

# УПРОЧНЯЮЩИЕ ТЕХНОЛОГИИ И ПОКРЫТИЯ

Том 17  
2021  
№ 6 (198)  
ИЮНЬ

Издается с января 2005 г.

**Главный редактор**  
д.т.н., проф.  
Ю.В. ПАНФИЛОВ

**Председатель редакционного совета**

д.т.н., проф., заслуженный  
деятель науки и техники РФ  
В.Ф. БЕЗЪЯЗЫЧНЫЙ

**Заместитель главного редактора**

д.ф.-м.н., проф.  
В.Ю. ФОМИНСКИЙ

**Заместители председателя редакционного совета:**

д.т.н., проф. В.Ю. БЛЮМЕНШТЕЙН

д.т.н., проф. А.В. КИРИЧЕК

д.т.н., проф. О.В. ЧУДИНА

**Редакционный совет:**

Ю.П. АНКУДИМОВ, к.т.н., доц.

В.П. БАЛКОВ, к.т.н.

В.М. БАШКОВ, к.т.н., доц.

А.И. БЕЛИКОВ, к.т.н., доц.

А.И. БОЛДЫРЕВ, д.т.н., проф.

С.Н. ГРИГОРЬЕВ, д.т.н., проф.

В.Е. ГРОМОВ, д.ф.-м.н., проф.

С.А. КЛИМЕНКО, д.т.н., проф.

Н.К. КРИОНИ, д.т.н., проф.

В.П. КУЗНЕЦОВ, д.т.н., проф.

В.А. ЛЕБЕДЕВ, к.т.н., проф.

В.В. ЛЮБИМОВ, д.т.н., проф.

Е.Д. МАКАРЕНКО

Б.Я. МОКРИЦКИЙ, д.т.н., проф.

Ф.И. ПАНТЕЛЕЕНКО, д.т.н., проф.

Х.М. РАХИМЯНОВ, д.т.н., проф.

Б.П. САУШКИН, д.т.н., проф.

В.В. СЛЕПЦОВ, д.т.н., проф.

В.П. СМОЛЕНЦЕВ, д.т.н., проф.

А.М. СМЫСЛОВ, д.т.н., проф.

Г.А. СУХОЧЕВ, д.т.н., проф.

В.П. ТАБАКОВ, д.т.н., проф.

В.А. ШУЛОВ, д.ф.-м.н., проф.

М.Л. ХЕЙФЕЦ, д.т.н., проф.

Ян СУХАНЭК

Мариан СЧЕРЕК

Войтек ХОМИК

**Редакция:**

А.В. ОРЛОВА

С.В. ЧЕРНЫЙ

## СОДЕРЖАНИЕ



### ОБЩИЕ ВОПРОСЫ УПРОЧНЕНИЯ

**Дмитриев А.М., Коробова Н.В.** Повышение равномерности распределения микротвердости в цилиндрических образцах, формованных из порошков на железной основе ..... 243

**Рябинина Н.В., Шайдурова Г.И., Токарева М.И.** Высоконаполненный, нетоксичный материал повышенной прочности и огнестойкости ..... 250

**Табаков В.П., Чихранов А.В., Долженко Я.А.** Многослойные покрытия на основе нитрида ниобия ..... 256



### МЕХАНИЧЕСКАЯ УПРОЧНЯЮЩАЯ ОБРАБОТКА

**Саблин П.А., Щетинин В.С.** Обеспечение качества поверхности при обработке упрочненных закаленных сталей, титановых сплавов и полимерных композиционных материалов ..... 263

**Чихачева Н.Ю., Щедрин А.В., Бекаев А.А., Бурлакова Т.А.** Исследование остаточных деформаций в инновационных методах комбинированного дорнования отверстий ..... 269



### ОБРАБОТКА КОНЦЕНТРИРОВАННЫМИ ПОТОКАМИ ЭНЕРГИИ

**Агеева Е.В., Агеев Е.В., Сысоев А.А.** Структура и свойства порошков, полученных электродиспергированием коррозионно-стойких металлических отходов в керосине ..... 276



### УПРОЧНЯЮЩИЕ НАНОТЕХНОЛОГИИ

**Купряшов А.В., Шестаков И.Я.** Использование углеродного наполнителя в качестве основного компонента многофункциональных материалов и покрытий в ракетно-космической технике ..... 282

