспериментальных работ // Вестник МГТУ «Станкин», 2012, № 1, С. 36–38.
3. Aboulkhair N. T., Everitt N. M., Ashcroft I., Tuck C. Reducing porosity in AlSi10Mg parts processed by selective laser melting // Elsevier Additive Manufacturing 1-4 (2014), p. 77–86.
4. Kempen K., Thijs L., Humbeeck V. J., Kruth J.P. Mechanical properties of AlSi10Mg produced by selective laser melting // Phys Procedia 39(2012), p. 439–446.
5. Doubenskaia M., Pavlov M., Chivel Yu. Optical System for On-Line Monitoring and Temperature Control in Selective Laser Melting Technology // Key Engineering Materials, 2010. V. 437. p. 458–461.

6. Pavlov M., Novichenko D., Doubenskai M. Optical Diagnostics of Deposition of Metal Matrix Composites by Laser Cladding // Physics Procedia, 2011. V. 12. p. 674–682.

7. Yadroitsev I. et al. Strategy Manufacturing of fine-structured 3D porous filter elements by selective laser melting // Applied Surface Science. 2009. N 255. p. 5523–5527.

8. Довбыш В.М., Забеднов П.М., Зеленко М.А. Аддитивные технологии и изделия из металла. http://nami.ru/upload/AT_metall.pdf (дата обращения 10.03.2015).

9. Горбовец М.А., Беляев М.С., Рыжков П.В. Влияние направления синтеза СЛС и параметров испытаний на сопротивление усталости жаропрочных никелевых сплавов // XI Всероссийская конференции по испытаниям и исследованиям свойств материалов «ТестМат» по тематике «Физико-механические испытания, прочность, надежность, высокотемпературные испытания»: сб. трудов конференции / Москва, изд-во Всероссийский институт авиационных материалов. - Москва, 2019. – С. 304–317. – Библиогр.: С. 315–317.

10. Караваев А.К., Пучков Ю.А. Исследование структуры и свойств сплава AlSi10Mg, полученного методом селективного лазерного сплавления // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана, Сер. Машиностроение, 2020. №5. С. 71–85. DOI: <https://doi.org/10.18698/0236-3941-2020-5-71-85>.

11. AlSi10Mg: Алюминиевый сплав. Технические характеристики. Сайт Инженерно-производственной компании Can-touch <https://can-touch.ru/materials/3d-printing-alsi10mg/>

12. Климов В.Н., Козлов Д.М. Современные авиационные конструкционные сплавы. // Уч. пособие / Изд-во Самарского университета, Самара, 2017. 40 с.

13. ГОСТ 25.502-79. Методы механических испытаний металлов. Методы испытаний на усталость. Расчёты и испытания на прочность в

машиностроении. Методы механических испытаний металлов. Методы испытаний на усталость. – Введ. 1981-01-01. – М.: Стандартинформ, 2005.

14. Хаба Этьен, Владимиров В.А. Использование аддитивных технологий для изготовления деталей машин // Горный информационно-аналитический бюллетень, 2018, №11, С. 136–144.

УДК 620.169.1:620.187.3.02.

К вопросу о разработке физической модели кристаллизации трека в процессе селективного лазерного сплавления жаропрочных сплавов

Евгенов А.Г., к.т.н.; Петрушин Н.В., д.т.н.;

Шуртаков С.В., Зайцев Д.В.

Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)

Аннотация:

Проведена систематизация экспериментальных данных по исследованию микроструктур жаропрочных никелевых сплавов ВЖ159, ЖС32 и ВЖЛ12У, полученных методом СЛС с различными условиями кристаллизации. Показано, что при уменьшении градиента температур изменение морфологии ячеек от равноосной до октаэдрической и крестообразной соответствует классическим представлениям металлургии. Доказано, что главную роль в формировании ячеистой структуры играет ориентированное нарастание, а не конвективные и адвективные течения в ванне расплава.

Ключевые слова:

селективное лазерное сплавление, ячеистая структура, эпитаксия, ориентированное нарастание, микроликвация, транскристаллизация, бинаризация, КГО

Введение

Процесс кристаллизации трека и формирование его тонкой структуры в технологии селективного лазерного сплавления представляется чрезвычайно сложным с точки зрения его описания. Многие исследования, посвященные численному моделированию процесса формирования и кристаллизации трека, связывают его сложную структуру с проявлением эффекта термокапиллярной конвекции (Эффекта Бенара-Марангони).

Методы численного моделирования позволяют с высокой степенью достоверности описать гидродинамические процессы в расплаве при формировании трека при воздействии движущегося источника тепловой энергии. В частности, в работе [1] разработана трехмерная модель формирования ванны расплава в порошковом слое на примере единичного трека. Модель позволяет оценить процессы, приводящие к образованию пор, захвату отдельных гранул расплавом, а также образование зон «денудации» – оголения смоченных расплавом областей за счет сил поверхностного натяжения, и формирования брызг в процессе сплавления гранул лазерным лучом. Результаты моделирования хорошо согласуются с фактическими данными, полученными при исследовании структур, сплавляемых в режиме «одного трека» – поддерживающих элементов толщиной около 150 мкм. Общей особенностью рассмотренных моделей, связанной со слишком большим числом факторов процесса, является относительно адекватное описание гидродинамики расплава и формирования только единичного трека. Набор статистических данных по теплофизическим характеристикам сплавляемых материалов, реологии их расплавов позволяет вплотную перейти к моделированию формирования тонкой структуры трека, однако отсутствие понимания базовых принципов формирования тонкой структуры, текстуры и влияния на них параметров процесса синтеза на данный момент не позволяет говорить о полной адекватности такой модели.

В работе [2] Исследована ячеистая структура поверхности треков, макроструктура и ячеистая (именуемая в работе «субзеренной») структура треков синтезированной стали 316L и сплавов на алюминиевой основе. На основании полученных данных построена компьютерная модель тепловых полей расплава в процессе селективного лазерного сплавления, определены градиенты температур в разных направлениях относительно оси лазерного луча. Формирование ячеистой (субзеренной) структуры в объеме трека и ячеистой структуры на его поверхности рассматривается авторами как два разных процесса. Морфология ячеек объясняется явлением нелинейной самоорганизации (нестабильностью Бенара) и описывается авторами посредством рассчитанного ими числа Марангони в вертикальном и горизонтальном направлении относительно оси лазерного луча. Однако, однозначно подтвержденное влияние тепловой гравитационной конвекции на структуру получаемого металла выявлено только в стационарных системах: например, при кристаллизации по методу Чохральского, выражающееся в полосчатой неоднородности кристаллов [3]. При этом, теории Рэлея и Пирсона объединены единым фундаментальным положением: конвективные ячейки не возникают при нагреве «сверху» (со свободной поверхности) [4], как в случае селективного лазерного сплавления и газопорошковой лазерной наплавки.

Рассмотрение формирования ячеистой структуры СЛС-металла, как некоего принципиально нового процесса, не имеет под собой оснований. По достигаемым скоростям охлаждения процесс СЛС является промежуточным между специальными методами литья (намораживанием, литьем в водоохлаждаемые медные и стальные кристаллизаторы) и такими «экзотическими» методами, как спиннингование расплава и лазерное «глазурирование». Близким по скорости охлаждения процессом является атомизация расплава быстрым вращением электрода/гарнисажного тигля или газовым потоком. При этом изменение скорости охлаждения при уменьшении размера частиц приводит к формированию дендритной или

ячеистой структуры, адекватно объяснимому с позиций классического металловедения. Наличие ячеистой структуры гранул, при этом, с эффектами термокапиллярной или гравитационной конвекции не связывают. При наличии в составе сплава элементов-аморфизаторов (кремний, бор, углерод и др.) возможно формирование доменной или аморфной структуры в зависимости от размеров частиц и температуры стеклования материала. При близких скоростях охлаждения ключевым отличием кристаллизации капли расплава от послойной кристаллизации при СЛС является наличие выраженного теплоотвода, а также сложность алгоритмов последовательного и послойного сплавления материала с частичным перекрытием треков.

Целью настоящего исследования является систематизация экспериментальных данных по исследованию микроструктур жаропрочных никелевых сплавов, полученных методом СЛС с различными условиями кристаллизации, и получение исходных данных для построения полноценной физической модели формирования тонкой структуры трека.

Материалы и методы исследований

В качестве объектов исследования выбраны жаростойкий свариваемый сплав на никелевой основе ВЖ159 и литейные сплавы на никелевой основе ЖС32 и ВЖЛ12У. Химический состав сплавов по основным элементам приведен в таблице 1.

Таблица 1

Химический состав жаропрочных сплавов ЖС32, ВЖЛ12У и ВЖ159

Марка сплава	Массовая доля элементов, %											
	Ni	C	Cr	Ti	Al	Mo	W	Co	Re	Ta	Nb	V
ЖС32	Осн.	0,12-0,17	4,5-5,3	-	5,7-6,2	0,9-1,3	6,9-7,5	8,5-9,5	3,6-4,3	3,7-4,4	1,4-1,8	-
ВЖЛ12У	Осн	0,14-0,19	9,0-10,0	4,2-4,7	5,1-5,7	2,7-3,4	1,0-1,8	13,5-14,5	-	-	0,5-1,0	0,5-1,0
ВЖ159	Осн	0,05-0,09	26,0-28,0	-	1,25-1,55	7,0-8,0	-	-	-	-	2,5-3,5	-

Образцы сплава ЖС32 изготавливали в соответствии со схемами, приведенными на рис. 1: на стальной платформе построения без подогрева (Рис. , а); на стальной платформе построения с подогревом до 200°C (рис. 1,

б); на резьбовом закладном элементе (литой монокристаллической подложке с кристаллографической ориентацией $\langle 001 \rangle$) с подогревом платформы построения до 200 °С (рис. 1, в), на таком же резьбовом закладном элементе с применением дополнительной теплоизоляции резьбовой части и образующих (рис. 1, г). Далее в статье все микроструктуры снабжены соответствующими пиктограммами с указанием исследуемой области.

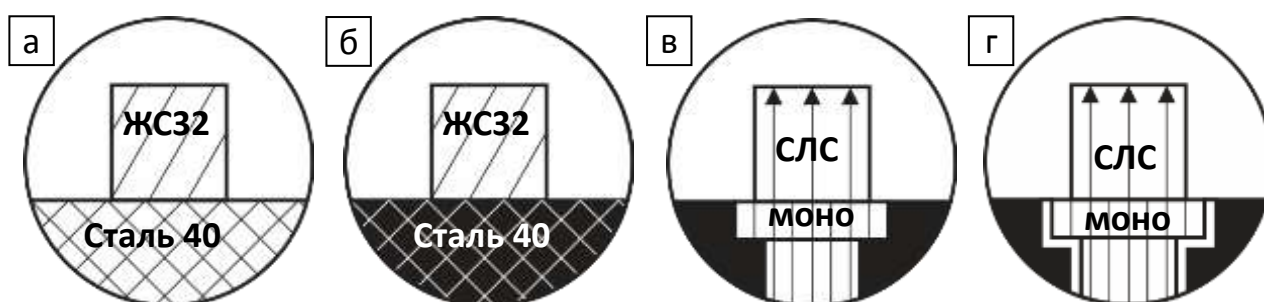


Рис. 1 – Схемы изготовления образцов сплава ЖС32 методом СЛС на платформе построения: без подогрева (а), с подогревом до 200 °С (б), на литом закладном элементе с КГО $\langle 001 \rangle$ с подогревом до 200 °С(в), то же с применением теплоизоляции резьбовой части и образующих (г)

Образцы сплава ВЖЛ12У изготавливали на предварительно синтезированных резьбовых закладных элементах из сплава ВЖ159 (рис. 2, а). Схема и внешний вид синтезированных образцов из сплава ВЖЛ12У на закладных элементах из сплава ВЖ159, интегрированных в плиту построения, представлены на рис. 2, б, в.



Рис. 2 – Внешний вид резьбовых закладных элементов, изготовленных методом СЛС из сплава ВЖ159 (а), синтезированных образцов из сплава ВЖЛ12У (б) и схема процесса (в)

Исследования дендритной (ячеистой) структуры выполняли на растровом электронном микроскопе (РЭМ) JSM 6480LV фирмы JEOL. Локальный элементный анализ проводили с применением просвечивающего электронного микроскопа Tescan G2 F20 S-TWIN TMP, оснащенного приставкой для энергодисперсионного микроанализа X-Max80T. Для анализа распределения легирующих элементов в объеме ветвей дендритов (ячеек) проводили усреднение данных по серии профилей поперечных сечений нескольких ячеек. Длину исходных профилей нормировали с учетом расстояния между границами ячеек таким образом, чтобы количество точек между ближайшими границами было идентично для всех профилей.

1. Трековая структура СЛС-металла. Формирование ячеек.

Формирующаяся в процессе СЛС трековая структура обусловлена гауссовским распределением энергии лазерного луча, которая определяет форму ванны расплава с большим прогибом фронта кристаллизации в поперечном сечении. Последовательное наложение треков с заданной величиной перекрытия (межтрековым расстоянием) и частичным подплавлением предыдущего слоя создает характерную структуру, часто именуемой в зарубежных источниках рыбьей чешуей (fishscale).

Трек сформирован ячейками. Группы ячеек, объединенные одной кристаллографической ориентировкой, формируют структурные элементы трека. Характерной особенностью трековой структуры является наследование ориентации ячеек (отдельных кристаллитов) между слоями, при этом преимущественное направление наследования ориентации совпадает с направлением нанесения слоев и теплоотвода [3, 6, 7].

Эксперимент по синтезу жаропрочного сплава ЖС32 на стальной платформе построения и литых закладных элементах с различными температурными градиентами на фронте кристаллизации позволяет однозначно подтвердить металлургическую природу происхождения ячеек в

СЛС-металле. При синтезе без подогрева платформы построения ячейки имеют равноосную, несколько искаженную форму (рис. 3, а). Подогрев платформы построения приводит к более четкой огранке ячеек (рис. 3, б). Снижение температурного градиента за счет наличия воздушных зазоров при синтезе на закладных элементах – к формированию ячеек в форме октетов с различными искажениями геометрии, а также крестообразных ячеек (рис. 3, в). Дальнейшее снижение температурного градиента за счет применения теплоизоляции закладных элементов обеспечивает формирование тонкодендритной структуры с выраженными осями второго порядка (рис. 3, д). Таким образом, исследование морфологии ячеек синтезированного металла показывает их полное соответствие классическим представлениям об эволюции ячеистой структуры [8]. Можно с уверенностью заключить, что причиной формирования ячеек в процессе СЛС являются не конвективные процессы, а концентрационное переохлаждение.

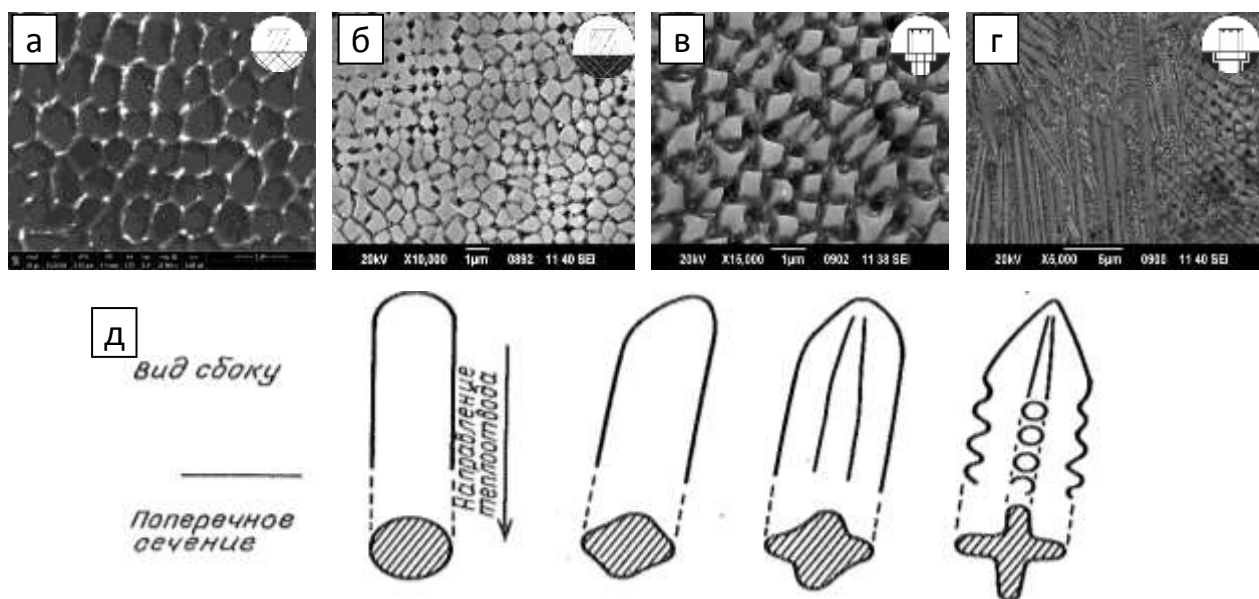


Рис. 3 – Фотографии микроструктур образцов сплава ЖС32, полученных методом СЛС непосредственно на стальной платформе построения без подогрева (а), с подогревом до 200 °С (б), и на литых закладных элементах из сплава ЖС32 с подогревом до 200 °С без теплоизоляции (в) и с теплоизоляцией резьбовой части и образующих (г), в сравнении со схемой эволюции ячеистой структуры [8]

В случае послойного синтеза на массивной подложке, кристаллизация всегда происходит при направленном теплоотводе и высоком температурном градиенте. Соответственно, как и в классической металлургии (кристаллизация в медном или стальном водоохлаждаемом кокиле), энергетически более выгодным представляется формирование протяженных ячеек (дендритов), ориентация которых обусловлена преимущественным направлением теплоотвода. Логично предположить, что все видимые в плоскости шлифа ячейки в той или иной степени относятся к столбчатым, а их морфология определяется только плоскостью среза (ориентацией кристаллитов относительно плоскости реза шлифа).

Исследование переходной зоны при синтезе сплава ВЖЛ12У на подложке из ВЖ159, имеющего близкую температуру плавления и никелевую основу, показало наличие довольно широкой зоны «перемешивания» материалов. Сплавы ВЖЛ12У и ВЖ159 значительно отличаются по химическому составу, в особенности по содержанию хрома (почти в 3 раза), что предопределяет разницу электродных потенциалов. При электрохимическом травлении наиболее сильно вытравливается переходная зона, при этом травление происходит селективно: основной растрав идет по телу ячеек (осей первого порядка), границы ячеек, обогащенные хромом, при этом не травятся, формируя пространственный каркас ячеек, который виден на фотографии как ярко белые участки (рис. 4). Преимущественный растрав одного из материалов в зоне перемешивания формирует специфический волнистый рельеф, позволяющий непосредственно оценить направление и форму ячеек в двух плоскостях.

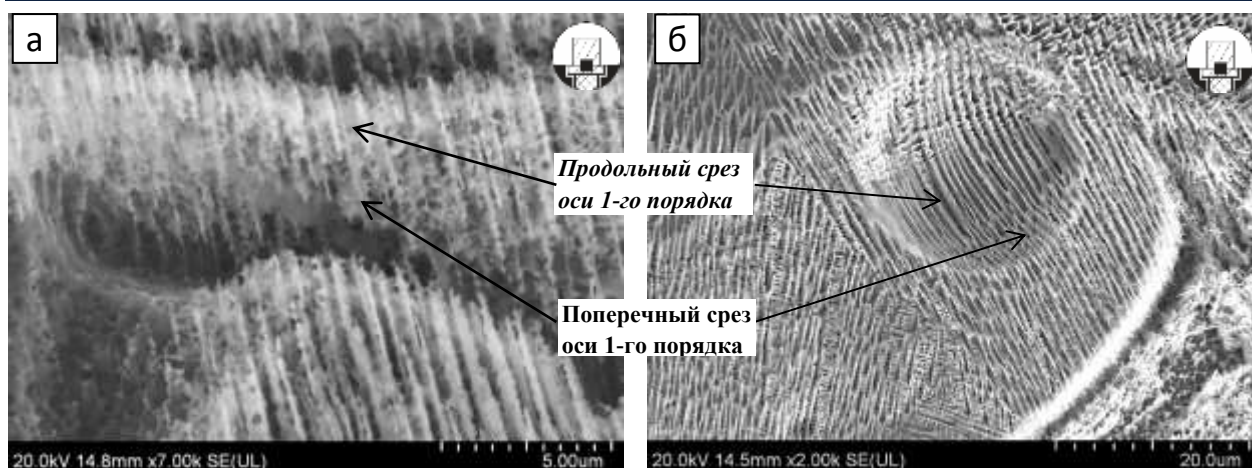


Рис. 4 – Фотографии микроструктур переходной зоны образцов сплава ВЖЛ12У, нанесенного на подложку из сплава ВЖ159: зона смещения (а) и газовая пора в материале ВЖЛ12У (б) после глубокого селективного электролитного травления

В плоскости шлифа видны протяженные столбчатые ячейки, в то время как на «скате» волны ячейки видны как сечение дендрита под углом 30-40° к оси первого порядка (рис. 4, а). Также хорошо видно изменение морфологии ячеек в зависимости от направления при исследовании растравленной стенки поры: на дне и на «экваторе» полусферы поры оси первого порядка расположены продольно, при подъеме к краям «полюсов» сферы видны только поперечные срезы ячеек неправильной геометрии (рис. 4, б). Таким образом, можно однозначно констатировать, что все ячейки являются столбчатыми, а их протяженность соответствует размерам кристаллитов.

Преобладание эпитаксиального роста при кристаллизации трека наглядно демонстрируется при синтезе сплава ЖС32 на одноименной литой монокристаллической подложке с заданной КГО $\langle 001 \rangle$ (рис. 5, а). В начальной стадии, на первых 4-6 слоях ячейки ориентированы строго в направлении $\langle 001 \rangle$, не смотря на значительный прогиб ванны расплава. При появлении флуктуаций, связанных с рельефом внешней части трека, начинается формирование «паразитных» кристаллитов, ориентированных отлично от заданной КГО. При этом изменению ориентации нарастания способствует ее передача не только осями первого, но и второго порядков или их зачатков (рис. 5, б).

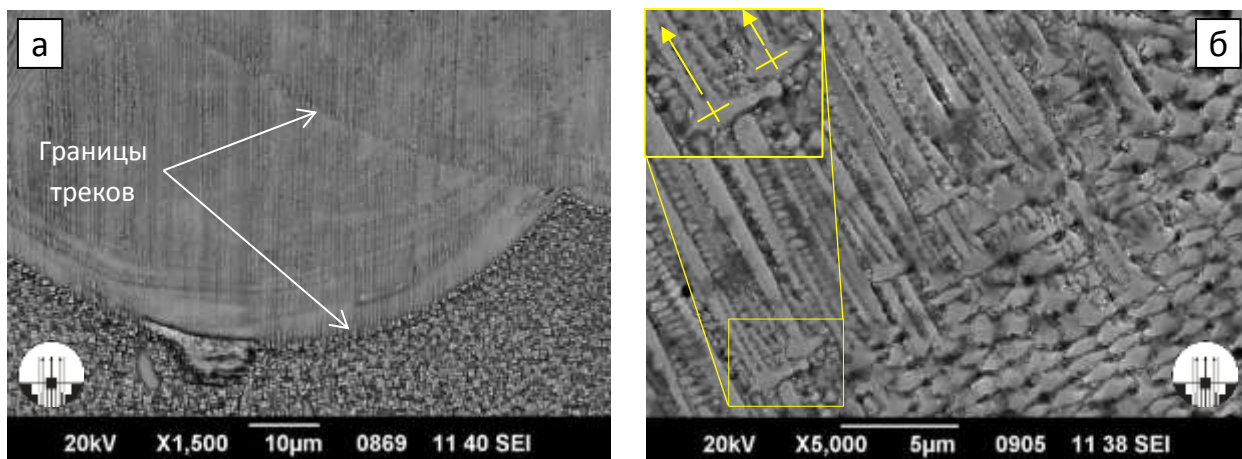


Рис. 5 – Микроструктура синтезированного материала ЖС32, полученного на подложке литого сплава ЖС32 с заданной КГО $\langle 001 \rangle$

2. Конкурентный рост

Исследование тонкой структуры трека в периферийных областях (на границе, в верхней части трека) показывает, что появление разориентированных кристаллитов также связано с ориентированным нарастанием и благоприятным сочетанием преимущественной ориентации и радиального теплоотвода, т. е. не требует обязательного наличия каких-либо специфических центров кристаллизации. Основной причиной разориентировки кристаллитов является передача КГО осями второго порядка при благоприятном направлении теплоотвода. Подобные микроструктуры, подтверждающие передачу КГО осями второго порядка часто встречаются и в зарубежных публикациях [9-11], однако, данное явление не рассматривалось авторами как системное.

Механизм образования новых кристаллитов из фрагментов ранее сплавленного трека приведен на рис. 6. Каждый из оставшихся фрагментов служит источником двух основных КГО, одна из которых совпадает с предпочтительным радиальным направлением теплоотвода и реализуется в виде нового кристаллита с ориентировкой ячеек нормально к осям первого порядка фрагмента исходного. Более того, для всех структурных элементов, находящихся на границе переплава, в данном случае реализуется передача КГО от осей второго порядка.

Таким образом, можно сделать вывод, что фрагментированность и «хаотичная» ориентировка кристаллитов во многом определяется последовательным переплавом части кристаллизованного трека при экспонировании трека соседнего и сменой направления ориентированного нарастания при передаче ориентации от осей первого и второго порядков при благоприятном направлении теплоотвода.

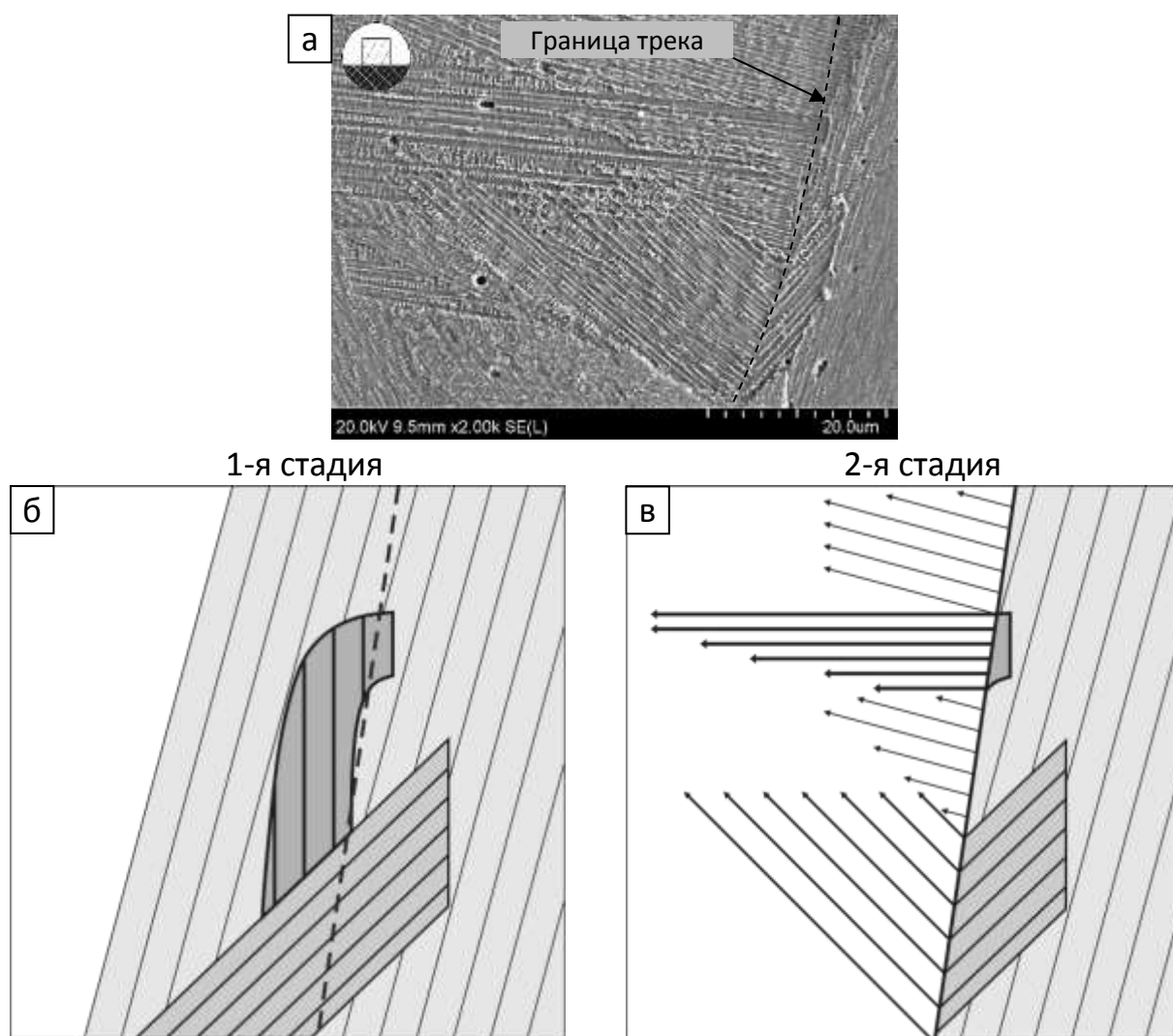


Рис. 6 – Микроструктура (а) и схема формирования разориентированных кристаллитов (б)

Выводы

Показано, что при уменьшении градиента температур изменение морфологии ячеек от равноосной до октаэдрической и крестообразной соответствует классическим представлениям металлургии.

Доказано, что главную роль в формировании ячеистой структуры играет ориентированное нарастание, а не конвективные и адвективные течения в ванне расплава.

Установлено, что при подплавлении ячеек по всей поверхности трека в условиях высоких скоростей охлаждения ориентированное нарастание становится не только энергетически выгодным, но единственно возможным. При этом передача ориентации осуществляется осями не только первого, но и второго порядков, а конкретное направление реализуется при совпадении КГО кристаллита с радиальным направлением теплоотвода. Протяженность кристаллитов определяется их конкурентным ростом.

Частичный переплав металла текущего и предыдущего слоев со вскрытием фрагментов ячеек при условии ориентированного нарастания с использованием осей первого и второго порядков приводит к реализации механизма стохастической бинаризации КГО, дополнительной фрагментации и усложнению тонкой структуры трека.

Литература

1. Saad A. Khairallah, Andrew T. Anderson, Alexander Rubenchik, Wayne E. King. Laser powder-bed fusion additive manufacturing: physics of complex melt flow and formation mechanisms of pores, spatter, and denudation zones // *Acta Materiala*. 2016. Vol. 108. P. 35–46.
2. Zhou X., Zhong Y., ShenZh., Liu W. The surface-tansion-driven Benard conventions and unique sub-grain cellular microstructures in 316L steel selective laser melting [Электронный ресурс] // *Applied Physics; Materials Science*, Jan. 2018. 32P. <https://arXiv:1801.01408v1>.

3. Бессонов О.А., Полежаев В.И. Конвективные взаимодействия и устойчивость течений в гидродинамической модели метода Чохральского.
4. Эдельман Е.Д. Конвективные ячейки: три приближения опытов Бенара // Соросовский образовательный журнал. 2000. Т. 6. № 5.
5. Marchese G., Basile G., Bassini E., Aversa A., Lombardi M., Ugues D., Fino P. Biamino S. Study of the Microstructure and Cracking Mechanisms of Hastelloy X Produced by Laser Powder Bed Fusion // Materials. 2018. #11. 106; doi:10.3390/ma11010106.
6. 31. Marchese G., Lorusso, Parizi S., Bassini E., Lee J.-W., Calignano F., Manfredi D., Turner M., Hong H-U., Uguesa D., Lombardi M., Biamino S. Influence of heat treatments on microstructure evolution and mechanical properties of Inconel 625 processed by laser powder bed fusion // Materials Science & Engineering. 2018. #A 729. P. 64–75.
7. Kreitchberg A., Brailovski V., Turenne S. Elevated temperature mechanical behavior of IN625 alloy processed by laser powder-bed fusion // Materials Science & Engineering. 2017. #A 700. P. 540–553. dx.doi.org/10.1016/j.msea.2017.06.045.
8. Флеммингс М. Процессы затвердевания. М.: Мир. 1977. 423 с.
9. Zhang F., Levine L.E., Allen A.J., Campbell C.E., Lass E.A., Cheruvathur S., Stoudt M.R., Williams M.E., Idell Y. Homogenization kinetics of a nickel-based superalloy produced by powder bed fusion laser sintering // Scripta Materialia. 2017. #131. P. 98–102.
10. Marchese G., Colera X. G., Calignano F., Lorusso M., Biamino S., Minetola P., Manfredi D. Characterization and Comparison of Inconel 625 Processed by Selective Laser Melting and Laser Metal Deposition // ADVANCED ENGINEERING MATERIALS. 2016. P. 1–9. DOI: 10.1002/adem.201600635.
11. Marchese G., Lorusso, Parizi S., Bassini E., Lee J.-W., Calignano F., Manfredi D., Turner M., Hong H-U., Uguesa D., Lombardi M., Biamino S. Influence of heat treatments on microstructure evolution and mechanical properties of Inconel 625 processed by laser powder bed fusion // Materials Science & Engineering. 2018. #A 729. P. 64–75.

УДК 621.7

Влияние температуры сопла на коробление образцов полиэтилена, полученных способом FDM-печати

Кондрашов С.В., д.т.н.; Мельников А.А., к.т.н.;

Пыхтин А.А.; Ларионов С.А.

Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)

Аннотация:

Проведено исследование структурообразования полиэтилена, иницированного повышенной температурой экструзии в процессе FDM-печати. Показано, что с увеличением температуры сопла FDM-принтера коробление образцов полиэтилена, модифицированного полиамидом с декабромдифенилоксидом и техническим углеродом, уменьшается. Изменение температуры сопла от 200 до 260 °С приводит к уменьшению отклонения от плоскости в 8 раз. При этом предел прочности остается практически неизменным, а относительное удлинение увеличивается на 30 %.

Ключевые слова:

FDM-печать

Введение

Полимерные материалы широко применяются в различных отраслях машиностроения, в том числе в авиационной, космической технике, автомобиле- и судостроении, атомной энергетике и медицине, благодаря уникальному сочетанию эксплуатационных и технологических свойств [1–4], возможности придания им различных функциональных свойств [5–7].

В настоящее время при производстве новых изделий в авиастроении, машино- и приборостроении наряду с традиционными методами переработки термопластов, такими как литье под давлением и экструзия, быстрыми темпами развиваются аддитивные технологии (АТ) переработки, обеспечивающие сокращение продолжительности технологической подготовки производства [9–12].

Одним из наиболее распространенных методов аддитивной переработки термопластичных материалов является послойная укладка расплавленной полимерной нити (fused deposition modeling – FDM) [11–13]. Схема процесса FDM приведена на рис. 1.

Термопластичная полимерная нить (филамент (filament)) подается в экструзионную головку 3D-принтера, в которой нагревается до вязкотекучего состояния и выдавливается через сопло по заданной траектории на неподвижное основание. После завершения укладки слоя, стол опускается и процесс начинается вновь. При этом послойную ориентацию укладки расплавленной полимерной нити (нить расплава (raster)) можно изменять в соответствии с выбранным алгоритмом, регулируя анизотропию свойств в конечном изделии или прототипе. Благодаря низкой стоимости и высокому уровню функциональных возможностей FDM-принтеры и расходные материалы для них в настоящее время являются наиболее востребованными на рынке аддитивных технологий.

Если 7–10 лет назад FDM-печать рассматривалась как способ для прототипирования конструкций или изготовления жертвенной оснастки, то в

настоящее время общемировой тенденцией становится увеличение доли конечных изделий из пластмасс, изготовленных по данной технологии.

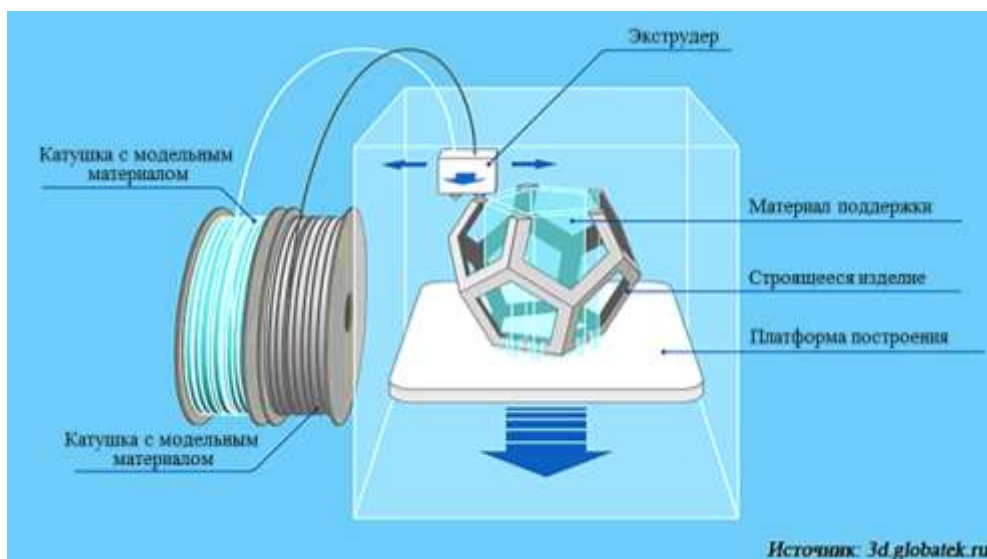


Рис. 1 – Схема процесса послойной укладки расплавленной полимерной нити (FDM)

Одним из факторов, которые сдерживают широкое промышленное применение данного способа и ограничивают тип используемой полимерной матрицы, является коробление изделия и изменение его геометрических размеров в ходе FDM-процесса [14]. Величину эффекта определяет усадка полимера [15] из-за уменьшения его объема при застывании нити расплава, а также зависимость релаксации ориентированного состояния макромолекул от градиентов температуры, возникающих при печати [16, 17].

Стоит отметить, что по сравнению с аморфными величина усадки в частично-кристаллических полимерах оказывается существенно больше из-за более плотной упаковки макромолекул в процессе кристаллизации [18, 19]. Естественно [20], что большее увеличение плотности приводит к большему изменению объема застывающей дорожки расплава при FDM-печати.

Целью настоящей работы является исследование не описанного ранее способа уменьшения усадочных явлений в процессе FDM-печати –

структурообразования полиэтилена, инициированного повышенной температурой экструзии.

Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 10. «Энергоэффективные, ресурсосберегающие и аддитивные технологии получения деталей, полуфабрикатов и конструкций» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [21].

Материалы и методы исследования

В качестве объекта исследования использовали полиэтилен марки ПВД 158 03-020, модифицированный 0,2 % масс. экструдатом полиамида с декабромдифенилоксидом и техническим углеродом П-803 ГОСТ 7885-86, концентрация 0,2 % масс. (модификатор вводили для увеличения адгезии детали к рабочему столу). Филамент для печати диаметром 1,75 мм был изготовлен методом экструзии ($T=190\text{ }^{\circ}\text{C}$) на линии Rheoskam (в состав линии входят: экструдер, намоточное устройство с измерительным модулем Zumbach ODAC 16 XY). Образцы (лопатки тип 5 по ГОСТ 11262-2017) были изготовлены на принтере Magnum Creative 2 PRO, ориентация нитей печати $\pm 45^{\circ}$, заполнение внутриконтурного пространства 100%.

Реологические исследования расплавов нанокompозита проводили с использованием реометра AR 2000 ex в осцилляционном режиме измерений. Измерения модулей накопления и потерь (G' , G''), а также тангенса угла механических потерь ($\text{tg}\delta$) проводили при динамическом нагреве образцов с постоянной скоростью $2^{\circ}\text{C}/\text{мин.}$ в диапазоне температур от 100 до $250\text{ }^{\circ}\text{C}$. Зависимости реологических характеристик от частоты получали в условиях испытаний при частотах от 0,1 до 100 рад/сек при температурах 80, 100, 140 и $180\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Эксперименты по термогравиметрии и дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) проводили с помощью прибора

синхронного термоанализатора STA 449 F1 и DSK 3. Образцы прогревали на воздухе со скоростью нагрева 10 °С /мин.

Для исследования микроструктуры из образцов полиолефина были изготовлены низкотемпературные сколы в жидком азоте, после чего они приклеивались с помощью токопроводящего клея на основе углерода к держателю образцов для сканирующего электронного микроскопа. После полного высыхания клея при комнатной температуре, поверхность сколов (торец) подвергались ионно-плазменному травлению в вакуумной установке JFC-1100 (JEOL). Для снятия электрических зарядов при исследовании образцов в сканирующем электронном микроскопе, наносился слой золота. Подготовленные таким образом поверхности образцов исследовались в сканирующем электронном микроскопе TESCAN VEGA 3 XMU в режиме вторичных (SE) электронов при увеличениях от $\times 10.000$ до $\times 100.000$.

Физико-механические характеристики определяли по ГОСТ Р 56800-2015, используя разрывную машину ZWICK/ROELL Z020. Скорость растяжения 50 мм/мин.

Для исследования степени кристалличности образцов из полиэтилена использовали методики рентгеноструктурного анализа. Регистрация дифрактограмм выполнена с применением дифрактометра Empyrean, в монохроматическом $\text{CuK}\alpha$ -излучении ($\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$), в диапазоне $15\text{--}100^\circ/2\theta$, с шагом $\Delta 2\theta = 0,016^\circ$ и выдержкой 50 с. Расшифровка дифрактограмм проведена с применением специализированной программы HighScore и базы данных PDF-2. Количественное содержание фаз и периоды решетки определены с применением полнопрофильного метода Ритвельда.

Коробление образца характеризовали величиной OP - отклонение от плоскости, максимальное смещение по вертикали нижней грани лопатки (рис. 2), которую вычисляли по формуле:

$$OP = H - h_3 - \left(\frac{h_1 + h_2}{2} - h_3 \right)$$

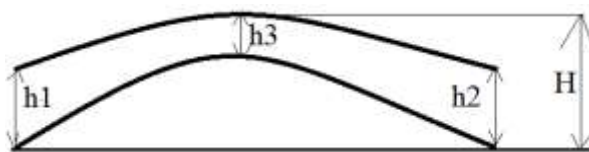


Рис. 2 – К формуле вычисления величины OP

Результаты и обсуждение

На рис. 3 приведена зависимость отклонения от плоскости от температуры сопла FDM-принтера (T_c).



Рис. 3 – Зависимость отклонения образцов от плоскости от температуры сопла FDM-принтера

Как видно из приведенных результатов уменьшение температуры сопла от 260 до 200 °C приводит к существенному увеличению величины OP от $0,28 \pm 0,08$ до $1,91 \pm 0,78$ мм и прогибу плоскости детали рис. 4.



Рис. 4 – Фотографии образцов, полученных при температуре сопла FDM-принтера 260 °С (1) и 200 °С (2)

На рис. 5 приведены физико-механические характеристики образцов, полученных при различной температуре головки экструдера FDM-принтера.

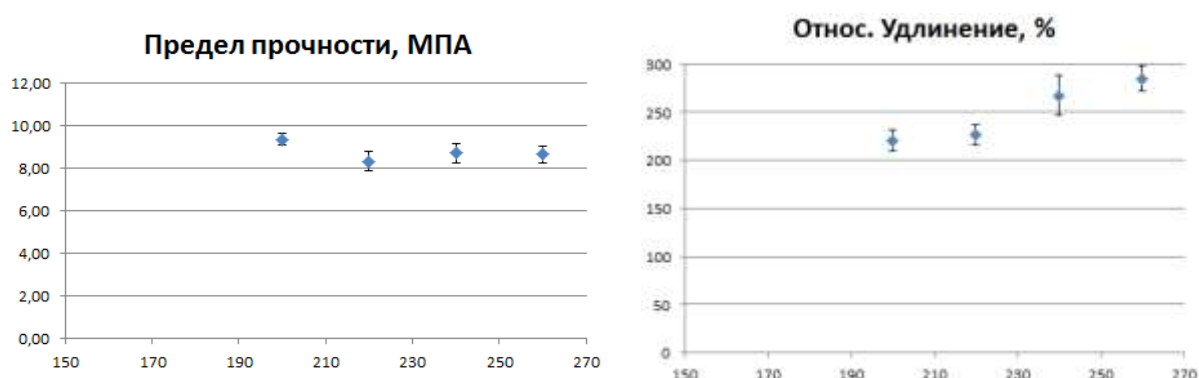


Рис. 5 – Зависимости предела прочности и относительного удлинения от температуры сопла

Как видно из представленных данных увеличение температуры экструдирования полимерной нити приводит к монотонному увеличению относительного удлинения от 220 до 280 %. При этом величина предела прочности остается практически постоянной и составляет 8,6–9,3 МПа. Стоит отметить, что предел прочности и относительное удлинение образцов полиэтилена, полученных способом литья под давлением составляет $17,7 \pm 0,18$ МПа и $210,2 \pm 10,25$ % соответственно.

Рентгеноструктурный анализ показывает, что степень кристалличности исследованных образцов слабо зависит от температуры сопла и изменяется от 44 до 46 %

Возможной причиной наблюдаемых эффектов является изменение структуры полиэтилена, которое инициируется увеличением температуры головки экструдера.

Подтверждением данного предположения являются результаты исследования реологических характеристик исходного филамента и образцов полиэтилена, напечатанных при различной температуре сопла (рис. 6). На рис. 6 а) приведены изменения модуля накопления и модуля потерь исходного филамента при увеличении температуры в ходе нагрева.

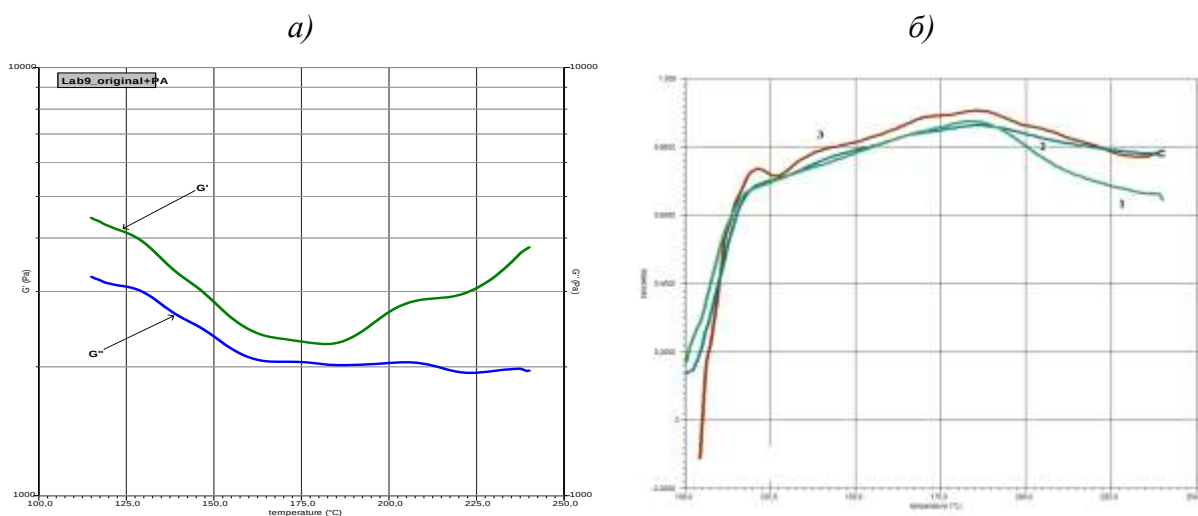


Рис. 6 – а) Температурные зависимости модуля накопления G' и модуля потерь G'' исходного филамента при его нагревании с постоянной скоростью, б) Температурная зависимость тангенса угла механических потерь $\text{tg}\delta$ для образцов, напечатанных при температурах 1 – 200 °С, 2 – 240 °С, 3 – 260 °С

Как видно из приведенных результатов при повышении температуры расплава выше 180 °С наблюдается рост модуля накопления G' , что может быть связано как с процессом образования поперечных химических связей между макромолекулами [22, 23], так и с увеличением плотности физических узлов сетки зацепления [24, 25]. Стоит отметить, что хотя кривая модуля накопления не пересекает кривую модуля потерь, расплав филамента течет при приложении внешнего давления. Величина ПТР составляет 1,2 г/мин, что говорит о локальности процессов структурирования.