Перепечатка, все виды копирования и воспроизведения материалов, публикуемых в журнале "Упрочняющие технологии и покрытия", допускаются со ссылкой на источник информации и только с разрешения редакции

Журнал входит в Перечень утвержденных ВАК РФ изданий для публикации трудов соискателей ученых степеней по группам научных специальностей: 05.02.07 – Технология и оборудование механической и физико-технической обработки; 05.02.08 – Технология машиностроения; 05.05.03 – Колесные и гусеничные машины; 05.05.06 – Горные машины; 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов; 05.16.05 – Обработка металлов давлением; 05.16.06 – Порошковая металлургия и композиционные материалы, в базу данных Chemical Abstracts, в Russian Science Citation Index на платформе Web of Science

Журнал распространяется по подписке, которую можно оформить в любом почтовом отделении (индекс по каталогу "Пресса России" 39269) или в издательстве.  
Тел.: (499) 269-52-98,  
268-47-19.  
E-mail: realiz@mashin.ru, utp@mashin.ru

Журнал зарегистрирован в Роскомнадзоре.  
Свидетельство о регистрации ПИ № ФС 77-63956 от 09.12.2015 г.

# STRENGTHENING TECHNOLOGIES AND COATINGS

Vol. 17  
2021  
№ 6 (198)  
June

Since 2005, January

**Editor-in-Chief**

Dr. of Eng. Sci.  
Yu.V. PANFILOV

**Chair of Editorial Council**

Dr. of Eng. Sci., The honoured  
worker of a science and  
technics of the RF  
V.F. BEZYZYCHNYI

**Editorial Assistant**

Dr. of Phys.-Math. Sci.  
V.Yu. FOMINSKY

**Chairman Assistants:**

Dr. of Eng. Sci. V.Yu. BLUMENSTEIN  
Dr. of Eng. Sci. A.V. KIRICHEK  
Dr. of Eng. Sci. O.V. CHUDINA

**Editorial council:**

Yu.P. ANKUDIMOV

V.P. BALKOV

V.M. BASHKOV

A.I. BELIKOV

A.I. BOLDYREV

S.N. GRIGORIEV

V.E. GROMOV

S.A. KLIMENKO

N.K. KRIONI

V.P. KUZNETSOV

V.A. LEBEDEV

V.V. LYUBIMOV

E.D. MAKARENKO

B.Ya. MOKRITSKY

F.I. PANTELEENKO

H.M. RAKHIMYANOV

B.P. SAUSHKIN

V.V. SLEPTSOV

V.P. SMOLENTSEV

A.M. SMYSLOV

G.A. SUKHOICHEV

V.P. TABAKOV

V.A. SHULOV

M.L. KHEIFETS

Jan SUCHANEK

Marian SZCZEREK

Wojciech HOMIK

**Edition:**

A.V. ORLOVA

S.V. CHERNY

## CONTENTS

### GENERAL QUESTIONS OF STRENGTHENING

**Dmitriev A.M., Korobova N.V.** Improving the uniformity of strength distribution in cylindrical specimens formed from iron based powders ..... 243

**Ryabinina N.V., Shaidurova G.I., Tokareva M.I.** Highly filled, non-toxic of material with increased strength and fire resistance ..... 250

**Tabakov V.P., Chikhranov A.V., Dolzhenko Ya.A.** Multilayer coatings based on niobium nitride ..... 256

### MECHANICAL STRENGTHENING PROCESSING

**Sablin P.A., Shchetinin V.S.** Ensuring the quality of the surface in the processing of hardened steels, titanium alloys and polymer composite materials ..... 263

**Chikhacheva N.Yu., Shchedrin A.V., Bekaev A.A., Burlakova T.A.** Investigation of residual deformations in innovative methods of combined mandrel drilling ..... 269

### PROCESSING BY CONCENTRATED STREAMS OF ENERGY

**Ageeva E.V., Ageev E.V., Sysoev A.A.** Structure and properties of powders obtained by electrodispersion of corrosion-resistant metal waste in kerosine ..... 276