О структурировании расплава при увеличении температуры головки экструдера также свидетельствует температурная зависимость тангенса угла

механических потерь для образцов, напечатанных при различных температурах (рис. 6 б). Наличие на кривой $\text{tg} \delta$ ряда локальных максимумов, что говорит о существовании в расплаве ряда подсистем с различными временами релаксации.

На рис. 7 представлены зависимости вязкости от частоты динамических испытаний при различных температурах, полученные для образцов которые были напечатаны при температуре экструдерной головки 200 и 260 °С.

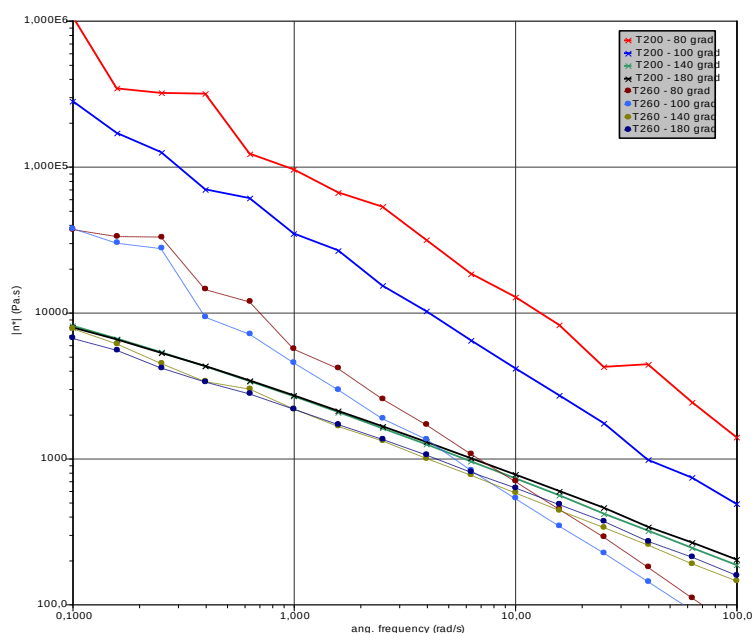


Рис. 7 – Частотная зависимость вязкости при различных температурах для образцов, напечатанных при температуре 200 и 260 °С

Как видно из приведенных данных частотные зависимости вязкости при температурах выше температуры кристаллизации для образцов, напечатанных при температуре 200 и 260 °С практически не отличаются. При уменьшении температуры до 80–100 °С вязкость увеличивается, однако масштаб этого увеличения существенно различается: если для образца, полученного при температуре сопла 260 °С вязкость при частоте 0,1 Гц изменяется от $8 \cdot 10^3$ до $3 \cdot 10^4$ Па·с, то при температуре печати образца 200 °С изменение вязкости оказывается от $8 \cdot 10^3$ до $2 \cdot 10^5$ – $1 \cdot 10^6$ Па·с, т. е. на два порядка больше.

Согласно подходу, который был предложен Бачинским [26], вязкость η определяется силами межмолекулярного взаимодействия, которые зависят от среднего расстояния между молекулами, а следовательно, с молярным объемом вещества V_m , который, в свою очередь, зависит от температуры и может быть выражена в виде:

$$\frac{c}{\eta} = V_m - b \quad (1);$$

где c и b константы, а $V_m = \mu / \rho(T)$, μ – молекулярная масса, ρ – плотность.

Для удобства дальнейшего анализа перепишем формулу 1 в виде

$$\eta(T) = \frac{c\rho(T)}{\mu - b\rho(T)} \quad (2)$$

Физический смысл формулы 2 очевиден. При малых значениях плотности вязкость линейно увеличивается с увеличением плотности, а при больших плотностях практически от плотности не зависит и остается постоянной.

Таким образом, чем больше изменение вязкости при уменьшении температуры, тем большим будет изменение плотности, а следовательно и усадка, при застывании расплава. Именно, такая зависимость наблюдается в описываемых экспериментах. Полученный результат коррелирует с данными авторов [27]. Приведенные соображения позволяют обосновать возможность использования реологических методов исследования для выбора состава филамента для FDM-печати.

Косвенным подтверждением влияния на структуру полимера температуры печати служат результаты исследования микроструктуры образцов полиэтилена, напечатанных при температуре 200 °С рис. 8 (а, б, в) и 260 °С рис. 8 (г, д, е). Если считать, что при проведении ионно-плазменного травления в первую очередь разрушают участки матрицы с малым межмолекулярным взаимодействием, то на основании фотографий можно предположить, что количество таких областей в образце экструдированном

при более высокой температуре увеличивается. Вероятно, это свидетельствует о его менее плотной упаковке.

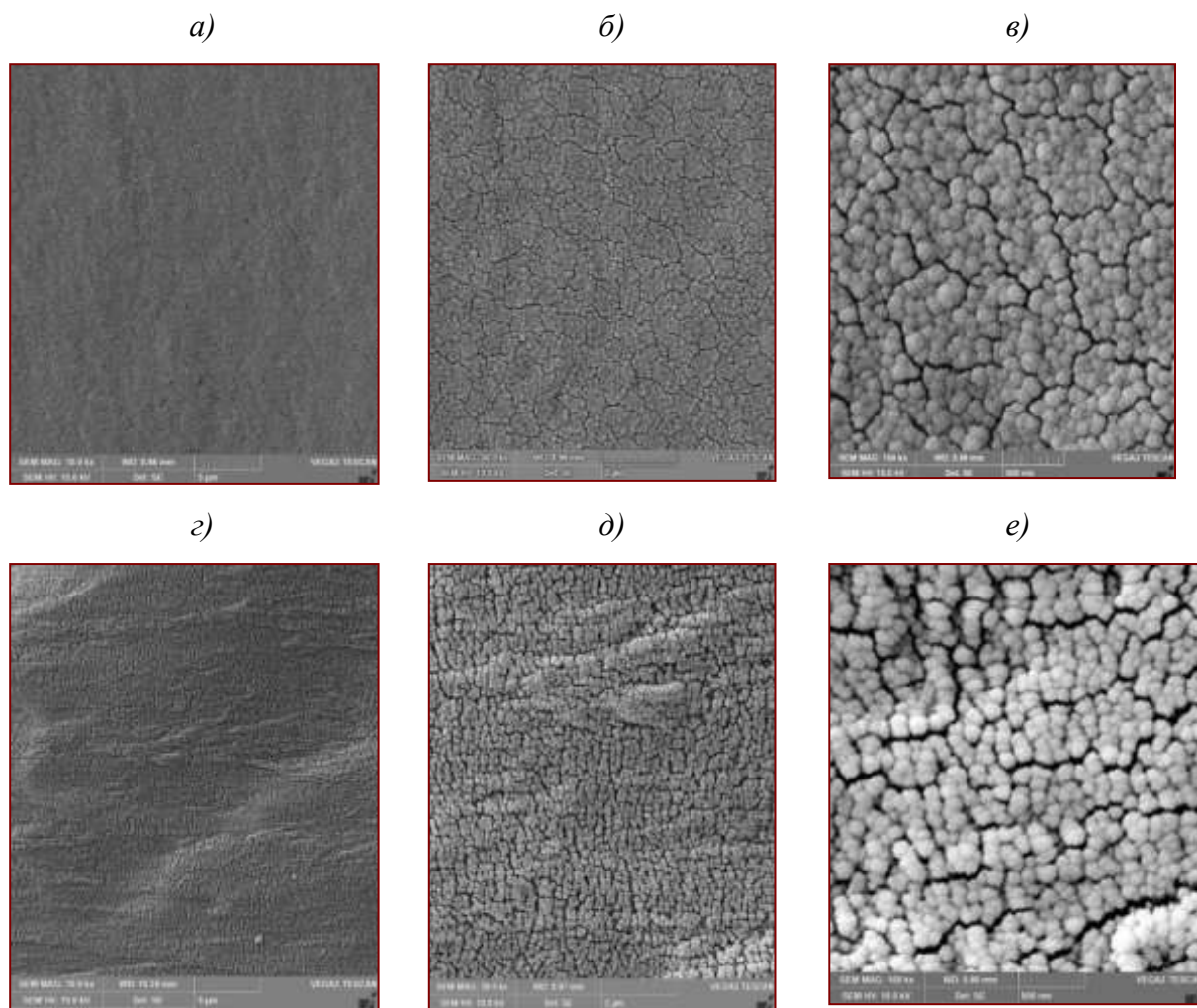


Рис. 8 – Фотографии микроструктуры образцов полиэтилена при различных увеличениях полученных при температурах сопла экструдерной головки 200 °C (а, б, в) и 260°C (г, д, е)

Наиболее вероятной причиной изменения структуры полиэтилена, является изменение протекания процесса кристаллизации из-за частичной термоокислительной деструкции полимерной матрицы в экструдерной головки 3D-принтера. При охлаждении расплава, который содержит фрагменты с меньшей молекулярной массой, в первую очередь происходит кристаллизация именно этих фрагментов за счет их более высокой подвижности. Образовавшиеся кристаллиты, по-видимому, тормозят движение цепей в аморфных областях тем самым замедляя складывание в кристаллы цепей с более высокой молекулярной массой, уменьшая

соотношение между кристаллической и аморфной фазами в застывшем расплаве. Увеличение доли полимера «застеклованного» в аморфном состоянии полимера уменьшает изменение объема расплава при его застывании и уменьшает усадочные явления [28].

На рис. 9 а) приведены данные термогравиметрического анализа показывающие, что температура начала потери массы в исходном полиэтилене составляет 235°C. После экструзии полиэтилена при 260°C эта величина увеличивается до 240°C, при этом скорость потери массы оказывается более высокой, что подтверждает предположение о возможности протекания процесса термоокислительной деструкции в сопле принтера. На рис. 9 б) приведены кривые ДСК филамента, подвергнутого действию цикла нагрев-охлаждение-повторный нагрев. В ходе второго прогрева на ДСК кривой появляются перегибы в области температур соответствующих началу релаксационных процессов в полиэтилене ок. 50–55 °C, которые могут быть интерпретированы как «холодная» кристаллизация из «застеклованного» при охлаждении аморфного состояния. Естественно, что при этом тепловой эффект плавления оказывается выше по сравнению с первым прогревом: (65,42 и 47,83 Дж/г соответственно). Приведенный модельный эксперимент подтверждает возможность реализации процесса описанного выше.

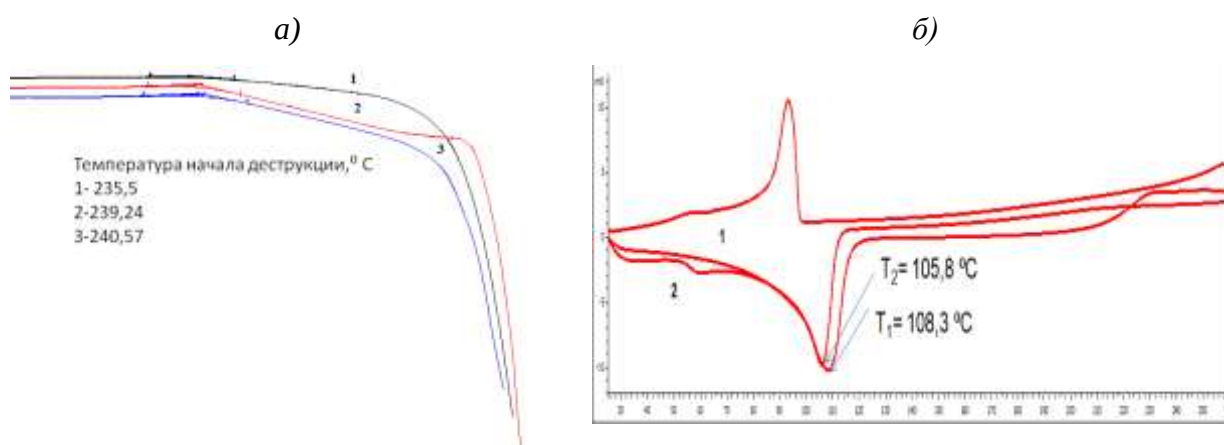


Рис. 9 – а) ДСК кривые исходного полиэтилена (1), полиэтилена напечатанного при температурах 200°C (2) и 260°C (3), б) ДСК кривые филамента в ходе цикла нагрев (1), охлаждение, повторный нагрев (2)

Выводы

Показано, что с увеличением температуры сопла FDM-принтера коробление образцов полиэтилена, модифицированного полиамидом с декабромдифенилоксидом и техническим углеродом, уменьшается. Изменение температуры сопла от 200 до 260 °С приводит к уменьшению отклонения от плоскости в 8 раз. При этом предел прочности остается практически неизменным, а относительное удлинение увеличивается на 30 %.

Методами реологических и микроструктурных исследований установлено, что наблюдаемый эффект связан с изменением структуры полиэтилена, которое инициируется повышенной температурой головки экструдера принтера.

Наиболее вероятной причиной изменения структуры полиэтилена, является изменение протекания процесса кристаллизации из-за частичной термоокислительной деструкции полимерной матрицы в экструдерной головки 3D-принтера. Это приводит к увеличению доли полимера «застеклованного» в аморфном состоянии полимера, уменьшает изменение объема расплава при его застывании, а следовательно снижает усадку.

Обоснована возможность использования реологических методов исследования для выбора состава филамента для FDM-печати.

Работа поддержана грантом РФФИ №18-29-03253.

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., Семенова Л.В., Петрова Г.Н. и др. Полимерные композиционные материалы на термопластичной матрице // Известия высших учебных заведений. Сер.: Химия и химическая технология. 2016. Т. 59. № 10. С. 61–71.

3. Каблов Е.Н., Яковлев Н.О., Харитонов Г.М., Мекалина И.В. Особенности релаксационного поведения полимерных стекол на основе полиметилметакрилата и их учет при прочностном расчете авиационного остекления // Все материалы. Энциклопедический справочник. 2016. № 9. С. 2–9.

4. Каблов Е.Н. Тенденции и ориентиры инновационного развития России: сб. науч.-информац. материалов. 3-е изд. М.: ВИАМ, 2015. 720 с.

5. Петрова Г.Н., Ларионов С.А., Платонов М.М., Перфилова Д.Н. Термопластичные материалы нового поколения для авиации // Авиационные материалы и технологии. 2017. № S. С. 420–436. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-420-436.

6. Кондрашов С.В., Шашкеев К.А., Петрова Г.Н., Мекалина И.В. Полимерные композиционные материалы конструкционного назначения с функциональными свойствами // Авиационные материалы и технологии. 2017. № S. С. 405–419. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-405-419.

7. Павлюк Б.Ф. Основные направления в области разработки полимерных функциональных материалов // Авиационные материалы и технологии. 2017. № S. С. 388–392. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-388-392.

8. Бузник В.М. Сверхгидрофобные материалы на основе фторполимеров // Авиационные материалы и технологии. 2013. № 1. С. 29–34.

9. Huang S.H., Liu P., Mokasdar A., Hou L. Additive manufacturing and its societal impact: a literature review // The International Journal of Advanced

Manufacturing Technology. 2013. Vol. 67. P. 1191–1203. DOI: 10.1007/s00170-012-4558-5.

10. Bikas H., Stavropoulos P., Chryssolouris G. Additive manufacturing methods and modeling approaches: a critical review // The International Journal of Advanced Manufacturing Technology. 2016. Vol. 83. P. 389–405. DOI: 10.1007/s00170-015-7576-2.

11. Платонов М.М., Петрова Г.Н., Ларионов С.А., Барботько С.Л. Оптимизация состава полимерной композиции с пониженной пожарной опасностью на основе поликарбоната для технологии 3D-печати расплавленной полимерной нитью // Известия вузов. Сер.: Химия и химическая технология. 2017. Т. 60. № 1. С. 87–94.

12. Петрова Г.Н., Ларионов С.А., Сорокин А.Е., Сапего Ю.А. Современные способы переработки термопластов // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2017. № 11 (59). Ст. 07. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 14.09.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-11-7-7.

13. Hill N., Haghi M. Deposition direction-dependent failure criteria for fused deposition modeling polycarbonate // Rapid Prototyping Journal. 2014. Vol. 20 (3). P. 221–227. DOI: 10.1108/RPJ-04-2013-0039.

14. Mohamed O. A., Masood S. H., Bhowmik J. L. Optimization of fused deposition modeling process parameters: a review of current research and future prospects //Advances in Manufacturing. 2015. Vol. 3. No. 1. P. 42–53.

15. Kochesfahani S. H. Improving PLA-based material for FDM 3D-printers using minerals (principles and method development) //Proceedings of the Society of Plastics Engineers Annual Technical Conference. 2016. P. 1958–1614.

16. Turner B. N., Gold S. A. A review of melt extrusion additive manufacturing processes: II. Materials, dimensional accuracy, and surface roughness //Rapid Prototyping Journal. – 2015. Vol. 21 No. 3. P. 250–261.

17. Duty C., Ajinjeru C., Kishore V., et al. What makes a material printable? A viscoelastic model for extrusion-based 3D printing of polymers //Journal of Manufacturing Processes. 2018. Vol. 35. No. 10. P. 526–537.
18. Mark J. E. et al. (ed.). Physical properties of polymers handbook. // New York : Springer, 2007. Т. 1076. P. 825.
19. Тагер А.А. Физико-химия полимеров. М.: «Научный мир», 2007. 573 с.
20. Spoerk M., Holzer C., Gonzalez-Gutierrez J. Material extrusion-based additive manufacturing of polypropylene: A review on how to improve dimensional inaccuracy and warpage //Journal of Applied Polymer Science. 2020. Vol. 137. No. 12. P. 48545.
21. 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.
22. Kim B.K., Kim K.J. Cross-Linking of polypropylene by peroxide and multifunctional monomer during reactive extrusion //Advances in Polymer Technology: Journal of the Polymer Processing Institute. 1993. Vol. 12. No. 3. P. 263–269.
23. Chodak I., Zimanyova E. The effect of temperature on peroxide initiated crosslinking of polypropylene //European polymer journal. 1984. Vol. 20. No. 1. P. 81–84.
24. Krajenta J., Safandowska M., Pawlak A. The re-entangling of macromolecules in polypropylene //Polymer. 2019. Vol. 175. P. 215–226.
25. Tuskaev V.A., Gagieva S.C., Kurmaev D.A., et al. Novel titanium (IV) diolate complexes with additional O-donor as precatalyst for the synthesis of ultrahigh molecular weight polyethylene with reduced entanglement density:

Influence of polymerization conditions and its implications on mechanical properties //Applied Organometallic Chemistry. 2021. P. e6256.

26. [http://genphys.phys.msu.ru/rus/lab/mol/Lab208\(2018\).pdf](http://genphys.phys.msu.ru/rus/lab/mol/Lab208(2018).pdf) дата обращения 30.05.2021.

27. Bertolino M., Battezzatore D., Arrigo R., et al. Designing 3D printable polypropylene: Material and process optimization through rheology //Additive Manufacturing. 2021. Vol. 40. P. 101944.

28. Spoerk M., Holzer C., Gonzalez-Gutierrez J. Material extrusion-based additive manufacturing of polypropylene: A review on how to improve dimensional inaccuracy and warpage //Journal of Applied Polymer Science. 2020. Vol. 137. No. 12. P. 48545.

УДК 665.93

Подходы к созданию токопроводящих клеев с улучшенными характеристиками

Исаев А.Ю., к.т.н.; Беседнов К.Л.;
Петрова А.П., д.т.н.; Лукина Н.Ф., к.т.н.

Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)

Аннотация:

Исследованы подходы к созданию токопроводящих клеев авиационного назначения с различным уровнем токопроводящих свойств. Разработан токопроводящий клей марки ВКП-11 на эпоксидной основе, содержащий в качестве токопроводящего наполнителя карбонильный никель. Показано, что клей ВКП-11 обладает характеристиками, прочностными и электрическими, которые устойчивы при воздействии различных факторов, имитирующих эксплуатационные.

Ключевые слова:

токопроводящий клей

В различных отраслях техники для создания электрического контакта в конструкции изделий применяются полимерные токопроводящие клеи, содержащие дисперсные токопроводящие наполнители. Применение данных клеев является наиболее предпочтительным при монтаже термочувствительных полупроводниковых приборов, получении внутренних соединений в труднодоступных для пайки местах, монтаже малоразмерных радиодеталей. Полимерная основа токопроводящих клеев обеспечивает высокую адгезию к различным материалам. Кроме того в клеевом соединении образуется меньше напряжений, чем при пайке, благодаря чему можно производить соединение материалов с повышенной хрупкостью и различающимися КЛТР.

В авиастроении токопроводящие клеи используются для создания электрического контакта в узлах систем обогрева и снятия статического электричества. К клеям авиационного назначения предъявляются в первую очередь требования по теплопрочностным свойствам. Удельное объемное электрическое сопротивление (ρ_v) данных клеев составляет $10^{-2} - 10^{-4}$ Ом·м. Такой уровень электропроводности позволяет обойтись без использования в их составе драгоценных металлов.

Для применения в изделиях приборной техники, в т.ч. в микроэлектронике, необходимы клеи с высоким уровнем электропроводности (удельное объемное электрическое сопротивление $\rho_v = 10^{-5} \div 10^{-7}$ Ом·м). Что, в основном, решается за счет использования в составе клеев серебряных порошков, различающихся формой и размерами частиц, в том числе наноразмерных.

Во ФГУП «ВИАМ» исследованы подходы к созданию токопроводящих клеев авиационного назначения с различным уровнем токопроводящих свойств.

В качестве полимерной основы серебросодержащего токопроводящего клея была использована эпоксидная композиция модельного состава, в

которой в качестве наполнителя использовали порошок серебра чешуйчатой формы, микроструктура которого представлена на рисунке 1.

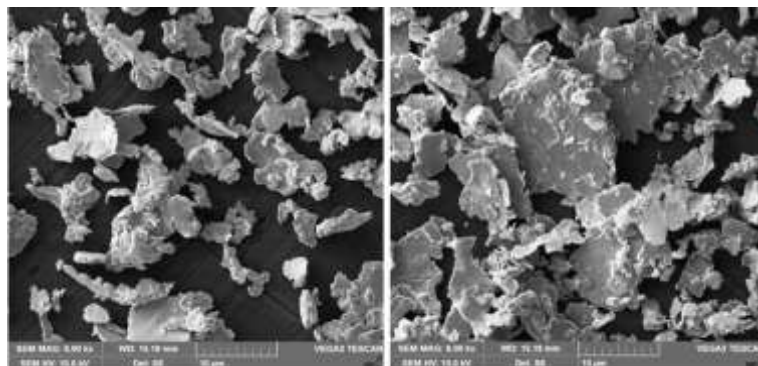


Рис. 1 – Микроструктура частиц чешуйчатого порошка серебра

Исследованы модельные составы токопроводящих композиций, наполненных порошком серебра ЧПС-1, при этом степень наполнения составляла не более 75 %. Смешение полимерной основы и наполнителя в процессе изготовления композиций производили в центробежно-планетарном миксере при заданной скорости.

Исследованы реологические характеристики серебросодержащих композиций, изготовленных таким способом. Установлено влияние времени перемешивания композиций на характер зависимости вязкости от скорости сдвига (рис. 2). При увеличении времени перемешивания с 30 до 60 секунд при скорости перемешивания 3000 об/мин вязкость композиции при температуре 25 °С и скорости сдвига 20 с⁻¹ составляет соответственно 4,3 и 3,4 Па·с. Снижение вязкости токопроводящих композиций с увеличением продолжительности перемешивания, вероятно, объясняется тем, что в процессе длительного перемешивания происходит более полное смачивание полимерной основой поверхности частиц серебра. Кроме того, высокая скорость перемешивания композиций, по-видимому, способствует разрушению агломератов, которые образуются частицами серебра.

Определены электропроводящие свойства композиции, содержащей чешуйчатый порошок серебра, отвержденной при температуре 175 °С в течение 3 ч. Результаты испытаний представлены в таблице 1. Как видно из приведенных результатов испытаний, наблюдается повышение токопроводящих свойств токопроводящих композиции при увеличении продолжительности их перемешивания.

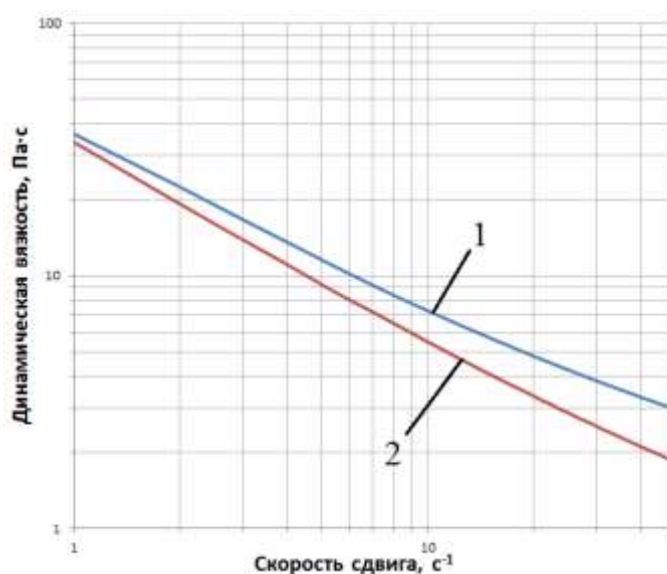


Рис. 2 Зависимость вязкости токопроводящей композиции, содержащей 75 % порошка серебра марки ЧПС-3, от времени перемешивания при различных скоростях сдвига: (1) – в течение 30 сек и (2) – в течение 60 сек перемешивания при 3000 об/мин

Таблица 1

Влияние времени перемешивания на свойства токопроводящей клеевой композиции, содержащей 75 % порошка ЧПС-3

Наименование показателя	Значение показателя после перемешивания композиции в течение	
	30 сек	60 сек
Удельное объемное электрическое сопротивление, Ом·м	$5,0 \cdot 10^{-6}$	$2,8 \cdot 10^{-6}$

Проведены термоаналитические исследования токопроводящей композиции, наполненной чешуйчатым порошком серебра. На рис. 3 приведены кривые ДСК процесса отверждения клеевых композиций, наполненной серебряным наполнителем (кривая 1) и не наполненной (кривая

2). Из рисунка 3 видно, что композиция, не содержащая серебряный наполнитель, отверждается при более высоких температурах; пик смещается на 20 °С в сторону высоких температур; в 2 раза увеличивается тепловой эффект реакции отверждения, что связано с отсутствием наполнителя (который повышает не только электропроводность, но и теплопроводность композиции), при этом температура начала отверждения остаётся прежней. Выявленное уменьшение температурного диапазона реакции отверждения в присутствии серебряного наполнителя позволяет предполагать каталитическое влияние на реакцию отверждения поверхности серебряных частиц или взаимодействие частиц с компонентами полимерной основы.

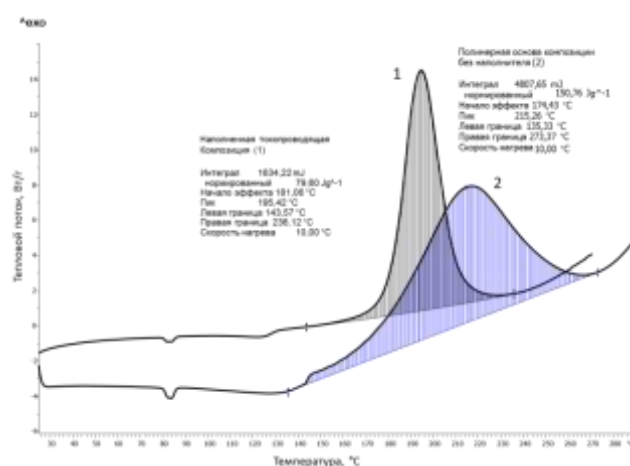


Рис. 3 – Термограмма ДСК. Процесс отверждения клеевых композиций:
1 – токопроводящая композиция, наполненная порошком серебра ЧПС-3;
2 – полимерная основа композиции без наполнителя.

Методом электронной микроскопии исследовано влияние температуры отверждения токопроводящей клеевой композиции (175 и 200 °С) на микроструктуру, образующуюся в процессе отверждения. При отверждении композиции при температуре 175 °С чешуйки серебра в клеевом слое сохраняли исходную морфологию (рис. 4). При отверждении композиции при температуре 200 °С в чешуйках серебра были выявлены признаки рекристаллизации (рис. 5). Наблюдалась фрагментация крупных чешуек,

появление кристаллографической огранки фрагментов чешуек, а также сфероидизация субмикронных частиц серебряного наполнителя.

Ввиду того, что чешуйки серебряного наполнителя представляют собой частицы пластически деформированного металла, для них характерна высокая плотность дефектов кристаллической структуры (дислокаций), что может являться причиной процесса рекристаллизации.

Удельное объемное электрическое сопротивление композиций, отвержденных при 175 °С составляло $4,5 \cdot 10^{-6}$ Ом·м. При увеличении температуры отверждения до 200 °С наблюдается повышение токопроводящих свойств композиции с достижением значений удельного объемного электрического сопротивления ($0,5 \div 0,7 \cdot 10^{-6}$) Ом·м, что может быть обусловлено процессом рекристаллизации серебряного порошкообразного наполнителя.

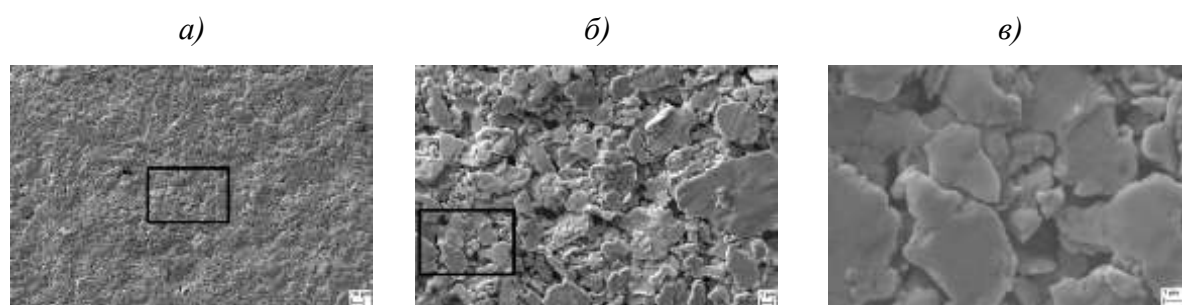


Рис. 4 – Изображения поверхности токопроводящей клеевой композиции, отвержденной при 175 °С, при увеличении $\times 1000$ (а), $\times 5000$ (б) и $\times 20000$ (в)

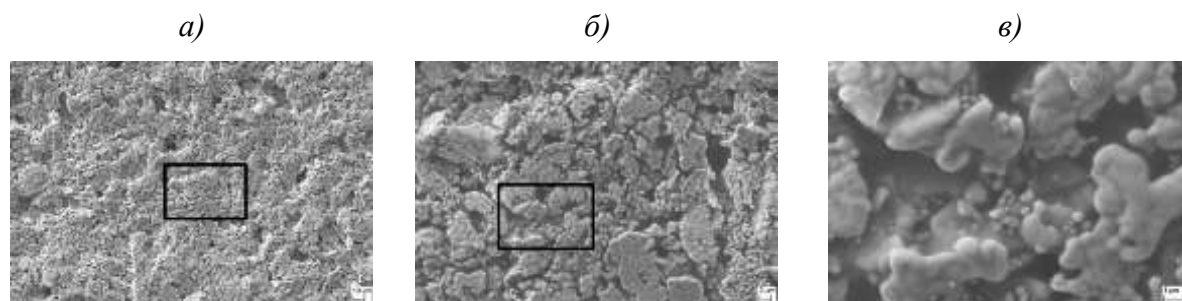


Рис. 5 – Изображения поверхности токопроводящей клеевой композиции, отвержденной при 200 °С, при увеличении $\times 1000$ (а), $\times 5000$ (б) и $\times 20000$ (в)

Выявленное влияние способа изготовления и режима отверждения токопроводящих композиций было использовано при разработке токопроводящих клеев.

Разработан серебросодержащий эпоксидный клей марки ВК-100. В качестве токопроводящего наполнителя клей содержит порошок чешуйчатой формы. Клей рекомендован для создания электрического контакта в агрегатах, деталях и узлах из алюминиевых и медных сплавов изделий авиационной техники и может эксплуатироваться в интервале температур от минус 60 до плюс 100 °С.

На рис. 6 представлены результаты испытаний электрических свойств клея ВК-100, а в таблице 3 – результаты испытаний клеевых соединений алюминиевого сплава Д16АТ, выполненных с использованием этого клея, в исходном виде и после воздействия факторов, имитирующих эксплуатационные. Как видно из результатов, представленных на рис. 6, электрические свойства клея ВК-100 практически не изменяются после длительного воздействия теплового старения при температуре 100 °С. Результаты испытаний, представленные в таблице 2, показывают устойчивость клеевых соединений к воздействию факторов: теплового старения при температурах 100 и 160 °С, термоциклирования и химических сред.

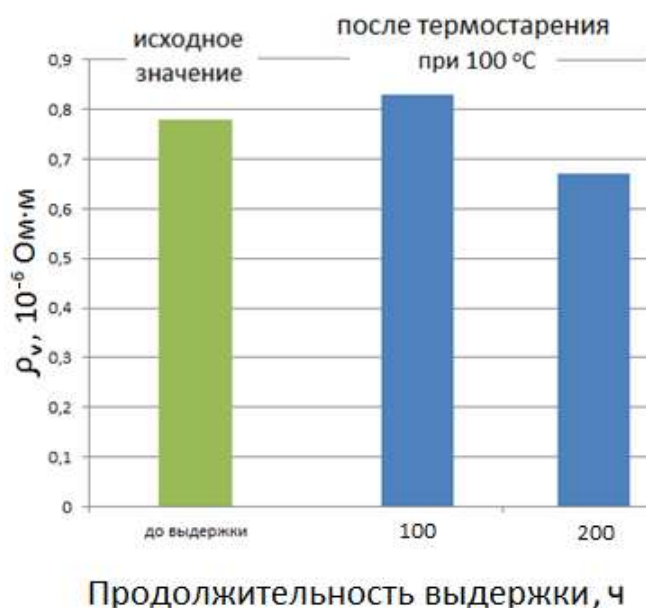


Рис. 6 – Влияние термического старения на электрические свойства клея ВК-100

Таблица 2

Свойства клеевых соединений,
выполненных с использованием токопроводящего клея ВК-100

Воздействующий фактор	Прочность при сдвиге, τ_v , МПа, при температуре испытаний, °С	
	20	100
В исходном состоянии	8,9	7,7
После воздействия теплового старения по режиму: 100 °С – 100ч 100 °С – 200 ч 160 °С – 5 ч	8,8 9,1 9,7	10,3 9,9 10,0
После воздействия термоциклирования по режиму: 100 °С – 4,5 ч + 20 °С – 18,5 ч + -60 °С – 1 ч (количество циклов 10)	10,0	8,9
После действия химических сред: топлива ТС-1 масла МС-8П	9,0 9,5	8,7 7,6

Как было сказано выше, в авиастроении помимо токопроводящих клеев с высоким уровнем токопроводности требуются клеи с удельным объемным электрическим сопротивлением (ρ_v), которое составляет

(10^{-2} – 10^{-4}) Ом·м, предназначенные для создания электрического контакта в узлах систем обогрева и снятия статического электричества.

Разработан токопроводящий клей марки ВКП-11 на эпоксидной основе, содержащий в качестве токопроводящего наполнителя карбонильный никель. Электрические свойства клея ВКП-11 представлены на рис. 7, механические характеристики клеевых соединений на его основе – на рис. 8 и в таблице 3.

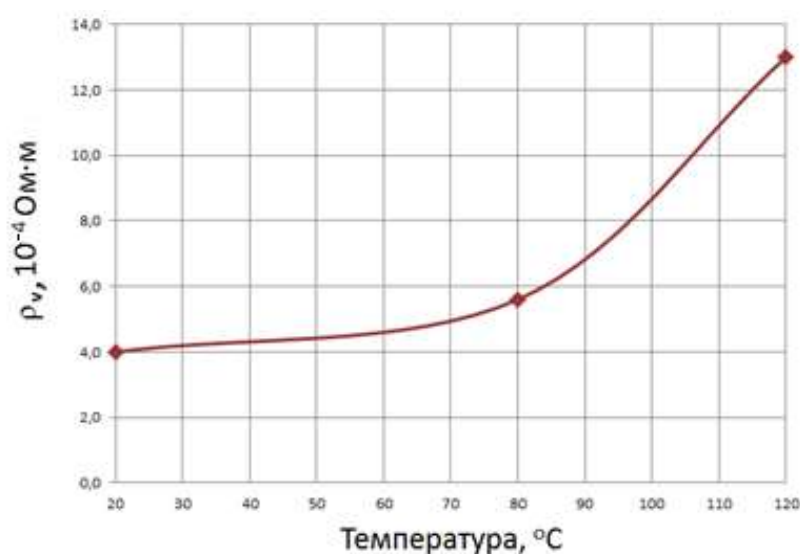


Рис. 7 – Электрические характеристики клея ВКП-11 в диапазоне рабочих температур

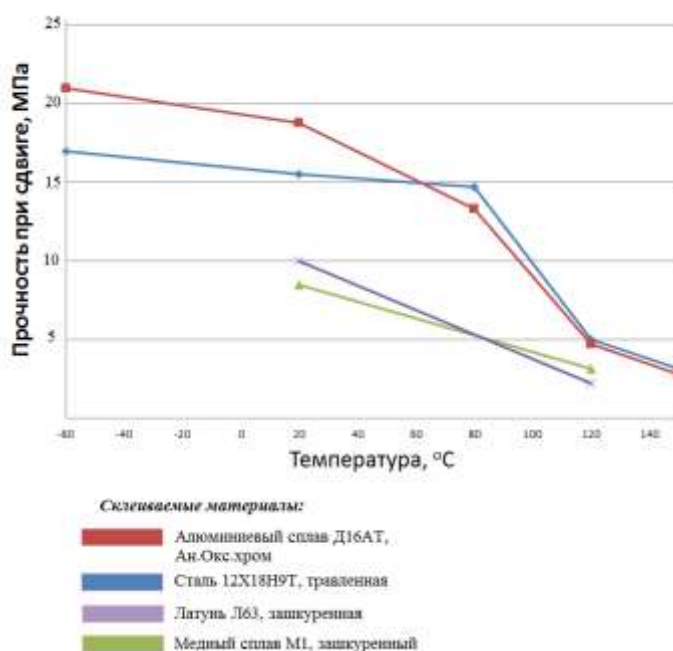


Рис. 8 – Механические характеристики клеевых соединений на клее ВКП-11 при склеивании различных материалов

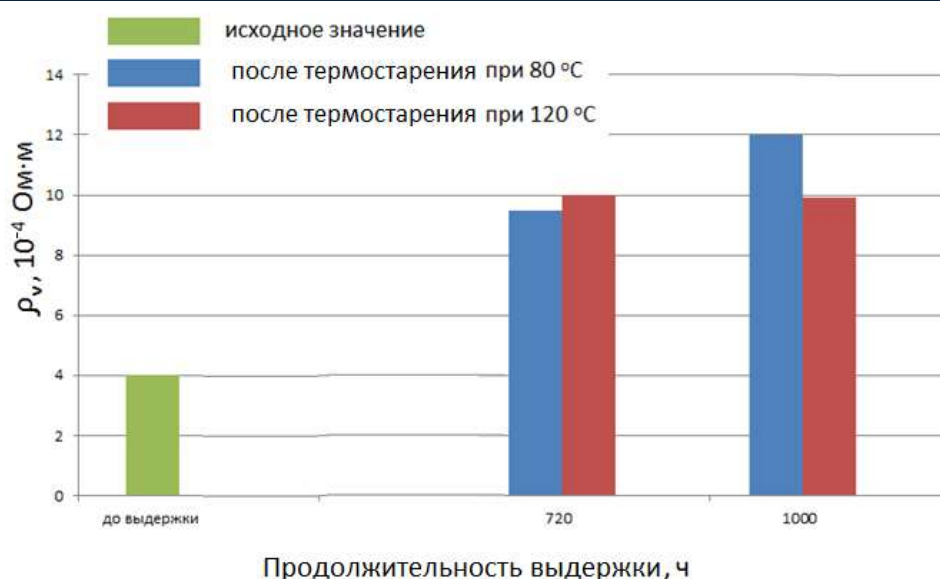


Рис. 9 – Влияние термического старения на электрические характеристики клея ВКП-11

Таблица 3

Свойства клеевых соединений, выполненных с использованием клея ВКП-11

Воздействующий фактор	Прочность при сдвиге, τ_v , МПа, при температуре испытаний, °C	
	20	120
После воздействия теплового старения по режиму: 80 °C – 1000 ч 120 °C – 1000 ч	14,0	6,0
После воздействия условий камеры тропического климата по режиму: температура 50 °C, $\phi = 98\%$ - 8 ч, температура 50 °C, $\phi = 98\%$ - 8 ч, температура 50 °C, $\phi = 98\%$ - 8 ч, (время выдержки – 45 сут)	12,4	3,0
После воздействия влаги при температуре 28 °C в течение 90 сут:	12,8	4,6
После воздействия влаги при температуре 28 °C и микологической среды в течение 90 сут:	11,3	4,7
После действия химических сред: топлива ТС-1 масла МС-8П (время облива - 15 сут)	12,5	4,0
	12,7	4,0

Как видно из представленных результатов испытаний, токопроводящий клей марки ВКП-11 обладает характеристиками, прочностными и электрическими, которые устойчивы при воздействии различных факторов, имитирующих эксплуатационные.

Таким образом, в ФГУП «ВИАМ» разработаны токопроводящие клеи авиационного назначения, отвечающих техническим требованиям по уровню электрических и прочностных характеристик.

УДК 678.01

Основные принципы создания рецептур эластомерных огнетеплозащитных материалов

Каблов В.Ф., д.т.н.; Новопольцева О.М., д.т.н.;

Кейбал Н.А., д.т.н.; Кочетков В.Г., к.т.н.

www.volpi.ru

vg.kochetkov@mail.ru

Волжский политехнический институт (филиал) ФГБОУ ВО «Волгоградский государственный технический университет», 404121, Волжский, ул. Энгельса, 42а

Аннотация:

Создание материалов, способных работать в условиях высокотемпературного потока, является актуальной задачей в ракетной, авиационной и морской промышленности. Для повышения эффективности работы таких материалов используют нано- и микродисперсные добавки и микроволокнистые наполнители.

Ключевые слова:

эластомеры, резины, наполнители, микросферы, микроволокно, огнетеплостойкость, элементоорганические модификаторы

Изделия из эластомерных материалов применяются для конструкций специального назначения в ракетной, авиационной и морской технике. К ОТЗМ предъявляется широкий спектр требований, которые зачастую бывают: улучшение одного из параметров может приводить к ухудшению других свойств. И перед исследователями стоит комплексная многофакторная задача поиска оптимального соотношения, позволяющего создать максимально эффективный материал.

Одной из привлекательных основ для создания ОТЗМ являются каучуки обладающие большой эластичностью, низкой температуропроводностью, сравнительно низкой плотностью, стабильными теплозащитными свойствами, технологичностью нанесения. Однако существенным недостатком их является низкая эрозионная стойкость при больших скоростях газового потока. Повышение эффективности ТЗМ возможно, как при использовании новых полимерных связующих, наполнителей, структурирующих агентов и других целевых компонентов, так и при создании композитных ТЗМ на основе слоев различного функционального назначения, а также при создании микрокомпозиционных материалов, содержащих фазы с различными физико-химическими характеристиками. Гибким методом, позволяющим с наименьшими затратами регулировать свойства уже существующих ТЗМ является использование функционально-активных компонентов, модифицирующих добавок, которые позволяют активно влиять на процессы коксования, вспучивания, деструкции, структурирования и другие физико-химические превращения.

Наиболее эффективно тепловой и температурный перепад между горячей средой и конструкцией достигается за счет разрушающихся («жертвенных») материалов, в которых после поглощения тепла проходят многочисленные энергоемкие эндотермические физико-химические превращения (процесс абляции), прежде всего, благодаря использованию

многокомпонентных полимерных композиционных материалов – абляционных теплозащитных материалов (ТЗМ).

Одной из концепций, проводимых в данной работе, является убеждение необходимости создания эндотермических физико-химических эффектов (ФХЭ) по всему сечению образца - прохождение температурных фронтов должно сопровождаться "встречными" ФХЭ, начиная с температуры 373 К (допустимой температуры необогреваемой стенки). Структура ТЗМ в высокотемпературных слоях предопределяется ФХЭ в низкотемпературных.

На свойства эластомерных огнетеплозащитных материалов оказывает влияние достаточно много факторов, в том числе и рецептурные. Среди последних наибольший вклад вносят выбор вулканизирующей группы, наполнителей и применяемых модификаторов.

Вулканизация серными вулканизирующими группами не обеспечивает хорошей термостойкости. Лучшие результаты дает применение эффективных систем (систем с донорами серы), или системами с минимальным содержанием серы. Наполнители также оказывают заметное влияние на термическое старение. В большинстве случаев лучшие результаты получаются при использовании минеральных наполнителей (оксидов кремния, магния и алюминия).

Что касается противостарителей, то для высоких температур их применение не всегда целесообразно. Имеются сведения, что при высоких температурах малоактивные радикалы противостарителей, образующиеся при передаче цепи в процессах деструкции полимеров, могут инициировать цепные реакции деструкции. Поэтому поиск высокотемпературных стабилизаторов представляет собой актуальную задачу. Перспективным в этом плане является использование поликонденсационноспособных соединений (ПКСС) и поликонденсационноспособных мономеров ПКСМ для повышения термостабильности ТЗМ

Улучшение теплозащитных свойств материалов достигается в нашей работе введением специальных добавок и совершенствованием рецепта по соотношению компонентов. При этом роль вводимых добавок заключается в следующем:

1. Введение фосфорборсодержащих соединений приводит к ряду важных физико-химических превращений, прежде всего к интенсификации процесса коксообразования в материале. Это приводит не только к повышению выхода кокса, но и к образованию низкомолекулярных газов пиролиза, обладающих большей удельной теплоемкостью и повышающих, в связи с этим, эндотермический эффект вдува. Кроме того, в процессе термолиза фосфорборсодержащих соединений формируется термостойкие слои фосфатов и боратов. Все это ведет к образованию упрочненного кокса. Термолиз идет со значительным эндоэффектом в температурной зоне пиролиза полимерного связующего и выше, что приводит к синергетическому эндотермическому эффекту – одному из основных физико-химических превращений, определяющих эффективность теплозащиты. Необходимо также отметить ингибирующую роль фосфорборсодержащих соединений в процессе термодеструкции полимера, начиная со 125 °С вплоть до температуры пиролиза. Чрезвычайно важно, фосфорборсодержащие соединения образуют зародыши порообразования, на которых формируется мелкопористая структура кокса, обеспечивающая лучшие теплозащитные свойства. Важным эффектом при вводе фосфорборсодержащих соединений является увеличение вспучивания пенококса, что улучшает теплозащитные свойства ТЗМ.

2. Введение волокнистых наполнителей способствует повышению эрозионной стойкости ТЗМ в высокоскоростных газовых потоках. В тоже время введение асбеста значительно ухудшает технологические свойства резиноподобных ТЗМ. Кроме того, асбест обладает существенной структурной неоднородностью, что приводит и к неоднородности

микроструктуры ТЗМ. Более перспективным является введение углеродных микроволокон. Углеродные микроволокна имеют высокую термостойкость, лучше распределяются в каучуке, имеют меньшую плотность.

3. Введение фенольных смол позволяет увеличить выход и прочность кокса при пиролизе ТЗМ. В то же время введение больших дозировок фенольных смол ухудшает технологические и физико-механические свойства ТЗМ. Наиболее эффективно сочетание в рецепте фенольных смол и фосфор-борсодержащих соединений. При таком сочетании обеспечивается синергический эффект при коксообразовании, что позволяет уменьшить содержание фенольных смол в составе ТЗМ и улучшить технологические и механические свойства ТЗМ.

4. Существенное значение для формирования механических, теплофизических и теплозащитных свойств ТЗМ имеет тип наполнителя. В работе проведены сравнительные испытания различных типов наполнителей при высокотемпературном нагреве. Наилучшие характеристики и обеспечивают наполнители на основе высокодисперсного оксида кремния (для температур не выше 3200 °С).

Введение модифицирующих добавок (фосфор- борсодержащих соединений, ПКСМ, кремнийорганических соединений позволяет снизить содержание наполнителя и, как следствие, уменьшить плотность композиции в целом. Перспективным является применение таких функционально-активных наполнителей как вспучивающийся графит, перлит и карбид кремния. Так вспучивающийся графит и перлит обеспечивают высокое вспучивание материала при нагреве, а карбид кремния приводит к образованию на поверхности кокса температуростойкого слоя из чешуек карбида кремния, повышающего термоустойчивость материала. В тоже время применение указанных наполнителей требует дальнейших исследований – так вспучивающийся графит образует весьма непрочный кокс, разрушающийся даже в низкоскоростных газовых потоках, карбид

кремния необходимо применять в повышенных дозировках, что приводит к росту плотности ТЗМ.

5. Большое значение имеет сочетание компонентов при их оптимальных дозировках. Поэтому составы разрабатываемых ТЗМ проходили эволюционное планирование для поиска оптимального соотношения компонентов.

6. Особое значение имеют физико-химические процессы в коксовом и минерализованном слое.

Процессы, происходящие в коксовом и минерализованном слоях, важны для формирования теплозащитных свойств. Именно на эти слои приходится высокотемпературное воздействие.

В коксовом слое, в результате пиролиза каучука и других органических компонентов, формируется пористый углерод-минеральный кокс, состоящий из углерода, оксида кремния, оксида цинка. В случае введения фосфор-борсодержащих модификаторов (ФБМ), в коксовом слое образуются неорганические соединения фосфора и бора (фосфиты, оксиды бора и т. д.) которые интенсифицируют процесс коксования. Следует отметить, что от введения ФБМ существенно зависит и структура кокса – ФБМ способствует образованию микропористого кокса с меньшей теплопроводностью при высоких температурах. Это связано с уменьшением лучистого переноса тепла в мелких порах.

Одним из направлений создания эффективных эластомерных ОТЗМ, характеризующихся пониженной плотностью является применение микросфер, в том числе с модифицированной поверхностью, обеспечивающей адресную доставку веществ, регулирующих процессы коксообразования.

Введение алюмосиликатных микросфер уменьшает скорость прогрева образца при высокотемпературных испытаниях. При этом образуется равномерная коксовая структура с меньшим диаметром пор. Повышение

огнетеплостойкости полимерных материалов с микросферами можно объяснить тем, что оболочки микросфер затрудняют непосредственный контакт полимерной матрицы с воздухом.

Диаметры микросфер находятся в диапазоне $20 \div 100$ мкм, что соизмеримо с длиной волны теплового инфракрасного излучения, что обеспечивает его максимальное поглощение микросферами. Толщина стенок микросфер $1 \div 10$ мкм обеспечивает необходимую прочность материала, минимизируя повреждения микросфер при изготовлении резиновой смеси и вулканизации.

Для снижения теплопроводности конструкционно-теплоизоляционных материалов следует уменьшать размер пор, использовать материалы с каркасом пониженной теплопроводности (матрица), обеспечивать равномерное распределение пор несферической формы с учетом направления поступающей теплоты. Необходимый эффект можно получить даже при малом количестве микросфер в составе ТЗП.

Эффективность исследуемых добавок подтверждается методами ДТА и ТГ анализов: при введении МСФ происходит увеличение коксового остатка на 16 %, увеличение площади эндотермического пика на 21,3 %.

Для создания эрозионно-стойких ОТЗМ, работающих в условиях высокоскоростного теплового потока, применяются нано- и микроволокнистые материалы. Одним из перспективных материалов, характеризующихся высокой термостойкостью, являются углеродные микроволокна. Нами проводятся работы по аппретированию поверхности углеродных и алюмосиликатных микроволокон модификаторами, улучшающими распределение волокна в объема эластомерной матрицы и с другой стороны позволяющими повысить огнетеплозащитные характеристики материала.

Выводы

Таким образом, при воздействии на материал высокотемпературного потока происходят различные физико-химические превращения по всему температурному фронту. При этом структура материалов на различных уровнях (надмолекулярные структуры, структура в наполненных системах, наличие нескольких полимерных фаз, границ раздела полимер–наполнитель, полимер–волокно, полимер–полимер) во многом предопределяет кинетику старения, термического разложения и горения. Оптимальным в частности, является создание непрерывной фазы устойчивого к старению полимера в дисперсионной среде другого, создание барьерных слоев наполнителей и защитных поверхностных слоев и покрытий, выдерживающих статические и динамические нагрузки.

В экстремальных условиях эксплуатации – при температурах вблизи и выше температуры работоспособности материала функционально-активные наполнители могут играть стабилизирующую роль при температурном разрушении материала.

УДК 620.17

Деформация как критерий качества углеродного волокна

Яковлев Н.О., к.т.н.; Попкова Е.А.; Ландик Д.Н.

Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)

Аннотация:

Проведены испытания углеродных моноволокон различных типов, в том числе T700, T800, SYT49S, SYT55S, UMT49S и других, методом разрыва в петле. Исследованные волокна относились к классам высокопрочных и высокомодульных и имели диаметры ~5 и ~7 мкм. Показано, что для всех исследованных типов волокон соотношение геометрических параметров петли (длины к ширине) не зависит от модуля упругости волокна, его линейной плотности (диаметра), прочности, наличия аппрета и остается постоянным на уровне ~1,5. А по результатам исследования характера разрушения установлено, что величина удельной разрывной нагрузке при разрыве в петле углеродного жгута, равная ~ 50 сН/текс, соответствует границе каскадного (множественного) разрушения при разрыве в петле моноволокон.

Ключевые слова:

углеродное волокно

Введение

На протяжении последних десятилетий наблюдается постоянный рост применения полимерных композиционных материалов (ПКМ) в различных отраслях промышленности [1], что обусловлено высоким уровнем их удельных упруго-прочностных свойств [2–6]. Основные свойства ПКМ задаются армирующим наполнителем, в частности для углепластиков авиационного назначения это жгутовые или тканые углеродные наполнители. При контроле качества углеродных наполнителей применяются различные методы испытаний на разных масштабных уровнях. Чаще всего это испытания жгутов на разрыв пучка или петли и микропластиков на растяжение. При разработке углеродных волокон проводятся испытания на растяжение моноволокон. Еще одним методом испытаний, позволяющим охарактеризовать качество углеродного волокна, является испытание на разрыв в петле моноволокна. Данный вид испытаний позволяет оценивать предельную деформацию по величине радиуса кривизны петли перед моментом разрушения. В данной работе были исследованы серийно производимые высокопрочные и высокомодульные волокна диаметрами 5 и 7 мкм. Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 2.2: Квалификация и исследования материалов. («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года»).

Основная часть

Для испытаний использовались углеродные моноволокна, извлеченные из жгутов номиналом 12К. Длина каждого моноволокна составляла от 100 до 150 мм. Моноволокно сворачивалось в петлю таким образом, чтобы избежать его скручивания, и устанавливалось в зазор между двумя тонкими стеклами. Образец нагружался со скоростью 1 – 2 мм/мин. Для фиксации кривизны моноволокна в момент перед разрушением процесс испытания записывался с применением высокоскоростной видеосъемки с частотой 2000 кадров/с. Для

достаточного увеличения использовался оптический микроскоп. Схема установки показана на рисунке 1.



Рис. 1

На рисунке 2 показан внешний вид петли моноволокна, ее длина (a) и ширина (b), а также направление приложения нагрузки.

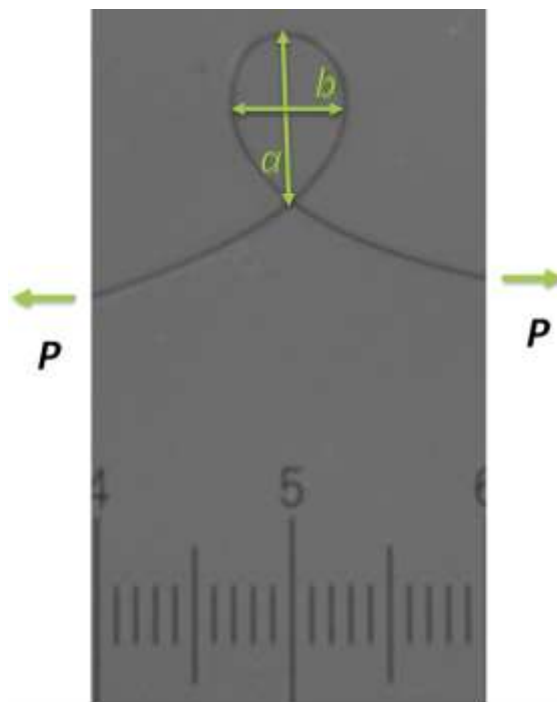


Рис. 2

Было показано, что отношение длины петли к ее ширине для всех исследованных моноволокон является постоянной величиной (рис. 3):

$$\frac{a}{b} = 1,5$$

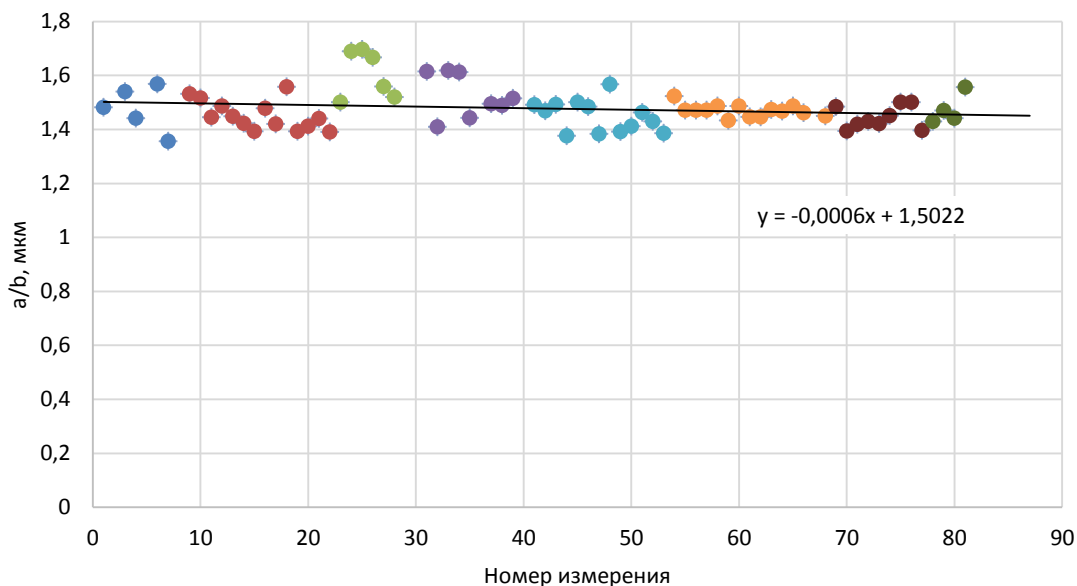


Рис. 3

Анализ видеоизображений показал, что наблюдается два типа разрушения моноволокон:

- каскадное разрушение – образование до трех дополнительных фрагментов (рис. 4а);
- разрушение моноволокна в зоне максимальной концентрации напряжений (рис. 4б).

Сопоставив удельную разрывную нагрузку при разрыве в петле углеродного жгута со средним количеством фрагментов, образующихся при разрыве в петле моноволокна (рис. 5) было получено, что при удельной разрывной нагрузке в петле менее ~50 сН/текс происходит каскадное (множественное) разрушение.

(а)

(б)

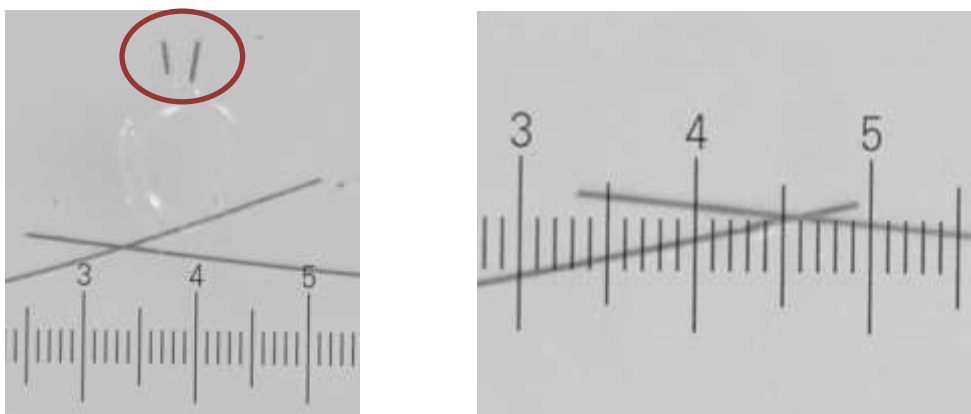


Рис. 4

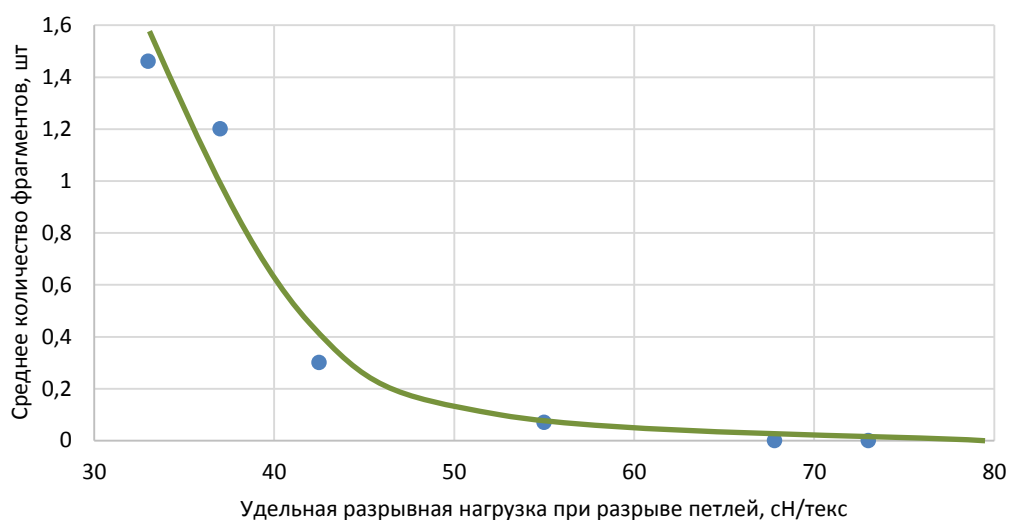


Рис. 5

Заключение

Таким образом, отработана методика испытаний моноволокон на разрыв в петле, позволяющая с высокой точностью определять радиус кривизны волокна в момент перед его разрушением. Показано, что для всех исследованных типов волокон соотношение геометрических параметров петли (длины к ширине) не зависит от модуля упругости волокна, его линейной плотности (диаметра), прочности, наличия аппрета и остается постоянным на уровне $\sim 1,5$.

По результатам исследования характера разрушения установлено, что величина удельной разрывной нагрузки в петле углеродного жгута, равная

~50 сН/текс, соответствует границе каскадного (множественного) разрушения. Для углеродных жгутов, у которых удельная разрывная нагрузка в петле меньше ~50 сН/текс, происходит каскадное разрушение моноволокна в петле, которое сопровождается образованием до 5 фрагментов (до 4 мест разрыва).

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.
2. Гриневич Д.В., Яковлев Н.О., Славин А.В. Критерии разрушения полимерных композиционных материалов (обзор). // Труды ВИАМ. 2019. № 7 (79). С. 92–111.
3. Яковлев Н.О., Ерасов В.С., Крылов В.Д., Попов Ю.О. Методы определения сдвиговых характеристик полимерных композиционных материалов. // Авиационная промышленность. 2014. № 1. С. 20–23.
4. Махсидов В.В., Яковлев Н.О., Ильичев А.В., Шиёнок А.М., Фирсов Л.Л. Определение деформации материала конструкции из ПКМ с помощью интегрированных оптоволоконных сенсоров. // Механика композиционных материалов и конструкций. 2016. Т. 22. № 3. С. 402–413.
5. Яковлев Н.О., Ерасов В.С., Колокольцева Т.В. Особенности определения характеристик сдвига в плоскости листа полимерных композиционных материалов в различных стандартах. // Все материалы. Энциклопедический справочник. 2014. № 5. С. 12–16.
6. Амелина Е.В., Голушко С.К., Ерасов В.С., Идимешев С.В., Немировский Ю.В., Семисалов Б.В., Юрченко А.В., Яковлев Н.О. Анализ и обработка экспериментальных данных при деформировании полимеров и углепластиков. // Омский научный вестник. 2015. № 3 (143). С. 339–344.

УДК 678.0.27: 678.8: 629. 7.017

Увеличение свойств композиционных материалов при ударе гибридизацией упрочняющих волокон

Корнеева Н.В.^{1,2}, д.т.н.; Крылов И.К.¹;

Абдуллин И.Ш.³, д.т.н.

natakorneeva@mail.ru

igorgra04@gmail.com

plasma.vst@gmail.com

¹*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Федеральный исследовательский центр химической физики им. Н.Н. Семенова Российской академии наук (ФИЦ ХФ РАН)*

²*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН)*

³*ООО “Плазма ВСТ”*

Аннотация:

Установлено повышение свойств гибридных композиционных материалов (ГКМ) при низкоскоростном ударе с помощью гибридизации упрочняющих волокон. Для оценки свойств и механизмов деформации и разрушения ГКМ применяли метод “разрыв ударом” (РУ), который позволяет определять основные параметры нагружения и разрушения анизотропных КМ при ударе и в статике. Исследовано управление свойствами углепластика путём гибридизации углеродных и арамидных волокон. Рассмотрена гибридизация арамидных и СВМПЭ-волокон.

Ключевые слова:

гибридное волокно, гибридные композиционные материалы (ГКМ), метод “разрыв ударом” (РУ).

Введение

В настоящее время ФИЦ ХФ РАН совместно с ИМЕТ РАН в соответствии с задачами, сформулированными в «Стратегических направлениях развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» ведет разработки и исследования в области полимерных композиционных материалов (ПКМ) нового поколения [1, 2].

Известно, что ПКМ состоят из упрочняющих волокон и матрицы. Если композит состоит из двух и более волокон, его считают гибридным композиционным материалом (ГКМ). Чем больше волокон входит в состав материала, тем большее значение приобретает их взаимодействие с матрицей на межфазной границе. Матрица распределяет нагрузку между упрочняющими волокнами и консолидирует их в монолитный компактный материал. Цель гибридизации – компенсировать недостатки компонентов и получить композит с новыми более высокими свойствами. Гибридизация волокон расширяет возможность создания новых материалов особенно в области ударопрочности.

Однако свойства ГКМ не являются суммой свойств его составляющих. Они определяются, в первую очередь, формированием и свойствами межфазной границы, и свойствами матрицы. Поэтому, кроме выбора волокон, исходя из их свойств, необходимо создавать и специальную матрицу для соединения компонентов в монолитном ГКМ.

За рубежом для создания ГКМ используют гибридные ткани из углеродных (УВ), стекло- и СВМПЭ-волокон [3–5]. Путём чередования слоев тканей из этих волокон создают ГКМ с повышенным сопротивлением удару. Недостатком таких методов и материалов является малый эффект от гибридизации из-за разницы в модуле и деформационной способности УВ и СВМПЭ-волокон, которая составляет ~1,77 % и ~3,6–3,8 %, соответственно, а также большого расстояния между волокнами разного типа в тканых ГКМ. При нагружении этих материалов, сначала разрушаются УВ, а затем

СВМПЭ-волокна. Волокна различного типа в таких ГKM не работают совместно и плохо передают нагрузку друг другу на всех этапах деформации [6]. Новое решение состоит в том, что для наиболее рационального использования свойств волокон различной химической природы необходимо располагать их максимально близко друг к другу. Это достигается путём совмещения разных волокон в одном гибридном волокне. Свойствами гибридного волокна можно управлять, регулируя содержание входящих в него волокон [7, 8].

К настоящему моменту широкое применение получили углепластики (УП), которые обладают высокими удельными характеристиками, отличаются химической стойкостью и др. полезными свойствами. Изделия из УП используются в авиации, вертолётках, автомобилях, судах, где подвергаются различным ударным нагрузкам [9].

Главный недостаток углепластиков – их хрупкость, низкая ударная вязкость и фрагментарное разрушение при ударе. Свойства углепластиков можно регулировать, получая ГKM, которые сочетают углеродные и другие виды волокон. Для улучшения деформационных и прочностных свойств углепластиков и устранения хрупко-осколочного характера их разрушения целесообразно включать в состав УП органические волокна, устойчивые к разрушению. Небольшое количество таких волокон в ГKM, может значительно увеличить диссипацию энергии при ударе, немного понизив при этом только прочность гибрида при изгибе и сжатии [3, 7, 8].

Для современных композиционных материалов имеется большой выбор промышленно выпускаемых волокон. Задача состоит в том, чтобы научиться управлять свойствами ГKM, регулируя их состав и структуру.

Цель работы состояла в исследовании влияния компонентов (гибридных волокон и матриц различной пластичности) на свойства ГKM при ударе и разрушении.

Материалы и методика эксперимента

В экспериментах в качестве армирующих волокон использовали УВ Tenax® – J HTA40E13 3К 200 tex (Toho Tenax, Япония), арамидное волокно Армос® (ОАО «Каменскволокно», РФ) и СВМПЭ-волокно Dyneema®SK-75 (DSM, Голландия); их свойства даны в табл. 1.

Таблица 1

Свойства УВ Tenax®, Армос® и СВМПЭ – волокон Dyneema®SK-75

Волокно	γ , г/см ³	σ , ГПа	E, ГПа	ϵ , %
УВ Tenax®	1,77	4,18	236	1,77
Армос®	1,45	5	140	3,5-4,5
SK-75	0,97	3,4 – 3,5	110	3,8

Применяли матрицы на основе эпоксидной смолы HT2 и отвердителя HT2 от компании Roxy-Systems (торговой марки R&G, Германия). Одна матрица была жёсткой (ЖМ), а другая – пластичной (ПМ). Её получали введением в матрицу ЖМ пластификатора ЭДОС.

Ударные испытания проводили методом “Разрыв ударом” (РУ) или “Impact Break” (IB) на универсальных образцах, обеспечивающих достоверность экспериментальных данных и их сопоставимость, на маятниковом копре “Roell Amsler RKP-450” с компьютерным управлением и записью динамической диаграммы “нагрузка – прогиб” [7, 8, 10–12].

На рис. 1. приведена схема удара и распределение сил при ударе по методу РУ (IB). Удар наносят маятником копра в центр образца поперёк волокон. В результате удара образец растягивается и прогибается на величину Δ и разрушается в месте изгиба.

Головка ударника имеет радиус $R = 3$ мм, скорость удара составляет 5,25 м/с, что соответствует низкоскоростному удару и в $\sim 10^4$ раз превосходит скорость статического нагружения – 5 мм/мин ($8,5 \times 10^5$ м/с). Динамическая диаграмма позволяет анализировать деформацию и разрушение образца. По ней определяют скорость v и силу удара P , растягивающую ирывающую

образец силу P' , прогиб Δ в месте удара, работу разрушения образца W , сдвиговую прочность τ , предельное разрушающее напряжение σ .

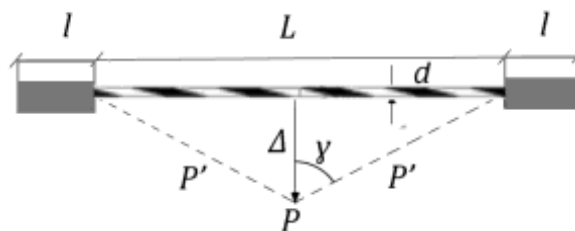


Рис. 1 – Схема образца для испытания ГKM методом РY (IB) и распределение сил при ударе, где d – диаметр образца; L – длина рабочей части образца; l – длина закрепления образца в копре; Δ – прогиб образца в месте разрушения; P – сила удара; P' – растягивающая и разрывающая образец сила; γ – угол между направлением действия сил P и P'

Образец РY (IB) изготавливают пропиткой гибридного волокна матрицей с последующим отверждением по заданному режиму. Для равномерного распределения матрицы в волокне его скручивают (33 об/м). Образец состоит из 50 % гибридного волокна и 50 % матрицы по объёму и представляет собой композит в виде стержня с однонаправленным расположением волокон вдоль образца и специальными законцовками из матрицы для закрепления в копре. Особенность образца заключается в том, что его концы при испытаниях находятся на постоянном расстоянии L между закреплениями.

Размеры образца были следующими: диаметр стержня составлял $d = 2,3$ мм, длина рабочей части – $L = 68$ мм, длина законцовок для крепления образца в копре – $l = 24$ мм.

Исходя из распределения сил при ударе (рис. 1) рассчитывают продольную X и относительную деформацию растяжения ε по уравнениям (1) и (2), соответственно:

$$X = 2 \times \left(\sqrt{\left(\frac{L}{2}\right)^2 + \Delta^2} - \frac{L}{2} \right), \quad (1)$$

$$\varepsilon = \frac{X}{L}. \quad (2)$$

Растягивающую и разрывающую образец силу P' определяют как (3):

$$P' = \frac{P}{2 \cos \gamma}, \quad (3)$$

где γ – угол между направлением действия сил P и P' .

Предельное разрушающее напряжение σ находят по формуле (4):

$$\sigma = \frac{P'}{S}, \quad (4)$$

где S – площадь поперечного сечения образца.

Удельную работу разрушения образца α рассчитывают исходя из работы разрушения образца W по формуле (5):

$$\alpha = \frac{W}{S}. \quad (5)$$

где W – работа разрушения, которую рассчитывает машина (площадь под кривой диаграммы разрушения). Если разрушение образца происходит в два этапа, путём сдвига с последующим вытягиванием волокна из матрицы, то рассчитывают сдвиговую прочность по формуле (6):

$$\tau = \frac{P''}{F}, \quad (6)$$

где F – площадь поверхности образца в защемлении длиной l ; сила P'' , необходимая для сдвига волокна в матрице, определяется по формуле (7):

$$P'' = \sqrt{(P')^2 - P^2}. \quad (7)$$

Данные экспериментов приведены на рис. 2, 3 и в табл. 2, 3, 4.

Результаты и анализ экспериментальных данных

Рассмотрим управление свойствами углепластика путём гибридизации углеродных волокон Тенах® арамидными волокнами Армос®. В состав УВ вводили волокно Армос® в количестве: 20, 50 и 80 % (по объёму). Сочетание углеродного и арамидного волокон в гибридном волокне с пластичной матрицей ПМ даёт возможность создавать материал с замедленным разрушением (рис. 2, табл. 2).

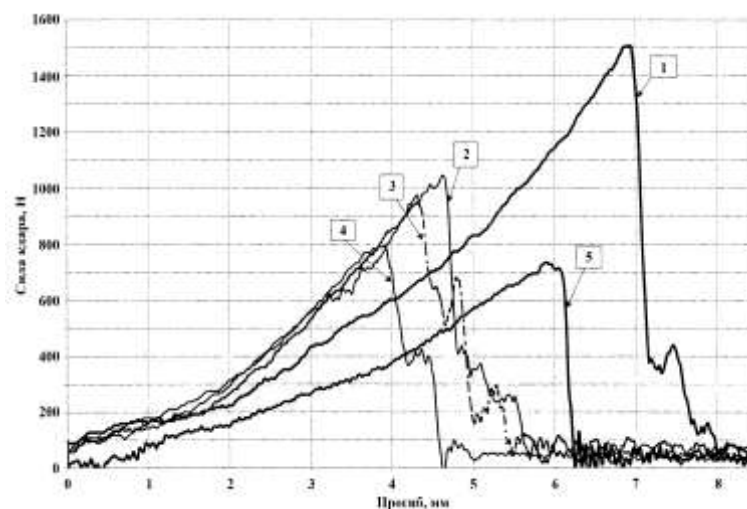


Рис. 2 – Диаграммы деформации при разрушении ударом методом РУ (ИВ) ГМК с пластичной матрицей ПМ, на основе гибридного волокна, состоящего из УВ Tenax® и волокон Армос® в следующих соотношениях (Армос®: УВ, %): 1 – 100:0; 2 – 80: 20; 3 – 50: 50; 4 – 20:80; 5 – 0:100

На рис. 2. замедленное разрушение ГМК показывают кривые 2, 3, 4. Сначала разрушаются углеродные волокна. Они более жёсткие, их модуль Юнга составляет $E = 236$ МПа, и он больше модуля волокон Армос®, величина которого составляет $E = 140$ МПа (табл. 1).

Деформационная возможность УВ составляет $\varepsilon = 1,77\%$, что значительно меньше, чем деформационность волокон Армос®, которая составляет $\varepsilon = 3,5-4,5\%$. После достижения максимальной нагрузки и деформации ГМК начинает разрушаться. Его прочность резко падает. Введение в УВ волокон Армос® в количестве 20 % повышает прочность σ гибрида на 63% с 520 до 846 МПа (рис. 2, кривая 4, табл. 2).

Таблица 2

Влияние соотношения углеродных волокон Tenax® и арамидных волокон Армос® в гибридном волокне на свойства ГKM с пластичной матрицей ПМ при разрушении ударом методом РY (IB)

Свойства ГKM	Соотношение волокон в ГKM (Армос®: УВ, %)				
	100:0	80:20	50:50	20:80	0:100
	Кривая 1	Кривая 2	Кривая 3	Кривая 4	Кривая 5
α , Дж/см ²	99	45	41	33	45
σ , МПа	896	943	940	846	520
ε , %	2,1	0,9	0,8	0,65	1,5
τ , МПа	21,5	23	22	20	-
ρ , г/см ³	1,45	1,5	1,61	1,7	1,77
Характер разрушения	Сдвиг				Разрыв

Однако одновременно уменьшается удельная работа разрушения α ГKM на 36% с 45 до 33 Дж/см². Материал становится более прочным и жёстким, его деформация ε уменьшается с 1,5 до 0,65 %. Эти результаты подтверждают сложный механизм взаимодействия компонентов в ГKM при его нагружении и деформации и нелинейность взаимодействия. Полное разрушение материала останавливают волокна Армос®, что видно на кривых 2, 3, 4 на рис. 2. Такая деформация снижает вероятность хрупкого осколочного разрушения конструкции из ГKM.

При ударе скорость нагружения и деформирования в $\sim 10^4$ раз больше, чем в статике. Поэтому возможность совместной деформации волокна и матрицы при кратковременности действия удара приобретает большое значение. Наиболее высокие свойства ГKM были получены при совмещении в гибридном волокне волокон Армос® (56 %) с активированными плазмой пропана СВМПЭ-волокнами Dyneema®SK-75 (44 %) (рис. 3, табл. 3, 4). Совместной деформации способствует то, что у волокон близкие модули и деформационность: у Армоса® – $E = 140$ ГПа и у SK-75 – $E = 110$ ГПа, и $\varepsilon = 3,5\text{--}4,5$ % у Армоса® и $\varepsilon = 3,8$ % у SK-75.

Для активации СВМПЭ-волокон использовали неравновесную низкотемпературную ВЧ-плазму при пониженном давлении от 1,33 до 660 Па. Плазмообразующим газом был пропан. Термическая составляющая плазмы

была сведена к минимуму, благодаря низкой плотности ионного тока $0,5\text{--}1\text{ А/м}^{-2}$ и малой длительности воздействия плазмы на волокно. Ранее было установлено, что плазменная обработка увеличивает сдвиговую прочность на границе раздела волокно-матрица в гибридном композите [13, 14].

Регулируя состав матрицы можно управлять свойствами и характером разрушения ГKM. На рис. 3 приведены графики ступенчатой деформации ГKM с матрицей ПМ (кривая 1) и ЖМ (кривая 2), которая начинается под действием удара. Механизм деформации ГKM при ударе в обоих случаях носит ступенчатый характер с образованием участков разрыва волокон и выделением упругой энергии, вызывающей колебания нагрузки на кривой деформации.

Матрица влияет на деформацию гибрида [7, 15]. Гибрид с матрицей ЖМ разрушается при меньшей деформации $\varepsilon = 1,5\%$ и меньшей прочности $\sigma = 704\text{ МПа}$. Его удельная работа разрушения понижается до $\alpha = 59\text{ Дж/см}^2$, то есть для его разрушения требуется в 2 раза меньшая удельная работа α (59 против 120 Дж/см^2). Изменяется также и характер разрушения от сдвига до разрыва. Сдвиг происходит при небольшой величине $\tau = 17\text{ МПа}$. Сдвиг снижает свойства ГKM, поскольку прочность волокон не используется полностью, не доводится до разрыва.

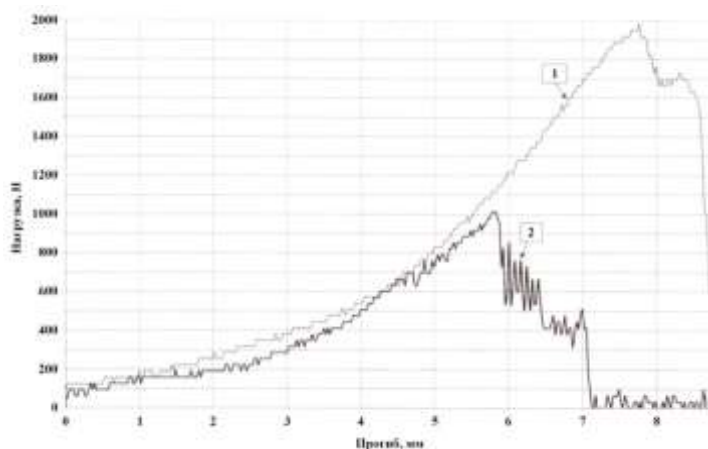


Рис. 3 – Диаграммы деформации и разрушения ударом методом РУ (ИВ) ГKM на основе гибридного волокна, состоящего из 56 % арамидных волокон Армос® и 44 % активированных плазмой пропана СВМПЭ-волокон Дунеема®SK-75 с матрицей:
1 – ПМ и 2 – ЖМ

Наиболее высокую прочность имеют ГKM, в которых на всех этапах нагружения, вплоть до разрушения происходит совместная деформация матрицы и упрочняющего волокна.

Таблица 3

Свойства ГKM, состоящих из арамидных волокон Армос® (56%) и активированных плазмой пропана CBMПЭ-волокон Dyneema®SK-75 (44%) с пластичной ПМ и жесткой матрицей (рис. 3, кривые 1 и 2)

Матрица	α , Дж/см ²	σ , МПа	ε , %	τ , МПа	ρ , г/см ³	Характер разрушения
Пластичная (кривая 1)	120	1104	2,5	-	1,24	Разрыв
Жесткая (кривая 2)	59	704	1,5	17	1,24	Сдвиг

Более прочный ГKM с пластичной матрицей ПМ (рис. 3, кривая 1) разрушается разрывом обоих волокон одновременно. Разрушение ГKM начинается в результате удара при нагрузке ~100 Н. С первого момента действия удара возникает ступенчатая деформация, которая увеличивается с постоянным разрывом филаментов волокон. Деформируются одновременно оба волокна и матрица. Разрушение ГKM наступает при исчерпании прочности волокон в результате действия нагрузки и накопления разрывов филаментов (ступеньки на кривой деформации).

Таблица 4

Свойства ГKM и ПКМ с матрицей ПМ при разрушении ударом методом РУ (IB): ГKM, армированных гибридным волокном из арамидных волокон Армос® (56%) и активированных плазмой пропана CBMПЭ-волокон Dyneema®SK-75 (44%) (рис. 3); ПКМ, упрочнённых на 100% волокном Армос®, и ПКМ на 100% только из волокна Dyneema®SK-75

Свойства материалов	Армирующие волокна		
	100% Dyneema®SK-75	44% SK-75: 56 % Армос®	100% Армос®
	Работа [6]	Кривая 1, рис. 3	Кривая 1, рис. 2
α , Дж/см ²	95	120	99
σ , МПа	1123	1104	896
ε , %	1,8	2,5	2,1
τ , МПа	26	-	21,5
ρ , г/см ³	0,97	1,24	1,45
Характер разрушения	Сдвиг	Разрыв	Сдвиг

Для оценки результатов гибридизации в табл. 4 наряду со свойствами армополиэтиленпластика приведены свойства при ударе ПКМ, состоящих на 100 % только из волокна Армос® и на 100 % из СВМПЭ-волокна Дупеема®SK-75.

Прочность гибрида с матрицей ПМ составила $\sigma = 1104$ МПа и достигла прочности КМ из волокна SK-75, хотя его содержание в гибридном волокне было только 44 %, а не 100 %. Удельная работа разрушения α повысилась до 120 Дж/см^2 , что на 26 и 21 % выше для ПКМ из волокон SK-75 и Армос®, у которых величина α составляет 95 и 99 Дж/см^2 , соответственно. Гибрид получился на 17% легче ПКМ из волокна Армос®, а его свойства выше свойств компонентов.

Необходимо подчеркнуть сложный механизм взаимодействия волокон в гибриде при его нагружении и деформации и его нелинейность. В таком гибриде изменяется характер разрушения волокон. Гибрид разрушается разрывом, тогда как ПКМ на основе волокон, состоящих из 100%-ного Армоса® и 100 %-ного СВМПЭ-волокна разрушаются сдвигом.

Таким образом, гибридизация армирующих волокон является мощным средством управления свойствами создаваемых композиционных материалов. Гибридные волокна позволяют получать из них плетёные трёхмерные объёмные конструкции для создания изделий из ГKM по аддитивным технологиям, которые хорошо противостоят ударным нагрузкам.

Выводы и рекомендации

1. Перспективным направлением создания новых материалов является применение гибридных волокон, в которых близость различных упрочняющих волокон, выбор их сочетания и количества дают возможность управлять механизмами деформации и разрушения ГKM. Соотношение волокон в гибридном волокне изменяет характер разрушения от разрыва композита до сдвига волокна в матрице.

2. Наиболее высокую прочность имеют ГKM, в которых на всех этапах нагружения, вплоть до разрушения происходит совместная деформация матрицы и упрочняющего волокна. Пример удачного выбора гибридного волокна – это ГKM, состоящий из 56 % Армоса® и 44 % СВМПЭ-волокна Dyneema®SK-75. Гибрид с матрицей ПМ получился на 17 % легче ПКМ, состоящего только из волокна Армос®. Такой гибрид имеет высокие свойства и разрушается разрывом. В то время как составляющие его компоненты по отдельности разрушаются сдвигом. Удельная работа разрушения α этого ГKM повысилась до 120 Дж/см².

3. При ударе происходит взаимодействие между компонентами ГKM, такой композит является анизотропным материалом. Удар вызывает колебательные процессы в ГKM и его ступенчатую деформацию, на которую накладываются разрывы филаментов волокна (пики от разрывов), деформация с вибрацией в виде “цилиндрических пружин” на кривой деформации. Ступенчатая деформация является основным механизмом деформации и разрушения анизотропных ГKM при ударе. Она начинается в момент удара и действует вплоть до разрушения композита.

4. При создании самолётных и других ударопрочных конструкций можно применять эффект задержки разрушения ГKM на основе гибридных волокон, состоящих из углеродных, арамидных и СВМПЭ-волокон.

Работа выполнена по гос. заданиям № 0082-2019-0008 по теме АААА-А20-1200305900042-8 (ФИЦ ХФ РАН) и № 007-00129-18-00 (ИМЕТ РАН).

Литература

1. Каблов Е.Н. «Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» / В сб.: Авиационные материалы и технологии: Юбилейный науч.-технич. сб. (приложение к

журналу «Авиационные материалы и технологии»). М.: ВИАМ. 2012. С. 7–17.

2. Кудинов В.В., Корнеева Н.В. “Влияние прочности соединения волокна с матрицей на свойства армированных пластиков” / В сб. докладов II Всероссийской научно-технической конференции «Роль фундаментальных исследований при реализации Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года»). М.: ФГУП ВИАМ. 2015. С. 10.

3. Marissen R.H. Two main challenges for the future composites technology, cost reduction and strength prediction. In: Proc. of the 10th European Conf. on Composites Materials ECCM-10: Composites for the Future. June 3–7, 2002. Brugge, Belgium: Brugge: European Society for Composite Materials, 2002, Electronic resource, CD-ROM, paper 184.

4. Y. Li, X.J. Xian, C.L. Choy, Meili Guo, Zuoguang Zhang. Compressive and flexural behavior of ultra-high-modulus polyethylene fiber and carbon fiber hybrid composites // Composites Science and Technology. 1999. Vol. 59. P. 13–18.

5. Peijs. T. 1.5 High Performance Polyethylene Fibers. Queen Mary University of London, London, United Kingdom In: Beaumont, P.W.R. and Zweben, C.H. (eds.), Comprehensive Composite Materials II. vol. 1, Pp. 86–126. Oxford: Academic Press © 2018 Elsevier Ltd. DOI:10.1016/B978-0-12-803581-8.09876-3.

6. Кудинов В.В., Крылов И.К., Корнеева Н.В., Мамонов В.И., Геров М.В. Гибридные полимерные композиционные материалы. 2008. № 2. С. 32–37.

7. Кудинов В.В., Крылов И.К., Мамонов В.И., Корнеева Н.В. Увеличение ударной вязкости углепластиков гибридизацией упрочняющих волокон. Физика и химия обработки материалов. 2016. № 1. С. 64–67.

8. Кудинов В.В., Крылов И.К., Мамонов В.И., Корнеева Н.В. Влияние компонентов на свойства гибридных композиционных материалов при ударе. Физика и химия обработки материалов. 2018. № 1. С. 42–49. DOI: [10.30791/0015-3214-2018-1-42-49](https://doi.org/10.30791/0015-3214-2018-1-42-49).

9. Раскутин А.Е., Соколов И.И. Углепластики и стеклопластики нового поколения. Электронный научный журнал “Труды ВИАМ”, 2013, № 4, 48 с. <http://viamworks.ru/plugins/content/journal/uploads/articles/pdf/29.pdf>.

10. Кудинов В.В., Крылов И.К., Мамонов В.И., Корнеева Н.В. Разрушение композиционных материалов при низкоскоростном ударе. Физика и химия обработки материалов, 2018. № 3. С. 66–71. DOI: [10.30791/0015-3214-2018-3-66-71](https://doi.org/10.30791/0015-3214-2018-3-66-71).

11. Кудинов В.В., Крылов И.К., Корнеева Н.В., Мамонов В.И. Оценка динамических свойств армированных пластиков. Физика и химия обработки материалов. 2014. № 6. С. 63–67.

12. Korneeva N.V., Kudinov V.V., Krylov I.K., Mamonov V.I. Properties of fiber reinforced plastics about static and dynamic loading conditions. Polym. Eng. Sci., 2017, v. 57, Pp. 693–696. © Society of Plastics Engineers; DOI: [10.1002/pen.24607](https://doi.org/10.1002/pen.24607).

13. Сергеева Е.А., Корнеева Н.В., Зенитова Л.А., Абдуллин И.Ш. Модификация синтетических волокнистых материалов и изделий неравновесной низкотемпературной плазмой. Часть 2. Свойства, структура, технологии, Казань: Казанский государственный технологический университет (КГТУ), 2011, 254 с.

14. Гарифуллин А.Г., Абдуллин И.Ш., Корнеева Н.В., Кудинов В.В., Скидченко Е.А. Исследование адгезионных свойств гибридных волокон после плазменной обработки. Вестник Казанского технологического университета. 2015. Т.18. № 12. С. 64–66.

15. Корнеева Н.В., Кудинов В.В., Крылов И.К., Мамонов В.И. Влияние матрицы на свойства углепластиков. Химическая физика. 2019. Т. 38, № 9. С. 67–70. DOI: [10.1134/S0207401X19090036](https://doi.org/10.1134/S0207401X19090036).

УДК: 543.421/.424, 54.057

Антиоксидантные свойства комплексов фуллерена C₆₀ с фолиевой кислотой

Рябоконь И.С.¹; Борисенкова А.А.^{1,2}, к.ф.-м.н.; Седов В.П.¹;
Орлова Д.Н.¹; Суясова М.В.^{1,3}, к.ф.-м.н.; Лютова Ж.Б.^{1,2}, к.х.н.

neferirina@yandex.ru

¹*Петербургский институт ядерной физики им. Б.П. Константинова
Национального исследовательского центра «Курчатовский институт»,
Гатчина*

²*Санкт-Петербургский Государственный Технологический институт
(технический университет), Санкт-Петербург*

³*Санкт-Петербургский университет Государственной противопожарной
службы МЧС России, Санкт-Петербург*

Аннотация:

Изучена антиоксидантная активность комплексов фуллерена с поливинилпирролидоном и фолиевой кислотой. Получена зависимость антиоксидантной активности от концентрации.

Ключевые слова:

фуллерен, поливинилпирролидон, фолиевая кислота, антиоксидантная активность.

Введение

Фармпрепараты на основе фуллеренов обладают высоким потенциалом, как противоопухолевые агенты. Однако, исходные фуллерены в воде нерастворимы, т.е. не биосовместимы, что негативно сказывается на возможности целевой доставки. Решением указанной проблемы может стать получение комплексов фуллеренов с биосовместимыми полимерами, а доставку непосредственно к опухолевым клеткам может осуществлять фолиевая кислота, так как фолатных рецепторов у опухолевых клеток больше, чем у нормальных [1]. Эксперименты на мышинных моделях показали, что эффективность применения C_{60} для подавления роста различных опухолей связана как с антиоксидантной активностью C_{60} , так и с блокировкой специфических клеточных рецепторов, в частности рецептора эндотелиального фактора роста [2].

Вышеперечисленные факторы послужили мотивацией для постановки цели настоящего исследования: изучение антиоксидантных свойств комплекса фуллерена с поливинилпирролидоном и фолиевой кислотой.

Экспериментальная часть

Высокоочищенный фуллерен C_{60} получали по способу, включающему обогащение исходного экстракта смеси фуллеренов фракционным концентрированием до 96 ± 2 % по фуллерену C_{60} , хроматографическую очистку раствора полученного концентрата в ароматическом растворителе на активированном угле [3].

Для получения водорастворимых комплексов фуллеренов с полимером (ПВП) и фолиевой кислотой проводился синтез в растворителе – N,N – диметилформамиде (ДМФА). Схема образования комплекса фуллерена C_{60} с поливинилпирролидоном и фолиевой кислотой представлена на рис.1.

Наличие характерных химических связей в комплексах фуллеренов с биомедицинскими полимерами кислотой было определено методом УФ и

ИК-спектроскопии с помощью УФ-спектрометра СФ 2000 (НИЦ «Курчатовский институт» - ПИЯФ).