### STRENGTHENING NANOTECHNOLOGY

**Kupryashov A.V., Shestakov I.Ya.** Use of carbon filler as a main component of multi-functional materials and coatings in rocket and space technology ..... 282

Reprint is possible only with the reference to the journal  
"Strengthening technologies and coatings"

Journal is included in the List of the Highest Attestation Committee of Russian Federation (VAK RF) for publication of basic results of doctoral theses according to groups of science specialty: 05.02.07 – Technology and equipment of mechanical and physical-technique processing; 05.02.08 – Mechanical-engineering technology; 05.05.03 – Wheeled and crawler machines; 05.05.06 – Mining machines; 05.16.01 – Metal science and heat treatment of metals and alloys; 05.16.05 – Metal pressure treatment; 05.16.06 – Powder metallurgy and composite materials,  
Chemical Abstracts database, Russian Science Citation Index on Web of Science platform

Journal is spreaded on a subscription, which can be issued in any post office (index on the catalogue "Pressa Rossii" 39269) or in publishing office.  
Ph.: (499) 269-52-98, 268-47-19.  
E-mail: realiz@mashin.ru, utp@mashin.ru

Journal is registered by Roskomnadzor. The certificate of registration ПИ № ФС 77-63956. 09.12.2015



**А.М. Дмитриев**, д-р техн. наук, член-корр. РАН, **Н.В. Коробова**, д-р техн. наук  
(Московский государственный технологический университет "Станкин")  
E-mail: mt-6@yandex.ru

## Повышение равномерности распределения микротвердости в цилиндрических образцах, формованных из порошков на железной основе

*Экспериментально исследовано распределение микротвердости в цилиндрических образцах, формованных из промышленных порошков на железной основе и не подвергнутых спеканию. Это распределение описано простой математической моделью. Показано, что измеренная твердость имеет значимую корреляционную связь с прочностью. Микротвердость коррелирует с локальной прочностью. Поскольку при последующем спекании и термообработке порошкового образца фазовые превращения происходят внутри отдельных зерен, распределение микротвердости, имеющее место до спекания образца, сохраняется и после спекания. Описана технология выравнивания микротвердости в образце на этапе его формования, до спекания.*

**Ключевые слова:** образцы порошковые высокоплотные, промышленные порошки на железной основе, распределение микротвердости после формования до спекания, повышение равномерности распределения микротвердости.

*The distribution of microhardness in cylindrical samples formed from industrial iron-based powders and not subjected to sintering is experimentally studied. This distribution is described by a simple mathematical model. It is shown that the measured hardness has a significant correlation with the strength. Microhardness is correlated with the local strength. Because, during the subsequent sintering and heat treatment of the powder sample, phase transformations occur within the individual grains, the microhardness distribution that occurs before the sample is sintered will remain after sintering. The technology of microhardness equalization in the sample at the stage of its forming, before sintering, is described.*

**Keywords:** high-density powder samples, iron-based industrial powders, microhardness distribution after forming before sintering, improving the uniformity of the microhardness distribution.

### Введение

При рассмотрении процессов формования, спекания и пластического деформирования порошковых материалов, в частности на железной основе, исследователи изучают материалы на макро-, микро-, мезо- и наноуровнях. Авторы данной статьи проводят исследования в целях создания серийных и крупносерийных промышленных технологий производства деталей из порошков на железной основе. При решении таких задач существенное значение имеет анализ процессов как на макро-, так и на микроуровнях. Тем более, что такие исследования распространяются на все более мелкие структуры. Так, в частности, произошло с

развитием интенсивного пластического деформирования (ИПД).

Создание в деформируемой заготовке сдвигов ее слоев всегда связано с изменением структуры материала и, как следствие, качества изготавливаемого изделия.

Разрабатывая новые технологические процессы, ученые в области пластического деформирования заготовок В.М. Сегал и О.А. Ганаго в 1980 г. опубликовали две схемы пластического деформирования заготовок [1], которые в дальнейших публикациях отечественных и иностранных ученых были названы схемами ИПД.

В работе [2] выполнен анализ равноканального углового (РКУ) прессования. Помимо анализа

РКУ-прессования, В.М. Сегал уделил внимание инженерным проблемам реализации схемы РКУ-прессования, в частности, созданию схем штампов, в которых предусмотрены подвижные элементы оснастки для изменения условий контактного трения между заготовкой и инструментом. Таким образом, они влияют на деформирование заготовки [3]. Однако предложенные в этой работе схемы штампов далеки от их применения в промышленном производстве.