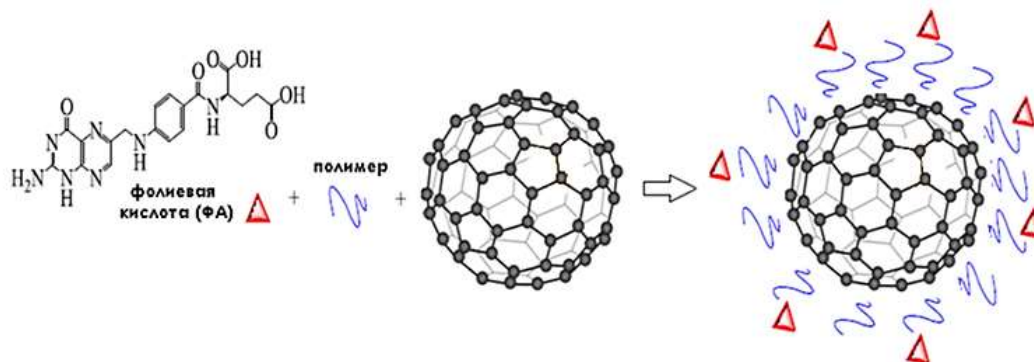


Рис. 1 – Комплекс фуллерена с поливинилпирролидоном и фолиевой кислотой

Об антиоксидантной активности гидроксированных фуллеренов судили по их способности ингибировать аутоокисление адреналина и тем самым предотвращать появление АФК. К 2 мл 0,2 М карбонатного буфера рН=11 добавляли 100 мкл 0,1 % раствора адреналина гидрохлорида, тщательно и быстро перемешивали, помещали в спектрофотометр и определяли оптическую плотность через каждые 30 секунд в течение пятнадцати минут при длине волны 347 нм в кювете с длиной оптического пути 1 см. Затем к 2 мл 0,2 М натрий карбонатного буфера добавляли 50 мкл исследуемого раствора фуллеренола и 0,2 мл 100 мкл 0,1 % раствора адреналина гидрохлорида, перемешивали и измеряли оптическую плотность через 30 секунд в течение пятнадцати минут при длине волны 347 нм в кювете толщиной 10 мм. В кювету сравнения помещали аналогичную смесь за исключением адреналина. Антиоксидантную активность (АА) выражали в процентах ингибирования аутоокисления адреналина и вычисляли по формуле:

$$AA = \frac{(D_1 - D_2) \times 100}{D_1}$$

где D1 – оптическая плотность адреналина; D2 – оптическая плотность адреналина в присутствии фуллеренола.

Результаты и их обсуждение

Антиоксидантная активность комплекса фуллерена C_{60} в концентрациях от 2 мг/мл до $2 \cdot 10^{-7}$ мг/мл оценивалась по ингибированию супероксид радикала $O_2^{\cdot-}$ в реакции в реакции аутоокисления адреналина в щелочной среде *in vitro*.

Полученные значения антиоксидантной активности фуллерена представлены в таблице 1.

Таблица 1

Антиоксидантная активность фуллеренов

С, мг/мл	АА, %
2	18,1 ($\pm 0,1$)
$2 \cdot 10^{-1}$	22,7 ($\pm 0,1$)
$2 \cdot 10^{-2}$	19,2 ($\pm 0,1$)
$2 \cdot 10^{-3}$	2,7 ($\pm 0,1$)
$2 \cdot 10^{-4}$	14,0 ($\pm 0,1$)
$2 \cdot 10^{-5}$	11,0 ($\pm 0,1$)
$2 \cdot 10^{-6}$	14,8 ($\pm 0,04$)
$2 \cdot 10^{-7}$	13,0 ($\pm 0,2$)

Значение АА более 10 % свидетельствует о существенной антиоксидантной активности.

Как видно из таблицы 1, антиоксидантная активность фуллеренов нелинейно зависит от концентрации. Наибольшая АА наблюдается при концентрации 10^{-1} – 10^{-2} мг/мл.

Вывод

1. Изучены антиоксидантные свойства комплекса фуллерена с поливинилпирролидоном и фолиевой кислотой. Показано, что наибольшая антиоксидантная активность наблюдается при концентрации 10^{-1} – 10^{-2} мг/мл.

Литература

1. Garcia-Bennett A., Nees M., Fadeel B. In search of the Holy Grail: folate-targeted nanoparticles for cancer therapy // Biochemical pharmacology. – 2011. – Т. 81. – №. 8. – С. 976–984.
2. Prylutska S., Burlaka A.P., Klymenko P.P. et al. Using water-soluble C60 fullerenes in anticancer therapy. Cancer Nanotechnol 2011; 2: 105–10.
3. Грушко Ю.С., Седов В.П., Колесник С.Г. Способ получения фуллерена C60: патент РФ № 2456233, заяв. 13.08.2010. опубл. 20.07.2012. Бюл. № 20.

УДК: 543.421/.424, 543.424.2

Структурные особенности водорастворимых производных эндометаллофуллеренов по данным ИК-, КР- и УФ-Вид- спектроскопии

Титова А.В.¹; Суясова М.В.^{1,2}, к.ф.-м.н.; Седов В.П.¹;

Орлова Д.Н.¹; Иванов А.В.², к.т.н.;

Борисенкова А.А.^{1,3}, к.ф.-м.н.; Лютова Ж.Б.^{1,3}, к.х.н.

anna.titova.v@mail.ru

¹*Петербургский институт ядерной физики им. Б.П. Константинова
Национального исследовательского центра «Курчатовский институт»*

²*Санкт-Петербургский университет Государственной
противопожарной службы МЧС России, Санкт-Петербург*

³*Санкт-Петербургский Государственный Технологический институт
(технический университет), Санкт-Петербург*

Аннотация:

Рассмотрены методы ИК-, КР- и УФ-Вид-спектроскопии для идентификации водорастворимых производных эндометаллофуллеренов. Установлено, что наиболее полную информацию о наличии ОН-групп несет метод ИК- спектроскопии. Также была обнаружена предельная концентрация исходных образцов, при которой наблюдаются максимумы в спектрах оптического поглощения, связанные с присутствием гидроксильных групп. Метод КР-спектроскопии не дал существенной информации.

Ключевые слова:

гидроксирование, эндометаллофуллерены, ИК, КР-и УФ-Вид-спектроскопия

Введение

Фуллерен – аллотропная форма углерода, представляющая выпуклый многогранник, состоящий из 60 и более атомов углерода. Фуллерен знаменит благодаря своим уникальным свойствам и может быть использован как в медицине, так и в химической и фармацевтической промышленности [1]. Он обладает противовирусными, противовоспалительными и антиоксидантными свойствами.

Производные фуллерена могут выступать как потенциальные агенты для борьбы со СПИДом, поскольку они обладают выраженной ингибирующей активностью по отношению к вирусу иммунодефицита человека (ВИЧ), разрушающего иммунную систему организма [2].

Известно использование фуллерена для фотодинамической терапии рака. Конденсированные ароматические кольца, присутствующие в соединении, приводят к расширенной π -сопряженной системе молекулярных орбиталей и, следовательно, к значительному поглощению видимого света. Поглощение видимого света позволяет фуллеренам действовать в качестве фотосенсибилизаторов и превращать обычный кислород (триплетный) в высокоактивный (синглетный), который, в свою очередь, уничтожает злокачественные клетки [3].

В последнее время все большее применение находят эндометаллофуллерены (фуллерены с атомами других химических элементов внутри углеродного каркаса). Они могут быть использованы при разработке эффективных контрастных материалов для томографических методов диагностики (магнитно-резонансных, рентгеновских), а также при получении радиоактивных меток и радиофармпрепаратов (радиоактивных изотопов) путём активации ядер тяжёлых атомов внутри фуллереновых каркасов, облучённых нейтронами или протонами [4].

Следует отметить, что чистые фуллерены не могут быть использованы в медицине из-за того, что они не растворимы в воде, имеют низкую

биосовместимость, склонны к образованию агрегатов и практически не выводятся из организма, поэтому для эффективного использования в медицинских целях пригодны только водорастворимые производные фуллерена для чего используют функционализацию фуллеренов через присоединение групп $-\text{NH}_3$, $-\text{OH}$, $-\text{COOH}$. Наиболее освоенным является присоединение гидроксильных групп [5].

В НИЦ «Курчатовский институт» - ПИЯФ разработан метод получения эндометаллофуллеренолов [6]. При этом, в начале получают фуллерен-содержащую сажу испарением лантаноидо-содержащего графитового электрода, пустотелые фуллерены из сажи удаляют экстракцией слабополярным ароматическим растворителем о-ксилолом, а эндометаллофуллерены экстрагируют сильнополярным растворителем – диметилформамидом с добавкой 0.1–0.2 %об. гидразин гидрата. Полученный продукт переводят в твердую фазу с последующим ее гидрокислированием разбавленным водным 15–20 % раствором перекиси водорода до образования коричневого целевого раствора, который осаждают смесью, содержащей изопропиловый спирт и гептан в соотношении 90:10. Для идентификации полученного продукта и описания его структуры и свойств необходим анализ различными аналитическими методами.

Целью данной работы являлось исследование физико-химических характеристик водорастворимых производных эндометаллофуллеренов: Gd, Dy, Pr, Ho, Tb, Sm, Eu, Tm методами ИК-, КР-и УФ-Вид-спектроскопии.

К конкретным задачам мы отнесли оценить возможность использования данных методов для идентификации полученных производных, а также определить количество ОН-групп, присоединенных к фуллереновому каркасу.

Экспериментальная часть

Объекты и исходные материалы. Эндометаллофуллерены лантаноидов были получены при испарении в атмосфере гелия в электрической дуге графитового электрода, содержащего макроциклический прекурсор – смесь окислов редко-земельных элементов (Gd, Dy, Pr, Ho, Tb, Sm, Eu, Tm). Действующая реакторная установка принадлежит НИЦ «Курчатовский институт» - ПИЯФ (Гатчина). Эндоэдральное строение каркасных углеродных наночастиц, выделенных из сажи, подтверждали методом EXAFS-спектроскопии [4].

Методы исследования

Спектры поглощения растворов фуллеренов в ДМФА регистрировались с помощью спектрофотометра СФ-2000. Инфракрасные спектры (ИК) исследуемых порошковых образцов были получены с использованием ИК Фурье спектрометра ФСМ-1201 (ООО «Мониторинг») в интервале полос пропускания $400\text{--}4000\text{ см}^{-1}$ с применением приставки многократного нарушенного полного внутреннего отражения горизонтального типа МНПВО36. Измерения проводили на исходных порошках и на прессованных таблетках бромида калия. Спектры комбинационного рассеяния (КР) исследуемых порошковых образцов были получены на приборе Ntegra-Spectra (длина волны лазера - 532 нм, решетка 600/600, мощность лазера 22 мВт). При измерении спектров комбинационного рассеяния процесс фотополимеризации контролировали по смещению Раман-активных мод $H_g(1)$ и $A_g(2)$, последняя из которых особо чувствительна к ковалентному связыванию фуллеренов и смещается от 1469 см^{-1} до $\sim 1458\text{ см}^{-1}$ по мере протекания трансформации [7–9].

Результаты и их обсуждение.

Были исследованы спектры оптического поглощения эндометаллофуллеренов лантаноидов (Gd, Dy, Pr, Ho, Tb, Sm, Eu) при различных концентрациях, один из которых представлен на рисунке 1.

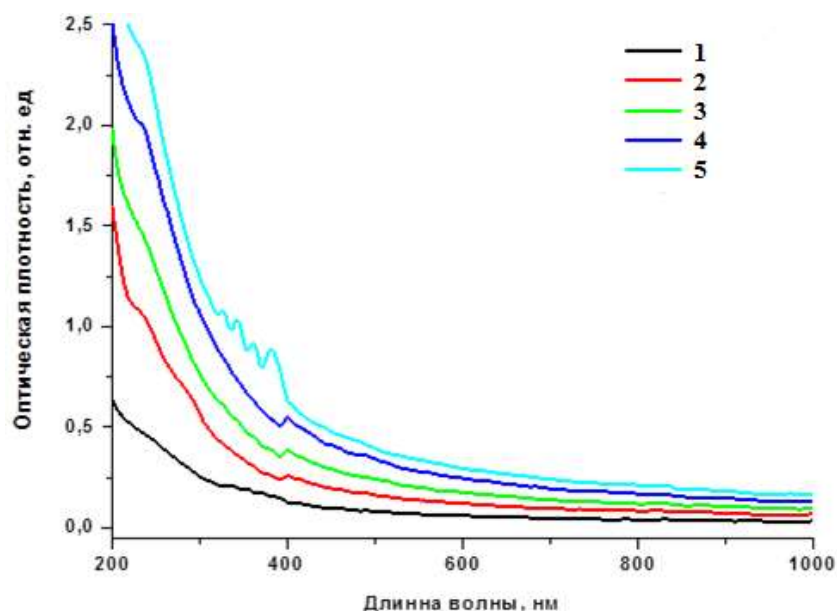


Рис. 1 – Спектры оптического поглощения $\text{Eu@C}_{82}(\text{OH})_{40}$
(1 – 0.001 %масс.; 2 – 0.002 %масс.; 3 – 0.003 %масс.;
4 – 0.004 %масс.; 5 – 0.005 %масс.)

При концентрации 0.005 % для всех образцов наблюдаются максимумы поглощения при 294.0, 326.0, 342.5, 362.0 и 380.5 нм. Для образцов с Tb, Ho обнаружены также общие максимумы поглощения при 314 нм (рис. 2, 3), а для Eu, Gd (рис. 4), Tb была обнаружена общая полоса при 224–235 нм.

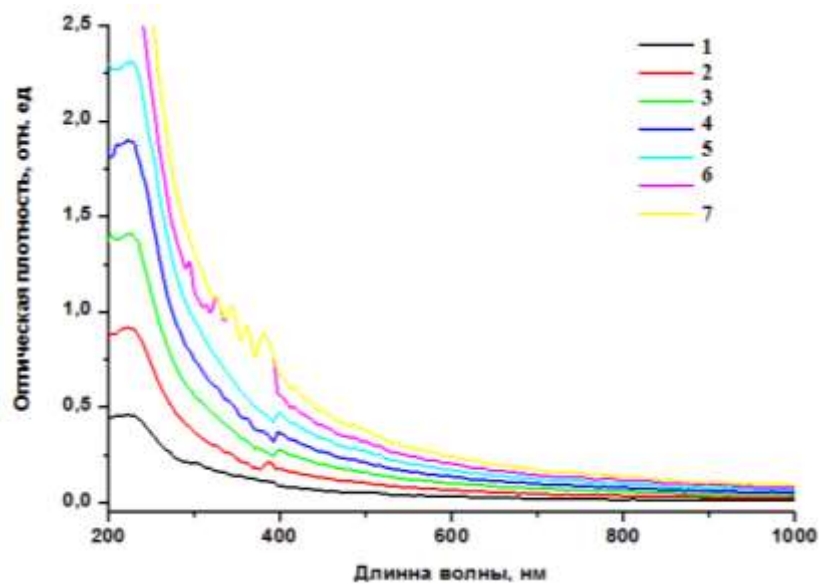


Рис. 2 – Спектры оптического поглощения Tb@C₈₂(OH)₄₀
(1 – 0.001 %масс.; 2 – 0.002 %масс.; 3 – 0.003 %масс.;
4 – 0.004 %масс.; 5 – 0.005 %масс., 6 – 0.006 %масс.; 7 – 0.007 %масс.)

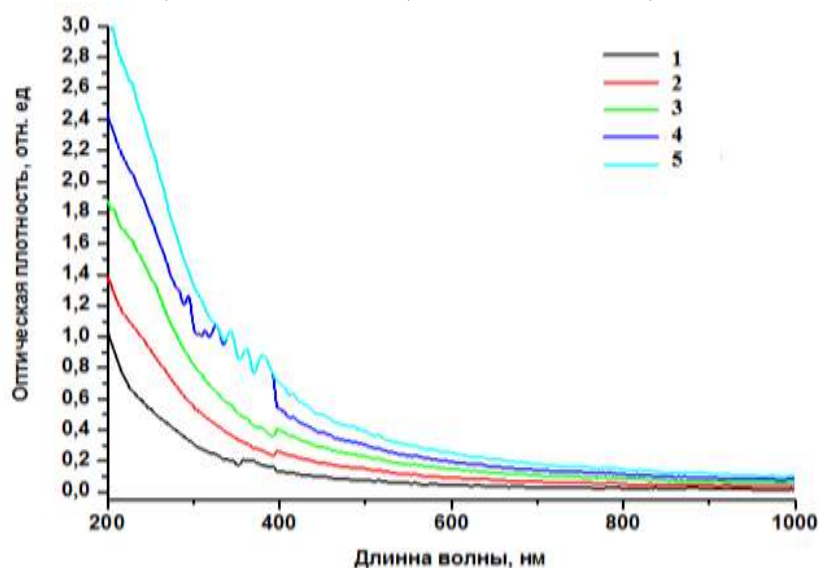


Рис. 3 – Спектр оптического поглощения Ho@C₈₂(OH)₄₀
(1 – 0.001 %масс.; 2 – 0.002 %масс.; 3 – 0.003 %масс.;
4 – 0.004 %масс.; 5 – 0.005 %масс.)

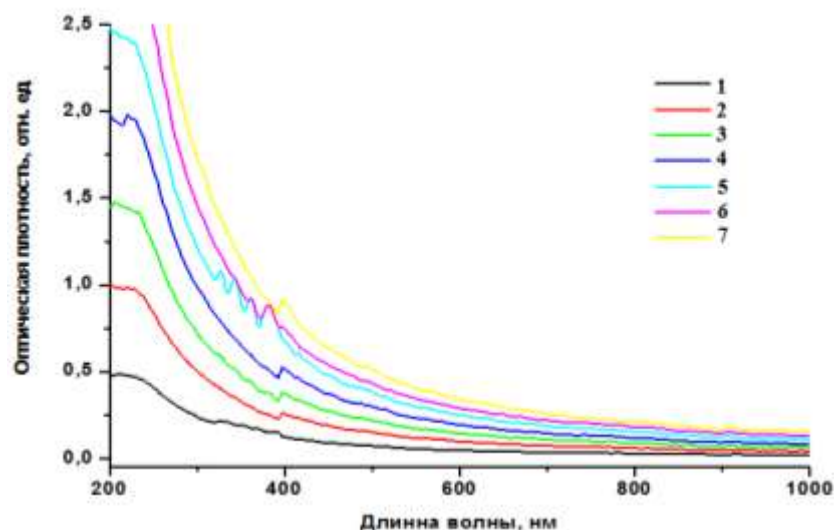


Рис. 4 – Спектр оптического поглощения $\text{Gd@C}_{82}(\text{OH})_{40}$
(1 – 0.001 %масс.; 2 – 0.002 %масс.; 3 – 0.003 %масс.;
4 – 0.004 %масс.; 5 – 0.005 %масс.; 6 – 0.006 %масс.; 7 – 0.007 %масс.)

Полученные данные могут быть связаны с наличием π – π^* и n – π^* электронных переходов молекул фуллеренолов, что может являться доказательством присутствия у молекул фуллерена заместителей-гидроксильных групп.

В ИК-спектрах исследуемых фуллеренолов (рис. 5), просушенных в вакууме при температуре 80 °С, были обнаружены полосы характерные для самих фуллеренов: 612, 1428 см^{-1} ; также наблюдались полосы: 769–650, 955–890 см^{-1} и 1330–1385 см^{-1} , характерные для внеплоскостных колебаний связанной ОН группы и С-О-Н деформационные колебания ОН-группы.

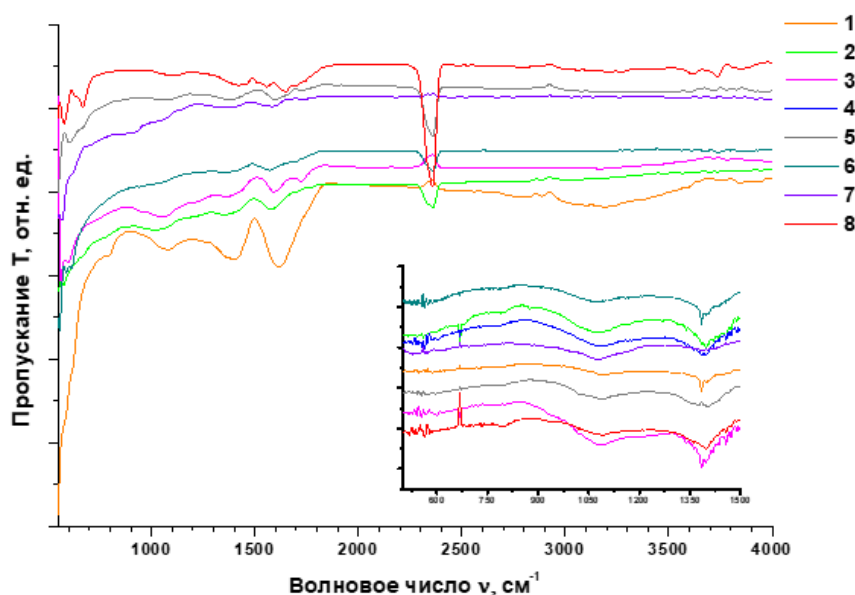


Рис. 5 – ИК-спектры водорастворимых производных эндометаллофуллеренов лантаноидов в виде порошков, приставка МНПВО36: 1 – Dy@C_{2n}(OH)₄₀; 2 – Eu@C_{2n}(OH)₄₀; 3 – Gd@C_{2n}(OH)₄₀; 4 – Ho@C_{2n}(OH)₄₀; 5 – Pr@C_{2n}(OH)₄₀; 6 – Sm@C_{2n}(OH)₄₀; 7– Tb@C_{2n}(OH)₄₀; 8 – Tm@C_{2n}(OH)₄₀. На вставке – ИК-спектры, полученные в виде таблеток бромида калия

В спектрах комбинационного рассеяния исследуемых образцов проявляется общая тенденция (рис. 6): отсутствует большинство разрешенных мод исходных фуллеренов и проявляется две широкие полосы при 1333 и 1569 см⁻¹. Обнаруженные интенсивные полосы близки к D и G модам, что указывает на промежуточный характер гибридизации между sp² и sp³ для большинства валентных C–C-связей в исследуемых фуллеренолах. О наличии фуллеренов можно судить по присутствию «дыхательной» моды A_g(1) вблизи 500 см⁻¹, которая характерна для фуллерена C₆₀ [10]. Ее смещение с 496 см⁻¹ до 484 см⁻¹, а также наличие большого количества максимумов в области 1392–1470 см⁻¹ указывает на образование смеси гидроксипроизводных эндометаллофуллеренов с различным количеством присоединенных OH-групп к молекуле фуллерена.

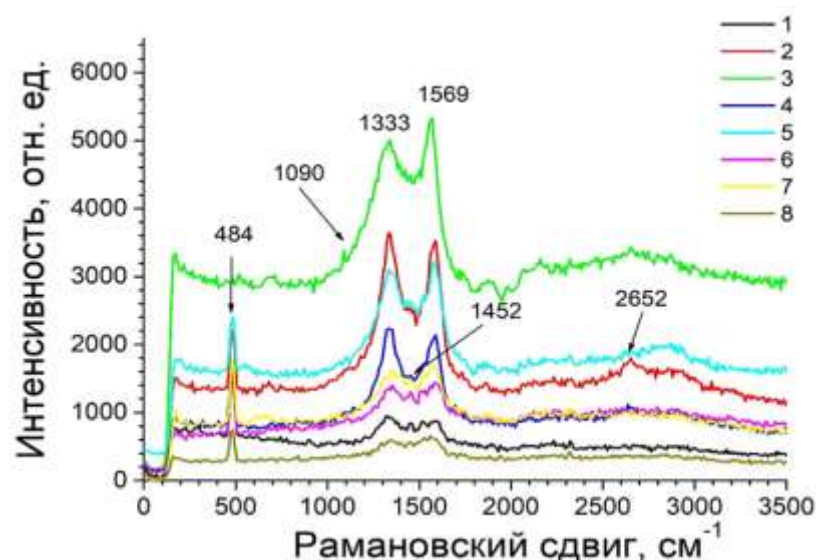


Рис. 6 – КР-спектры порошковых образцов водорастворимых производных эндометаллофуллеренов лантаноидов: 1 – $\text{Dy@C}_{2n}(\text{OH})_{40}$; 2 – $\text{Eu@C}_{2n}(\text{OH})_{40}$; 3 – $\text{Gd@C}_{2n}(\text{OH})_{40}$; 4 – $\text{Ho@C}_{2n}(\text{OH})_{40}$; 5 – $\text{Pr@C}_{2n}(\text{OH})_{40}$; 6 – $\text{Sm@C}_{2n}(\text{OH})_{40}$; 7 – $\text{Tb@C}_{2n}(\text{OH})_{40}$; 8 – $\text{Tm@C}_{2n}(\text{OH})_{40}$

Выводы

1. В работе исследованы водорастворимые эндометаллофуллерены методами ИК, КР и УФ-Вид спектроскопии.
2. Показано, что наиболее информативным на данный момент является метод ИК-спектроскопии
3. Получить информацию о количестве ОН-групп на поверхности фуллеренового каркаса ни одним из исследуемых методов не удалось.

Литература

1. Пат. 2630561 РФ, МПК С01В 32/156, В82В 3/00, В82У 40/00. Способ получения водно-солевых дисперсий фуллерена / Пургина Д.Д., Андреев С.М., Шершакова Н.Н., Барабошкина Е.Н., Хайтов М.Р.; заявитель и патентообладатель Федеральное государственное бюджетное учреждение "Государственный научный центр "Институт иммунологии" Федерального медико-биологического агентства России. - № 215145015 ; заявл. 20.10.2015 ; опубл.11.09.2017, Бюл. № 12.

2. Фуллерены: биомедицинский аспект / Андреев С.М., Башкатова Е.Н., Пургина Д.Д. // иммунология. – 2015. № 1. С. 57–61.
3. Functionalized fullerenes mediate photodynamic killing of cancer cells: Type I versus Type II photochemical mechanism / Mroz P., Pawlak A. , Satti M // Free Radical Biology & Medicine. – 2007. № 43. С. 711–719.
4. Полимерные комплексы эндофуллерепа Fe@с60 биомедицинского назначения / Евлампиева Н. П., Лебедев В. Т., Сжогина А.А.[и др.]. // Вестник СПбГУ. Физика и химия. - 2018. Т. 5 (63). Вып. 2. С. 86–96.
5. Седов В. П. Методы синтеза и идентификации гидрокислированных производных фуллеренов – фуллеренолов : учеб.-метод. пособие / В. П. Седов.- Гатчина: НИЦ «Курчатовский институт», 2014. 42 с.
6. Пат. 2659972 РФ, МПК C01B 32/156, B82B 3/00, B82Y 40/00. Способ получения водорастворимых гидрокислированных производных эндометаллофуллеренов лантаноидов / Седов В.П., Сжогина А.А., Суясова М.В., Шилин В.А. Лебедев В.Т.; заявитель и патентообладатель ФГБУ "ПИЯФ" – № 2016151106 ; заявл. 23.12.2016 ; опубл. 04.07.2018, Бюл. № 19.
7. Zhou P. et al. C. Eloi, MS Meiser. SL Ren, X.-X. Bi. PC Eklund, MS Dresselhaus, 'Photo-assisted structural transition and oxygen diffusion in solid C60 films', Appl //Phys. Lett. – 1992. – Т. 60. №. 23. С. 2871–2873.
8. Rao, A. M.; Eklund, P. C.; Venkatswaran, U. D.; Tucker, J.; Duncan, M. A.; Bendele, G. M.; Nuenez-Regueiro, M.; Bashkin, I. O.; Ponyatovsky, E. G.; Morovsky, A. P. Appl. Phys. A 1997, 64, 231–239.
9. Sathish, M., Miyazawa, K., & Sasaki, T. (2007). Nanoporous Fullerene Nanowhiskers. Chemistry of Materials, 19(10), 2398–2400. doi:10.1021/cm070114a.
10. Dresselhaus M. S., Dresselhaus G., Eklund P. C. Raman scattering in fullerenes //Journal of Raman Spectroscopy. – 1996. Т. 27. №. 3-4. С. 351–371.

УДК 620.1; 663.18

Оценка микробиологического фактора очистки промышленных вод от техногенных загрязнителей

Турова Т.П.¹; Соколова Д.Ш.¹; Семёнова Е.М.¹;

Назина Т.Н.¹; Лаптев А.Б.², д.т.н.

¹*Институт микробиологии им. С.Н. Виноградского, ФИЦ Биотехнологии РАН, Москва*

²*Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)*

Аннотация:

*С использованием метода высокопроизводительного секвенирования гена 16S рРНК и биоинформатического анализа определено разнообразие и потенциальная функциональная активность бактерий, развивающихся на поверхности образцов полимеров в водоемах. Наибольшая потенциальная способность к деградации полимеров была обнаружена для микробного сообщества сточной воды нефтехимического предприятия, где потенциальными деструкторами полиэтилентерефталата (ПЭТ) были бактерии родов *Pseudomonas* и *Acidovorax*, а деструкторами полистирола (ПС) были бактерии родов *Pseudomonas* и *Arenimonas*.*

Ключевые слова:

биодеструкция, полиэтилентерефталат, полистирол, секвенирование, фермент

Расширение производства, применения и утилизации полимерных композиционных материалов (ПКМ) связано с их высокой стойкостью в природных средах по сравнению с традиционными стальными конструкциями. Экологически безопасный и получающий все большее распространение метод утилизация бытовых и промышленных отходов – это биологическая утилизация [1, 2].

Показано, что на биологических очистных сооружениях активно развиваются бактерии, способные к биодеструкции широкого ряда химически синтезированных соединений. С течением времени количество микроорганизмов приспосабливается к окружающим условиям, появляются доминантные штаммы и ил становится менее разнообразным по составу, то есть ил становится неспособным к утилизации разовых выбросов как известных химических веществ, так и новых [3, 4]

Для каждого типа бактерий существуют оптимальные условия жизнедеятельности, при которых они наиболее полно могут реализовать свою функцию по очистке сточной воды. Максимальное приближение к оптимальным условиям обеспечит удаление загрязнителей на 90,00–99,99%. Для поддержания эффективности биологически активного ила необходимо на регулярной основе проводить следующие действия:

1. Оценка эффективности проводимых мероприятий;
2. Отбор и подготовка образцов активного ила;
3. Определение состава питательных сред, условия культивирования и учёта микроорганизмов.
4. Определение состава микробного сообщества методом анализа генов 16S рРНК.
5. Выделение чистых культур бактерий
6. Культивирование штаммов, активных по отношению к утилизируемым химическим веществам.

7. Регулирование состава питательных сред и состава биологически активного ила.

1. Оценка экономической эффективности

В соответствии с Приказом Минприроды России от 13 апреля 2009 г. N 87 "Об утверждении Методики исчисления размера вреда, причиненного водным объектам вследствие нарушения водного законодательства" (с изм. 2014 г.);

1. Исчисление размера вреда, причиненного водному объекту сбросом вредных (загрязняющих) веществ в составе сточных вод и (или) дренажных (в том числе шахтных, рудничных) вод, производится по формуле:

$$Y = K_{\text{вг}} \times K_{\text{в}} \times K_{\text{ин}} \times \sum_{i=1}^n H_i \times M_i \times K_{\text{кз}},$$

где: Y – размер вреда, тыс. руб.;

$K_{\text{вг}}$ – коэффициент, учитывающий природно-климатические условия в зависимости от времени года, определяется в соответствии с таблицей 1 приложения 1 к настоящей Методике; $K_{\text{в}}$ – коэффициент, учитывающий экологические факторы (состояние водных объектов), определяется в соответствии с таблицей 2 приложения 1 к настоящей Методике; $K_{\text{ин}}$ – коэффициент индексации, учитывающий инфляционную составляющую экономического развития, определяется в соответствии с п.11.1 настоящей Методики; H_i – таксы для исчисления размера вреда от сброса i -го вредного (загрязняющего) вещества в водные объекты определяются в соответствии с таблицей 3 приложения 1 к настоящей Методике, тыс. руб./т; M_i – масса сброшенного i -го вредного (загрязняющего) вещества определяется по каждому загрязняющему веществу в соответствии с главой IV настоящей Методики, т; $K_{\text{кз}}$ – коэффициент, учитывающий интенсивность негативного воздействия вредных (загрязняющих) веществ на водный объект,

определяется в соответствии с пунктом 11.2 настоящей Методики.

Если количество сточной воды составляет минимум 50 т/час.

В качестве примера рассчитаем эффективность по органическому загрязнителю – этиленгликолю и металлу – железу.

$$M_i = Q \times (C_{\phi} - C_{\text{д}}) \times T \times 10^{-6}, \quad (2)$$

где: $Q = 50 \text{ м}^3/\text{ч}$; C_{ϕ} – за период сброса средняя фактическая концентрация вредных (загрязняющих) веществ в сточных водах составила: $C_{\text{д}}$ – допустимая концентрация вредного (загрязняющего) вещества в соответствии с НДС (ПДС) равняется фоновой и составляет: H_i – такса для исчисления размера вреда от загрязнения водных объектов в соответствии с таблицей 3 Методики; $K_{\text{вг}}$ – в соответствии с таблицей 1 Методики равен 1,25; $K_{\text{в}}$ – в соответствии с таблицей 2 Методики равен 1,41; $K_{\text{ин}}$ – в соответствии с пунктом 11.1 Методики равен 1; $K_{\text{кз}}$ – в соответствии с пунктом 11.2 Методики равен: 1-2

Экономический эффект по снижению выплат экологических штрафов в зависимости от количества превышений предельно допустимой концентрации приведен на рисунке 1.

На рисунке 1 приведен график изменения суммы штрафов в зависимости от превышения ПДК в сточной воде железа и этиленгликоля.



Рис. 1 – График изменения суммы штрафов в зависимости от превышения ПДК в сточной воде железа и этиленгликоля

Из рисунка 1 видно, что суммы штрафов составляют от десятков тысяч рублей (корректировка состава ила не эффективна) до сотен миллионов рублей (корректировка состава эффективна).

2. Отбор и подготовка образцов активного ила производится путем отбора ила и его фильтрации на фильтре с микронной ячейкой.

3. Определение состава питательных сред, условия культивирования и учёта микроорганизмов определяются в соответствии с регламентом обработки ила и химическим анализом воды в каждой секции иловых отстойников аэро- и метатенков.

4. Определение состава микробного сообщества методом анализа генов 16S рРНК.

ДНК, экстрагированную из биообразцов, используют для создания библиотек фрагментов V3–V4 региона гена 16S рРНК методом высокопроизводительного секвенирования [9]. У бактерий, входящих в сообщества, с помощью модуля “Local Mapper” программы iVcodak проводится анализ представленности ферментов путей раздела “Метаболизм и деградация ксенобиотиков” (включающего пути деградации различных химических веществ) [6–9]. Современные методы метагеномики позволяют изучать разнообразие микроорганизмов на поверхности пластмасс, что способствует поиску потенциальных микроорганизмов-деструкторов пластмасс в различных природных и техногенных средах.

В настоящей работе определено разнообразие и потенциальная функциональная активность бактерий, развивающихся на поверхности образцов ПЭТ и ПС в пресноводных и морских водоемах и в охлаждающей воде нефтехимического предприятия. Высокая потенциальная способность к деградации ПЭТ была обнаружена у микробного сообщества охлаждающей воды нефтехимического предприятия. В этом сообществе присутствовали бактерии рода *Pseudomonas*, доля которых в составе сообщества существенно увеличивалась к концу экспозиции образцов ПЭТ, что возможно связано с

участием этих бактерий в разрушении ПЭТ. Сточные воды нефтехимических предприятий являются возможным источником бактерий-деструкторов ПЭТ, способных утилизировать отходы производства пластмасс.

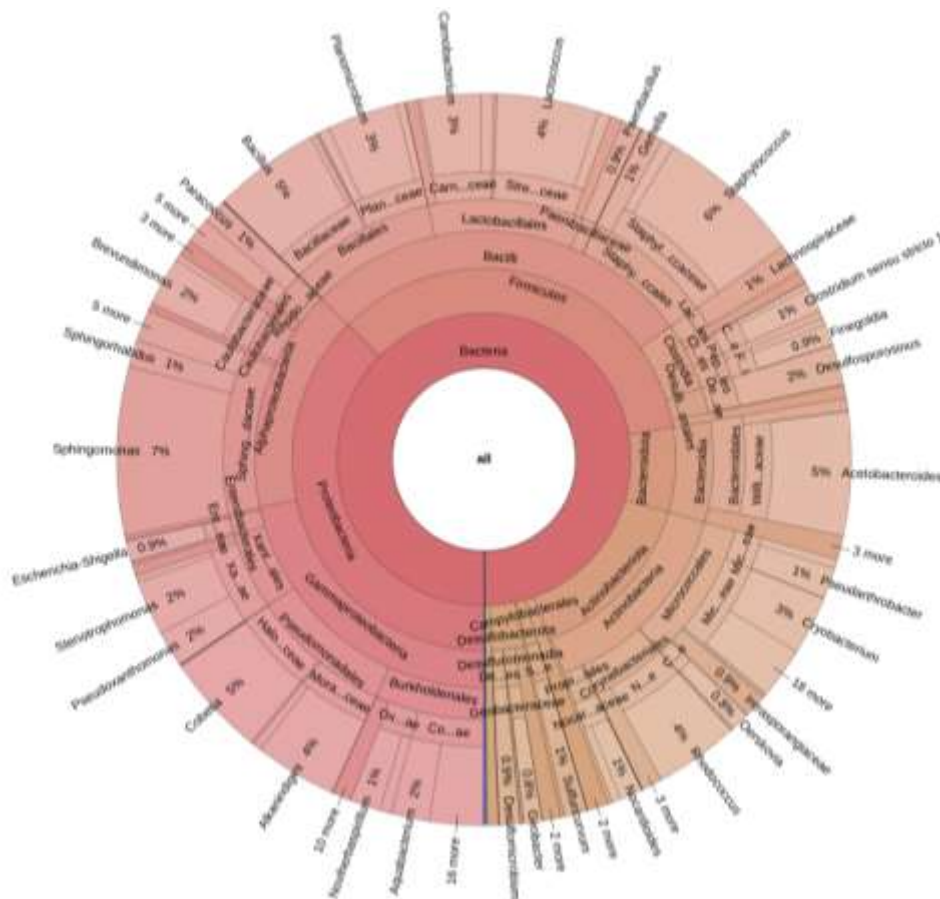


Рис. 2 – Бактериальное разнообразие биологически активного ила

Из рисунка 2 видно, что в составе активного ила присутствуют бактерии разных таксономических групп, которые обладают широким спектром метаболических возможностей. Стимуляция роста целевых групп позволяет скорректировать функциональную активность сообщества активного ила в целом.

Выводы

Проблема утилизации бытовых и промышленных отходов пластмасс приобрела общемировое значение. Перспективным для решения этой проблемы является использование микроорганизмов, способных не только разрушать сами полимеры, но и использовать для своего метаболизма токсичные продукты их распада.

При сбросе оборотной воды нефтехимических предприятий возможно попадание специфических биодеструкторов полимеров в поверхностные водоемы, заражение акватории и разрушение технических изделий и сооружений.

Проводимые исследования позволяют не только выявить микроорганизмы-биодеструкторы специфических химически синтезированных загрязнителей, но и подойти к разработке нормативов по сбросу бактерий в водоемы для обеспечения экологической безопасности.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований Договор № 18-29-05033\18 на выполнение гранта "Физическое и химическое воздействие организмов биодеструкторов на полиэфирные материалы в различных климатических зонах".

Литература

1. Tourova T., Sokolova D., Nazina T., Grouzdev D., Kurshev E., Laptev A. Biodiversity of microorganisms colonizing the surface of polystyrene samples exposed to different aqueous environments // Sustainability. 2020. V. 12. Article 3624. DOI: 10.3390/su12093624.

2. Лаптев А.Б., Турова Т.П., Соколова Д.Ш., Назина Т.Н., Груздев Д.С., Куршев Е.В. Метод экспресс-определения организмов-биодеструкторов полимерных композиционных материалов в природных средах // В сборнике: Полимерные композиционные материалы нового поколения и технологии их переработки. Материалы Всероссийской научно-технической конференции. Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов. Москва, 2020. С. 172–185.

3. Лаптев А.Б., Ермишев В.Ю., Старцев В.О., Соколова Д.Ш. Применение методов молекулярной биологии для оценки биостойкости // В

сборнике: XII Всероссийская конференция по испытаниям и исследованиям свойств материалов "ТестМат" по тематике "Современные аспекты в области исследований структурно-фазовых превращений при создании материалов нового поколения". Материалы Всероссийской конференции. 2020. С. 471–478.

4. Турова Т.П., Назина Т.Н., Соколова Д.Ш., Лаптев А.Б. Видовые особенности микробиологического заражения полимерных материалов в морской и пресной воде // В сборнике: Роль фундаментальных исследований при реализации Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года. Материалы VI Всероссийской научно-технической конференции. 2020. С. 61–77.

5. Турова Т.П., Соколова Д.Ш., Т. Н. Назина Т.Н., Груздев Д.С., Лаптев А.Б. Филогенетическое разнообразие микробных сообществ с поверхности полиэтилентерефталатных материалов при экспозиции в водных средах. Микробиология. 2020. Т. 89. № 1. С. 99–110. DOI: 10.1134/S0026365620010152.

6. Лаптев А.Б., Турова Т.П., Соколова Д.Ш. Деструкция полиэфиров микроорганизмами-обрастателями в водных средах. В сборнике: Климат-2019: Современные подходы к оценке воздействия внешних факторов на материалы и сложные технические системы. Материалы IV Всероссийской научно-технической конференции. 2019. С. 212–216.

7. Куршев Е.В., Николаев Е.В., Голубев А.В., Лаптев А.Б. Биодеструкция термопластов на основе полиэфиров в водных средах различной минерализации. В сборнике: Климат-2019: Современные подходы к оценке воздействия внешних факторов на материалы и сложные технические системы. Материалы IV Всероссийской научно-технической конференции. 2019. С. 227–232.

8. Турова Т.П., Соколова Д.Ш., Назина Т.Н., Груздев Д.С., Лаптев А.Б. Филогенетическое разнообразие микробных сообществ с поверхности

полиэтилентерефталатных материалов при экспозиции в водных средах различного происхождения. Российский микробиологический конгресс. 23-27 сентября 2019 г. Г. Саранск. Материалы конгресса. С. 39–40.

9. Лаптев А.Б., Николаев Е.В., Куршев Е.В., Горяшник Ю.С. Особенности биодеструкции термопластов на основе полиэфиров в различных климатических зонах. Труды ВИАМ. 2019. № 7 (79). С. 84–91.

10. Yoshida S., Hiraga K., Takehana T., Taniguchi I., Yamaji H., Maeda Y., Toyohara K., Miyamoto K., Kimura Y., Oda K. A bacterium that degrades and assimilates poly(ethylene terephthalate) // Science. 2016. V. 353. P. 759–759. DOI: 10.1126/science.aad6359.

УДК 539.3

Теоретические основы аналитического решения прикладных задач механики деформирования тонкостенных элементов летательных аппаратов

Бураншина Р.Р.²; Виноградов Ю.И.¹, д.ф.-м.н.;

Маслов А.И.², д.т.н.; Шишурин А.В.², к.т.н.

vpk@vpk.npomash.ru

¹ *Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана, г. Москва*

² *АО «ВПК «НПО машиностроения», г. Реутов*

Аннотация:

Приведены математические модели механики деформирования оболочек и шпангоута для исследования напряженно-деформированного состояния тонкостенных элементов конструкций летательных аппаратов на примере использования их для транспортно-пускового контейнера.

Ключевые слова:

оболочка, шпангоут, математическая модель, прочность, деформация

Введение

Тонкостенные оболочки являются важнейшими элементами многих современных конструкций в авиационной и ракетно-космической технике в виде пластин и оболочек, предназначены для работы под воздействием силовых нагрузок. Для придания в нужных местах большей жесткости профиль тонких оболочек могут подкрепляться шпангоутами [1].

Практика эксплуатации тонкостенных конструкций показывает, что в местах концентрации напряжений происходят разрушения конструкций. Явление это носит ярко выраженный локальный характер для каждой конкретной конструкции. Как следствие возникает проблема оценки их прочности по напряжениям в зависимости от структуры материала, формы и параметров оболочек, а также формы площадок нагружения, границы которых не совпадают с линиями главных кривизн оболочек.

С целью частичного решения проблемы оценки прочности по напряжениям строится алгоритм аналитического решения краевых задач для нагруженных оболочек [10].

Многие аналитически полученные решения для тонкостенных элементов конструкций и аналитические алгоритмы решения краевых задач, перестали использоваться, так как при вычислениях на электронно-вычислительных машинах (ЭВМ) эти системы решений оказываются практически линейно зависимыми, и счет становится неустойчивым [9].

Подбор метода расчета концентрации напряжения и использования их при вычислениях на ЭВМ является необходимой задачей при проектировании.

Таким образом, целью работы является исследование решения задач деформирования тонкостенных цилиндрических оболочек и шпангоутов методом математического моделирования их напряженно-деформированного состояния. А также построение вычислительного алгоритма для проведения расчетов с использованием ЭВМ.

В качестве объекта исследования используем транспортно-пусковой контейнер (ТПК) трубчатой конструкции из слоистого композиционного материала на основе волокнистого армирующего материала и полимерного связующего (СТК-Ф, МТТ-Ф, ППН-100/1), подкрепленный кольцевыми шпангоутами (09X16H4Б) для повышения жесткости конструкции. Для исследования механики деформирования корпуса ТПК необходимо принять математическую модель механики деформирования оболочки и значения физических параметров материала шпангоута.

Математическая модель механики деформирования цилиндрической оболочки

Механика деформирования тонкостенных конструкций, в основании которой находится теория оболочек, пластин, шпангоутов и стрингеров, сформировалась как наука в трудах многих ученых, а в нашей стране, главным образом, в трудах В.З. Власова [2].

А.М. Доценко, В.А. Коргопольцев, М.Н. Коган, А.Б. Корнилов, А.А. Орлов, В.Н. Семенов, Л.Л. Теперин, М.В. Устинов экспериментально показали, что использование нанотехнологий в местах концентрации напряжений для предотвращения появления и развития трещин втрое увеличивает прочностной ресурс тонкостенных конструкций [3].

Концентраций напряжений как физическое явление требует математического моделирования и анализа математических моделей в виде дифференциальных уравнений. Если в качестве математических моделей использовать линейные дифференциальные уравнения механики и деформирования оболочек, то актуальным остается построение эффективных методов их решения с задаваемой погрешностью [4].

Математическими моделями механики деформирования оболочек являются дифференциальные уравнения с частными производными от составляющих u , v , w перемещений точек их средних поверхностей,

являющиеся разрешающей системой дифференциальных уравнений в перемещениях. Эти уравнения лежат в основе алгоритма метода.

Линейные дифференциальные уравнения общей технической моментной теории В.З. Власова преобразованы в соответствии с обозначениями на рисунке 1 i -части оболочки [11].

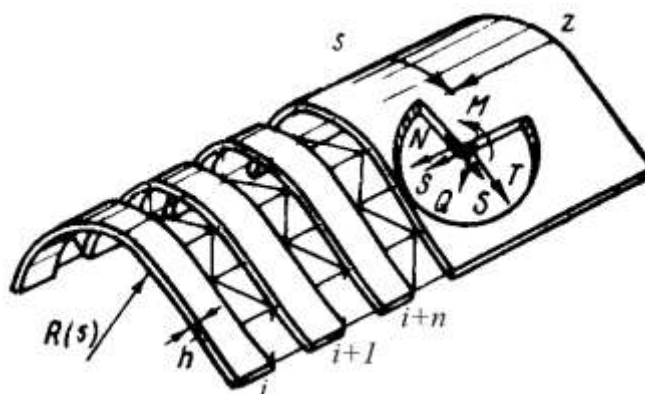


Рис. 1 – Расчетная модель цилиндрической оболочки (ортогональная система координат zs , где z – расстояние до некоторой точки срединной поверхности, s – расстояние до той же точки по дуге контура поперечного сечения; N , T , S – осевые нормальные и сдвигающие силы; Q – поперечная сила; M – поперечный изгибающий момент; $R=R(s)$ – радиус кривизны поверхности, представляющей собой для произвольной цилиндрической поверхности заданную функцию от координаты s ; h – толщина цилиндрической оболочки)

Уравнение математической модели механики деформирования замкнутой цилиндрической оболочки, когда внешняя нагрузка симметрична относительно начала окружной координаты, решается разделением переменных частных производных методом Фурье и приведением к обыкновенным [8]. Получаемые таким образом обыкновенные дифференциальные уравнения приводятся к системе уравнений первого порядка и представляются в матричной форме:

$$y'(x) = A(x)y(x) + f(x) \quad (1)$$

Краевая задача, являющаяся методом решения данной задачи, считается поставленной, если дополнительно задаются краевые условия в виде:

$$\begin{aligned} & - \text{на левом краю } p_0 = \|u_n, v_n, w_n, w_n'\|_0^T, q_0 = \|T_{1n}, S_n, Q_{1n}, M_{1n}\|_0^T \\ & - \text{на правом краю } p_0 = \|u_n, v_n, w_n, w_n'\|_1^T, q_0 = \|T_{1n}, S_n, Q_{1n}, M_{1n}\|_1^T \end{aligned} \quad (2)$$

Здесь u_n, v_n, w_n, w_n' функциональные коэффициенты рядов Фурье разделения переменных для составляющих перемещений и угла поворота для точек средней поверхности оболочки, $T_{1n}, S_n, Q_{1n}, M_{1n}$ — для нормальной силы T_1 , обобщенных в смысле Кирхгофа сдвигающей S и перерезывающей сил и момента M_1 .

Решить краевую задачу для оболочек и, тем более, для тонкостенных конструкций с произвольными параметрами не удастся из-за неустойчивости счета на ЭВМ. Однако, счет — устойчивый для коротких оболочек. Преодолевая проблему устойчивости счета, строится следующий алгоритм решения краевой задачи для оболочки с произвольными параметрами [5].

Основной интервал $[x_0, x_n]$, равный длине оболочки вдоль образующей, промежуточными точками $x_1, x_2, \dots, x_{n-1}$ делится на n интервалов.

Решение дифференциального уравнения (1) на произвольном интервале определяется аналитически по одной из полученных формул и записывается в виде:

$$y_k = K_{x_n}^{x_k}(A(x))y_n + y_{x_n}^{x_k}, \quad (3)$$

где $y = \|u_n, u_n', v_n, v_n', w_n, w_n', w_n'', w_n'''\|_n^T$, а индексы « n » и « k » обозначают соответственно начало и конец произвольно выбранного интервала. Длина интервала выбирается из условия устойчивости счета вычислительным экспериментом.

Алгоритм решения краевой задачи для основного интервала строится на основе сопряжения интервалов, на которые он делится. Однако, сопряжение по элементам столбца y (3) невозможно. Необходимо, чтобы столбец характеризировал состояние сечения оболочки, то есть:

$$t = \|u_n, v_n, w_n, w_n', T_{1n}, S_n, Q_{1n}, M_{1n}\|_n^T \quad (4)$$

Используя силовые условия сопряжения интервалов и принятые обозначения столбцов p_i ($i=1, 2, \dots, n$) геометрических параметров получают $n+1$ матричных алгебраических уравнений, каждое из которых записано для сечений оболочки, включая крайние:

[illegible]

Здесь r_i ($i=0, 1, \dots, n$) – столбцы силовых параметров в сечениях оболочки, включая крайние. Если в этих сечениях оболочка не нагружена силами или распределенными по линии окружной координаты, то $r_i = 0$. Если же в сечении на оболочку действует сила, то она отождествляется со скачком в соответствующем силовом факторе в данном сечении. Таким образом, математически моделируют сосредоточенное или локальное по линии воздействия на оболочку.

Как и должно было быть, решение краевой задачи сводится к решению системы алгебраических уравнений.

Обратим внимание на то, что в предложенном методе система алгебраических уравнений (5) построена без использования краевых условий и не для определения постоянных. Искомыми в системе алгебраических уравнений являются столбцы p_i , искомых геометрических параметров краевой задачи. Причина такой удачи в теоретических основах метода В.А. Стеклова показал, что решением системы обыкновенных дифференциальных уравнений является не единственная система фундаментальных функций [6].

Впервые систему специальных функций, аналогичную описанной, получил А.Н. Крылов для расчета балок, лежащих на упругом основании, используя методу Коши [7]. Полученная специальная система функций при начальном значении аргумента вырождается в единичную матрицу. Таким образом, она удовлетворяет произвольным начальным условиям.

Полученные формулы позволяют определить значения систем функций с такими свойствами для произвольных линейных обыкновенных дифференциальных уравнений с непрерывными коэффициентами, в том числе и для уравнений механики деформирования оболочек. По этой причине решения (3) дифференциальных уравнений (1) записаны через произвольные начальные условия, в качестве которых выбирают величины y , t . Следовательно, получаем важнейшее свойство решения дифференциальных уравнений, которое трактуется при построении метода как связь между столбцами, характеризующими состояния сечений оболочки.

Число матричных уравнений (5) равняется числу сечений сопряжения интервалов и краевых. Допустим, что оболочка в i -м сечении подкреплена шпангоутом, тогда оболочка в этом сечении помимо внешней нагрузки r_i воспринимает ещё и реакцию f упругой кольцевой линии. А учитывая, что упругая кольцевая линия шпангоута сопрягается со средней поверхностью оболочки ($p_i = p$), получаем:

$$B_{3i}p_{i-1} + (B_{4i} - B_{1i+1} - G)p_i - B_{2i+1}p_{i+1} = r_i \quad (6)$$

Матрицы B_{ji} , характеризуют жесткость интервала оболочки. Следовательно, подкрепление оболочки шпангоутом увеличивает ее жесткость. Таким образом, подкрепление оболочки в i -м сечении шпангоутом математически моделируется (6) учетом его жесткости в матричном уравнении системы матричных алгебраических уравнений (5).

Математическая модель механики деформирования шпангоута

Уравнения равновесия элемента шпангоута имеют вид:

$$\begin{aligned} \frac{dQ_x}{d\varphi} - q_x R = 0, \frac{dQ_y}{d\varphi} + Q_z - q_y R = 0, \frac{dQ_z}{d\varphi} - Q_y - q_z R = 0, \\ \frac{dM_x}{d\varphi} - Q_z R = 0, \frac{dM_y}{d\varphi} + M_z - m_y R = 0, \frac{dM_z}{d\varphi} + Q_x R - M_y = 0, \end{aligned} \quad (7)$$

где Q_x, Q_y, Q_z – соответственно усилия растяжения кольцевой линии и перерезывающие усилия; M_x, M_y, M_z – моменты в сечении шпангоута;

q_x, q_y, q_z - интенсивности внешних усилий; m_x, m_y, m_z - интенсивности внешних моментов, изгибающих упругую кольцевую линию шпангоута в ее плоскости, из её плоскости и закручивающий ее момент.

Физические соотношения имеют вид:

$$Q_y = EF\varepsilon, M_x = EJ_x\chi_1, M_y = GJ_{кр}\Theta, M_z = EJ_z\chi_2 \quad (8)$$

где $EF, EJ_x, EJ_z, GJ_{кр}$ - жесткости шпангоута на растяжение (сжатие), на изгиб в плоскости кольцевой линии и из её плоскости и на закручивание соответственно; $\varepsilon, \chi_1, \chi_2, \Theta$ - линейная, изгибные и угловая деформации.

Геометрические соотношения имеют вид:

$$\begin{aligned} \varepsilon &= \frac{1}{R} \left(\frac{dv}{d\varphi} + w \right), \chi_1 = \frac{1}{R^2} \left(\frac{-d^2w}{d\varphi^2} + \frac{dv}{d\varphi} \right), \\ \chi_2 &= \frac{1}{R^2} \left(\frac{d^2u}{d\varphi^2} - R\beta \right), \Theta = \frac{1}{R^2} \left(\frac{du}{d\varphi} - R \frac{d\beta}{d\varphi} \right) \end{aligned} \quad (9)$$

Исключая деформации в физических соотношениях (8) с помощью геометрических соотношений (9), подставляя выражения для усилия растяжения (сжатия) и моментов в уравнения равновесия, получаем систему линейных обыкновенных дифференциальных уравнений в перемещениях (математическую модель механики деформирования шпангоута):

$$\begin{aligned} \frac{GJ_{кр}}{R^3} \left(\frac{d^2u}{d\varphi^2} + R \frac{d^2\beta}{d\varphi^2} \right) - \frac{EJ_z}{R^3} \left(\frac{d^4u}{d\varphi^4} - R \frac{d^2\beta}{d\varphi^2} \right) &= q_x R, \\ \frac{GJ_{кр}}{R^3} \left(\frac{d^2u}{d\varphi^2} + R \frac{d^2\beta}{d\varphi^2} \right) + \frac{EJ_z}{R^3} \left(\frac{d^2u}{d\varphi^2} - R\beta \right) &= m_y, \\ -\frac{EJ_x}{R^3} \left(\frac{d^4w}{d\varphi^4} - \frac{d^3v}{d\varphi^3} \right) - \frac{EF}{R} \left(w + \frac{dv}{d\varphi} \right) &= q_z R, \\ \frac{EJ_x}{R^3} \left(\frac{-d^3w}{d\varphi^3} + \frac{d^2v}{d\varphi^2} \right) + \frac{EF}{R} \left(\frac{dw}{d\varphi} + \frac{d^2v}{d\varphi^2} \right) &= q_y R, \end{aligned} \quad (10)$$

где u, v, w - составляющие перемещения точек упругой кольцевой линии; β -угол поворота сечения шпангоута; $J_x, J_z, J_{кр}, F$ - моменты инерции и площадь сечения шпангоута; E - модуль упругости материала шпангоута.

Усилия и моменты в шпангоуте определяются с помощью рядов:

$$\begin{aligned} Q_y &= \sum_{n=1}^{\infty} Q_{yn} \cos n\varphi, M_x = \sum_{n=1}^{\infty} M_{xn} \cos n\varphi, \\ M_y &= \sum_{n=1}^{\infty} M_{yn} \sin n\varphi, M_z = \sum_{n=1}^{\infty} M_{zn} \cos n\varphi \end{aligned} \quad (11)$$

При математическом моделировании подкрепления оболочки шпангоутом представляется упругой кольцевой линией, наделенной всеми жесткостными характеристиками шпангоута.

Взаимодействие оболочки и шпангоута моделируется действием сил и моментов, которые возникают в сечении деформированной поверхности оболочки, на упругую кольцевую линию. Эти силы и моменты имеют смысл внешней нагрузки.

Вычислительный алгоритм решения прикладных краевых задач на ЭВМ

Очевидно, что число неизвестных столбцов p_i соответствует числу матричных алгебраических уравнений системы (5). Граничные условия учитываются при решении этой системы алгебраических уравнений.

Если оболочка имеет свободные края и нагружена самоуравновешенными воздействиями, то систему алгебраических уравнений решают без изменений и определяют столбцы p_i ($i = 1, 2, \dots, n$) перемещений точек средней поверхности оболочки во всех сечениях, включая краевые.

Если один край оболочки защемлен, а другой свободен, то $p_0=0$. При этом условии первое матричное уравнение системы (5), как лишнее, исключаем.

Если защемлены оба края оболочки, то $p_0=0$, $p_n=0$, тогда первое и последнее матричные уравнения системы (5) опускаем как лишние.

Вариантные расчеты, связанные с выбором числа и мест установки шпангоутов различных параметров для подкрепления оболочки, ограничиваются решением системы алгебраических уравнений (5). При этом

в уравнениях для сечений, где устанавливают шпангоуты, учитываются матрицы их жесткости.

Вариантные расчеты, связанные с нагружением конструкции, также ограничиваются решениями системы алгебраических уравнений. При этом нагрузку учитывают в столбцах r_i ($i = 1, 2, \dots, n$) для соответствующих сечений оболочки.

Таким образом, нагружение оболочки или оболочки через шпангоут, а также нагружение гладкой или подкрепленной оболочки шпангоутом по линиям окружной координаты реализуется в вариантных вычислениях учетом параметров нагрузки в столбцах в системе алгебраических уравнений (5).

Таким образом, строится алгоритм эффективного аналитического исследования жесткости и прочности конструкции:

1. Линейные обыкновенные дифференциальные уравнения задачи записывают в виде системы уравнений первого порядка и представляют в матричной форме.
2. Вычисляют решение матричного дифференциального уравнения по формуле.
3. Физические соотношения задачи представляют в матричной форме.
4. Вычисляют матрицы B_{ji} ($j=1, 2, 3, 4; i=1, 2, \dots, n$).
5. Формируют систему матричных алгебраических уравнений.
6. Вариантные расчеты: повторное решение системы алгебраических уравнений при изменении краевых условий, внешнего воздействия на оболочку, и подкрепления ее шпангоутом с различными характеристиками.

Система матричных алгебраических уравнений (5) формируется с образованием квазидиагональной матрицы коэффициентов B_{ji} , представленном в таблице 1, а в ЭВМ запоминается в плотно упакованном виде, представленном в таблице 2 с целью экономии оперативной памяти и времени решения задачи.

Таблица 1

Квазидиагональная матрица коэффициентов B_{ji}

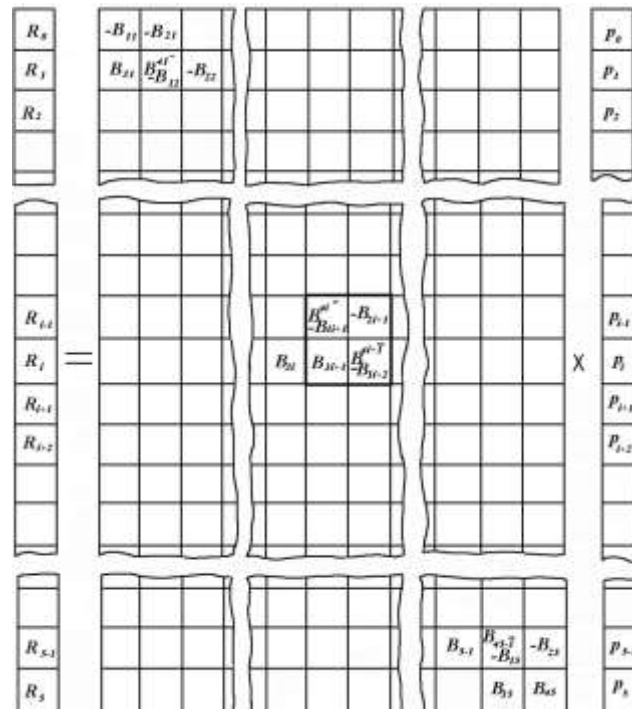
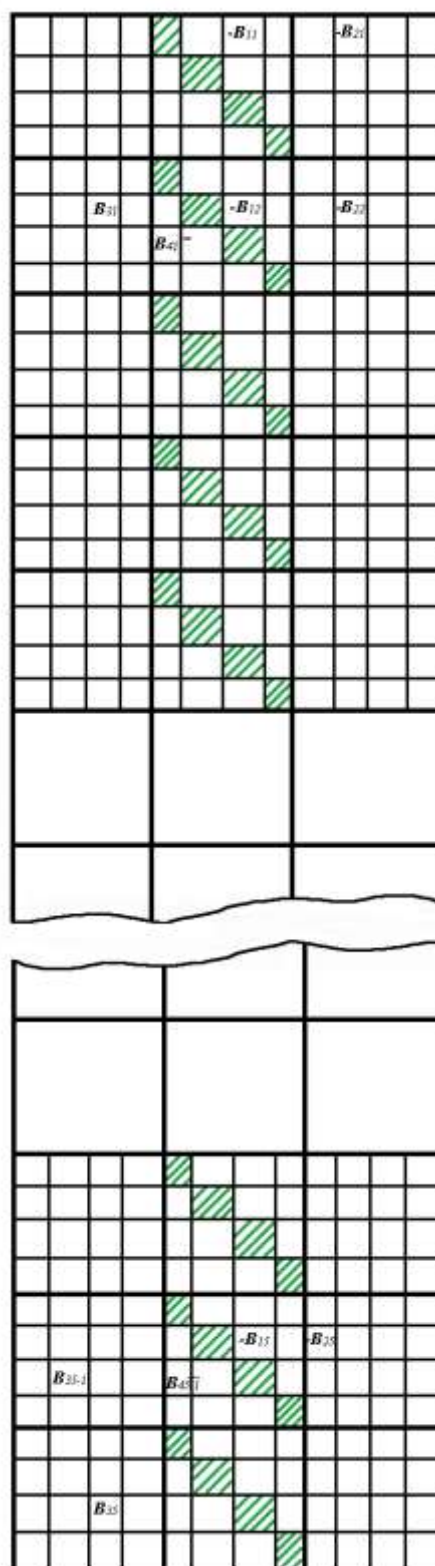


Таблица 2

Квазидиагональная матрица коэффициентов B_{ji} в плотно упакованном виде в ЭВМ



Выводы

Исследование механики деформирования тонкостенной цилиндрической оболочки, подкрепленных шпангоутом, выявило:

– для решения краевой задачи необходимо ее сведение к решению системы матричных уравнений для искомых величин. Параметрические исследования для прикладных задач выполняются повторным решением алгебраических уравнений без решения обыкновенных дифференциальных уравнений;

– проблема устойчивости счета на ЭВМ решается делением основного интервала для независимой переменной задачи на необходимые;

– данный предложенный метод эффективен простотой алгоритма решения прикладных задач, малыми затратами памяти и времени счета на ЭВМ и результатами с априори контролируемой погрешностью.

Литература

1. Исследование прочности пологих ортотропных оболочек из углепластика/ Карпов В.В. , Семенов А. А., Холод Д. В. // Электронный журнал «Труды МАИ». - Выпуск 76.

2. Власов В.З. Избранные труды. Том I-М.: Издательство АН СССР, 1988.-Т.1.-528 с.

3. Перспективы использования нанотехнологий в авиационно-космической отрасли / Доценко А.М. [и др.] // Тезисы докладов 5-й международной конференции «Авиация и космонавтика-2006». Москва 2006. С. 13–14.

4. Петров В.И. Приведение краевых задач к начальным и исследование концентрации напряжений в тонкостенных конструкциях мультипликативным методом: автореф. дис. к. ф.-т. н.: 05.13.18/Петров В.И.; Казанский гос. техн. ун-т имени А.Н. Туполева.-Казань, 2008. 23 с.

5. Методы вычислений и построение алгоритмов решения краевых задач строительной механики/ Виноградов Ю.И. // Доклады АН СССР, 1988-Т. 298. № 2. С. 308–313.
6. Стеклов В.А. Основы теории интегрирования обыкновенных дифференциальных уравнений-Л.-М.: Гос. издательство, 1927. С. 419.
7. Крылов А.Н. О расчете балок, лежащих на упругом основании-Л.: АН СССР, 1931. С. 154.
8. Биргер И.А. Стержни, пластины, оболочки. М.: Наука, 1992. С. 392.
9. Построение специальных функций для аналитического решения краевых задач теории конических оболочек/Виноградов Ю.И., Меньков Г.Б. // Прикладная математика и механика.-1996.-Том 60.- Вып.1. С. 127–131.
10. Расчет на прочность ортотропных локально нагруженных оболочек / Виноградов Ю.И. // Наука и Образование. МГТУ им. Н.Э. Баумана. Электрон. журн. 2015. -№ 03. С. 68–84.
11. Власов В.З. Избранные труды. Том III-М.: Наука, 1964.-Т.3. 482 с.

УДК 004.942, 536.37, 539.311, 539.319, 539.32

Теоретическое обоснование эффективности оптоакустического воздействия при лазерной наплавке

Никифоров С.А.; Габбазов Р.М.;

Цивильский И.В., к.т.н.; Гильмутдинов А.Х., д.ф.-м.н.

SANikiforov@kai.ru

GabbazovRM@stud.kai.ru

IVTsivilskiy@kai.ru

albert.gilmutdinov@kai.ru

*Казанский национальный исследовательский технический университет им.
А.Н. Туполева – КАИ*

Аннотация:

Проведена аналитическая оценка целесообразности применения оптоакустического воздействия модулируемым лазерным излучением на деталь, выращиваемую лазерной наплавкой. Показано, что при некоторых параметрах лазерной системы возможна генерация переменного давления, которая способна оказывать влияние на процесс кристаллизации ванны расплава.

Ключевые слова:

аддитивное производство, селективное лазерное плавление, оптоакустика, тепломеханическая модель

Введение

На сегодняшний день, оптоакустика нашла свое основное место как направление неинвазивной диагностики, предполагающее генерацию ультразвука лазерным импульсом за счет оптикоакустического эффекта. Число публикаций по этой теме приближается к десяти тысячам. Основная часть этих работ, связанная с оптикоакустической спектроскопией, нашла свое отражение в монографиях и различных сборниках.

Область применения оптоакустики необычайно широка – это оптическая и ИК-спектроскопия, неразрушающий контроль и микротехнология, химический анализ и экология, и т. д. В то же время разработки редко выходят за рамки лабораторных и опытных установок. Это связано как с дороговизной и изощренностью оптоакустической техники, требующей квалифицированного обслуживания, так и с возможными сложностями интерпретации получаемой информации.

Вместе с тем, хорошо изучено воздействие ультразвука на процесс кристаллизации металлов. Кристаллизация, как и любой фазовый переход, осуществляется по классической схеме: образование зародышей кристаллизации и рост их до определенных размеров, определяемых тепловыми условиями. Внешнее воздействие в виде периодического изменения давления способно увеличить число зародышей кристаллизации и позволяет формировать гомогенную структуру металла после затвердевания.

В данной работе произведена аналитическая оценка воздействия модулируемого лазерного излучения на процесс кристаллизации в ходе лазерной наплавки, которая является частью аддитивных технологий.

Процесс возбуждения ультразвуковых волн

Возникновение акустических волн в процессе модулируемого лазерного излучения связано с рядом физических явлений, которые, для полного понимания физики процесса, следует представить:

1. Рассеяние Мандельштама-Бриллюэна;

2. Электро- и магнитострикция;
3. Радиационное давление (давление света);
4. Концентрационно-деформационный механизм;
5. Тепловой эффект;
6. Давление отдачи паров.

Рассеяние Мандельштама-Бриллюэна

Рассеяние оптического излучения конденсированными средами в результате его взаимодействия с собственными упругими колебаниями этих сред. В веществе формируются колебания, амплитуда которых меньше свободного пробега частиц. Таким образом, Рассеяние Мандельштама-Бриллюэна позволяет генерировать гиперзвуковые колебания, которые формируют малые показатели давления. Данным механизмом, при аналитической оценки можно пренебречь.

Электро- и магнитострикция

Согласно работе [1], если коэффициент поглощения света больше $1 \frac{1}{\text{см}}$ и частота генерации переменного давления больше 100 МГц, стрикционным механизмом пренебрегают по сравнению с тепловым эффектом. Кроме того, данный эффект наблюдается только в слабопоглощающих средах.

Радиационное давление (давление света)

Рассмотрим стандартную технологическую лазерную установку со средней мощностью в 100 Вт, диаметром лазерного пучка 0,0065 м и длительностью импульса в $1,3^{-7}$ с.

Давление электромагнитного излучения рассчитывается по классической формуле

$$p = \frac{I}{c} (1 - k + \rho) \quad (1)$$

где I – интенсивность падающего излучения, c – скорость света, k – коэффициент пропускания, ρ – коэффициент отражения.

С учетом того, что

$$I = \frac{\frac{P}{\pi r^2} * 1}{\tau}$$

и допуская, что материал полностью отражает излучение (т.е. максимизируя давление света), получим значение давления света равное $1,55^5 \text{ Па}$ или примерно 1 Бар, что является незначительным для нашей задачи.

Концентрационно-деформационный механизм

Данный эффект связан с изменением плотности вещества за счет концентрации фотовозбужденных носителей заряда и учитывается только когда время жизни носителей заряда больше времени импульса (пикосекундный диапазон). Кроме того, данный эффект наблюдается только в полупроводниках.

Тепловой эффект

Согласно работам [1] и [2] и книге [3] данный механизм является превалирующим в процессе формирования акустической волны. Кроме того, данный эффект можно разделить на 3 составляющие для жидких сред: термоупругое расширение, испарение, пробой диэлектрика. Для твердых сред данное разделение не характерно, так как акустической волной называется только упругая деформация среды. Рассмотрим более подробно данную составляющую.

Аналитическая оценка теплового эффекта

Рассмотрим полубесконечный конденсированный материал. Распространение теплового фронта можно описать по стандартному уравнению теплопроводности

$$\frac{\partial T}{\partial t} - a \Delta T = \frac{q}{\rho c} \quad (2)$$

где a – коэффициент температуропроводности, q – плотность мощности объёмного источника тепла, ρ – плотность, c – теплоемкость.

Лазер воздействует только на поверхность, значит можем записать как граничное условие второго рода

$$-\chi \text{grad} T = q \quad (3)$$

где χ – коэффициент теплопроводности.

Возьмем аналитическое приближение для полубесконечного тела:

$$T(x, t) = \frac{2q\sqrt{at}}{\chi} \text{ierfc} \left(\frac{x}{2\sqrt{at}} \right) \quad (4)$$

Для упрощения оценки рассмотрим температуру у поверхности материала, т.е. возьмем $x = 0$. Таким образом мы можем не учитывать функцию ошибок.

Выразим значение теплового потока из уравнения (4) и получим:

- 1) Критическую плотность для нагревания до температуры плавления

$$q_c^{(1)} = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{T_{\text{пл}} \chi}{\sqrt{a\tau}}$$

- 2) Критическую плотность для нагревания до температуры кипения

$$q_c^{(2)} = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{T_{\text{кип}} \chi}{\sqrt{a\tau}}$$

- 3) Критическую плотность для нагревания до температуры испарения

$$q_c^{(3)} = \rho L_b \sqrt{\frac{a}{\tau}}$$

где ρL_b – удельная теплота испарения.

Характеристики материала и критические плотности теплового потока для алюминия указаны в таблицах 1 и 2 соответственно.

Таблица 1

Характеристики материала

Материал	T_m , К	T_b , К	L_m , Дж/г	L_b , Дж/г	κ , Вт/см ² ·К	a , см ² /с
Алюминий	660	2467	369	10571	2,23	0,91

Таблица 2

Критические плотности теплового потока

$q_c^{(1)}$, Вт/см ²		$q_c^{(2)}$, Вт/см ²		$q_c^{(3)}$, Вт/см ²	
$\tau_u = 10^{-8}$ с	$\tau_u = 10^{-3}$ с	$\tau_u = 10^{-8}$ с	$\tau_u = 10^{-3}$ с	$\tau_u = 10^{-8}$ с	$\tau_u = 10^{-3}$ с
$1,4 \cdot 10^7$	$4,3 \cdot 10^4$	$5,2 \cdot 10^7$	$1,65 \cdot 10^5$	$2,7 \cdot 10^8$	$9 \cdot 10^5$

Проинтегрировав (4) по времени получим скорость нагревания

$$v = \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{q}{\chi} \left[\sqrt{\frac{a}{t}} \operatorname{ierfc} \left(\frac{x}{2\sqrt{at}} \right) + \frac{x}{\sqrt{2t}} \operatorname{erfc} \left(\frac{x}{2\sqrt{at}} \right) \right]$$

или для $x = 0$

$$v = \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{q}{\chi} \sqrt{\frac{a}{t}}$$

Для оценки скорости охлаждения возьмем источник тепла с отрицательной плотностью потока на поверхности:

$$v = \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{q}{\sqrt{\pi \chi \rho}} \left[\frac{1}{\sqrt{t}} - \frac{1}{\sqrt{t - \tau}} \right]$$

График распределения градиента температур представлен на рисунке 1.

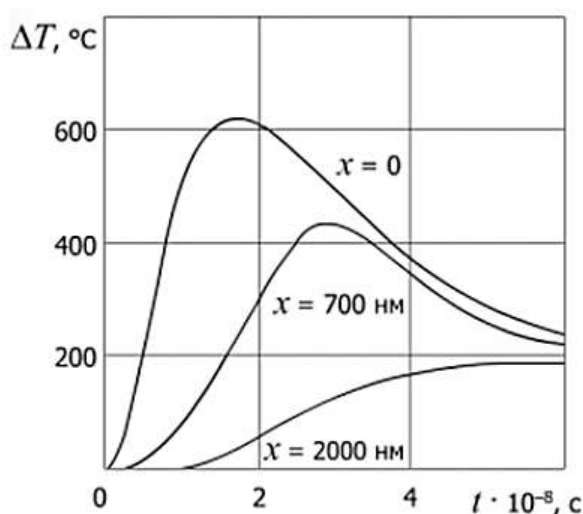


Рис. 2 – Временные зависимости изменения температуры на алюминиевом образце, облучаемом несфокусированным лучом лазера ($t_i = 30$ нс, $q_0 = 20$ МВт/см²), на глубинах: 1) $x = 0$; 2) $x = 700$ нм; 3) $x = 2000$ нм

Как видно из рисунка 1, градиент температур может достигать более 600 градусов по Цельсию или примерно 870 градусов по Кельвину.

Исходя из уравнения для скалярного потенциала поля скоростей φ

$$\frac{\partial^2 \varphi}{\partial t^2} - c_0^2 \Delta \varphi - \frac{b}{\rho_0} \frac{\partial}{\partial t} \Delta \varphi = \frac{-c_0^2 \beta}{C_p} \frac{\partial}{\partial t} T_0$$

где C_p – теплоемкость при постоянном давлении, c_0^2 – квадрат адиабатической скорости звука, описывающее тепловой механизм возбуждения ультразвука в вязкой теплопроводящей среде, b – параметр теплового взаимодействия, β – температурный коэффициент теплового расширения среды, ρ_0 и T_0 – равновесные плотность и температура, можно заметить, что поле смещений прямо пропорционально градиенту температуры.

Для вычисления колебательной скорости можно воспользоваться формулой

$$v = grad \varphi$$

Зная смещения в каждой точке пространства, можно вычислить напряжения по формуле

$$\sigma_v = \sqrt{\left(\frac{E \left(\frac{\partial u_x}{\partial x} - \frac{\partial u_y}{\partial y} \right)}{1 + \nu} \right)^2 + \left(\frac{E \frac{\partial u_y}{\partial y}}{1 + \nu} \right)^2 + \left(\frac{E \frac{\partial u_x}{\partial x}}{1 + \nu} \right)^2 + 6 \left(\frac{4E^2 \left(\frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_x}{\partial y} + \frac{\partial u_y}{\partial x} \right) \right)^2}{(2 + 2\nu)^2} + \frac{4E^2 \left(\frac{1}{2} \frac{\partial u_z}{\partial y} \right)^2}{(2 + 2\nu)^2} + \frac{4E^2 \left(\frac{1}{2} \frac{\partial u_z}{\partial x} \right)^2}{(2 + 2\nu)^2} \right)}$$

где E – модуль Юнга [МПа], ν – соотношение Пуассона.

Влияние знакопеременного давления на процесс кристаллизации

Теория образования центров кристаллизации в жидком расплаве была создана на основе работ Дж. Гиббса, М. Фольмера, Я.И. Френкеля и их последователей.

Процесс кристаллизации начинается с возникновения n центров кристаллизации в единичном объеме за единицу времени и последующего их роста со скоростью v [4].

Дробление кристаллизовавшихся элементов кавитационными пузырями, которые образуются вследствие акустического давления, приводит к увеличению числа зародышей кристаллизации и как следствие к образованию гомогенной структуры.

Для примера найдем теоретическую кавитационную прочность воды. Поверхностное натяжение воды составляет $7,5 \cdot 10^{-2}$ Н/м. Считая, что расстояние между молекулами воды примерно равно $2 \cdot 10^{-10}$ м, по формуле

$$p_k \approx \frac{2\sigma}{r}$$

получим $p_k = 10^9$ Па.

Данный показатель давления легко достигим методом модуляции лазерного излучения.

Выводы и рекомендации

Модулируемое электромагнитное излучение при достаточной мощности лазерной установки, на частотах работы от микро до пикосекунд способно формировать акустическое поле, которое увеличивает количество зародышей кристаллизации. Данный механизм может быть применен не только как неинвазивный дефектоскоп, но и как генератор акустических волн, которые способны формировать гомогенные структуры.

Научные исследования проведены при финансовой поддержке РФФИ (грант 18-42-160015), Минобрнауки России в рамках исполнения обязательств по Соглашению номер 075-03-2020-051/6 от 06.11.2020 (номер темы fzsu-2020-0020) и в рамках хозяйственного договора с РФЯЦ-ВНИИЭФ «Создание расчётных модулей «Тепло макроуровень», «Прочность макроуровень», «Тепломассоперенос мезоуровень», «Прочность

мезоуровень», «Коробления» и интеграция их в комплекс программного обеспечения «Виртуальный 3D-принтер»» (договор № АЛТ-16).

Литература

1. Hutchins, D. A. (1986). Mechanisms of pulsed photoacoustic generation. Canadian Journal of Physics, 64(9), 1247–1264. <https://doi.org/10.1139/p86-217>
2. Карабутов А.А. Лазерно-ультразвуковой метод выявления продольных напряжений рельсовых плетей // Мир измерений 2012.
3. Гусев В.Э., Карабутов А.А. Лазерная оптоакустика // М.: наука. 1991.
4. Основы физики и техники ультразвука. Автор: Агранат Б.А. Издательство: Высш. шк. Год: 1987.

УДК 004.942, 536.37, 539.311, 539.319, 539.32

Двумерное конечноразностное моделирование теплопереноса и напряжённо-деформированного состояния в плоском сечении изделия в процессе селективного лазерного плавления

Рубля Р.С.; Цивильский И.В., к.т.н.; Никифоров С.А.

ratmir.rublya@yandex.ru

ivtsivilskiy@kai.ru

sanikiforov@kai.ru

*Казанский национальный исследовательский технический университет им.
А.Н. Туполева – КАИ*

Аннотация:

Для прогнозирования возникновения термических напряжений в тестовой детали в процессе селективного лазерного плавления (СЛП) в работе проведены эквивалентные тепло-прочностные расчеты в условиях, приближенных к реальным. Расчёты выполнены на геометрии плоского сечения анализируемой детали в двумерном приближении, управляющие уравнения дискретизированы методом конечных разностей по центральной схеме. Программная реализация модели выполнена на языке программирования MATLAB Script. Верификация разработанной модели выполнена в ПО инженерного анализа ANSYS с хорошим качественным и количественным совпадением результатов эквивалентных расчётов.

Ключевые слова:

аддитивное производство, селективное лазерное плавление, СЛП, тепломеханическая модель, метод конечных разностей

Введение

Лазерные аддитивные технологии послойного выращивания изделий комплексного внутреннего строения представляют собой наиболее инновационное и перспективное направление современного машиностроения. Придя на смену субтрактивным производственным технологиям, они открыли новые возможности для реализации самых смелых конструкторских и дизайнерских решений, которые раньше не выходили за пределы САПР.

Однако на пути развития технологий послойного выращивания до сих пор стоят нерешённые проблемы, которые не позволяют им полноценно конкурировать с традиционными производственными методами. Одной из таких проблем является образование в выращиваемых деталях остаточных напряжений, являющихся причиной их коробления. Сильные искажения формы возникают вследствие неравномерного нагрева деталей в процессе выращивания – при нанесении слой порошка нагревается выше температуры плавления, затем почти мгновенно остывает, что является причиной больших температурных градиентов, вызывающих термические напряжения, а следовательно, и деформации упрочняемого материала.

Экспериментальная настройка режимов работы аддитивной машины, позволяющая частично или полностью решить данную проблему, является сложной и дорогостоящей процедурой, ввиду необходимости учёта множества параметров установки (мощность, частота импульсов, стратегия сканирования, время работы лазера и проч.), поведения материала под действием тепловых нагрузок, а также высокой стоимости исходного сырья – металлического порошка. Исходя из этого, предсказательное моделирование процесса выращивания представляется наиболее оптимальным способом решения данной проблемы.

При этом тепло-прочностное моделирование лазерных аддитивных технологий является комплексной и достаточно сложной задачей,

предполагающей одновременный учёт множества физических явлений на разных масштабных уровнях – от фазовых переходов на уровне кристаллитов (микро-уровень) и образования ванны расплава (мезо-уровень) до коробления изделия под действием термических напряжений (макро-уровень). В научном мире до сих пор нет единого мнения, как именно моделировать выращивание, так как составление всеобъемлющей математической модели данного процесса без введения упрощений, сказывающихся на физической корректности результатов, является практически невыполнимой задачей. Это определяет актуальность исследований в данном направлении.

Результаты данной работы послужили базой для разработки первых версий расчётных модулей «Тепло макроуровень» и «Прочность макроуровень» программного продукта «Виртуальный 3D-принтер» для комплексного многомасштабного моделирования полного производственного цикла изготовления металлических изделий методом селективного лазерного плавления, разрабатываемого совместными усилиями коллективов ФГУП «РФЯЦ ВНИИЭФ», ФГБОУ ВО «КНИТУ-КАИ», ФГБОУ ВО «УдГУ», НИЦ «Курчатовский институт», ООО «Кинтех Лаб» и АНО «Сколтех» для Госкорпорации «Росатом» в 2019-2021 г.

Основная часть

Моделирование выращивания изделия методом СЛП основывается на связанном тепло-механическом расчёте с учётом допущений, представленных в таблице 1.

Таблица 1

Допущения, сделанные в тепло-механической модели			
№	Допущение	Обоснование	Следствия
Тепловая модель			
1	Каждый наносимый слой порошка нагревается до температуры плавления мгновенно	Предполагается высокая скорость пробега лазера, при которой верхний слой тестовой детали с размерами порядка нескольких мм нагревается до температуры плавления практически одновременно	1) Невозможно учесть форму и диаметр лазерного пучка, стратегию и скорость сканирования; 2) Нагрев задаётся условием Дирихле на нагреваемой поверхности
2	Теплообмен между затвердевшей деталью и порошком не учитывается	Считается пренебрежимо малым вследствие неидеального теплового контакта. Используется в модели [1]	На границе деталь/порошок ставится краевое условие Дирихле (7) с постоянной комнатной температурой
3	Не учитывается тепловое излучение спекаемой поверхности	В условиях СЛП преобладающим фактором теплосъема является конвективный теплоперенос	Краевые условия для уравнения теплопроводности не включают условие радиационного потока
4	Порошковый слой рассматривается как однородный	Упрощение модели	Не учитывается пористость порошка и усадка детали
5	Не учитывается испарение металла	Учитывая результаты [2], можно считать испарение металла пренебрежимо малым	Отсутствие потерь массы материала, вследствие его испарения
Механическая модель			
6	Предполагается, что материал не выходит из зоны упругих деформаций	Упрочнение материала, в связи с переходом в зону пластических деформаций, будет учтено в следующей версии модели	Не учитывается пластическое поведение материала, а следовательно, и остаточные напряжения
7	Расчёт методом КР проводится на неподвижной сетке	Динамичная сетка будет реализована в следующей версии модели	Невозможно учесть коробление изделия
8	Не учитываются превращения кристаллических фаз и образование ванны расплава	Данные явления происходят на микро и мезо-уровнях и могут быть учтены только при многомасштабном моделировании	В модели рассматривается фазовый переход первого рода

Тепловая модель

Для моделирования распределения температур в сечении выращиваемого изделия в любой момент времени решается дифференциальное нестационарное уравнение теплопроводности в частных производных [3]:

$$\rho(T) \cdot C_p(T) \frac{\partial T(x, y, t)}{\partial t} = -\nabla \cdot \vec{q}(x, y, t), \quad (1)$$

где T – температура [K], t – время [с], ρ – плотность [кг/м³], C_p – удельная теплоёмкость [Дж/(кг·K)], $\nabla \cdot$ – оператор дивергенции, $\vec{q}$ – тепловой поток [Вт/м²], который описывается законом проводимости Фурье:

$$\vec{q} = -k(T) \cdot \nabla T, \quad (2)$$

где k – коэффициент теплопроводности [Вт/(м·K)], ∇ – векторный дифференциальный оператор Гамильтона.

В уравнениях (1, 2) учитывается зависимость от температуры физических свойств ρ , C_p , k , так как при моделировании выращивания рассматривается широкий диапазон температур, в котором нельзя пренебречь нелинейностью свойств.

Начальное распределение температур задано разрывной функцией координат:

$$T(x, y, 0) = f(x, y). \quad (4)$$

Для задания теплообмена на границе деталь/газ применяется краевое условие третьего рода – закон охлаждения Ньютона:

$$q_{conv} = -k \left(\frac{\partial T}{\partial n} \right)_S = h_{conv} (T_S - T_\infty), \quad (5)$$

где $\left(\frac{\partial T}{\partial n} \right)_S$ – температурный градиент на поверхности тела, q_{conv} – конвективный тепловой поток, h_{conv} – экспериментально определяемый

коэффициент теплоотдачи $[Вт/(м^2 \cdot К)]$, T_s – температура поверхности $[К]$, T_∞ – температура газа $[К]$. Краевое условие второго рода (условие Неймана) применяется для задания правила теплообмена на границе деталь/порошок. Обычно это условие теплоизоляции [1]:

$$\left(\frac{\partial T}{\partial n}\right)_s = 0. \quad (6)$$

Реже это правило задаётся краевым условием первого рода (условие Дирихле):

$$(T)_s = f(x, y, t), \quad (7)$$

где S – некоторая поверхность расчётной области, f – заранее определённая функция.

Так как послойное выращивание предполагает многократное расплавление/затвердевание металлического порошка, для корректного теплового анализа возникает необходимость учёта фазовых переходов.

После достижения металлом температуры плавления всё передаваемое в него тепло тратится на разрушение кристаллической решётки, а энергия этого процесса равняется скрытой теплоте фазового перехода. Теплопроводность k и удельная теплоемкость C_p значительно изменяются, когда порошковый материал претерпевает фазовый переход, в то время как температура материала остаётся неизменной. Влияние скрытой теплоты на распределение температур рассматривается путем введения эквивалентной удельной теплоемкости, которая значительно возрастает вблизи точки плавления [1]. Возрастание функции теплоёмкости реализуется с помощью добавления Гауссова профиля в интерполированные табличные значения теплоёмкости в некотором малом интервале ΔT вблизи точки фазового перехода. Учитывая всё вышесказанное, выражение для эффективной теплоёмкости запишется следующим образом:

$$C_p = \int (T) + H_m e^{-\left(\frac{T-T_m}{\Delta T}\right)^2}, \quad (8)$$

где C_p – эффективная теплоёмкость [Дж/(кг·К)], $\int (T)$ – функция, содержащая интерполированные табличные значения, T_m – температура плавления материала [К], ΔT – допустимый разброс температуры фазового перехода [К], H_m – энтальпия плавления [Дж/кг].

Введение такой эффективной теплоёмкости в уравнение теплопроводности (1) будет обеспечивать постоянство локальной температуры материала в точке фазового перехода, имитирующее расход подводимой/отдаваемой теплоты на разрушение/формирование кристаллической решётки.

Механическая модель

После того, как температурные поля найдены в каждый момент времени, для определения напряжённо-деформированного состояния сечения тестовой детали необходимо решить систему дифференциальных уравнений равновесия сплошной среды, которая в декартовых координатах -плоскости при отсутствии объёмных сил имеет следующий вид [4]:

$$\left. \begin{aligned} \frac{\partial \sigma_{xx}}{\partial x} + \frac{\partial \sigma_{yx}}{\partial y} &= 0 \\ \frac{\partial \sigma_{xy}}{\partial x} + \frac{\partial \sigma_{yy}}{\partial y} &= 0 \\ \frac{\partial \sigma_{xz}}{\partial x} + \frac{\partial \sigma_{yz}}{\partial y} &= 0 \end{aligned} \right\}, \quad (9)$$

где для нормальных и касательных напряжений, действующих на боковых поверхностях бесконечно малого параллелепипеда, ориентированного в направлении координатных осей, используются обозначения, изображённые на рисунке 1.

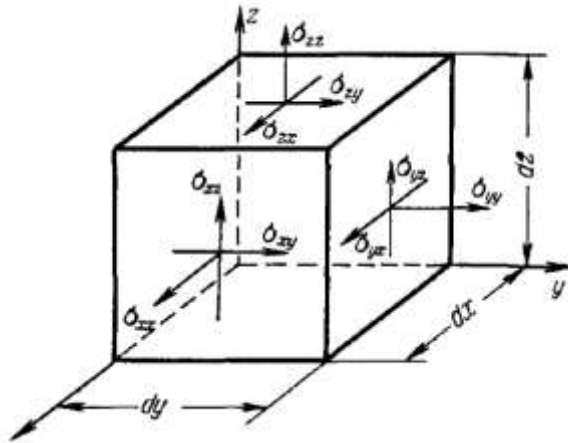


Рис. 1 – Обозначения напряжений при тензорном описании напряжённого состояния

При этом имеют место равенства, определяющие симметричность тензора напряжений:

$$\sigma_{xy} = \sigma_{yx}, \sigma_{yz} = \sigma_{zy}, \sigma_{zx} = \sigma_{xz}. \quad (10)$$

Компоненты тензора напряжений σ можно определить из определяющего соотношения термоупругости – закона Дюамеля-Неймана [5]:

$$\sigma = 2\mu\varepsilon + \lambda\vartheta - [(3\lambda + 2\mu) \cdot \alpha(T - T_{ref})]I, \quad (11)$$

где λ – первый коэффициент Ламе, μ – второй коэффициент Ламе, ε – линейный тензор полной деформации, $\vartheta = tr(\varepsilon^{el})$ – объёмное расширение в линейном приближении, α – коэффициент теплового расширения [K^{-1}], T – температура [K], T_{ref} – температура, при которой теплового расширения материала не происходит [K], I – единичная диагональная матрица.

Выражения коэффициентов Ламе через модуль упругости Юнга и отношение поперечной деформации к продольной, называемое коэффициентом Пуассона, записываются в виде:

$$\lambda = \frac{E\nu}{(1+\nu)(1-2\nu)}, \mu = \frac{E}{2(1+\nu)}, \quad (12)$$

где E – модуль Юнга [Мпа], ν – соотношение Пуассона.

Теперь, подставляя компоненты тензора напряжений из (11) в уравнения (9), получим три дифференциальных уравнения статики сплошной среды с учётом тепловой деформации в смещениях:

$$\left. \begin{aligned} \frac{\nu \left(\frac{\partial^2 u_x}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 u_y}{\partial x \partial y} - 3\alpha \frac{\partial T}{\partial x} \right)}{(1+\nu)(1-2\nu)} + \frac{2 \left(\frac{\partial^2 u_x}{\partial x^2} - \alpha \frac{\partial T}{\partial x} \right)}{(2+2\nu)} + \frac{\frac{\partial^2 u_x}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 u_y}{\partial x \partial y}}{(2+2\nu)} &= 0 \\ \frac{\frac{\partial^2 u_x}{\partial x \partial y} + \frac{\partial^2 u_y}{\partial x^2}}{(2+2\nu)} + \frac{\nu \left(\frac{\partial^2 u_x}{\partial x \partial y} + \frac{\partial^2 u_y}{\partial y^2} - 3\alpha \frac{\partial T}{\partial y} \right)}{(1+\nu)(1-2\nu)} + \frac{2 \left(\frac{\partial^2 u_y}{\partial y^2} - \alpha \frac{\partial T}{\partial y} \right)}{(2+2\nu)} &= 0 \\ \frac{1}{2} \frac{\partial^2 u_z}{\partial x^2} + \frac{1}{2} \frac{\partial^2 u_z}{\partial y^2} &= 0 \end{aligned} \right\} \quad (13)$$

Интенсивность напряжений в сечении тестовой детали σ_v может быть определена по следующей формуле:

$$\sigma_v = \sqrt{\begin{aligned} &\left(\frac{E \left(\frac{\partial u_x}{\partial x} - \frac{\partial u_y}{\partial y} \right)}{1+\nu} \right)^2 + \left(\frac{E \frac{\partial u_y}{\partial y}}{1+\nu} \right)^2 + \left(\frac{E \frac{\partial u_x}{\partial x}}{1+\nu} \right)^2 \\ &+ 6 \left(\frac{4E^2 \left(\frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_x}{\partial y} + \frac{\partial u_y}{\partial x} \right) \right)^2}{(2+2\nu)^2} + \frac{4E^2 \left(\frac{1}{2} \frac{\partial u_z}{\partial y} \right)^2}{(2+2\nu)^2} + \frac{4E^2 \left(\frac{1}{2} \frac{\partial u_z}{\partial x} \right)^2}{(2+2\nu)^2} \right) \end{aligned}} \quad (14)$$

Дискретизация

Так как геометрия анализируемых изделий обычно бывает достаточно сложной, получить аналитические выражения для распределения температур и смещений в любой момент времени в любой их точке практически невозможно, отсюда возникает необходимость в численных методах решения.