ИПД кручением с открытыми бойками, являющееся промышленным развитием метода наковален Бриджмена, описано в работах О.А. Ганаго и его учеников [4]. Важный параметр, влияющий на процессы структурообразования при ИПД кручением, — приложенное давление. В работах российских и зарубежных ученых-нанотехнологов, использующих эти схемы деформирования, приведены результаты лабораторных исследований с приложением высоких давлений, действующих на торцы деформируемых образцов.

Сближение науки с практикой осуществлено разработкой и созданием специализированных прессов для штамповки заготовок кручением с открытыми бойками [5]. Давления на заготовку, которые можно создать с помощью этих прессов, существенно меньше создаваемого, судя по зарубежным публикациям, в условиях лабораторий. Однако на этих прессах с применением рассматриваемых схем изготавливают не только очень мелкие наноструктурированные образцы, но и производится серийная промышленная продукция.

Технология, описываемая в данной статье, включает следующие основные операции: получение порошков на железной основе, приготовление шихты (смеси разнородных порошковых материалов), формование деталей из шихты, их спекание и последующую термообработку. При этом детали сразу после их формования обладают настолько высокой плотностью, что при последующей термообработке значения механических характеристик детали приближаются к соответственным значениям термообработанных компактных (литых, прокатанных) сталей аналогичного химического состава. Помимо комплекса механических характеристик, изготовленные порошковые детали обладают специальными служебными свойствами, которые нельзя получить у деталей из компактных сталей.

В работах [6—9] уже обсуждались разработки авторов данной статьи. Это насыщение поверхностного слоя формованной и спеченной заготовки из железного порошка, имеющего остаточную пористость, "пороками" легирующих металлов [6].

При последующей термической обработке на поверхности детали образуется порошковая сталь.

Также это схемы уплотнения с интенсивными сдвигами порошковых шихт на этапе, предшествующем их спеканию. Такие схемы реализуются с применением специализированных прессов, созданных по чертежам, выполненным под руководством авторов настоящей статьи [7]. На этих прессах выполняли, в частности, формование образцов для описанного ниже исследования. Ниже эти схемы приведены вновь, поскольку желательно их видеть для понимания излагаемой в дальнейшем оригинальной части статьи.

По первой (I) схеме (рис. 1, а) образец формуется движением пуансона со скоростью  $v_n$  с одновременным послойным увеличением его диаметра при перемещении из верхней цилиндрической полости матрицы, имеющей меньший диаметр  $d = 32$  мм, в нижнюю цилиндрическую полость, имеющую больший диаметр  $d = 36$  мм. Указанное перемещение осуществляется движением матрицы в направлении  $v_m$ . По второй (II) схеме сначала выполняются те же операции, что и по схеме I, а затем, при сохранении давления  $p_n$  на торце формируемой заготовки (рис. 1, б), осуществляется выдавливание образца из полости матрицы большего диаметра в полость меньшего диаметра перемещением матрицы в направлении  $v_m$ .

Сдвиги в формируемой заготовке создаются как с использованием схемы I формования, так и с использованием схемы II.

В предложенных схемах формования с интенсивными сдвигами частиц материала удельные силы  $p_1$  и  $p_2$  (определяются как силы деформирования образца, деленные на площадь его поперечного сечения), приложенные к торцу формируемой заго-

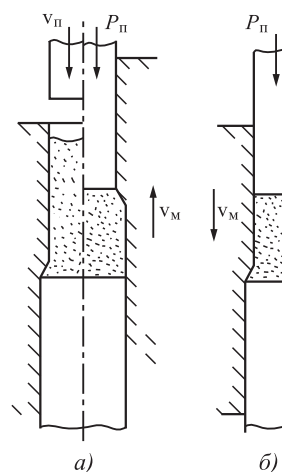


Рис. 1. Схемы формования порошковой заготовки осевым сжатием с созданием сдвигов слоев материала

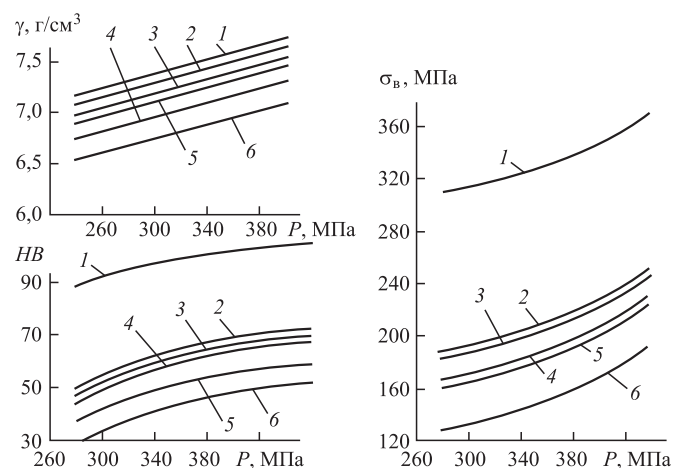
товки, следующие. При схеме I:  $p_1 = 850...900$  МПа; при схеме II:  $p_2 = 300...350$  МПа. Выигрыш в снижении удельной силы у схемы II по сравнению со схемой I составляет 2,6...2,8 раза.

При формовании по схемам, показанным на рис. 1, средняя плотность формованных деталей составляет 92 % и более от теоретической плотности железа.

В работе [8], предшествующей настоящей статье, авторы изучали механические характеристики формованных порошковых образцов после их спекания и по результатам тех исследований были построены графики, приведенные на рис. 2.

На этих графиках плотность, твердость и прочность показаны для заготовки, формованной по схеме I (см. рис. 1, а). Формование проводилось при 1%-ном (по массе) содержании стеарата цинка в порошковой шихте. Порошок стеарата цинка в шихте выполняет функцию смазочного материала.

Графики на рис. 2 приведены, чтобы показать допустимость проведения дальнейшего исследования на образцах, формованных только из одной марки порошкового материала. Результаты исследования можно пересчитать на случаи применения других материалов, названных в подрисуночной подписи к рис. 2. Это возможно сделать потому, что расстояния между кривыми и углы наклона касательных к ним не изменяются в зависимости от удельной силы формования. Следовательно, изменение плотности, твердости и прочности порошковой заготовки, связанное с заменой марки порошка, не зависит



**Рис. 2. Зависимости плотности  $\gamma$ , твердости  $HV$  и предела прочности  $\sigma_b$  (после спекания) образцов, сформованных по схеме, показанной на рис. 1, а, от приложенных удельных сил:**

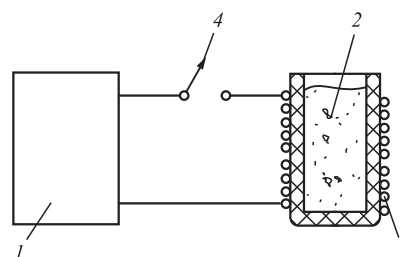
1 — порошок ULTRAPAC-LE; 2 — порошок WPL-200; 3 — ПЖВ2.160.28; 4 — ПЖРВ2.200.26; 5 — ПЖРВ3.200.26; 6 — ПЖВ4.160.28

от уплотняемости порошковой шихты и силы формования.

Операция спекания, следующая за формованием, продолжающаяся в течение нескольких часов, осуществляется в среде инертных газов, защищающих спекаемые полуфабрикаты деталей от окисления, или в среде газов, которые помимо защиты от окисления восстанавливают образовавшиеся в образцах оксиды. Она является не только энергоемкой и дорогостоящей, но и снижающей производительность и культуру труда. Поэтому возможность предшествующего спеканию контроля качества образцов позволит существенно сократить затраты на спекание при отрицательном результате осуществляемого контроля.