Конечно-разностная аппроксимация пространственных производных произвольной дважды дифференцируемой функции $f(x, y)$ проводится с использованием следующих формул [6]:

$$\frac{\partial f}{\partial x} = \frac{f_{i+1,j} + f_{i-1,j}}{2h}, \frac{\partial f}{\partial y} = \frac{f_{i,j+1} + f_{i,j-1}}{2h}, \quad (15)$$

$$\frac{\partial^2 f}{\partial y^2} = \frac{f_{i,j+1} + f_{i,j-1} - 2f_{i,j}}{h^2}, \frac{\partial^2 f}{\partial x^2} = \frac{f_{i+1,j} + f_{i-1,j} - 2f_{i,j}}{h^2}, \quad (16)$$

$$\frac{\partial f}{\partial x \partial y} = \frac{f_{i+1,j+1} + f_{i-1,j-1} - f_{i-1,j+1} - f_{i+1,j-1}}{4h^2}, \quad (17)$$

где h – шаг сетки [м], i – индекс ячеек в направлении оси « x », j – индекс ячеек (начиная с единицы) в направлении оси « y », соответственно. Формулы составлены по центральной схеме, представленной на рисунке 2 (а).

Производная по времени $\frac{\partial f}{\partial t}$ записывается в виде:

$$\frac{\partial f}{\partial t} = \frac{f^{k+1} - f^k}{\tau}, \quad (18)$$

где τ – заранее заданный шаг по времени [с], k – индекс временного слоя в соответствии с шаблоном на рисунке 2 (б).

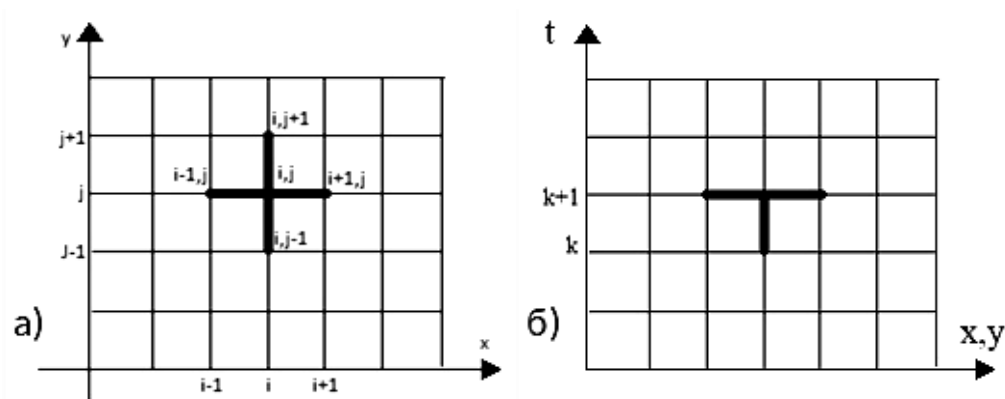


Рис. 2 – Шаблон дискретизации пространственных (а) и временных (б) производных

Результаты моделирования и верификация

Для выполнения двумерного сопряженного тепло-механического расчета выращивания сечения изделия методом КР выбрана тестовая деталь «Куб на подложке», размеры и форма которой приведены на рисунке 3:

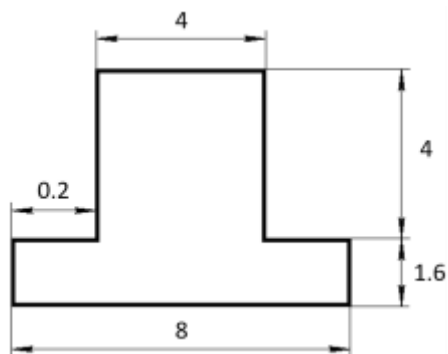


Рис. 3 – Геометрические размеры детали «Куб на подложке» в мм

Размер расчётной области составлял 0.008 м, пространственное разрешение сетки – 60×60. Высота наносимого слоя порошка равнялась 0.0008 м, температура – 2000 К. Температура окружающей среды задана равной 300 К.

Расчёт проводился в течение 8.75 с с шагом по времени 0.01 с. Время нагрева установлено равным 0.1 с, время полного нанесения слоя – 0.3 с.

Материалом детали «Куб на подложке» послужила нержавеющая сталь 316 Stainless Steel, физико-механические свойства которой получены из встроенной в ANSYS библиотеки материалов Additive Manufacturing Materials. Табулированные свойства материала линейно интерполируются в диапазоне от 293 К до 3000 К. Температура плавления стали T_m – 1643 К, скрытая теплота плавления H_m – 2.8e5 Дж/кг, допустимый разброс температуры фазового перехода ΔT принят равным 5 К.

При решении конечно-разностных СЛАУ, полученных в результате дискретизации (1, 13) методом Гаусса-Зейделя использовалось 20 итераций.

Начальные и граничные условия тепло-механической задачи с учётом допущений, указанных в таблице 1, представлены на рисунке 4:

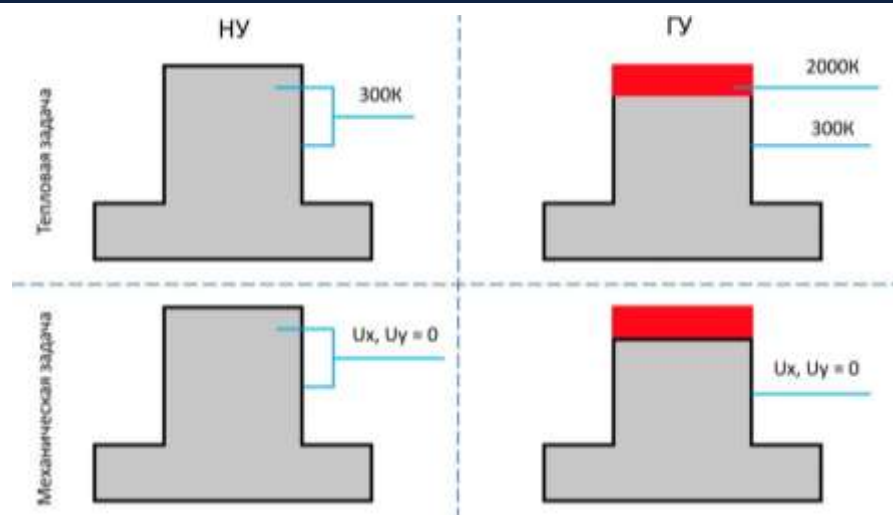


Рис. 4 – Начальные и граничные условия тепло-механической задачи

В результате расчёта получены картины распределения температур T – слева, модуля смещений U – посередине и интенсивностей напряжений VMS – справа (рисунок 5).

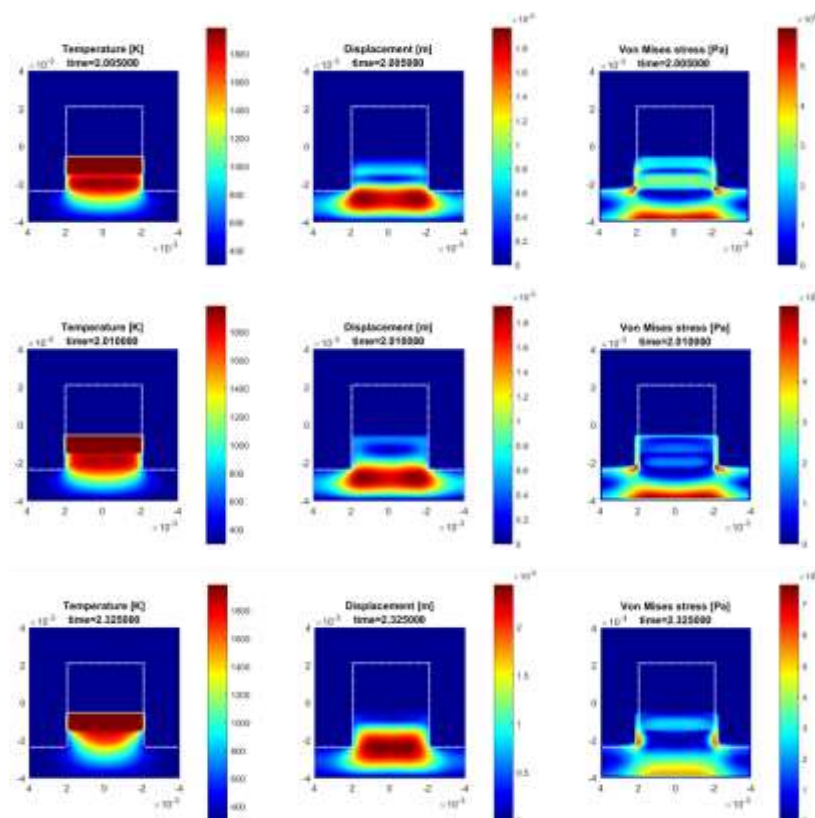


Рис. 5 – Визуализация тепло-механических расчётов процесса выращивания детали «Куб на подложке» в моменты времени $t = 2.005, 2.01$ и 2.325 с.

Также проведено моделирование стационарного нагрева, когда температура верхнего слоя выращиваемой детали поддерживается постоянной (1000 К). Возникающие при этом напряжения и смещения показаны на рисунке 6:

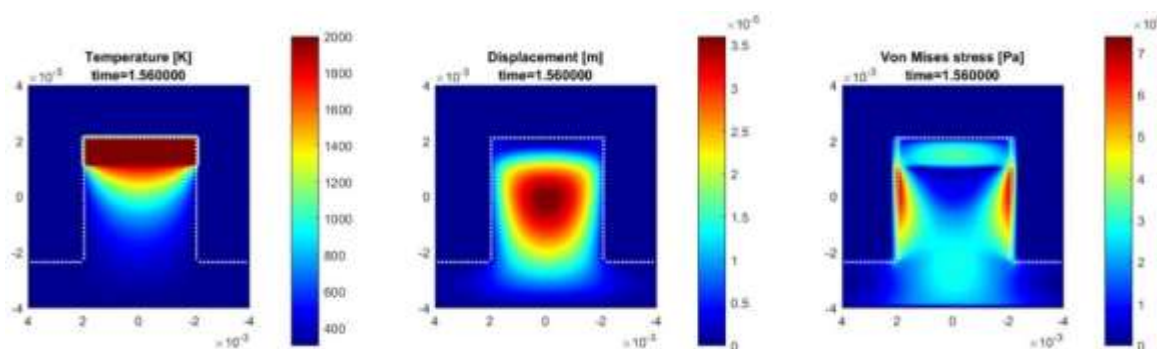


Рис. 6 – Визуализация тепло-механических расчётов на детали «Куб» при стационарном режиме нагрева верхнего слоя порошка: T – слева, U – посередине и VMS – справа

Для верификации моделирования процесса возникновения и распространения термических напряжений детали при стационарном нагреве объёмным источником тепла в MATLAB был смоделирован аналогичный процесс в программном пакете ANSYS 2019 R3 (рисунок 7).

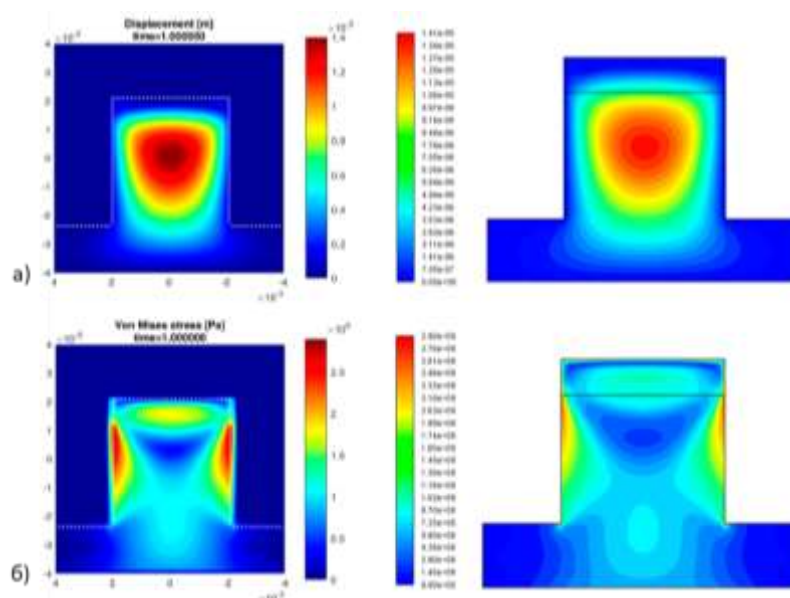


Рис. 7 – Сравнение результата расчёта поля смещений (а) и интенсивности напряжений (б) в момент времени $t = 1$ с (слева – расчёт в MATLAB, справа – в ANSYS).

Таким образом, наблюдается качественное и количественное совпадение результатов расчёта с незначительными расхождениями, связанными с разными численными методами решения (метод конечных разностей – MATLAB и метод конечных элементов – ANSYS).

Выводы и рекомендации

Метод конечных разностей показал приемлемую производительность при расчёте 11.43 секунд (1000 шагов, равномерная декартова сетка 60×60 ячеек) выращивания сечения тестовой детали «Куб на подложке» (Рисунок 3), выполнив его за 1 час 12 минут реального времени на ПЭВМ с процессором Intel Core i3-6100U и оперативной памятью 8 Гб (расчёт проводился на одном ядре).

Результаты, представленные на рисунке 5, показывают, что термические напряжения концентрируются внизу подложки и достигают максимальной величины в углах зоны контакта «подложка-деталь». Первое связано с тем, что подложка жестко закреплена в камере аддитивной машины и не позволяет изменять свою форму. Второе – острые углы всегда являются концентраторами напряжений.

Моделирование стационарного нагрева (рисунок 6) позволило убедиться в том, что применение граничного условия закрепления к боковым стенкам детали существенно сказывается на физичности решения: искусственное препятствие расширению приводит к концентрации напряжений в закреплённых зонах. Решаться данная проблема в дальнейшем будет с помощью введения динамичной (подвижной) сетки.

Корректность реализации тепло-прочностной КР модели подтверждена верификацией с ПО инженерного анализа ANSYS при эквивалентных условиях (рисунок 7), в результате которой выявлено качественное и количественное совпадение расчетов с максимальным расхождением не более 2 %.

Работа выполнена в рамках хозяйственного договора с РФЯЦ-ВНИИЭФ «Создание расчётных модулей «Тепло макроуровень», «Прочность макроуровень», «Тепломассоперенос мезоуровень», «Прочность мезоуровень», «Коробления» и интеграция их в комплекс программного обеспечения «Виртуальный 3D-принтер»» (договор № АЛТ-16), а также при финансовой поддержке РФФИ (грант 18-42-160015) и Минобрнауки России в рамках исполнения обязательств по Соглашению номер 075-03-2020-051/6 от 06.11.2020 (номер темы fzsu-2020-0020).

Литература

1. Luo Z., Zhao Y. A survey of finite element analysis of temperature and thermal stress fields in powder bed fusion Additive Manufacturing / Z. Luo, Y. Zhao // Additive Manufacturing. – 2018, Vol. 21, P. 318-332. ISSN 2214-8604, – DOI 10.1016/j.addma.2018.03.022.
2. Zhirnov, I., Kotoban, D.V., Gusarov, A.V. Evaporation-induced gas-phase flows at selective laser melting / I. Zhirnov, D.V. Kotoban, A.V. Gusarov // Appl. Phys. A. – 2018, Vol. 124 (2). 9 p. – DOI 10.1007/s00339-017-1532-y.
3. Gouge M., Michaleris P., Denlinger E., Irwin J. The Finite Element Method for the Thermo-Mechanical Modeling of Additive Manufacturing Processes / M. Gouge, P. Michaleris, E. Denlinger, J. Irwin // Thermo-Mechanical Modeling of Additive Manufacturing. – Butterworth-Heinemann, 2018, P. 19–38. – DOI 10.1016/B978-0-12-811820-7.00003-3.
4. Лурье А. И. Теория упругости. М.: Наука, 1970. 940 с.
5. Новацкий В. Теория упругости. – М.: Мир, 1975. 872 с.
6. Taler J., Duda P. Solving direct and inverse heat conduction problems / J. Taler J., P. Duda, – Springer-Verlag, 2006. 899 p. – DOI 10.1007/978-3-540-33471-2.

УДК 004.942, 536.37, 539.311, 539.319, 539.32

Трёхмерное конечно-элементное моделирование нестационарного теплопереноса и коробления детали в процессе изготовления методом селективного лазерного плавления

Цивильский И.В.¹, к.т.н.; Рубля Р.С.¹

ivtsivilskiy@kai.ru

ratmir.rublya@yandex.ru

Казанский национальный исследовательский технический университет им. А.Н. Туполева – КАИ

Аннотация:

Разработана трёхмерная конечно-элементная модель процесса изготовления металлического изделия методом селективного лазерного плавления (СЛП), позволяющая прогнозировать его деформацию, вследствие воздействия температурных напряжений. Расчёты выполнены на трёхмерной геометрии анализируемой детали, управляющие уравнения дискретизированы методом конечных элементов в приближении Галёркина. Программная реализация модели выполнена на языке программирования C# (программа состоит из 22 самописных CS-классов и 3 JSON-файлов с пользовательскими настройками решателя). Верификация разработанной модели выполнена в ПО инженерного анализа ANSYS с хорошим качественным и количественным совпадением результатов эквивалентных расчётов.

Ключевые слова:

аддитивное производство, селективное лазерное плавление, СЛП, тепломеханическая модель, метод конечных элементов

Введение

Лазерные аддитивные технологии послойного выращивания изделий комплексного внутреннего строения представляют собой наиболее инновационное и перспективное направление современного машиностроения. Придя на смену субтрактивным производственным технологиям, они открыли новые возможности для реализации самых смелых конструкторских и дизайнерских решений, которые раньше не выходили за пределы САПР.

Однако на пути развития технологий послойного выращивания до сих пор стоят нерешённые проблемы, которые не позволяют им полноценно конкурировать с традиционными производственными методами. Одной из таких проблем является образование в выращиваемых деталях остаточных напряжений, являющихся причиной их коробления. Сильные искажения формы возникают вследствие неравномерного нагрева деталей в процессе выращивания – при нанесении слой порошка нагревается выше температуры плавления, затем почти мгновенно остывает, что является причиной больших температурных градиентов, вызывающих термические напряжения, а следовательно, и деформации упрочняемого материала.

Экспериментальная настройка режимов работы аддитивной машины, позволяющая частично или полностью решить данную проблему, является сложной и дорогостоящей процедурой, ввиду необходимости учёта множества параметров установки (мощность, частота импульсов, стратегия сканирования, время работы лазера и проч.), поведения материала под действием тепловых нагрузок, а также высокой стоимости исходного сырья – металлического порошка. Исходя из этого, предсказательное моделирование процесса выращивания представляется наиболее оптимальным способом решения данной проблемы.

При этом в научном мире до сих пор нет единого мнения, как именно моделировать выращивание, так как составление всеобъемлющей

математической модели данного процесса без введения упрощений, сказывающихся на физической корректности результатов, является практически невыполнимой задачей. Это определяет актуальность исследований в данном направлении.

Результаты данной работы послужили базой для разработки вторых версий расчётных модулей «Тепло макроуровень» и «Прочность макроуровень» (первые версии модулей представляли собой двумерную конечно-разностную модель и были реализованы на языке MATLAB) программного продукта «Виртуальный 3D-принтер» для комплексного многомасштабного моделирования полного производственного цикла изготовления металлических изделий методом СЛП, разрабатываемого совместными усилиями коллективов ФГУП «РФЯЦ ВНИИЭФ», ФГБОУ ВО «КНИТУ-КАИ», ФГБОУ ВО «УдГУ», НИЦ «Курчатовский институт», ООО «Кинтех Лаб» и АНО «Сколтех» для Госкорпорации «Росатом» в 2019–2021 г.

Основная часть

Моделирование выращивания изделия методом СЛП основывается на связанном тепломеханическом расчёте с учётом допущений, представленных в таблице 1.

Таблица 1

Допущения, сделанные в тепломеханической модели

№	Допущение	Обоснование	Следствия
Тепловая модель			
1	Каждый наносимый слой порошка нагревается до температуры плавления мгновенно	Предполагается высокая скорость пробега лазера, при которой верхний слой тестовой детали с размерами порядка нескольких мм нагревается до температуры плавления практически одновременно	1) Невозможно учесть форму и диаметр лазерного пучка, стратегию и скорость сканирования; 2) Нагрев задаётся условием Дирихле на нагреваемой поверхности

2	Теплообмен между затвердевшей деталью и порошком не учитывается	Считается пренебрежимо малым вследствие неидеального теплового контакта	На границе деталь/порошок ставится краевое условие теплоизоляции
3	Не учитывается тепловое излучение спекаемой поверхности	В условиях СЛП преобладающим фактором теплосъема является конвективный теплоперенос	Краевые условия для уравнения теплопроводности не включают условие радиационного потока
4	Порошковый слой рассматривается как однородный	Упрощение модели, на данном этапе разработки	Не учитывается пористость порошка и усадка детали
Механическая модель			
5	Предполагается, что материал не выходит из зоны упругих деформаций	Упрощение модели, на данном этапе разработки	Не учитывается пластическое поведение материала, а следовательно, и остаточные напряжения
6	Не учитываются превращения кристаллических фаз и образование ванны расплава	Данные явления происходят на микро и мезо-уровнях и могут быть учтены только при многомасштабном моделировании	В модели рассматривается фазовый переход первого рода

Тепловая модель

Распределение температур внутри конечного элемента объема Ω^e аппроксимируется с помощью функций формы $N_j(x, y, z)$. Каждая функция формы принадлежит определённому узлу этого элемента и равняется 1 – в нём, 0 – в любом другом узле. Внутри области элемента значение функции формы находится в пределах от 0 до 1. Температура в каждом элементе выражается следующим образом:

$$T^e(x, y, z, t) = \sum_{i=1}^n T_j^e(t) N_j^e(x, y, z), \quad (1)$$

где n – количество узлов в элементе, T_j^e – температура в j -м узле [K], N_j^e – узловая функция формы.

Трёхмерное нестационарное уравнение теплопроводности (1) с учётом допущений, указанных в таблице 1 (пункты 1-3), в представлении Галёркина запишется в интегральной форме следующим образом [1]:

$$\int_{\Omega^e} N_i^e \left(\frac{\partial}{\partial x} \left(k_x \frac{\partial T}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left(k_y \frac{\partial T}{\partial y} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(k_z \frac{\partial T}{\partial z} \right) - \rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} \right) d\Omega^e = 0, \quad (2)$$

где k_x, k_y, k_z – диагональные компоненты матрицы проводимости $[D]$.

Интегрируя по частям первые три слагаемых уравнения (2), а также подставляя в него краевое условие конвекции, получаем:

$$\begin{aligned} & - \int_{\Omega^e} \left[k_x \frac{\partial N_i^e}{\partial x} \frac{\partial N_j^e}{\partial x} T_j^e + k_y \frac{\partial N_i^e}{\partial y} \frac{\partial N_j^e}{\partial y} T_j^e + k_z \frac{\partial N_i^e}{\partial z} \frac{\partial N_j^e}{\partial z} T_j^e \right] d\Omega^e \\ & - \int_{\Omega^e} \left[N_i^e \rho C_p \frac{\partial N_j^e}{\partial t} T_j^e \right] d\Omega^e - \int_{\Gamma_h} N_i^e h_{conv} (T_j^e - T_\infty) d\Gamma_h = 0, \end{aligned} \quad (3)$$

где Γ_h – граница области «деталь/газ», h_{conv} – коэффициент конвекции [Вт/(м²·К)], T_∞ – температура газа [К], i и j – номера узлов элемента.

Начальное условие:

$$T(t_0) = T_0, \quad (4)$$

где t_0 – начальный момент времени [с], T_0 – начальная температура [К].

Уравнение (3) также может быть записано в матричной форме:

$$[M^e] \left\{ \frac{\partial T^e}{\partial t} \right\} + [K^e] \{T^e\} = \{f^e\}, \quad (5)$$

где $[M^e]$ – массовая матрица элемента, $\{\dot{T}^e\}$ – вектор-столбец производных температур, $[K^e]$ – матрица жёсткости, $\{f^e\}$ – вектор-столбец узловых нагрузок.

Определим матрицу узловых функций формы как

$$[N^e] = [N_1^e, N_2^e, \dots, N_n^e], \quad (6)$$

а вектор узловых температур

$$\{T^e\} = \begin{Bmatrix} T_1^e \\ \dots \\ T_n^e \end{Bmatrix} \wedge. \quad (7)$$

Отсюда выражение для температуры внутри элемента:

$$T^e = [N^e]\{T^e\}. \quad (8)$$

Исходя из (8), матрица температурных градиентов запишется следующим образом:

$$\{g^e\} = \begin{Bmatrix} \frac{\partial T^e}{\partial x} \\ \dots \\ \frac{\partial T^e}{\partial z} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{\partial N_1^e}{\partial x} & \frac{\partial N_2^e}{\partial x} & \dots & \frac{\partial N_n^e}{\partial x} \\ \dots & \dots & \dots & \dots \\ \frac{\partial N_1^e}{\partial z} & \frac{\partial N_2^e}{\partial z} & \dots & \frac{\partial N_n^e}{\partial z} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} T_1^e \\ T_2^e \\ \dots \\ T_n^e \end{Bmatrix} = [B^e]\{T^e\}, \quad (9)$$

где $[B^e]$ – матрица частных производных узловых функций формы.

Матрица жёсткости элемента $[K^e]$ может быть записана как сумма матрицы проводимости $[K_c^e]$ и матрицы конвективного потока $[K_h^e]$:

$$[K^e] = [K_c^e] + [K_h^e], \quad (10)$$

где

$$[K_h^e] = \int_{\Gamma_h} h[N^e]^T[N^e]d\Gamma_h, \quad (11)$$

$$[K_c^e] = \int_{\Omega^e} [B^e]^T[D][B^e]d\Omega^e. \quad (12)$$

Вектор узловых нагрузок $\{f^e\}$:

$$\{f^e\} = \int_{\Gamma_h} hT_\infty[N^e]^Td\Gamma_h \quad (13)$$

Массовая матрица элемента $[M^e]$

$$[M^e] = \int_{\Omega^e} \rho C_p [N^e]^T [N^e] d\Omega^e \quad (14)$$

Наконец, определив вектор производных по времени:

$$\{\dot{T}^e\} = \frac{\partial T^e}{\partial t} = \left\{ \begin{array}{c} \frac{\partial T_1^e}{\partial t} \\ \vdots \\ \frac{\partial T_n^e}{\partial t} \end{array} \right\}, \quad (15)$$

получим систему нестационарных уравнений теплопроводности, сформулированных для одного конечного элемента методом Галёркина:

$$[M^e]\{\dot{T}^e\} + [K^e]\{T^e\} = \{f^e\} \quad (16)$$

После того как (16) определена для каждого элемента, необходимо собрать глобальную систему уравнений для всех элементов области с помощью метода, описанного в [2]. При использовании полностью неявной схемы она примет следующий вид:

$$([M] + \Delta t[K])\{T\}^{n+1} = \Delta t\{f\}^{n+1} + [M]T^n. \quad (17)$$

Механическая модель

Согласно принципу возможных перемещений, элементарная работа всех внешних сил на виртуальном перемещении точек сплошной среды из её равновесного состояния равна элементарной работе внутренних сил [3]:

$$\delta A_f = \delta A_{ext}, \quad (18)$$

где A_f – работа внутренних сил [Дж], A_{ext} – работа внешних сил [Дж].

Элементарная работа внутренних сил в матричной форме записывается следующим образом [15]:

$$\delta A_f = \int_V [\delta \varepsilon]^T [\sigma] dV, \quad (19)$$

где $[\delta\varepsilon]$ – тензор возможных деформаций, $[\sigma]$ – тензор напряжений [Па], V – объём сплошной среды $[м^3]$.

Обобщённый закон Гука (12) в матричной форме:

$$[\sigma] = [C]([\varepsilon] - [\varepsilon_{th}]), \quad (20)$$

где $[C]$ – матрица упругости изотропного материала, записанная в нотации Фойгта, $[\varepsilon]$ – тензор полных деформаций:

$$[\varepsilon] = [\varepsilon_{xx} \quad \varepsilon_{yy} \quad \varepsilon_{zz} \quad 2\varepsilon_{xy} \quad 2\varepsilon_{yz} \quad 2\varepsilon_{xz}]^T, \quad (21)$$

$[\varepsilon_{th}]$ – тензор деформаций, вызванных температурными напряжениями:

$$[\varepsilon_{th}] = [\alpha\Delta T \quad \alpha\Delta T \quad \alpha\Delta T \quad 0 \quad 0 \quad 0]^T, \quad (22)$$

где α – коэффициент температурного расширения $[K^{-1}]$, ΔT – разница между текущей и референсной (при которой вещество имеет свой нормальный объём и нулевые внутренние напряжения) температурами материала $[K]$.

Тензор полной деформации связан с вектором перемещений геометрическим соотношением:

$$[\varepsilon] = S\{u\} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & \frac{\partial}{\partial z} & 0 & \frac{\partial}{\partial y} & \frac{\partial}{\partial x} \\ 0 & \frac{\partial}{\partial y} & 0 & \frac{\partial}{\partial x} & \frac{\partial}{\partial z} & 0 \\ \frac{\partial}{\partial x} & 0 & 0 & \frac{\partial}{\partial y} & 0 & \frac{\partial}{\partial z} \end{bmatrix}^T \begin{Bmatrix} u_x \\ u_y \\ u_z \end{Bmatrix}, \quad (23)$$

где S – дифференциальный оператор, $\{u\}$ – вектор смещений $[м]$. Выражение для возможной деформации $[\delta\varepsilon]$ записывается через вектор возможного смещения $\{\delta u\}$ аналогичным образом.

В задаче аддитивного выращивания внешние поверхностные силы не учитываются, так как свободное перемещение незакреплённых стенок детали предполагает нулевые локальные силовые ГУ. Исходя из этого, элементарная работа внешних сил в матричной форме записывается следующим образом:

$$\delta A_{ext} = \{\delta u\}^T \{f\} = \{\delta u \quad \delta v \quad \delta w\} \begin{Bmatrix} f_x \\ f_y \\ f_z \end{Bmatrix}, \quad (24)$$

где $\{f\}$ – вектор объёмных сил.

Распределение компонент вектора смещений внутри элемента объема Ω^e аппроксимируется с помощью Лагранжевых базисных функций формы. Это позволяет представить непрерывное поле смещений разрывной функцией в конечном числе узлов элемента:

$$u_x^e = N_i^e(x, y, z)u_i^e, u_y^e = N_i^e(x, y, z)v_i^e, u_z^e = N_i^e(x, y, z)w_i^e, i = 1 \dots n \quad (25)$$

где N_i^e – i -я Лагранжева функция формы, n – количество узлов в элементе, а u_i^e, v_i^e, w_i^e – смещения i -го узла в направлениях x, y, z соответственно. В матричной форме выражение (25) запишется:

$$\{u^e\} = [N^e]\{U^e\} = \begin{bmatrix} N_1^e & 0 & 0 & \dots & N_n^e & 0 & 0 \\ 0 & N_1^e & 0 & \dots & 0 & N_n^e & 0 \\ 0 & 0 & N_1^e & \dots & 0 & 0 & N_n^e \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} u_1^e \\ v_1^e \\ w_1^e \\ \dots \\ u_n^e \\ v_n^e \\ w_n^e \end{Bmatrix}, \quad (26)$$

где $[N^e]$ – матрица узловых функций формы, $\{U^e\}$ – вектор узловых смещений.

Используя выражение (26), перепишем геометрическое соотношение (23):

$$[\varepsilon^e] = [B^e]\{U^e\} = \begin{bmatrix} \frac{\partial N_1^e}{\partial x} & 0 & 0 & \dots & \frac{\partial N_n^e}{\partial x} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{\partial N_1^e}{\partial y} & 0 & \dots & 0 & \frac{\partial N_n^e}{\partial y} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{\partial N_1^e}{\partial z} & \dots & 0 & 0 & \frac{\partial N_n^e}{\partial z} \\ \frac{\partial N_1^e}{\partial y} & \frac{\partial N_1^e}{\partial x} & 0 & \dots & \frac{\partial N_n^e}{\partial y} & \frac{\partial N_n^e}{\partial x} & 0 \\ 0 & \frac{\partial N_1^e}{\partial z} & \frac{\partial N_1^e}{\partial y} & \dots & 0 & \frac{\partial N_n^e}{\partial z} & \frac{\partial N_n^e}{\partial y} \\ \frac{\partial N_1^e}{\partial z} & 0 & \frac{\partial N_1^e}{\partial x} & \dots & \frac{\partial N_n^e}{\partial z} & 0 & \frac{\partial N_n^e}{\partial x} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} u_1^e \\ v_1^e \\ w_1^e \\ \dots \\ u_n^e \\ v_n^e \\ w_n^e \end{Bmatrix}, \quad (27)$$

где $[B^e]$ – матрица, полученная в результате применения дифференциального оператора S к матрице функций формы $[N^e]$.

Возможные перемещения запишутся аналогично (26):

$$\{\delta u^e\} = [N^e]\{\delta U^e\} \quad (28)$$

Таким образом, элементарная работа внутренних сил в терминах узловых смещений примет вид:

$$\delta A_f = \{\delta U^e\}^T \left(\int_{\Omega^e} [B^e]^T [C] [B^e] d\Omega^e \{U^e\} - \int_{\Omega^e} [B^e]^T [C] [\varepsilon_{th}^e] d\Omega^e \right) \quad (29)$$

Знак «минус» перед вторым слагаемым (29) указывает на его принадлежность к элементарной работе внешних сил. Таким образом:

$$\delta A_f = \{\delta U^e\}^T \int_{\Omega^e} [B^e]^T [C] [B^e] d\Omega^e \{U^e\} \quad (30)$$

Элементарная работа внешних сил запишется:

$$\delta A_{ext} = \{\delta U^e\}^T \left(\int_{\Omega^e} [N^e]^T \{f^e\} d\Omega^e + \int_{\Omega^e} [B^e]^T [C] [\varepsilon_{th}^e] d\Omega^e \right), \quad (31)$$

Согласно закону равновесия статики сплошной среды (18):

$$\{\delta U^e\}^T \int_{\Omega^e} [B^e]^T [C] [B^e] d\Omega^e \{U^e\} =$$

$$\{\delta U^e\}^T \left(\int_{\Omega^e} [N^e]^T \{f^e\} d\Omega^e + \int_{\Omega^e} [B^e]^T [C] [\varepsilon_{th}^e] d\Omega^e \right) \quad (32)$$

где $\{f^e\}^T = \{f_{x_i}^e \ f_{y_i}^e \ f_{z_i}^e \ \dots \ f_{x_n}^e \ f_{y_n}^e \ f_{z_n}^e\}$ – вектор узловых объёмных сил, а $f_{x_i}^e, f_{y_i}^e, f_{z_i}^e$ – его x, y, z компоненты для i -го узла.

Так как возможное перемещение $\{\delta U^e\}^T$ – случайная величина, сократим его и перепишем уравнение (36) в альтернативной форме:

$$[K^e]\{U^e\} = \{F^e\}, \quad (33)$$

где $[K^e]$ – матрица жёсткости элемента:

$$[K^e] = \int_{\Omega^e} [B^e]^T [C] [B^e] d\Omega^e, \quad (34)$$

$\{F^e\}$ – вектор узловых нагрузок:

$$\{F^e\} = \int_{\Omega^e} [N^e]^T \{f^e\} d\Omega^e + \int_{\Omega^e} [B^e]^T [C] [\varepsilon_{th}^e] d\Omega^e \quad (35)$$

После того как определены локальные матрицы для каждого i -го элемента сетки, необходимо собрать глобальную систему уравнений по методу, используемому в тепловой модели:

$$[K]\{U\} = \{F\} \quad (36)$$

Результаты моделирования и верификация

Для выполнения расчета выращивания изделия выбрана тестовая деталь, расчётная сетка и размеры (в мм) которой приведены на рисунке 1:

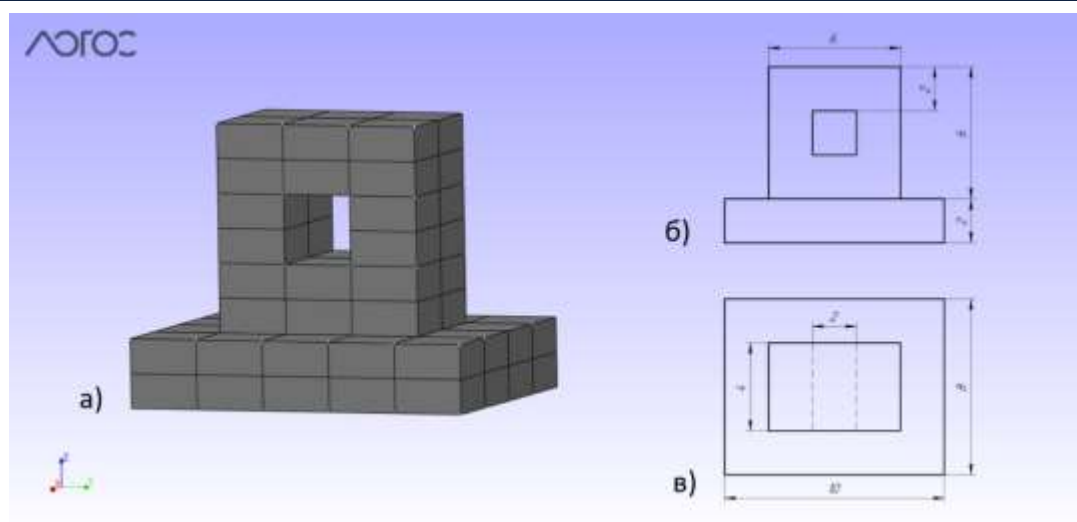


Рис. 1 – Сетка (а) и схематический чертёж тестовой детали
(б – вид спереди, в – вид сверху)

Расчёт проводился в течение 500 шагов по времени длительностью 0.01с. Время воздействия теплового источника установлено равным 0.1с., время остывания детали после нанесения каждого слоя – 0.2с. Материалом для детали был выбран сталеподобный «Steel», физико-механические свойства которого представлены в таблице 2.

Таблица 2

Физико-механические свойства материала «Steel»

Свойство	Величина	Единица измерения
Плотность	7800	кг/м ³
Удельная теплоёмкость	434	Дж/(кг·К)
Коэффициент теплопроводности	50	Вт/(м·К)
Модуль Юнга	2.0e11	МПа
Коэффициент Пуассона	0.3	–
Коэффициент теплового расширения	1.5e-5	К ⁻¹
Температура, при которой отсутствует тепловое расширение материала	300	К

Начальные и граничные условия тепломеханической задачи с учётом допущений, указанных в таблице 1, представлены на рисунке 2:

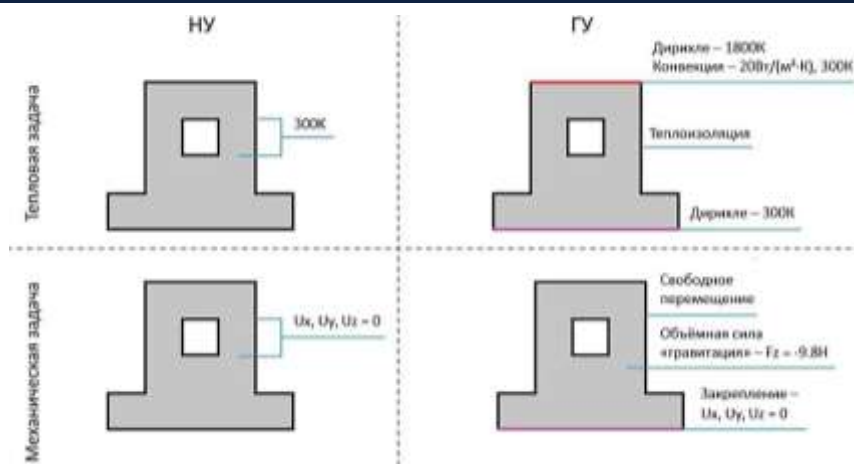


Рис. 2 – Начальные и граничные условия тепло-механической задачи

Тепловые ГУ на верхней грани детали меняются в зависимости от режима обработки: нагрев – условие Дирихле, охлаждение – конвекция.

Результаты расчёта (поля температур, смещений и интенсивности напряжений – слева направо) представлены на рисунке 3.

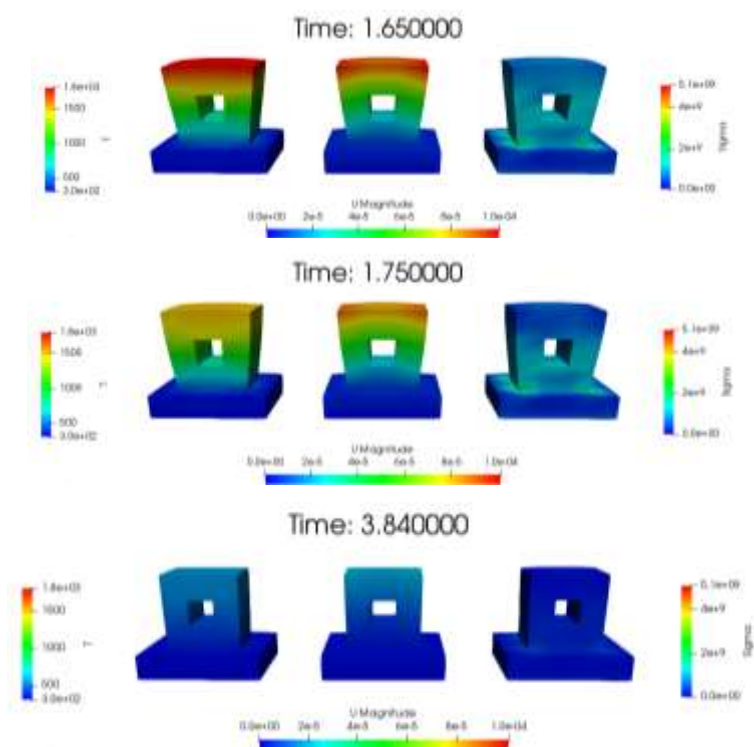


Рис. 3 – Результаты расчёта напряжённо-деформированного состояния тестовой детали: нанесение последнего слоя детали ($t = 1.65, 1.75$ с.) и полное охлаждение детали (3.84 с.)

Для верификации нестационарного теплового конечно-элементного решателя был написан дополнительный MATLAB-код, реализующий описанную ранее тепловую КЭ модель. Сравнение проводилось с аналогичным расчётом, проделанным в ПО численного анализа ANSYS.

Расчётная сетка, состоящая из трёх кубических конечных элементов со стороной 0.02м, представлена на рисунке ниже:

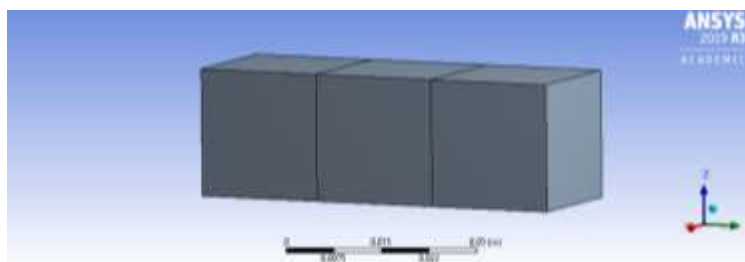


Рис. 4 – Дискретизация расчётной области

Начальные условия задачи – температура 300K. Краевые условия применены к поверхностям А, В и С. Согласно рисунку 5, А – теплоизоляция, В – фиксированная температура $T = 400\text{K}$, С – конвекция ($h_{conv} = 0.2 \text{ Вт}/(\text{м}^2 \cdot \text{K})$, $T_{\infty} = 300\text{K}$).

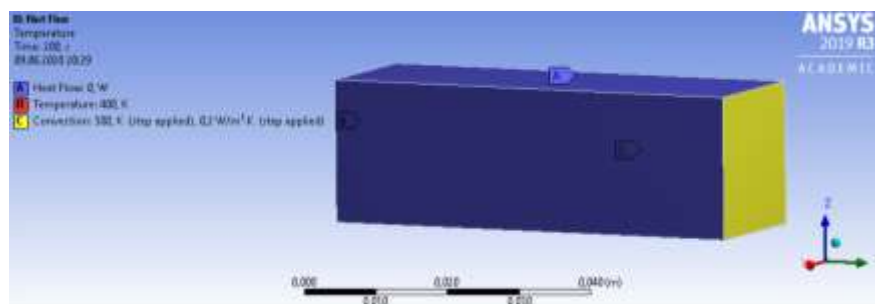


Рис. 5 – Краевые условия тепловой задачи

Результаты сравнения приведены на рисунке 6.

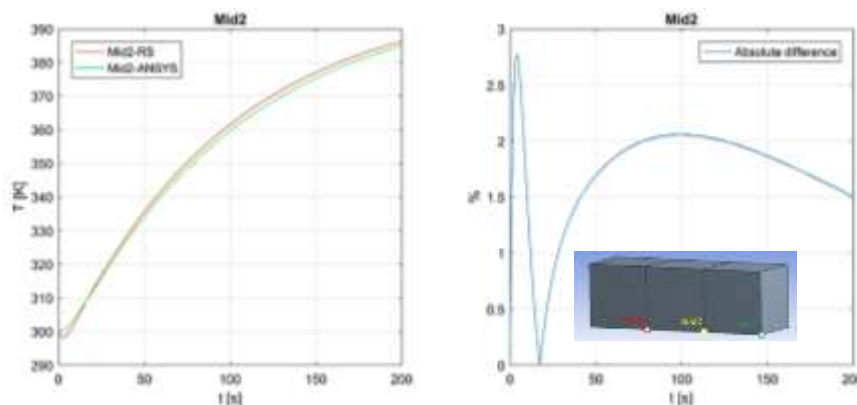


Рис. 6 – Верификация: слева график зависимости температуры от времени в точке «mid2», полученный в MATLAB (красный, RS) и ANSYS (зелёный); справа – их абсолютная разница в процентах.

Выводы и рекомендации

Метод КЭ показал относительно невысокую производительность при расчёте 3.84 секунд (полное остывание) выращивания трёхмерной тестовой детали на сетке, состоящей из 72 элементов, выполнив 384 шага по времени (100 итераций Гаусса-Зейделя на каждый шаг) за 7 часов на одном ядре процессора Intel Core i3-6100U. Это связано с пересборкой на каждом шаге по времени локальных и глобальных матриц, составляющих систему уравнений (36), ввиду динамично меняющихся граничных условий.

Результаты, представленные на рисунке 3, демонстрируют расширение и сжатие детали в процессе неравномерного нагрева. Механические напряжения концентрируются в углах контакта «подложка-деталь», что подтверждает корректность составления модели.

Тепловая КЭ модель верифицирована в ANSYS (рисунок 6) с максимальным расхождением в 7% в точке Mid1 и средним – 2.5% в остальных пробных точках (Mid2, Back).

Работа выполнена в рамках хоздоговора с РФЯЦ-ВНИИЭФ «Создание расчётных модулей «Тепло макроуровень», «Прочность макроуровень», «Тепломассоперенос мезоуровень», «Прочность мезоуровень», «Коробления» и интеграция их в комплекс ПО «Виртуальный 3D-принтер»» (договор № АЛТ-16).

Литература

1. Lewis R., Nithiarasu P., Seetharamu K. Fundamentals of finite element method for heat and fluid flow / R.W. Lewis, P. Nithiarasu, K.N. Seetharamu. – John Wiley, 2004. 335 p. – ISBN 978-0470-467002.
2. Taler J., Duda P. Solving direct and inverse heat conduction problems / J. Taler J., P. Duda, – Springer-Verlag, 2006. 899 p. – DOI 10.1007/978-3-540-33471-2.
3. Лурье А. И. Теория упругости. М.: Наука, 1970. 940 с.

УДК 004.942, 536.37, 539.311, 539.319, 539.32

Моделирование формирования и распространения тепла и упругих колебаний в металле под действием модулированного лазерного излучения

Габбазов Р.М.; Никифоров С.А.; Цивильский И.В. , к.т.н.;
Гильмутдинов А.Х., д.ф.-м.н.

GabbazovRM@stud.kai.ru;

SANikiforov@kai.ru;

IVTsilvskiy@kai.ru;

albert.gilmutdinov@kai.ru

*Казанский национальный исследовательский технический университет им.
А.Н. Туполева – КАИ*

Аннотация:

Разработана математическая модель одномерного нестационарного нагрева при импульсном лазерном воздействии на поверхность конденсированного материала, упругости, обоснованного тепловым расширением и сжатием вследствие модулированного нагрева и конвективного охлаждения материала, а также представлены уравнения для описания упругих акустических колебаний, возникающих в среде в результате оптоакустических явлений.

Данная модель позволит проводить диагностику структуры материала при 3D-печати по технологии Direct Metal Deposition (DMD), а также задавать микроструктурную структуру конечного изделия путем придания ей гомогенных свойств.

Визуализация динамики распространения акустических волн в среде позволит предсказывать распространение полей давления в материале.

Ключевые слова:

аддитивное производство, оптоакустика, тепломеханическая модель, математическое моделирование

Введение

Непрерывное развитие лазерных технологий в различных областях обработки материалов привлекает внимание к исследованию процессов, протекающих в материале при лазерной обработке. Особый интерес при изучении данных процессов представляют явления оптоакустики.

Оптоакустика, как следует из ее названия, находится на стыке двух физических явлений: оптики и акустики – и описывает взаимодействие электромагнитного излучения с веществом и возникающие вследствие этого акустические волны, которые образуются вследствие модулируемого лазерного нагрева вещества.

Наиболее часто используемым механизмом генерации оптоакустического сигнала является их возникновение вследствие теплового расширения на поверхности образца. Нестационарный нагрев приводит к изменению плотности материала в лазерном пятне, что сопровождается генерацией импульсов давления в среде. Скачки давления служат основой для возникновения упругих деформаций в материале, а они, в свою очередь, являются причиной возникновения акустических волн.

Поэтому импульсное лазерное воздействие на поверхность материала является основным инструментом применения оптоакустики в различных сферах науки и жизни. Она нашла широкое применение в неразрушающем контроле свойств материалов, спектроскопии, при диагностике природных сред (океанография, геофизика и горное дело), оптоакустической диагностике живых тканей в медицине и т. д.

Широкое разнообразие практических приложений оптоакустики служит основой для исследования и разработки различных методов на основе оптоакустических явлений.

К примеру, возникающие вследствие оптоакустических явлений акустические колебания делают оптоакустику привлекательным средством диагностики и управления структурами нагреваемого лазером материала при

аддитивном производстве. Так, приложения оптоакустики могут быть использованы при печати по технологии Direct Metal Deposition (DMD). Генерация упругих волн в точке спекания порошка при помощи дополнительного импульсного лазера позволит получить мелкозернистую структуру конечного изделия.

Моделирование явлений оптоакустики в результате импульсного лазерного воздействия позволит более детально изучить картину сложным физических явлений, происходящих в процессе обработки.

Теоретическая часть

Температура, сообщаемая материалу лазерным пучком, задавалась по закону Бугера — Ламберта — Бера [1], [2], то есть для распределения температуры по глубине было принято гауссово распределение по сечению с учетом параметров лазерной системы и обрабатываемого материала:

$$T = T_0 + \frac{2RP}{\pi d^2 \lambda(x)} e^{-4 \frac{l}{d^2}} \quad (1)$$

где T_0 — начальная температура образца, R — коэффициент поглощения лазерного излучения поверхностью, P — средняя мощность лазера в импульсном режиме, l — расстояние от оси лазерного луча до обрабатываемого участка, d — диаметр поперечного сечения лазерного луча, λ — коэффициент теплопроводности материала, зависящий от температуры.

Моделировалась одномерная задача теплопроводности и термоупругости методом конечных разностей на примере серебряного стержня конечной длины, поперечное сечение которого пренебрежимо мало.

Стержень нагревался импульсным лазером с частотой следования импульсов ϑ_{PRF} , вследствие чего в лазерном пятне происходил нагрев материала, температура которого распространялась по длине стержня.

Распределение одномерного температурного поля $T(x, t)$ в образце определяется уравнением [3]:

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\lambda(T)}{\rho c_p} \Delta T = \frac{\lambda(T)}{\rho c_p} \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \quad (2)$$

где c_p – удельная теплоемкость при постоянном давлении, $\lambda(T)$ – функция коэффициента теплопроводности материала образца, аргументом которой является температура.

По результатам эксперимента была получена аппроксимационная функция для коэффициента теплопроводности серебра следующего вида:

$$\lambda(x) = \frac{7.55}{1.6+T} + T^3 \quad (3)$$

Решение уравнения теплопроводности производилось методом конечных разностей на равномерной пространственной сетке с постоянным шагом по времени. Аппроксимация уравнения производилось по неявной схеме по шаблону изображенному на рисунке 1.

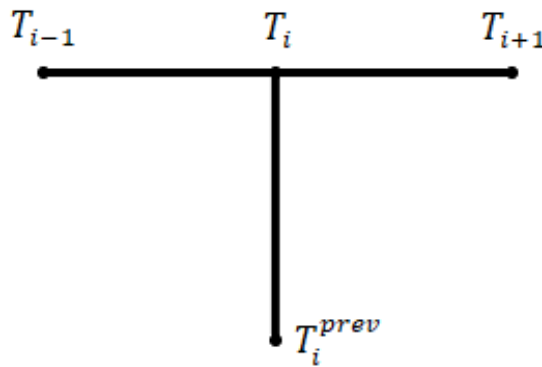


Рис. 3 – Шаблон неявной разностной схемы

В соответствии с шаблоном разностная аппроксимация уравнения выглядит следующим образом:

$$\frac{T_i - T_i^{prev}}{\tau} = \frac{\lambda(T)}{\rho c_p} \frac{T_{i+1} - 2T_i + T_{i-1}}{h} \quad (4)$$

где индекс i – номер ячейки сетки, τ – шаг по времени, h – пространственный шаг по координате, $T_{i,j}^{prev}$ – температура на предыдущем временном шаге.

Решение системы линейных алгебраических уравнений, полученной в результате применения разностной схемы, производилось с помощью метода Гаусса–Зейделя при заранее заданном количестве итераций.

Конвективный теплообмен между нагретым стержнем и окружающей средой (воздухом) задавался с помощью уравнения теплоотдачи:

$$T - T_{amb} = \frac{\lambda}{\gamma} \nabla T = \frac{\lambda}{\gamma} \frac{\partial T}{\partial x} \quad (5)$$

где γ – коэффициент теплоотдачи, T_{amb} – температура окружающей среды, T – температура стержня на границе раздела «стержень – окружающая среда».

Для описания упругих волн, возникающих в стержне, на каждом временном шаге решалось стационарное одномерное уравнение термоупругости [4]:

$$\frac{\partial^2 u}{\partial x^2} - \alpha \frac{\partial T}{\partial x} = 0 \quad (6)$$

где u – смещения в стержне, α – коэффициент теплового расширения, T – температурное поле, вычисленное на предыдущих этапах.

Разностная аппроксимация уравнения термоупругости:

$$\frac{u_{i+1} - 2u_i + u_{i-1}}{h^2} - \alpha \frac{T_{i+1} - T_{i-1}}{2h} = 0 \quad (7)$$

Из уравнения (7) видно, что градиенты температуры являются причиной волн смещений в материале.

Результаты моделирования

В авторской программе, реализованной в пакете прикладных программ MATLAB, производился расчёт уравнений теплопроводности и термоупругости при следующих параметрах лазерной системы: средняя мощность лазера в импульсном режиме $P = 65$ Вт, диаметр поперечного сечения лазерного луча $d = 0,01$ м, частота следования импульсов $\vartheta_{PRF} = 10$ Гц. Стержень длиной 1 м испытывал лазерное импульсное воздействие на расстоянии 0,1 м от его начала. В качестве материала стержня было выбрано серебро с плотностью $\rho = 10490 \frac{\text{кг}}{\text{м}^3}$, теплоемкостью при постоянном давлении $C_p = 240 \frac{\text{Дж}}{\text{кг} \cdot \text{К}}$ и коэффициентом термического расширения $\alpha = 19,5 \cdot 10^{-6} \frac{1}{\text{К}}$. Коэффициент теплоотдачи между стержнем и воздухом

$\gamma = 5 \frac{\text{Вт}}{\text{К} \cdot \text{м}^2}$, температура внешней среды равна комнатной температуре воздуха $T_{amb} = 300\text{К}$, при этом коэффициент поглощения электромагнитного излучения поверхностью R был принят равным 0,8. Результаты моделирования в различные моменты времени представлены на рисунках 2–5.

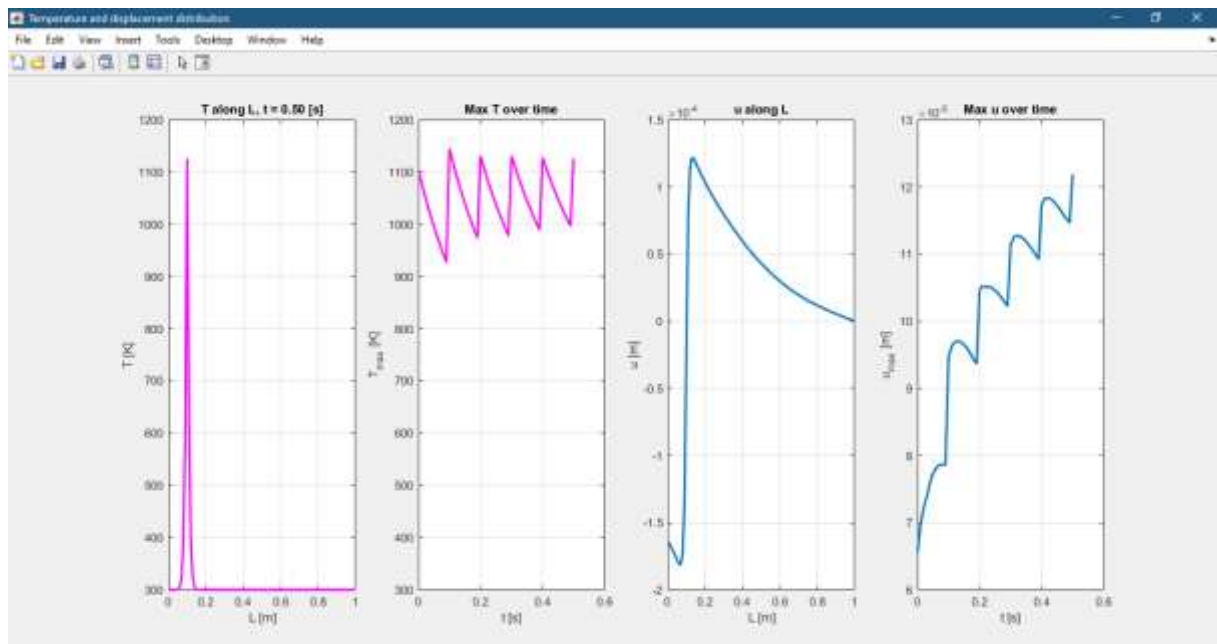


Рис. 2 – Моделирование процесса термоупругих колебаний в момент времени $t = 0.5\text{с}$

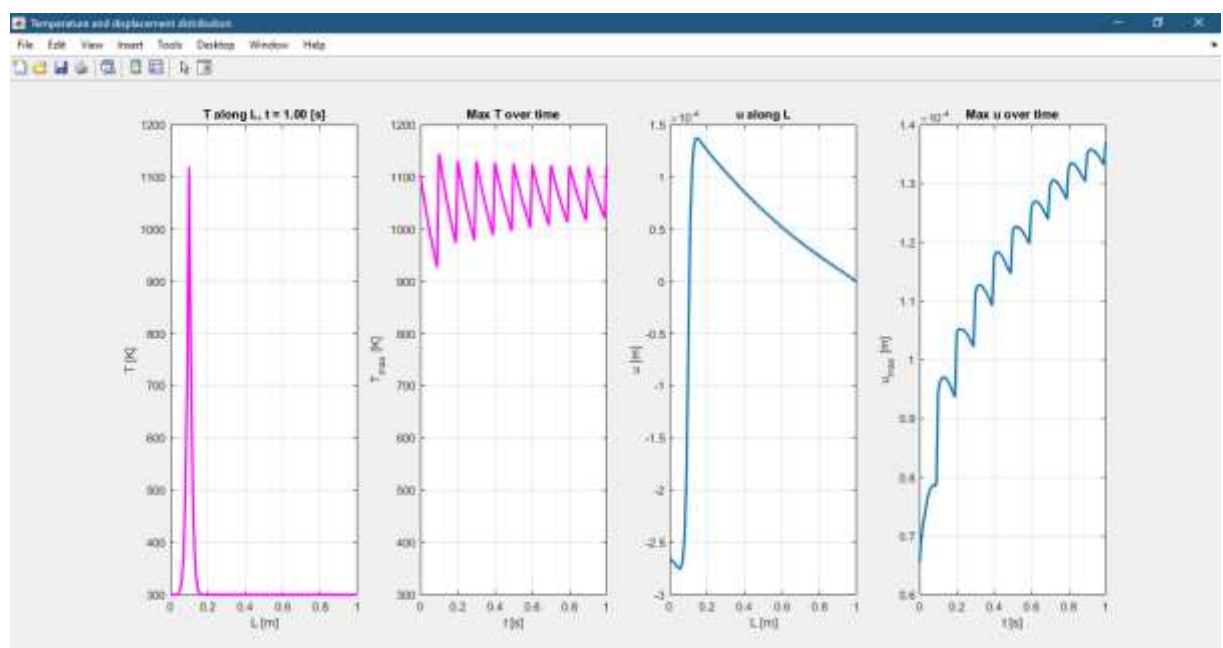


Рис. 3 – Моделирование процесса термоупругих колебаний в момент времени $t = 1\text{с}$

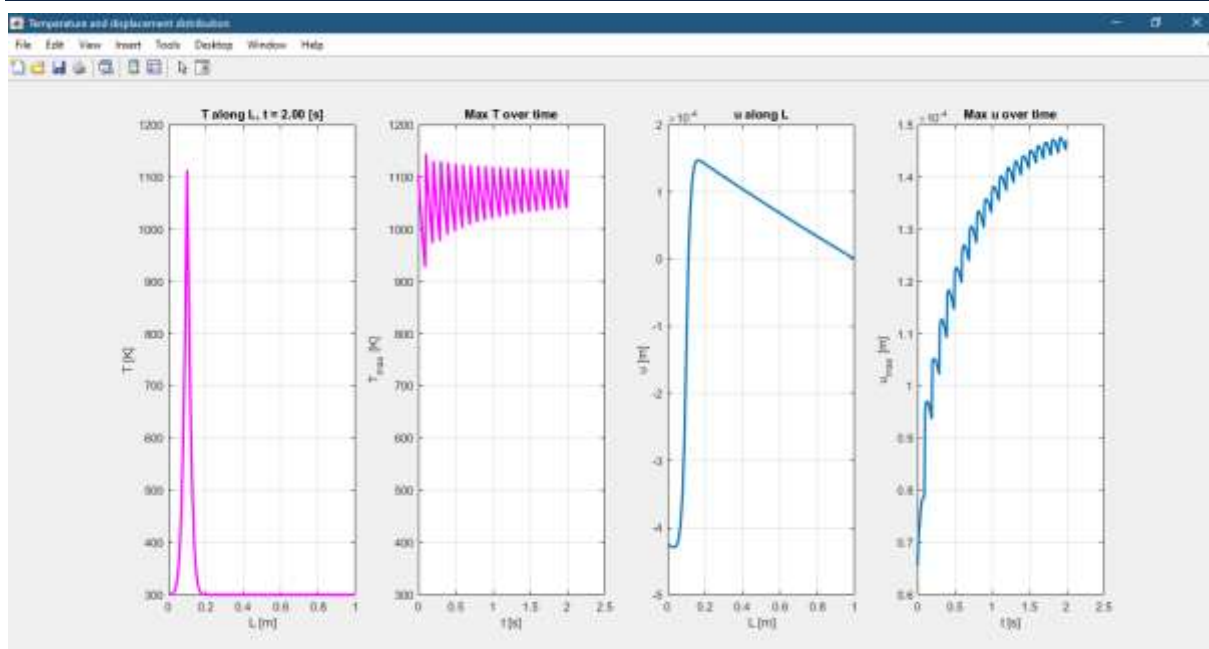


Рис. 4 – Моделирование процесса термоупругих колебаний в момент времени $t = 2c$

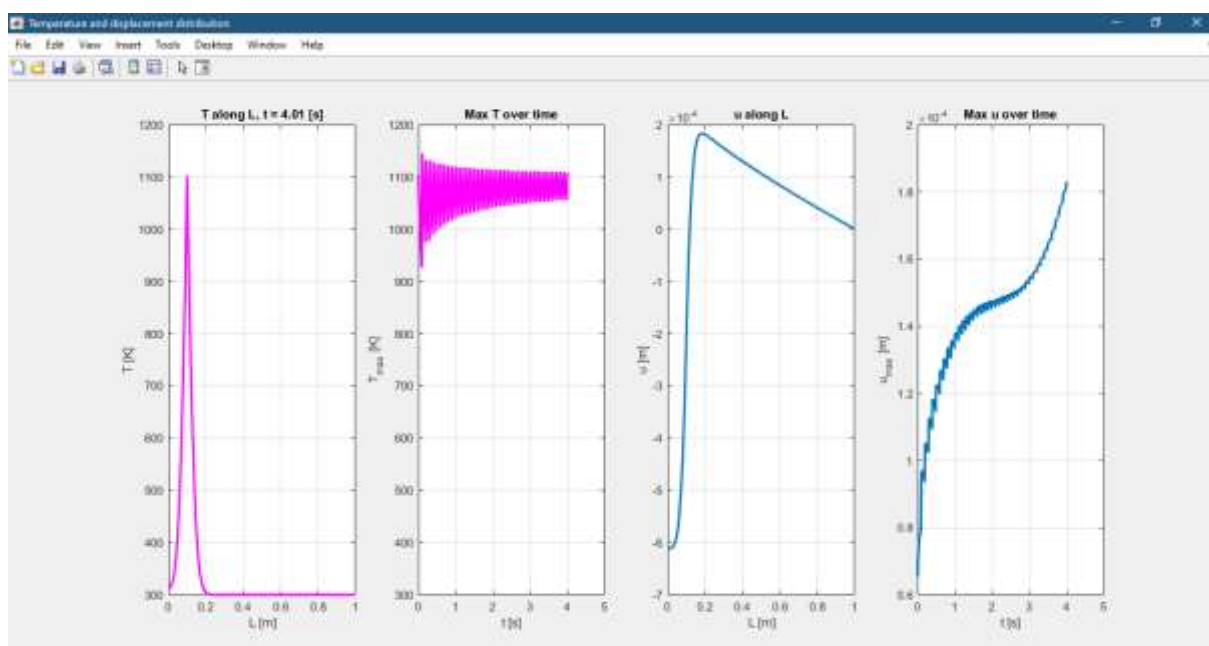


Рис. 5 – Моделирование процесса термоупругих колебаний в момент времени $t = 4c$

Как видно из рисунков 2–5 смещения, возникающие в стержне, ведут себя волнообразно вследствие больших градиентов температур в лазерном пятне. Образование акустических волн непрерывно связано с распространением упругих волн смещений в среде.

Акустические волны являются естественной реакцией среды на переменное внешнее воздействие. В частности, возбуждение звука в среде, поглощающей переменный световой поток. При поглощении переменного светового потока поглощающая среда неоднородно нагревается, что приводит к появлению дополнительных механических напряжений, которые и становятся источниками акустических волн.

Выводы и рекомендации

Произведен расчет одномерного уравнения теплопроводности и термоупругости методом конечных разностей, а также визуализирована динамика распространения температурных и сдвиговых полей. Выполненный с помощью математического моделирования анализ оптоакустических явлений, вызванных импульсным лазерным воздействием, послужит основой для дальнейших исследований в данной области.

В будущих работах следует распространить данную модель для двумерного и трехмерного случаев, и использовать ее для разработки метода 3D-печати по технологии DMD с применением ультразвуковых волн. Также имеет смысл рассмотреть возможность в качестве начальных условий задавать абсолютную мощность лазера в фокусирующей системы. Это упростит задание параметров при моделировании для последующего сравнения с результатами экспериментальных данных.

Научные исследования проведены при финансовой поддержке РФФИ (грант 18-42-160015), Минобрнауки России в рамках исполнения обязательств по Соглашению номер 075-03-2020-051/6 от 06.11.2020 (номер темы fzs-2020-0020) и в рамках хозяйственного договора с РФЯЦ-ВНИИЭФ «Создание расчётных модулей «Тепло макроуровень», «Прочность макроуровень», «Тепломассоперенос мезоуровень», «Прочность мезоуровень», «Коробления» и интеграция их в комплекс программного обеспечения «Виртуальный 3D-принтер»» (договор № АЛТ-16).

Литература

1. Гусев В.Э., Карабутов А.А. Лазерная оптоакустика // М. "Наука". 1991. – 304 с. – ISBN 5-02-014172-0.
2. Wissmeyer, G., Pleitez, M.A., Rosenthal, A. et al. Looking at sound: optoacoustics with all-optical ultrasound detection. Light Sci Appl 7, 53 (2018) - <https://doi.org/10.1038/s41377-018-0036-7>.
3. Либенсон М.Н., Яковлев Е.Б., Шандыбина Г.Д. Взаимодействие лазерного излучения с веществом (силовая оптика). Конспект лекций. Часть I. Поглощение лазерного излучения в веществе. Под общей редакцией В.П. Вейко – СПб: СПб ГУ ИТМО, 2008. – 141 с.
4. Самуль В.И. Основы теории упругости и пластичности - Учебное пособие. М.; Высш. школа, 1982. – 264 с.

УДК 533.9.072

Электромагнитно-тепловая модель стационарного горения и динамики формирования индуктивно-связанной плазмы в пакете FEniCS с использованием адаптивной, конечно-элементной сетки

Муллин Г.Д.¹; Цивильский И.В.¹, к.т.н.

mullingd@stud.kai.ru

ivtsivilskiy@kai.ru

*Казанский национальный исследовательский технический университет им.
А.Н. Туполева (КНИТУ-КАИ)*

Аннотация:

На языке Python разработана математическая модель электромагнетизма и теплопереноса в индуктивно-связанной плазме (ИСП). Она основана на совместном решении уравнений Максвелла в частотном домене в формулировке векторного потенциала магнитного поля и уравнения теплопроводности в газе. Учитывается температурная зависимость электропроводности газа и величины радиационных потерь в плазме. Уравнения формулируются в слабой вариационной форме и решаются методом конечных элементов с использованием библиотек пакета с открытым исходным кодом FEniCS. С целью повышения производительности расчетов с сохранением требуемой точности, а также исследования температурных полей в газе как в установившемся режиме, так и на этапе возгорания плазменного разряда, моделирование выполнено в трехмерном стационарном и осесимметричном нестационарном приближениях. Геометрия ВЧ-индуктора и кварцевой горелки заданы аналитически с применением адаптивного сгущения расчетной сетки вблизи границ раздела материалов. Расчеты выполнены для типичных рабочих условий технологических плазменных установок для обработки порошковых материалов для аддитивной промышленности. Разработанная модель может использоваться для оптимизации размеров и формы высокотемпературной зоны плазмы, как бесплатная альтернатива коммерческим пакетам для моделирования ИСП.

Ключевые слова:

технологическая индуктивно-связанная плазма, метод конечных элементов, FEniCS, адаптивная сетка

1. Введение

Изначально индукторы для получения индуктивно-связанной плазмы использовали для спектроскопического и спектрохимического анализа, так как при приложении тока высокой частоты и использовании инертного плазмообразующего газа (например, аргона), в результате получается плазма достаточной температуры, чтобы большинство исследуемых веществ сразу распадались на атомы. Например, таким образом можно анализировать чистоту драгоценных металлов, которые имеют очень высокую температуру кипения [1]. Благодаря этому свойству системы получения ИСП стали использовать и в производствах, где требуется быстро испарить, а потом сконденсировать требуемый материал.

Одним из целевых направлений использования индуктивно-связанной плазмы является получение и сфероидизация порошков для аддитивного производства. Таким методом можно синтезировать высококачественные порошки с заданным фракционным составом. Однако, для наиболее качественного производства требуется модель плазменного факела, распределение температурного поля внутри него. Существует ряд работ по моделированию ИСП в одномерном, двумерном пространствах [3], однако, чем выше размерность, тем больше требуется вычислительных ресурсов. Поэтому применяют различные упрощения: (например, используя преимущества геометрии, аппроксимация рядами Фурье [4]).

Цель работы – разработать математическую модель технологической ИСП, достоверно описывающей 2D- и 3D-пространственно-временные распределения электромагнитных полей и температуры плазменного факела при помощи библиотек пакета FEniCS. Модель может быть в дальнейшем использована для модификации размеров зоны нагрева, напрямую влияющей на динамику испарения частиц порошка при газофазной плазменной обработке.

Для повышения скорости расчетов с сохранением требуемой точности в данной модели предложен метод адаптивного разбиения расчетной сетки вблизи границ логических доменов моделируемой области. Кроме того, область решения является осесимметричной (**Ошибка! Источник ссылки не найден.**), поэтому вместо расчёта полей в 3D для нестационарного течения, можно воспользоваться осесимметричным приближением.

2. Теоретическое обоснование модели

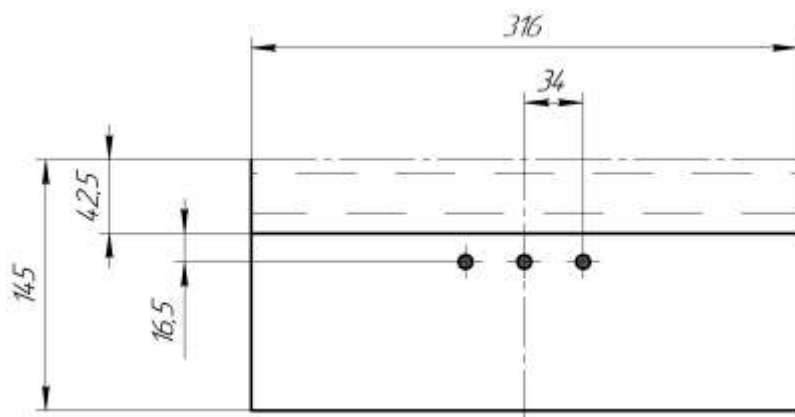


Рис. 1 – Геометрия задачи (вертикальный разрез, повернуто)

При моделировании плазмы (заштрихованная область, Рис. 1) будут введены следующие упрощения: Векторы скоростей газа заданы постоянным во времени полем, а влиянием силы Лоренца на течение газа пренебрегается; электрическая проводимость плазмы постоянна для стационарного расчета (и равна ее значению при температуре 10000 K), а в нестационарном случае представляет собой степенную зависимость от локальной температуры газа; электрическая проводимость воздуха вокруг – ничтожно мала; индуктор имеет пренебрежимо малую ёмкостную составляющую полного сопротивления.

Электромагнитная часть модели основана на решении уравнений Максвелла, как было показано в предыдущих работах авторов [5], где модель ИСП реализована в пакете Ansys Fluent. Полная плотность тока складывается из тока высокочастотного индуктора $\vec{J}_{coil}$ и индукционных токов $\vec{J}_{ind}$, обусловленных движением электронов и ионов в плазме:

$$\vec{J} = \vec{J}_{coil} + \vec{J}_{ind} \quad (1)$$

$$\vec{J}_{ind} = \sigma \cdot (\vec{E} + \vec{u} \times \vec{B}) \quad (2)$$

Так как магнитное поле в миллионы раз слабее электрического, и если скорость течения $\vec{u}$ плазмы тоже невелика, конвективным слагаемым $\vec{u} \times \vec{B}$ можно пренебречь на фоне $\vec{E}$.

Уравнения Максвелла формулируются в терминах векторного потенциала магнитного поля, таким образом, получается лишь одно уравнение:

$$\begin{cases} \mu_0 \vec{H} = \nabla \times \vec{A} \\ \vec{E} = \frac{\partial \vec{A}}{\partial t} \end{cases}$$

$$\nabla^2 \vec{A} = -\mu_0 (\vec{J}_{coil} + \sigma \vec{E}) = -\mu_0 \left(\vec{J}_{coil} - \sigma \frac{\partial \vec{A}}{\partial t} \right) \quad (3)$$

Так как электромагнитное поле изменяется по гармоническому закону, то, пренебрегая гармониками высших порядков, значения полей можно представить в комплексной форме, согласно формуле Эйлера:

$$\begin{cases} \vec{J} = \vec{J}(\vec{r}, t) = \Re[\vec{J}_0(\vec{r}) \cdot e^{i\omega t}] \\ \vec{E} = \vec{E}(\vec{r}, t) = \Re[\vec{E}_0(\vec{r}) \cdot e^{i\omega t}] \\ \vec{H} = \vec{H}(\vec{r}, t) = \Re[\vec{H}_0(\vec{r}) \cdot e^{i\omega t}] \end{cases} \quad (4)$$

В формуле (4) значения с индексом 0 – амплитуды колебаний. При подстановке выражений (3) в (2), появляется возможность решать электромагнитную задачу в частотном домене, исключая производные по времени

$$\nabla^2 \vec{A} = -\mu_0 \vec{J} + i\omega\mu_0\sigma\vec{A} \quad (5)$$

Здесь $\vec{A}$ – комплексный векторный потенциал, $\vec{A} = \vec{A}_R + i\vec{A}_I$

Вектор плотности тока и геометрия индуктора задаются с помощью Гауссова профиля, для каждого z_0 (смещение кольца индуктора по вертикали):

$$\begin{cases} J_x = J_0 \frac{-y}{\sqrt{x^2 + y^2}} \exp \left(- \left(\frac{\sqrt{x^2 + y^2} - r_0}{s} \right)^2 - \left(\frac{z - z_0}{s} \right)^2 \right) \\ J_y = J_0 \frac{x}{\sqrt{x^2 + y^2}} \exp \left(- \left(\frac{\sqrt{x^2 + y^2} - r_0}{s} \right)^2 - \left(\frac{z - z_0}{s} \right)^2 \right) \\ J_z = 0 \end{cases} \quad (6)$$

z_0 – смещение катушки относительно оси z , s – радиус площади сечения катушки

Для учета теплопереноса решается стационарная задача теплопроводности:

$$k \cdot \nabla^2 T = -Q \quad (7)$$

k – коэффициент теплопроводности (Вт/(м·К)), T – поле температуры (К), Q – источниковый член (Вт/м³), который для ИСП, согласно закону Джоуля-Ленца и Ома, зависит от индукционного тока:

$$\begin{cases} \vec{J}_{ind} = \sigma \vec{E} \\ Q = \vec{J}_{ind} \cdot \vec{E} \end{cases} \rightarrow Q = \sigma (\vec{E} \cdot \vec{E}) \quad (8)$$

Поскольку ток переменный, при переходе в частотный домен используются средние за период колебаний значения $E = \frac{E_0}{\sqrt{2}}$:

$$Q = \frac{\sigma (\vec{E} \cdot \vec{E})}{2} \quad (9)$$

Для решения нестационарной задачи горения ИСП, требующей больших вычислительных ресурсов по сравнению со стационарным случаем, в силу симметрии эти уравнения удобно записать в цилиндрической системе

координат (r, φ, z) , тем самым значительно уменьшив число элементов в сетке. Электромагнитные поля, зависящие от электропроводности плазмы, рассчитываются с учётом значений температуры на предыдущем шаге по времени. Уравнение (4) примет вид:

$$\nabla^2 A_\varphi - \frac{A_\varphi}{r^2} = -\mu_0 \cdot (J_{coil,\varphi} + J_{ind,\varphi}(\sigma(T_n))) \quad (10)$$

Здесь $\sigma(T_n)$ – удельная электрическая проводимость расчётной среды на предыдущем шаге по времени

Уравнение теплопроводности (7) трансформируется в уравнение теплового баланса с учетом переноса тепла по заданному полю скоростей течения газа ($\vec{u}$):

$$\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} + (\vec{u} \cdot \vec{\nabla} T) = k \cdot \nabla^2 T + (Q_{joule}(\sigma(T_n), A_{n,\varphi}) - Q_{rad}(T_n) - Q_{fix}) \quad (11)$$

Здесь: $(\vec{u} \cdot \vec{\nabla} T)$ – конвективная составляющая; $Q_{rad}(T_n)$ – радиационные потери; $Q_{joule}(\sigma(T_n), A_{n,\varphi})$ – источник тепла при электромагнитном нагреве, теперь его мощность также зависит от температуры на предыдущем шаге по времени; $Q_{fix} = (T - T_{amb}) \cdot 10^9$ – источник, необходимый для поддержания постоянной комнатной температуры T_{amb} вне домена плазмы.

3. Слабая вариационная форма задачи и ее реализация в FEniCS

Уравнение (4) являются уравнениями Пуассона:

$$\nabla^2 \vec{F} = -\vec{Q} \quad (12)$$

Для их формулировки в вариационной форме, обе части уравнения умножаются на произвольную тестовую функцию $\vec{v}$ и интегрируются по объему расчетной области (см. Листинг 1).

```
# Создается тестовая функция для смешанного
функционального пространства
# ar = действительная часть amplitude A~
# ai = мнимая часть amplitude A~
vr, vi = TestFunctions(V)
```

Листинг 1. Инициализация тестовых функций в FEniCS

После интегрирования по частям уравнения (11), левая часть уравнения приобретает вид:

$$\int_{\Omega} \vec{v} \cdot \nabla^2 \vec{F} d\Omega = \int_{\partial\Omega} \vec{v} \cdot (\nabla \vec{F} \cdot \vec{n}) d(\partial\Omega) - \int_{\Omega} (\nabla \vec{v} \cdot \nabla \vec{F}) d\Omega \quad (13)$$

Для граничных условий Дирихле ($\vec{A}(\vec{r}, t)|_{\partial\Omega} = 0$) слагаемое $\int_{\partial\Omega} \vec{v} \cdot (\nabla \vec{F} \cdot \vec{n}) d(\partial\Omega)$ обращается в ноль на границах области (см. Листинг 2)

```
# Set Dirichlet BCs (zero vector potential on all
boundaries)
zero_a = Constant((0, 0, 0))
bc_ar = DirichletBC(V.sub(0), zero_a, boundary_surface)
# ar = V.sub(0) подпространство смешанного функц.
пространства
bc_ai = DirichletBC(V.sub(1), zero_a, boundary_surface)
# ai = V.sub(1) подпространство смешанного функц.
пространства
bcs = [bc_ar, bc_ai]
```

Листинг 2. Обозначение условий Дирихле в FEniCS

Таким образом, применив (13) к (5) можно получить систему уравнений, являющуюся слабой вариационной формой электромагнитной задачи:

$$\begin{cases} \int_{\Omega} (\nabla \vec{v} \cdot \nabla \vec{A}_R) d\Omega = - \int_{\Omega} \vec{v} \cdot (-\mu_0 \cdot \vec{j} - \omega \mu_0 \sigma \cdot \vec{A}_I) d\Omega \\ \int_{\Omega} (\nabla \vec{v} \cdot \nabla \vec{A}_I) d\Omega = - \int_{\Omega} \vec{v} \cdot (\omega \mu_0 \sigma \cdot \vec{A}_R) d\Omega \end{cases} \quad (14)$$

Для решения системы уравнений (14) используется кусочно-линейная интерполяция тестовых (в FEniCS – test function) и искомых (в FEniCS - trial function) функций внутри каждого элемента полиномами Лагранжа первого порядка. Для получения искомой комплексной функции $\vec{A}$ требуются смешанные функциональные пространства, одновременно содержащие базисные функции для реальной и мнимой частей уравнения (см. Листинг 3). Для определения функции только действительной переменной $\vec{J}$ необходимо использовать отдельное векторное пространство (не смешанное).

```
# Создаётся смешанное функциональное пространство,
# которое представляет компоненты функции A: (ar, ai) как
# единую сущность
# Чтобы это сделать, нужно задать MixedElement
# ('P', ..., eo) = кусочно-заданный полином порядка
# 'eo'
p1 = VectorElement('P', mesh.ufl_cell(), eo)
mix_element = MixedElement([p1, p1]) # регулирует 'ar'
# and 'ai' в связке
# Теперь задаётся функциональное пространство с помощью
# смешанных конечных элементов
V = FunctionSpace(mesh, mix_element)

# Создаются дополнительные несмешанные функциональные
# пространства
V_single = VectorFunctionSpace(mesh, 'P', eo) #
# используется для выделения векторных величин (например,
# плотность тока)
S_single = FunctionSpace(mesh, 'P', eo) # используется
# для выделения скалярных величин
```

Листинг 3. Создание функциональных пространств в FEniCS

После этого требуется задать логические домены расчетной области (принимают значения от 0 вне домена и 1 внутри него), определяющие размеры и расположение токопроводящих элементов, зоны плазмы и окружающего воздуха (см. def coil_domain()):

```
        return f'({top_ring()}) + ({central_ring()}) +  
({bottom_ring()}) '  
def plasma_domain():  
    return f'1.0/exp((x[0]*x[0] +  
x[1]*x[1])/pow({r_plasma}, 2.0) '  
    return f'(sqrt(x[0]*x[0] + x[1]*x[1]) <=  
{r_plasma}) ? 1.0 : 0.0 '
```

Листинг 4). Формулируются аналитические “функции доменов”, логическое объединение которых представляет собой всю расчетную область.

```
# Логические домены
# x[0] = x, x[1] = y, x[2] = z
def top_ring():
    return f'(1.0 / exp(pow((sqrt(x[0]*x[0] +
x[1]*x[1]) - {r_coil})/{r_wire}, 2.0) + ' \
    f'pow(((x[2] - {1.0 * z_stride})/{r_wire}), 2.0)))
>= 0.5 ? 1.0 : 0.0'
def central_ring():
    return f'(1.0 / exp(pow((sqrt(x[0]*x[0] +
x[1]*x[1]) - {r_coil})/{r_wire}, 2.0) + ' \
    f'pow(((x[2] - {0.0 * z_stride})/{r_wire}), 2.0)))
>= 0.5 ? 1.0 : 0.0'
def bottom_ring():
    return f'(1.0 / exp(pow((sqrt(x[0]*x[0] +
x[1]*x[1]) - {r_coil})/{r_wire}, 2.0) + ' \
    f'pow(((x[2] - {-1.0 * z_stride})/{r_wire}), 2.0)))
>= 0.5 ? 1.0 : 0.0'
def coil_domain():
    return f'({top_ring()}) + ({central_ring()}) +
({bottom_ring()})'
def plasma_domain():
    return f'1.0/exp((x[0]*x[0] +
x[1]*x[1])/pow({r_plasma}, 2.0)'
    return f'(sqrt(x[0]*x[0] + x[1]*x[1]) <=
{r_plasma}) ? 1.0 : 0.0'
```

Листинг 4. Создание доменов 'coil_domain', 'plasma_domain'

Далее система решается путём записи её в виде единого уравнения на функции $\vec{A}_R$ и $\vec{A}_I$, которые определены в смешанном функциональном пространстве. Для этого левая и правая части уравнений системы (14) переносятся в одну сторону и суммируются (см. Листинг 5).

```
# Получение слабой вариационной формы задачи путём
произведения уравнений на тестовые функции,
# интегрирование вторых производных,
# и сложение уравнений
# Введение вариационной формы для действительной части:
(nabla . Ar) = -mu0*J - mu0*w*sigma*Ai = Q
# int3d( (grad(vi) . grad(ar)) ) = - int3d( vi . Q ),
where Q is a source term
lhs_r = inner(grad(ar), grad(vr)) * dx
rhs_r = - dot((-mu0 * j - mu0 * w * sigma * ai), vr) *
dx
# Введение вариационной формы для мнимой части: (nabla
. Ai) = mu0*w*sigma*Ar
# int3d( (grad(vr) . grad(ai)) ) = - int3d( vr . Q ),
where Q is a source term
lhs_i = inner(grad(ai), grad(vi)) * dx
rhs_i = - dot((mu0 * w * sigma * ar), vi) * dx
# Решение совместной системы ДУ в частных производных
(lhs - rhs = 0)
system = lhs_r - rhs_r + lhs_i - rhs_i
solve(system == 0, a, bcs)
# разделение решения на мнимую и действительную части
_ar, _ai = a.split()
axr, ayr, azr = _ar.split()
axi, ayi, azi = _ai.split()
```

Листинг 5. Решение системы уравнений (14) в FEniCS

Слабая вариационная форма тепловой задачи может быть получена аналогичным образом (граничные условия: $T(\vec{r}, t)|_{\partial\Omega} = T_{amb}$) из (7) и (13):

$$\int_{\Omega} k(\nabla \vec{q} \cdot \nabla \vec{T}) d\Omega = \int_{\Omega} q \cdot Q d\Omega \quad (15)$$

где q – скалярная тестовая функция. Совместная электромагнитно-тепловая задача на FEniCS решается аналогично, в смешанном функциональном пространстве с добавлением в него скалярной функции температуры (см. Листинг 6)

```
pls = FiniteElement('P', mesh.ufl_cell(), eo) #  
элемент скалярного поля  
mix_element = MixedElement([pls, pls, pls]) # смешанный  
конечный элемент для 'ar', 'ai' и 'tem'  
# Теперь задаётся функциональное пространство с помощью  
смешанных конечных элементов  
V = FunctionSpace(mesh, mix_element)
```

Листинг 6. Создание смешанных функциональных пространств для совместной электромагнитно-тепловой задачи в FEniCS

Для повышения точности решения применено адаптивное дробление сетки. Чтобы определить регионы, где необходимо сгущать изначально регулярную сетку (т.е. дробить ячейки), рассчитывается градиент функции доменов (так называемый “интерфейс”) и его среднее значение по объему расчетной области. Затем выполняется повторный цикл по всей сетке, и ячейки, где значение интерфейса больше среднего, помечаются, как подлежащие разбиению (FEniCS строит новую ячейку через середины сторон старой ячейки, см. Листинг 7 Листинг 1). Результат адаптивного дробления трехмерной сетки (в сечении) представлен на (Рис. 2).

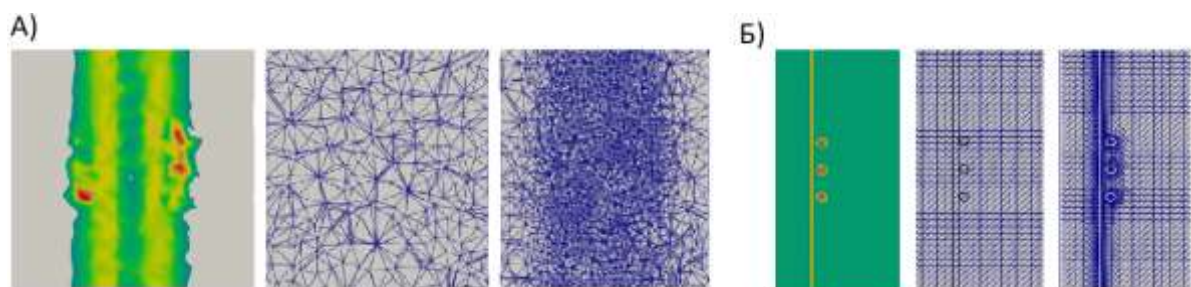


Рис. 2 – Адаптация 3D (А) и 2D (Б) сеток. Слева направо: градиент функции домена; исходная равномерная сетка; сетка после двух итераций адаптации


```
# Вычисление области раздела между доменами
# как градиент объединённой области
def domain_interface(cmesh):
    # инициализация функционального пространства для
интерполяции
    cmesh_space = FunctionSpace(cmesh, 'P', eo)
    # объединение
    domains_expr = f'({coil_domain()}) +
({plasma_domain()})'
    domains = project(Expression(domains_expr,
degree=eo), cmesh_space)
    # вычисление градиента
    domain_grad = grad(domains)
    domains_interface_expr = magnitude(domain_grad)
    interface = project(domains_interface_expr,
cmesh_space)
    # вычисление среднего значения интерфейса
    m = interface.vector()
    avg_interface = m.sum() / m.size()
    print(f'mean interface value = {avg_interface}')
    return interface, avg_interface
# Адаптивное измельчение
def refine_mesh(original_mesh):
    interface, avg_interface =
domain_interface(original_mesh)
    # массив типа bool, содержащий индексы подлежащих
измельчанию элементов
    cells_marked_to_refine = MeshFunction('bool',
original_mesh, 3)
```

```
cells_marked_to_refine.set_all(False)
# цикл, анализирующий все ячейки оригинальной сетки
for cell in cells(original_mesh):
    # поиск центральной точки элемента
    p = cell.midpoint()
    if interface(p) > avg_interface:
        cells_marked_to_refine[cell] = True
refined_mesh = refine(original_mesh,
cells_marked_to_refine)
```

```
#Выполнение измельчения
refinements_count = 2
for i in range(refinements_count):
    print(f'refine mesh: iteration {i} +
1}/{refinements_count}')
    mesh = refine_mesh(mesh)
```

Листинг 7. Процедура получения адаптивной сетки для 3D задачи

4. Результаты расчетов

Электромагнитная задача сперва решена в FEniCS на равномерной сетке. Входные параметры представлены в коде ниже (Листинг 8). Визуализация расчетов, сохраненных в формате VTK, выполнена в свободно распространяемой программе ParaView.

```
# Свойства материалов
mu0 = 1.26e-06 # [Гн/м] магнитная постоянная
sigma_coil = 2.0e6 # [См/м] Удельная проводимость
катушки
sigma_plasma = 2500 # [См/м] Удельная проводимость
плазмы
sigma_air = 1.0e-09 # [См/м] Удельная проводимость
среды
res = 40 # разрешение сетки по вертикали
# Параметры переменного тока в индукторе
f = 5.28e6 # [Гц] Линейная частота тока
w = 2.0 * math.pi * f # [Гц]
i_amp = 270 # [А] Амплитудное значение силы тока
j_amp = i_amp / cross_section_area_coil # [А/м2]
Плотность тока
```

Листинг 8. Входные параметры модели ИСП

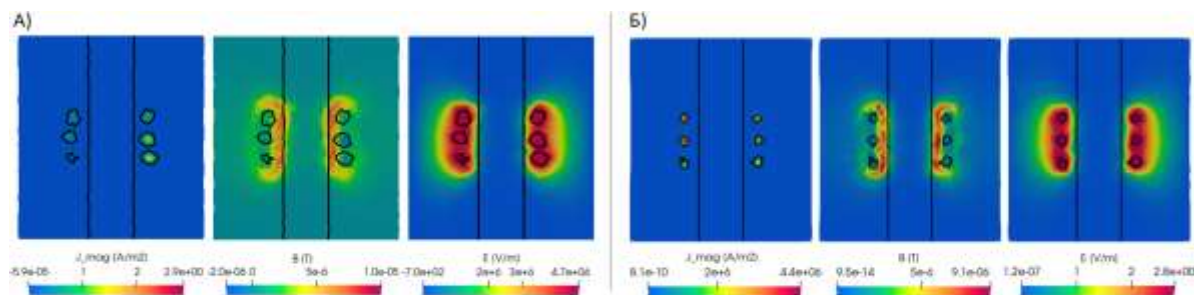


Рис. 3 – Пространственные распределения модулей напряженности электрического и магнитного полей и плотности тока в индукторе в продольном сечении горелки А) стационарный электромагнитный расчет на регулярной сетке. Б) стационарный электромагнитный расчет на адаптивной сетке

Модель способна воспроизводить основные физические процессы, сопровождающие горение плазмы: скин-эффект и индукционный нагрев. На (Рис. 3) заметно выталкивание магнитного поля как из колец индуктора, так и из центральной зоны плазменного разряда. Однако ввиду грубости

трехмерной сетки можно заметить отклонение формы сечения колец индуктора от круглой. Если детализировать сетку равномерно во всей расчетной области, это существенно увеличит время расчетов и используемую оперативную память (поскольку число элементов глобальных матриц системы равно $N \times N$, где N – суммарное число узлов всех элементов сетки). Поэтому целесообразно сгущать сетку только в зонах рядом с границами логических доменов (см. Рис. 3). Под логическими доменами, как описано выше, подразумевается условное разбиение единой расчетной сетки, т.к. FEniCS не поддерживает генерацию мультizonной сетки в 3D-пространстве.