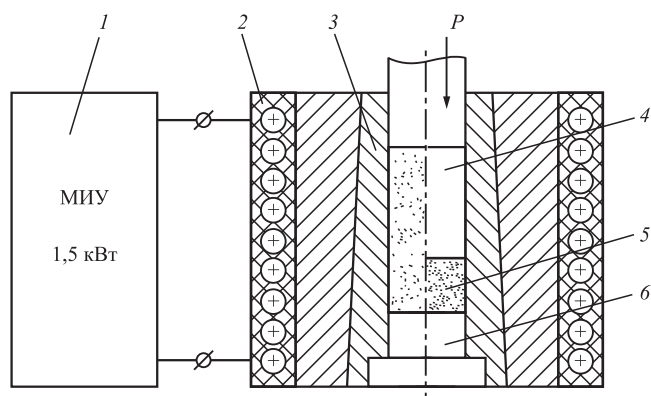
Один из способов такого контроля авторы уже исследовали в работе [7]. Это испытание формованной порошковой заготовки на срез в штампах с фиксацией сдвигового напряжения, обеспечивающего срез. Однако результаты такого контроля позволяют только интегрально оценить качество формованного полуфабриката на этапе, предшествующем его спеканию, и не позволяют оценить распределение твердости в сечениях образца. Отсутствие возможности оценить такое распределение не позволяет управлять этим распределением.

Для управления распределением микротвердости по сечениям формируемого образца, помимо варьирования схем I и II уплотнения порошка, содержания стеарата цинка в уплотняемом образце, приложенной к торцу уплотняемого образца удельной силы, авторы данной статьи используют магнитно-импульсную обработку (МИО). На подготовленную порошковую шихту до начала формования (рис. 3) и на матрицу, в которой производится формование (рис. 4), осуществляется воздействие магнитными импульсами [9]. Как установлено в данной работе, такое воздействие на шихту, сопровождаемое последующим воздействием на матрицу, в которой производится формование, оказывает на плотность формованной заготовки более существенное влияние, чем уве-



**Рис. 3. Схема магнитно-импульсной обработки:**

1 — источник импульсного магнитного поля; 2 — порошок; 3 — индуктор; 4 — устройство замыкания цепи



**Рис. 4. Схема формирования порошковой заготовки:**  
 1 — магнитно-импульсная установка; 2 — индуктор;  
 3 — матрица; 4 — пуансон; 5 — порошковая заготовка;  
 6 — контрпуансон

личение удельной силы на формирующей заготовку пуансоне с 600 до 800 МПа.

Поскольку при выполнении исследования, описанного в работе [9], применялась обычная схема формирования образца (без интенсивных сдвигов, как в схемах на рис. 1), на рис. 4 приведена штамповая оснастка из указанной работы.

Недостаток описанных в работах [7, 8] исследований состоит в том, что прочности образцов оценены интегрально, без учета неравномерности распределения этой прочности в отдельных точках сечений образца. Это было связано с тем, что для прочности, измеренной после спекания, отсутствовали приемы управления ее распределением. Исключение из этого утверждения составляет описанное в работе [6] насыщение имеющего остаточную пористость поверхностного слоя спекленного образца порошками легирующих материалов, сопровождаемое термообработкой. При проведении термообработки поверхность образца превращалась в порошковую сталь.

В то же время именно исследование образца на этапе, предшествующем его спеканию, позволяет измерить локальное распределение прочности и по результатам измерений управлять им, внося изменение в технологию формирования образца.

Заметим, что в работе [6] авторы уже применяли прием, когда прочность определяли путем измерения твердости образца после его спекания и расчетом по зависимости

$$\sigma_B = 5,449 \text{ НВ} - 192,2, \quad (1)$$

полученной в результате корреляционного анализа [9], проведенного между временным сопротивлением и твердостью по Бринеллю у исследуемых образцов. Следовательно, результаты измерения

твердости в дальнейшем исследовании могут рассматриваться как критерий прочности.

**Цель работы** — исследование распределения микротвердости (и, как следствие, соответствующей прочности) в порошковых образцах на этапе, предшествующем спеканию этих образцов. Исследование устраняет указанный выше недостаток предшествующих работ авторов данной статьи. Кроме этого, результаты изложенного ниже исследования позволяют с использованием построенной и приведенной ниже математической модели организовать технологический процесс формирования образцов таким образом, чтобы сделать рассматриваемое распределение максимально равномерным (или неравномерным).