Результаты расчетов на адаптивной сетке при эквивалентных начальных и граничных условиях представлены на (Рис. 5). Можно заметить, что детализация решения стала намного выше, чем до применения адаптивной сетки.

Совместная электромагнитно-тепловая задача также решена при помощи FEniCS. К входным данным добавляются коэффициенты теплопроводности воздуха (0.016 Вт/м·К) и медных колец индуктора (385 Вт/м·К).

Результаты представлены на (Рис. 4). Как и в реальности, ВЧ ЭМ поле приводит к индукционному разогреву газа (локализованному вблизи колец индуктора), а его температурное поле смещается вниз по направлению течения. В отсутствие продува распределение температуры газа будет симметричным относительно центра индуктора (Рис. 5).

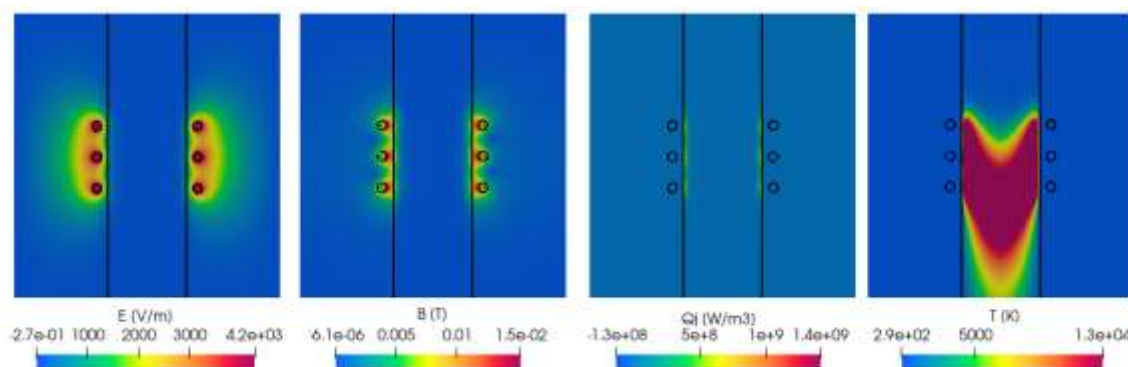


Рис. 4 – 3D-стационарный электромагнитно-тепловой расчет на адаптивной сетке. Слева направо: модули электромагнитных полей, мощность джоулева нагрева и температура в продольном сечении горелки ИСП

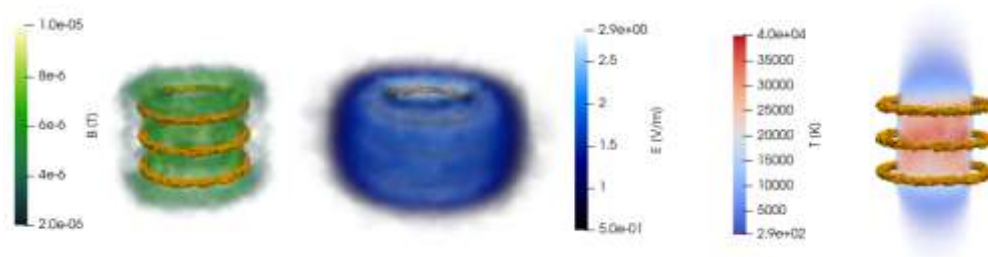


Рис. 5 – Объемная визуализация модулей электромагнитных полей и температуры в трехмерном стационарном случае горения ИСП, адаптивная сетка

Нестационарная задача горения ИСП реализуется в цилиндрической системе координат (для ускорения расчетов по сравнению с 3D-сеткой) на основе решения уравнений (10) и (11) с шагом по времени 0.001 с, количеством шагов 10000 и относительной точностью 0.001. Задано направление течение газа (вниз вдоль оси со скоростью 3 м/с):

Для учета температурной зависимости электрической проводимости плазмы, ее значения на каждом шаге по времени рассчитываются по табличным значениям, интерполированным степенной функцией:

$$\sigma(T) = c_0 \cdot T^{c_1} + c_2 \quad (16)$$

где $c_0 = 1.096 \cdot 10^{-8}$; $c_1 = 2.846$; $c_2 = 68.01$.

Результаты расчётов представлены на (Рис. 6). Для наглядности средствами ParaView выполнено вращение расчетной 2D-области вокруг оси симметрии. Заметно, что в начальный момент времени ввиду интенсивного

индукционного нагрева в скин-слое формируется высокотемпературная зона вблизи стенок кварцевой трубки напротив колец индуктора.

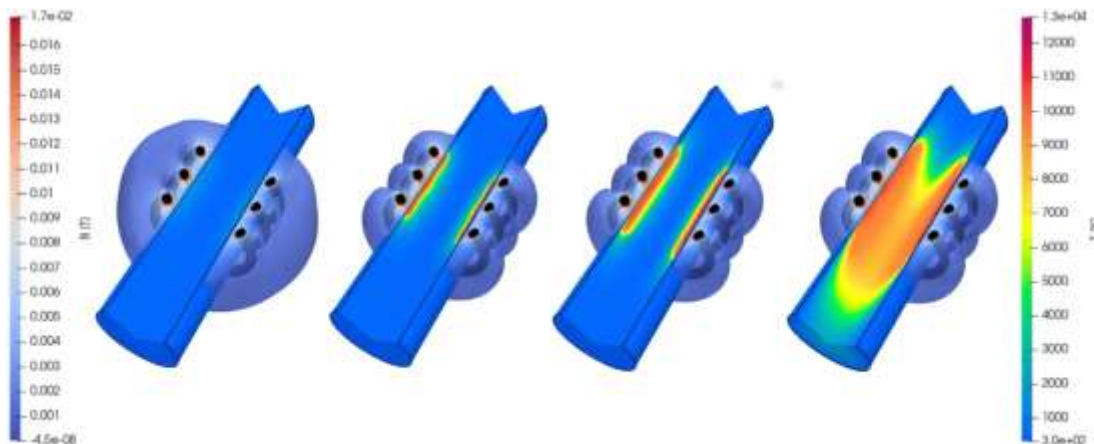


Рис. 6 – Объемная визуализация модуля вектора магнитной индукции и температурного поля плазмы в нестационарном 2D-осесимметричном случае горения ИСП, адаптивная сетка: А) $t = 0$ с, Б) $t = 0.015$ с, В) $t = 2$ с, Г) $t = 10$ с.

Со временем за счет теплопроводности и конвекции прогревается и центральная часть плазменного факела, одновременно смещаясь по направлению течения плазмообразующего газа. Распределение температуры после 10 с горения в осесимметричной задаче соответствует стационарному решению в 3D-пространстве, что доказывает самосогласованность модели.

5. Заключение

В пакете FEniCS на языке Python разработаны стационарная трехмерная и осесимметричная нестационарная модели горения индуктивно-связанной плазмы. Уравнения Максвелла и теплопроводности формулируются в слабой форме для решения методом конечных элементов. Для повышения скорости и точности расчетов реализовано адаптивное разбиение сетки с целью ее детализации на границе раздела логических доменов. В дальнейшем планируется дополнить модель учетом динамики порошковых частиц, однако уже сейчас модель способна воспроизводить температурные поля в зоне плазменного факела для различных входных параметров модели (амплитуда и частота тока, расходы газа, форма и

геометрические размеры горелки и индуктора), что может быть полезным при проектировании новых ИСП-установок.

Научные исследования проведены при финансовой поддержке РФФИ (грант № 18-42-160015) и Минобрнауки России в рамках исполнения обязательств по Соглашению № 075-03-2020-051/6 от 06.11.2020 (номер темы fzsu-2020-0020).

Литература

1. Zhao L. 2018 Application of inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry/mass spectrometry to phase analysis of gold in gold ores // Chin. J. Anal. Chem. V.46. P.1801–1809. doi:10.1016/S1872-040(17)61070-3.
2. Qian Q. 2019, Spheroidization of tantalum powder by radio frequency inductively coupled plasma processing // Advanced Powder Technology V.30, P. 1709–1714. doi: 10.1016/j.appt.2019.05.022.
3. Boulos M. 1995 Computer modeling of enclosed inductively coupled plasma discharges // Spectrochim. Acta V. B 30, P. 1187–205. doi: 10.1016/0584-8547(95)01312-3.
4. Si-Bin Song 2003 Three-dimensional heating model of inductively coupled plasma with rectangular geometry // Surface and Coatings Technology V. 171, P. 183–186. doi: 10.1016/S0257-8972(03)00267-6.
5. Tsivilskiy I.V. 2020 An experimentally verified three-dimensional non-stationary fluid model of unloaded atmospheric pressure inductively coupled plasmas // Journal of Physics D: Applied Physics V.53. N.45.

УДК 620.18

Устранение градиента освещенности на ПЭМ-изображениях. Реализация алгоритма в программе TEM Imaging&Analysis

Заводов А.В.

Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский институт авиационных материалов», Государственный научный центр Российской Федерации (ФГУП «ВИАМ»)

Аннотация:

В работе предложено решение широко распространенной проблемы ПЭМ-изображений – градиента освещенности. Устранение градиента освещенности осуществляется путем построчной обработки исходного изображения в 16-битном формате и его преобразованием в изображение с более узким диапазоном уровней серого [0...255]. Для устранения влияния неоднородностей изображения на результат обработки применяется полиномиальная аппроксимация исходных значений средней интенсивности I_{mean} строк и их ширины диапазона интенсивностей ($I_{max} - I_{min}$). Разработанный алгоритм полностью устраняет градиент освещенности на изображениях, восстанавливая детали в затемненных и засвеченных участках, а также повышая контраст отдельных частей изображения. В работе приведен полный код алгоритма восстановления изображений для использования в программе TEM Imaging&Analysis.

Ключевые слова:

ПЭМ, электронная микроскопия, градиент освещенности, ТИА, уровни серого, JavaScript, изображения с широким диапазоном, HDR, гистограмма, обработка изображений, аппроксимация полиномом, 8-bit, 16-bit.

Введение

Получение качественного изображения в просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) – трудоемкий и многосторонний процесс. Изображение должно иметь хороший контраст, отсутствие аберраций, размытия и искажений формы вследствие дрейфа образца, а также равномерную освещенность по всему полю зрения [1-4]. Последняя из вышеперечисленных особенностей напрямую связана с качеством и особенностью метода подготовки образцов для просвечивающей электронной микроскопии.

Идеальный образец (рис. 1) для просвечивающей электронной микроскопии можно описать как жесткое кольцо толщиной 50-100 мкм с тонкой, не более 100 нм, плоскопараллельной мембраной в центральной части. У образца должны быть некоторые ребра жесткости, позволяющие его транспортировать и не дающие тонкой части деформироваться. Современными методами подготовки, такими как, струйная электролитическая полировка [5–7] и ионная полировка [8–11] едва ли удастся приблизиться к этому идеалу. Поэтому на деле приходится работать с образцом переменной толщины. В основном, именно угол так называемого “клина” и определяет качество образца, доступную площадь изучения и возможности всего исследования.

Разнотолщинность образца приводит к появлению на изображении направленного градиента освещенности (рис. 2). Одна часть изображения засвечена, противоположная часть уходит в темноту. Эффект тем более выражен, чем быстрее изменяется толщина образца от края и, чем большую область образца необходимо заснять. Единственным инструментом для улучшения изображения, доступным оператору микроскопа, является смещение электронного пучка от центра изображения в темную область. Однако такой метод подходит для относительно тонких образцов и

небольших полей зрения. В большинстве случаев, полностью устранить градиент освещенности не представляется возможным.

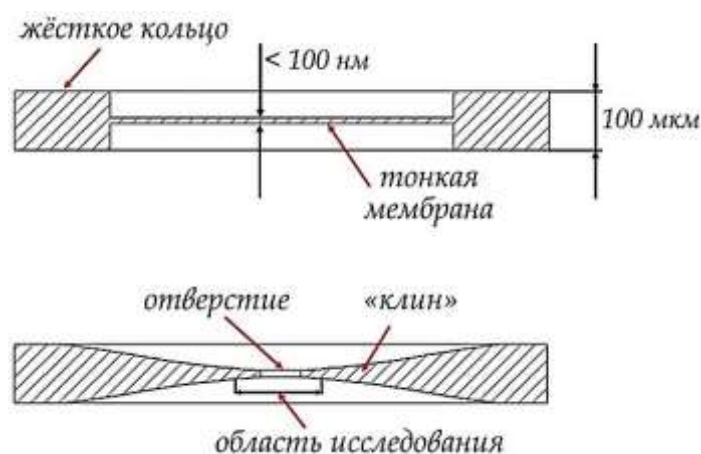


Рис. 1 – Идеальный и реально получающийся образцы для ПЭ

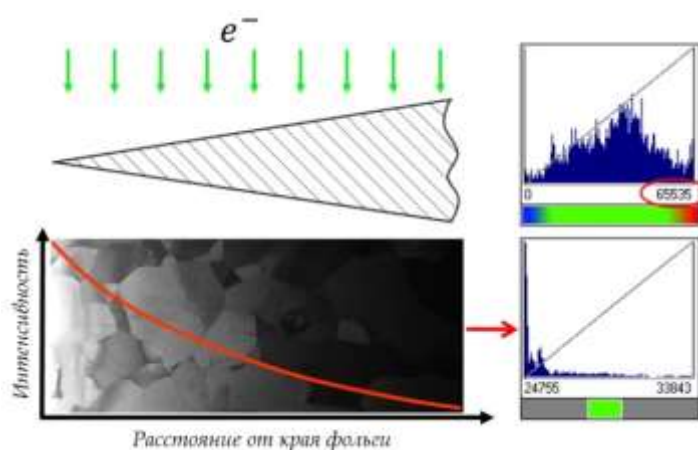


Рис. 2 – Принцип образования градиента освещенности и получаемые гистограммы интенсивностей

Постановка задачи

В настоящей работе предлагается решение выше описанной проблемы, заключающееся в постобработке исходного файла полученного изображения. Для понимания сути задачи необходимо знать принцип отображения фотографий на мониторе, а также знать величину динамического диапазона детекторов, записывающих сигнал, формирующий изображение [12–14].

При съемке изображения детектор воспринимает пришедшие на него электроны и формирует сигнал, обрабатываемый управляющей схемой и

программным обеспечением. Полученный сигнал записывается в относительных единицах, пропорциональных интенсивности сигнала или же количеству электронов, пришедших на детектор. Диапазон воспринимаемых интенсивностей зависит от типа детектора, но всегда эта величина значительно больше диапазона в 256 уровней серого, отображаемых на экране монитора. Так, например, максимальная ширина диапазона интенсивности, записываемая 16-битными значениями, составляет $2^{16} = 65\,536$ уровней серого (рис. 2).

Для отображения исходного широкого диапазона на мониторе необходимо его преобразовать в 256 уровней серого. Это преобразование автоматически делают любые программы, работающие с изображениями широкого диапазона – “сырыми” файлами. При таком преобразовании неизбежна частичная потеря информации для наблюдателя. В случае равномерной освещенности преобразование исходного диапазона не несет ущерба итоговому снимку. Однако при наличии градиента освещенности все локальные различия интенсивности, отвечающие за детали на изображении, попадают в узкие диапазоны в шкале $[0...255]$, что помимо засветки и сильного затемнения, приводит к низкому контрасту изображения. Гистограммы таких изображений сильно смещены в левую или правую часть, в зависимости от того, преобладают темные области или засвеченные (рис. 2).

Поясним на следующем примере. Если условно разделить изображение на 4 части по направлению градиента освещенности, то каждая часть будет отображена не во всем диапазоне серого $[0...255]$, а лишь в его небольшой части. Так, например, самая темная четверть изображения будет отображаться на экране оттенками $[0...35]$, что воспринимается глазом, как темная область с низким контрастом и отсутствием деталей. Средние части изображения обладают большей шириной диапазона интенсивностей, но со значительным смещением влево. Гистограмма светлой части изображения

обладает наиболее широким диапазоном и симметричной формой, что приводит к высокому контрасту при отображении на экране.

Каждая часть изображения в отдельности может быть более полноценно отображена во всем диапазоне $[0...255]$ уровней серого. Совместив части изображения, каждая из которых преобразована во всем диапазоне серого, мы получаем изображение с искусственно расширенным диапазоном (HDR-изображение). Однако такое изображение (рис. 3) имеет существенный недостаток: видимость стыков отдельных частей изображения, обусловленная наличием градиента освещенности в каждой части. Таким образом, задача коррекции исходного изображения с градиентом освещенности сводится к представлению каждой отдельной строки (в случае вертикального градиента) в диапазоне $[0...255]$ с последующим совмещением в одно изображение.

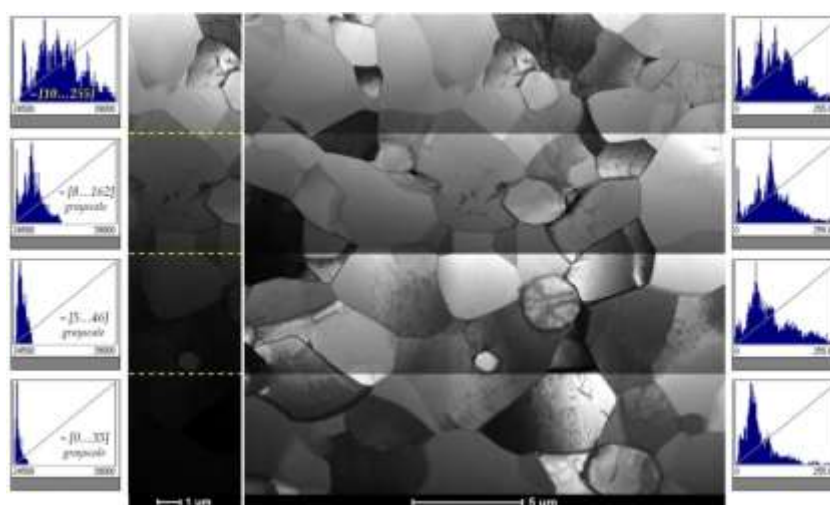


Рис. 3 – Деление изображения вдоль направления градиента освещенности: гистограммы отдельных частей исходного изображения (слева) и после разделения и представления каждой части изображения в диапазоне $[0...255]$

На данный момент имеется многочисленное количество методов восстановления изображений с широким диапазоном интенсивностей [15]. Настоящая работа является практической реализацией известных принципов построения HDR-изображений, но с учетом специфики изображений, получаемых на просвечивающем электронном микроскопе. Далее все

рассуждения и алгоритмы восстановления изображения приведены на примере работы в программе TEM Imaging&Analysis (TIA) фирмы FEI. Однако, общие принципы справедливы и для других программных продуктов, работающих с изображениями с широким диапазоном интенсивностей.

Реализация в алгоритмах

1. Преобразование по всей ширине диапазона каждой строки

Суть алгоритма состоит в том, что в каждой отдельной строке исходного изображения весь диапазон интенсивностей разбивается на 256 интервалов. Далее значения интенсивностей, попадающие в один интервал, отождествляются с одним уровнем серого в диапазоне $[0...255]$. Преобразование интенсивности отдельного пикселя изображения можно записать как:

$$I_i^* = \frac{I_i - I_{min}}{interval} (1),$$

где $interval = \frac{I_{max} - I_{min}}{256}$ – ширина интервала разбиения исходного диапазона интенсивностей в одной строке изображения; I_i, I_i^* – исходное и преобразованное значения интенсивности i -го пикселя строки изображения; I_{min}, I_{max} – исходные минимальное и максимальное значения интенсивности в отдельной строке изображения.

Типичный результат преобразования по такому алгоритму представлен на рис. 4. Как и ожидается, общий градиент устраняется, появляются ранее скрытые детали, контраст изображения максимальный. Однако, всё изображение состоит из полос различной яркости. Появление такого дефекта связано с тем, что исходные диапазоны интенсивностей различных строк сильно отличаются из-за наличия в этих строках более темных или светлых областей.

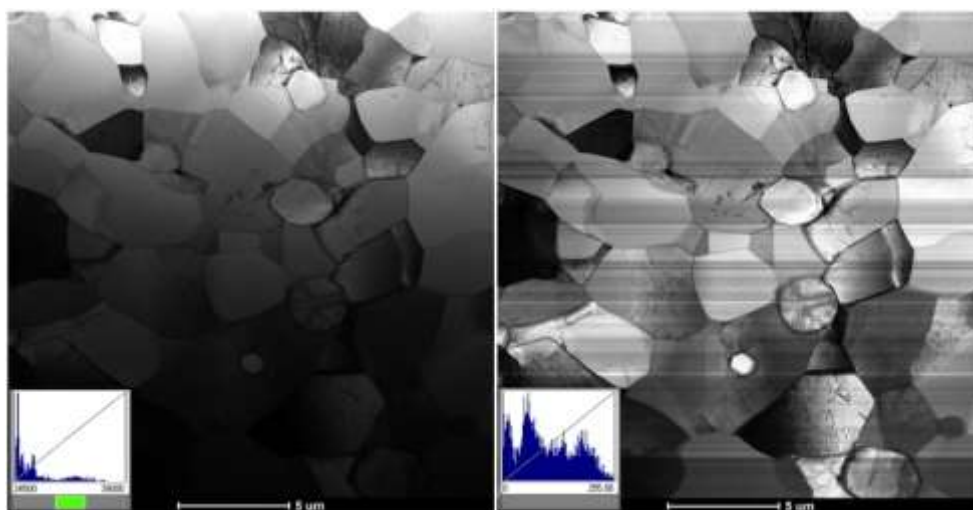


Рис. 4 – Результат преобразования по первому алгоритму

Различия в исходных диапазонах интенсивностей соседних строк приводят к изменению ширины интервала разбиения, что в свою очередь приводит к тому, что равные исходные значения интенсивностей в соседних строках пересчитываются на разные значения в диапазоне $[0...255]$. Это и создает эффект полосатого изображения. Если в строке присутствует более темный объект, то вся строка в целом будет более светлой. Если же в строке яркое пятно, то в целом вся строка становится темнее.

Данный вариант алгоритма сильно зависит от крайних значений интенсивности I_{min} и I_{max} в каждой строке. Поэтому для полноценной работы алгоритма восстановления изображения эту сильную зависимость необходимо устранить.

2. Преобразование по ширине диапазона строк с аппроксимацией полиномом

Настоящий алгоритм является усовершенствованием первого варианта алгоритма за счет замены значений I_{min} и $interval$, взятых из исходных данных (рис. 5), на значения, лежащие на сглаживающей кривой.

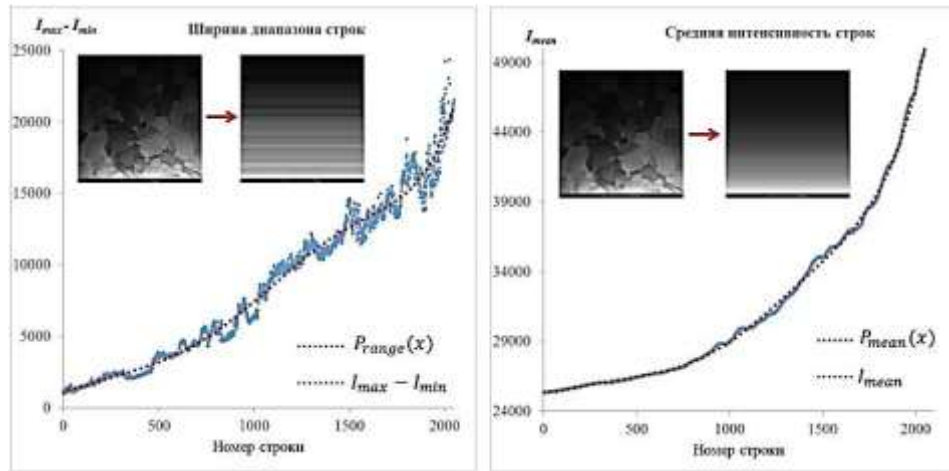


Рис. 5 – Исходные значения ширины диапазонов интенсивностей $I_{max} - I_{min}$ и средней интенсивности I_{mean} каждой строки и аппроксимирующие кривые

Для работы этого алгоритма необходимы два набора значений, взятых из исходного изображения: 1) среднее значение интенсивности I_{mean} пикселей в каждой строке и 2) ширина диапазона интенсивности $range = I_{max} - I_{min}$ в каждой строке, вычисляемая, как разница между максимальным и минимальным значением интенсивности в строке. Набор выше указанных значений аппроксимируется полиномами $P_{range}(x)$ и $P_{mean}(x)$ n -ой степени вида $P(x) = a_0 + a_1x + a_2x^2 + \dots + a_nx^n$, которые используются для расчета значений ширины интервала $interval$ и минимального значения интенсивности I_{min} в формуле (1). В данном случае независимой переменной полиномов является номер строки изображения, иначе говоря, набор натуральных чисел от 0 до 2047 (в зависимости от разрешения снимка).

Обратим внимание на то, что значение I_{min} (рис. 6) в данном случае вычисляется не как значение полинома, аппроксимирующего набор исходных минимальных значений интенсивностей в строках, а по следующей формуле:

$$I_{min} = I_{mean} - \frac{range}{2} = P_{mean}(x) - \frac{P_{range}(x)}{2} \quad (2),$$

где x – номер строки изображения. При таком вычислении значения I_{min} отражают как изменения средней интенсивности, так и ширины диапазона в

строке, что позволяет устранить влияние темных частиц в строках изображения и осуществить преобразование в диапазон [0-255] более симметрично относительно средних значений интенсивности.

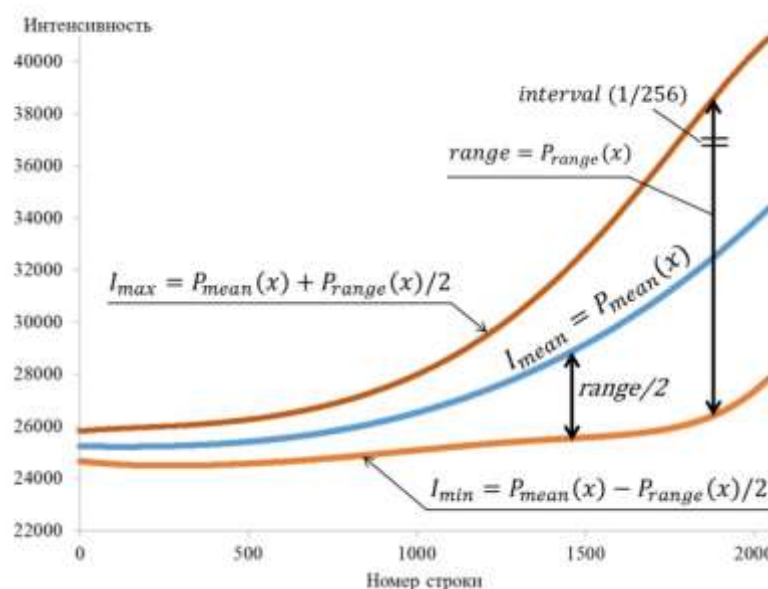


Рис. 6 – Графическое представление значений, используемых при вычислениях

Алгоритм можно представить в виде следующей последовательности шагов:

1. Формирование набора пар значений [№ строки, I_{mean}] вдоль направления градиента освещенности.
2. Формирование набора пар значений [№ строки, $I_{max} - I_{min}$] вдоль направления градиента освещенности.
3. Вычисление коэффициентов a_i аппроксимирующих полиномов $P_{range}(x)$ и $P_{mean}(x)$ для обоих наборов пар значений (метод наименьших квадратов).
4. Вычисление ширины диапазона интенсивностей конкретной строки путем подстановки номера строки в аппроксимирующий полином ($range = P_{range}(\text{№ строки})$).
5. Вычисление ширины интервала по формуле: $interval = \frac{range}{256}$

6. Вычисление среднего значения интенсивности строки путем подстановки номера строки в аппроксимирующий полином ($I_{mean} = P_{mean}(\text{№ строки})$)

7. Вычисление минимального значения интенсивности в строке по формуле (2).

8. Преобразование исходной интенсивности в значения в диапазоне [0...255] по формуле (1).

Шаги 4 – 8 повторяются для каждой строки изображения. Реализация алгоритма на языке JavaScript представлена в Приложении 1.

Результаты

Результат работы итогового алгоритма показан на нескольких примерах (рис. 7) с различной плавностью градиента освещенности. Алгоритм справляется с восстановлением даже тех изображений, на которых одновременно присутствует засвеченная область и широкая область с полным затенением без видимых деталей (рис. 7 а, б). Устранение засвеченной области и выявление в ней деталей возможно благодаря тому, что в исходном файле изображения пиксели засвеченной области имеют различные значения, не достигающие максимальных, т.е. информация о деталях изначально сохранена.

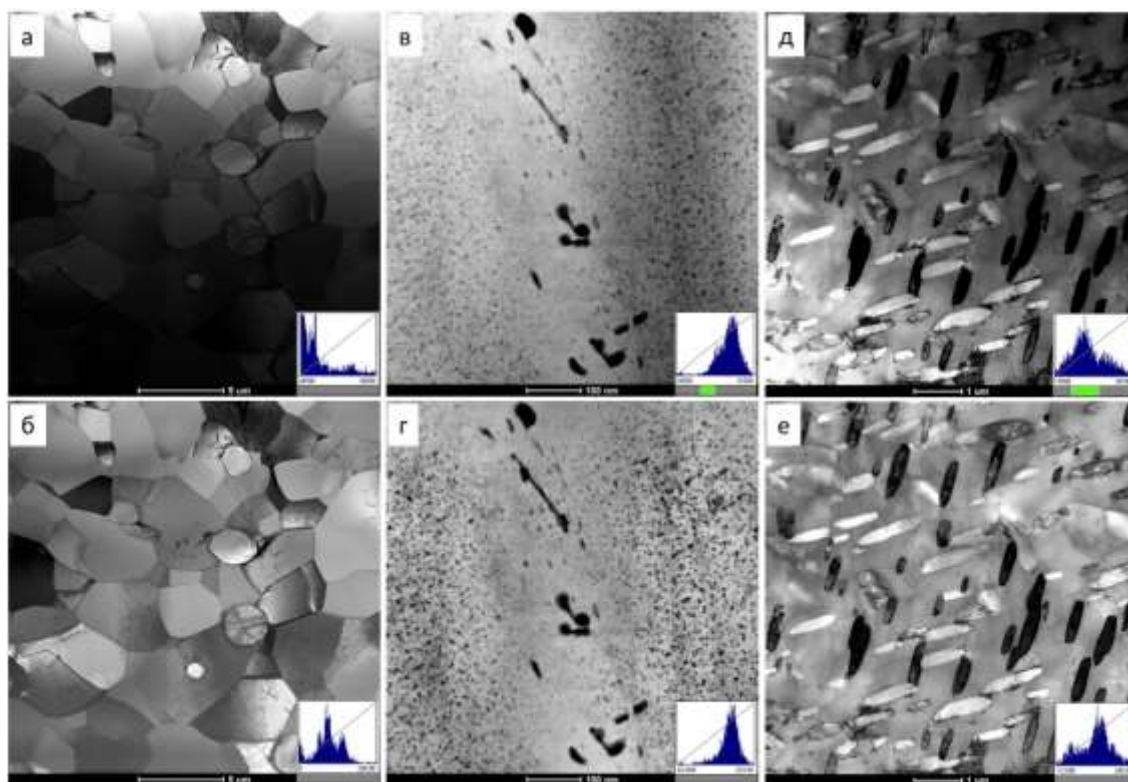


Рис. 7 – Результаты работы итогового алгоритма устранения градиента освещенности: а), б) вертикальный градиент с сильным перепадом; в), г) горизонтальный градиент с восстановлением контраста отдельных областей; д), е) восстановление диагонального градиента

Также отсутствуют полосы на изображении, в отличие от первого алгоритма, когда в диапазон $[0...255]$ преобразовывается исходный диапазон по всей ширине. В отличие от первого варианта алгоритма, ширина диапазона получаемого изображения больше 256 уровней, т.к. крайние значения исходного диапазона могут выходить за границы $[0...255]$. Типичная ширина диапазона преобразованного изображения составляет от 300 до 500 единиц. Границы диапазона при этом уходят как в отрицательную область, так и в значения выше 255, например, полный диапазон интенсивностей на рисунке 7 б составляет $[-53 ...442]$. Это приводит к тому, что некоторые детали в очень темных участках при отображении на экране могут терять контраст или вовсе пропадать. Однако это не является значительной проблемой, т.к. глаз плохо воспринимает слабые различия в темных участках, следовательно, ими можно пренебречь.

Также стоит обратить внимание на изменение формы гистограмм распределения интенсивностей. Максимум гистограмм после обработки смещается в центральную часть, форма распределения становится более симметричной, что является показателем правильно экспонированного кадра и равномерной освещенности. При обработке изображения также повышается контрастность отдельных участков изображения без переконтрастирования других областей (рис. 7 в, г), чего невозможно сделать стандартными методами коррекции, такими как изменение яркости, контрастности или γ -коррекцией.

Применение этого алгоритма не ограничивается изображениями только с вертикальным или только горизонтальным градиентом освещенности. На рисунке 7 д, е показан пример восстановления изображения с диагональным (сверху справа – вниз налево) градиентом освещенности. Чтобы восстановить такое изображение необходимо дважды применить этот алгоритм к исходному изображению, повернув его на 90 градусов после первого прохода. При этом на втором проходе алгоритм работает с уже ужатым диапазоном интенсивностей, что не мешает ему устранять градиент, за счет нормализации яркости отдельных строк.

Выбор степени полинома, ошибка перехода через ноль

Код алгоритма преобразования изображения составлен так, что пользователь может быстро менять степень аппроксимирующего полинома, переписав в коде скрипта одно значение (Приложение 1, строка 137). В большинстве случаев для корректной обработки изображения достаточно использовать 3-ю степень полинома. Чем большая степень полинома используется, тем точнее описываются исходные наборы значений-показателей градиента, но при этом возрастает вероятность получения излишнего контраста.

Однако, в ряде случаев, график аппроксимирующего полинома может переходить через 0, что негативно отображается на результате обработки изображения (рис. 8). Происходит это в тех случаях, когда строки изображения имеют очень узкую ширину диапазона интенсивностей, что на изображении выглядит как однородный фон. В таком случае значение $P_{range}(x)$ принимает околонулевые значения, и на изображении появляется полоса, по разные стороны от которой наблюдаются очень высокие положительные и отрицательные значения интенсивностей, порядка $\pm 10^5$ и более.

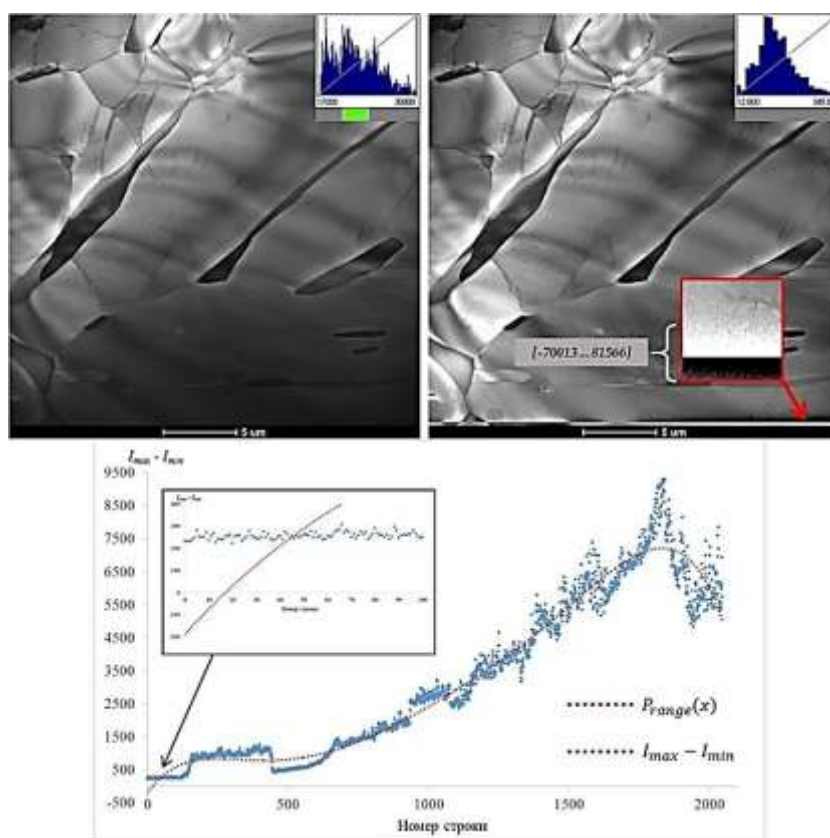


Рис. 8 – Артефакты на результирующем изображении, обусловленные околонулевыми значениями аппроксимирующего полинома

Для устранения этого эффекта необходимо изменить степень аппроксимирующего полинома на любую другую, где такого эффекта не будет наблюдаться. Также не правильно подобранная степень полинома

может отражаться в виде засвеченных или затемненных полос, как правило, вблизи краев изображения. Эта проблема также решается изменением степени аппроксимирующего полинома в коде алгоритма.

Выводы

В работе предложено эффективное решение распространенной проблемы ПЭМ изображений – градиента освещенности. Алгоритм восстановления позволяет полностью устранить неравномерность освещения изображения в любых направлениях, восстанавливая детали изображения, как в темных областях, так и условно засвеченных. Следствием работы алгоритма становится повышение контраста отдельных частей изображения, без переэконтрастирования изображения в других областях. Результат такого преобразования не может быть достигнут стандартными методами коррекции, основанными на работе с гистограммой распределения интенсивности.

Основная идея алгоритма восстановления изображения лежит в максимально эффективном использовании всего исходного 16-битного диапазона интенсивностей изображения путем построчного преобразования в диапазон $[0 \dots 255]$ уровней серого. Для реализации предложенного алгоритма приведены все необходимые фрагменты кода скрипта для программы TEM Imaging&Analysis (Приложение 1). Наилучшие результаты обработки изображений достигаются при использовании исходных файлов типа .emf с широким диапазоном интенсивностей. Однако алгоритм успешно справляется и с обработкой сжатых типов изображения, таких как .bmp и .tiff.

Приложение 1

В настоящем приложении представлена реализация алгоритма преобразования изображений с целью устранения градиента освещенности в программе TEM Imaging&Analysis (TIA) фирмы FEI. Для того чтобы использовать ниже приведенный код необходимо его вставить в пример открытого скрипт-файла, располагающегося в папке C:\ProgramFiles\FEI\TIA\Components\Demo\ProcessingDemo. Имя функции должно совпадать с объявленным в начале текста скрипта. Далее установить измененный файл скрипта в рабочем окне программы. Коррекция изображения с разрешением 2048x2048 занимает не более 1 секунды.

При написании кода скрипта для TIA необходимо помнить некоторые особенности исполняющей среды:

1. TIA воспринимает скрипты, написанные на языке JavaScript стандарта не выше ES3 (1999 год). Таким образом, код скрипта должен быть написан без применения упрощенного синтаксиса.

2. При работе с изображением необходимо предварительно создать его копию (строка 126) и все изменения производить с ней. Работа с исходным изображением не приведет к его изменению.

3. При вычислениях необходимо помнить, что в TIA используется комплексный тип чисел (ComplexNumber). При операциях с вещественными числами необходимо предварительно их преобразовать в тип ComplexNumber.

Описание всех используемых объектов, типов и методов представлено в справке TIA.

Приложение 1

```
121 // ProcessingDemo_Degradient
122 function ProcessingDemo_Degradient()
123 {
124     var Image = this.SelectedImage();
125     if (Image != null) {
126         TempImage = Image.Data; //создание в памяти копии обрабатываемого изображения
127         var Ysize = Image.Data.PixelsY();
128
129         var masint = new Array(Ysize); //создание одномерного массива средних интенсивностей строк
130         for(var i = 0; i < Ysize; i++)
131             {masint[i] = esMath.Mean(TempImage.LineAtY(i)).Real}
132
133         var masrg = new Array(Ysize); //создание одномерного массива диапазонов интенсивностей строк
134         for(var i = 0; i < Ysize; i++)
135             {masrg[i] = esMath.Sub(esMath.Max(TempImage.LineAtY(i)),esMath.Min(TempImage.LineAtY(i))).Real}
136
137         var power = 6; //степень аппроксимирующего полинома
138         var CoefMatr = BuildCoefMatrix(Ysize,power); //квадратная матрица коэффициентов
139         var CoefMatr2 = BuildCoefMatrix(Ysize,power);
140
141         var Matrrg = FullMatrix(CoefMatr,masrg); //добавление столбца свободных членов
142         var xrg = PolynomialRegression(Matrrg); //вычисление коэффициентов полинома
143
144         var Matrint = FullMatrix(CoefMatr2,masint); // то же для средних интенсивностей строк
145         var xint = PolynomialRegression(Matrint);
146
147         for(var i = 0; i < Ysize; i++) { //основной блок преобразования шаги 4 - 8
148             var range = Estimate(xrg,i);
149             var interval = Esv.ComplexNumber((range/256),0);
150             var min = Esv.ComplexNumber((Estimate(xint,i)-range/2),0);
151             TempImage.LineAtY(i) = esMath.div(esMath.sub(TempImage.LineAtY(i),min),interval); //формула (1)
152         }
153         Image.Data = TempImage; //запись изменённого изображения
154         Image.DisplayIntensityRange = Image.IntensityRange(0.99);
155     }
156     else
157         Esv.WarningDialog(this.ErrorMessage);
158 }
```

Рис. 1 Основной блок вычислений с комментариями. Конечный вариант алгоритма

Приложение 1

```
53 //Создание квадратной матрицы коэффициентов
54 function BuildCoefMatrix(Ysize,power)
55 {
56     //массив сумм степеней чисел от 0 до Ysize
57     var arrx = [Ysize];
58     for (var i=1; i<=2*power; i++) {
59         var sum = 0;
60         for (var j = 1; j<Ysize; j++) {
61             sum = sum+Math.pow(j,i);
62         }
63         arrx.push(sum);
64     }
65     //заполнение квадратной матрицы
66     var Mcoef = new Array(power+1);
67     for (var i=0; i<=power; i++) {
68         Mcoef[i] = [];
69         for (var j=0; j<=power; j++) {
70             Mcoef[i].push(arrx[j+i]);
71         }
72     }
73     return Mcoef;
74 }
75
76 //Добавление столбца свободных членов
77 function FullMatrix(M,arr)
78 {
79     for (var i=0; i<M.length; i++) {
80         var sum = 0;
81         for (var j=0; j<arr.length; j++) {
82             sum = sum+Math.pow(j,i)*arr[j];
83         }
84         M[i].push(sum);
85     }
86     return M;
87 }
```

Рис. 2 Составление матрицы для решения системы линейных уравнений

Приложение 1

```
89 //Нахождение коэффициентов полинома степени n
90 function PolynomialRegression(Matrix)
91 { //приведение матрицы к треугольному виду
92   var n = Matrix.length;
93   for (var i=0; i<n-1; i++) {
94     for (var j=i+1; j<n; j++) {
95       var c = Matrix[j][i]/Matrix[i][i];
96       for (var k=i+1; k<n+1; k++) {
97         Matrix[j][k] = Matrix[j][k] - c*Matrix[i][k];
98       }
99     }
100   }
101   //обратный ход
102   var x = [];
103   for (var i=n-1; i>=0; i--) {
104     var SolvedTerms = 0;
105     for (var j=0; j<x.length; j++) {
106       SolvedTerms = SolvedTerms+x[j]*Matrix[i][n-1-j];
107     }
108     x.push((Matrix[i][n] - SolvedTerms)/Matrix[i][i]);
109   }
110   return x.reverse();
111 }
112
113 //вычисление значения полинома в точке x
114 function Estimate(arr,x)
115 {
116   var value = 0;
117   for (var i=0; i<arr.length; i++) {
118     value = value + arr[i]*Math.pow(x,i);
119   }
120   return value;
121 }
```

Рис. 3 Решение системы линейных уравнений методом Гаусса и вычисление значений аппроксимирующего полинома

Литература

1. Williams D.B., Barry C.C. Transmission electron microscopy A Textbook for Materials Science: 2009. 775 с. e-ISBN 978-0-387-76501-3.
2. Фульц Б., Хау Дж.М. Просвечивающая электронная микроскопия и дифрактометрия материалов. М.: Техносфера, 2011. 904 с.

3. Horssen E.P., Janssen B.J., Kumar A., Antunes D., Heemels W.P.M.H. Image-based feedback control for drift compensation in an electron microscope // IFAC Journal of Systems and Control. 2020. Vol. 11. Art. 100074. doi:10.1016/j.ifacsc.2020.100074.
4. Jin P., Li X. Correction of image drift and distortion in a scanning electron microscopy // Journal of Microscopy. 2015. Vol. 260. Issue 3. P. 268–280. doi:10.1111/jmi.12293.
5. Horvath B., Schaublin R., Dai Y. Flash electropolishing of TEM lamellas of irradiated tungsten // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B. 2019. Vol. 449. P. 29-34. doi:10.1016/j.nimb.2019.04.047.
6. Necip Ü. Preparation of high quality Al TEM specimens via a double-jet electropolishing technique // Materials Characterization. 2008. Vol. 59. P. 547-553. doi:10.1016/j.matchar.2007.04.003.
7. Zieliński W., Płociński T., Kurzydłowski K.J. Transmission Kikuchi diffraction and transmission electron foreshatter imaging of electropolished and FIB manufactured TEM specimens // Materials Characterization. 2015. Vol. 104. P. 42–48. doi:10.1016/j.matchar.2015.04.003.
8. Chen L., Wang Y., Zhang Z. Temperature distribution of wedge-shaped specimen in TEM // Micron. 2018. Vol. 2018. P. 46–49. doi:10.1016/j.micron.2018.04.007.
9. Richter J., Chrapoński J. Application of FIB in the preparation of TEM specimens of experimental supercoarse WC-Co(Ni) composites // International Journal of Refractory Metals & Hard Materials. 2018. Vol. 75. P. 163-169. doi:10.1016/j.ijrmhm.2018.04.016.
10. Lotnyk A., Poppitz D., Ross U., Gerlach J.W., Frost F., Bernütz S., Thelander E., Rauschenbach B. Focused high- and low-energy ion milling for TEM specimen preparation // Microelectronics Reliability. 2015. Vol. 55. P. 2119–2125. doi:10.1016/j.microrel.2015.07.005.

11. Thangadurai P., Lumelsky Y., Silverstein M. S., Kaplan W.D. TEM specimen preparation of semiconductor–PMMA–metal interfaces // *Material Characterization*. 2008. Vol. 58. P. 1623-1629. doi:10.1016/j.matchar.2008.02.007.
12. Faruqi A.R., McMullan G. Direct imaging detectors for electron microscopy // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, A*. 2018. Vol. 878. P. 180–190. doi:10.1016/j.nima.2017.07.037.
13. Tate M.W. High Dynamic Range Pixel Array Detector for Scanning Transmission Electron Microscopy // *Microscopy and Microanalysis*. 2016. Vol. 22. Issue 1. P. 237-249. doi:10.1017/S1431927615015664.
14. Halazonetis D.J. What do 8-bit and 12-bit grayscale mean and which should I use when scanning? // *American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics* 2005. Vol. 127. Issue 5. P. 387–388. doi:10.1016/j.ajodo.2004.07.025.
15. Reinhard E., Heidrich W., Debevec P., Pattanaik S., Ward G., Myszkowski K. High dynamic range imaging: acquisition, display, and image-based lighting. Morgan Kaufmann. 2010. 672 p.

Системные требования: Intel Pentium; 1,3 ГГц и выше; Windows 7/10; Adobe Reader 6.0 и выше; дисковод CD-ROM.

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: 5 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