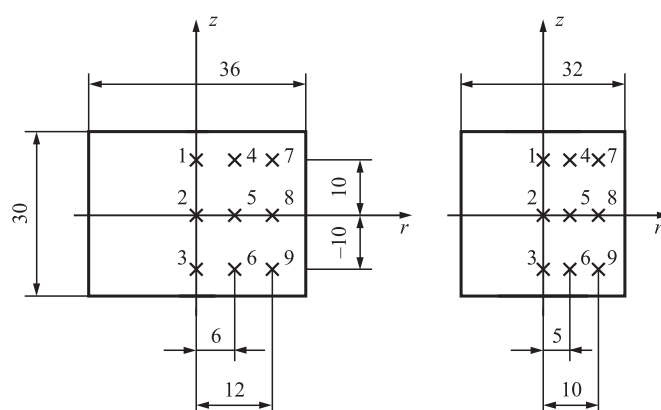
Также в результате корреляционного анализа установлены связи между микротвердостью образцов до спекания и прочностью после спекания, а также между микротвердостью образцов до спекания и сопротивлением срезу до спекания, осуществляемому в штампе.

Описанные исследования осуществлены с использованием многофакторных экспериментов, которые спланированы и их результаты обработаны по методикам, приведенным в работе [9]. Эксперименты проводили на заготовках, сформированных из порошка ПЖРВ3.200.26.

На шлифах проведены измерения микротвердости  $H_{0,1}$  прибором ПМТ-3 согласно ГОСТ 9450—76 с равномерным дублированием ( $n = 3$ ) в каждом из опытов.

Для проведения измерений шлифы, выполненные на меридиональных сечениях формованных заготовок, были разделены на области (рис. 5).

Измерения микротвердости  $H_{0,1}$  были проведены не во всех девяти точках заготовок, изготовленных по схеме I формирования (см. рис. 1, а), и не во всех девяти точках заготовок, изготовленных



**Рис. 5. Схема разбиения шлифов, выполненных на меридиональных сечениях образцов, а также в координатах  $r$ — $z$ :**  
 а — для формирования по схеме I; б — для формирования по схеме II

по схеме II (см. рис. 1, б). Точки, в которых проводили измерения, были определены матрицей плана эксперимента [10], которая в данной статье не приведена, чтобы не перегружать текст техническими моментами. На заготовке, изготовленной по схеме I, измерения микротвердости были проведены в точках 2, 3, 4, 6, 7, 8 (см. рис. 1, а), а на заготовке, изготовленной по схеме II — в точках 1, 5, 9 (см. рис. 1, б). Результаты измерений приведены в таблице.

В эксперименте варьировали:  $X_1$  — относительную координату точки измерения микротвердости

**Результаты определения микротвердости, средние значения микротвердости и значения, рассчитанные по математической модели**

Номер опыта $u$	Номер дубля опыта	Микротвердость $H_{0,1} y$	$\bar{y}_u$	$y_m$
1	1	99,85	99,85	99,2
	2	99,85		
	3	99,85		
2	1	92,72	94,17	94,483
	2	95,64		
	3	94,46		
3	1	84,13	84,14	85,3
	2	85,31		
	3	82,98		
4	1	109,47	103,7	100,5
	2	97,18		
	3	104,44		
5	1	99,85	96,6	96,8
	2	99,85		
	3	89,96		
6	1	98,76	104,60	103,1
	2	107,53		
	3	105,36		
7	1	105,36	99,01	96,5
	2	95,6		
	3	96,08		
8	1	115,18	105,5	109,37
	2	99,85		
	3	101,52		
9	1	99,85	99,85	101,9
	2	99,85		
	3	99,85		

Обозначения:  $y$  — результаты каждого отдельного измерения микротвердости;  $\bar{y}_u$  — среднее арифметическое трех измерений в каждом из опытов, имеющем номер  $u$ ;  $y_m$  — значение микротвердости, рассчитанное по математической модели.

по радиусу шлифа, отнесенную к диаметру формованной заготовки;  $X_2$  — относительную координату точки по высоте шлифа, отнесенную к диаметру формованной заготовки. Указанные факторы варьировали на трех уровнях. Значение фактора  $X_3 = 0$  присвоено схеме I формования, значение  $X_3 = 1$  — схеме II формования. При отсутствии МИО шихты  $X_4 = 0$ , при наличии —  $X_4 = 1$ . При отсутствии МИО при формовании заготовки  $X_5 = 0$ , при наличии —  $X_5 = 1$ .

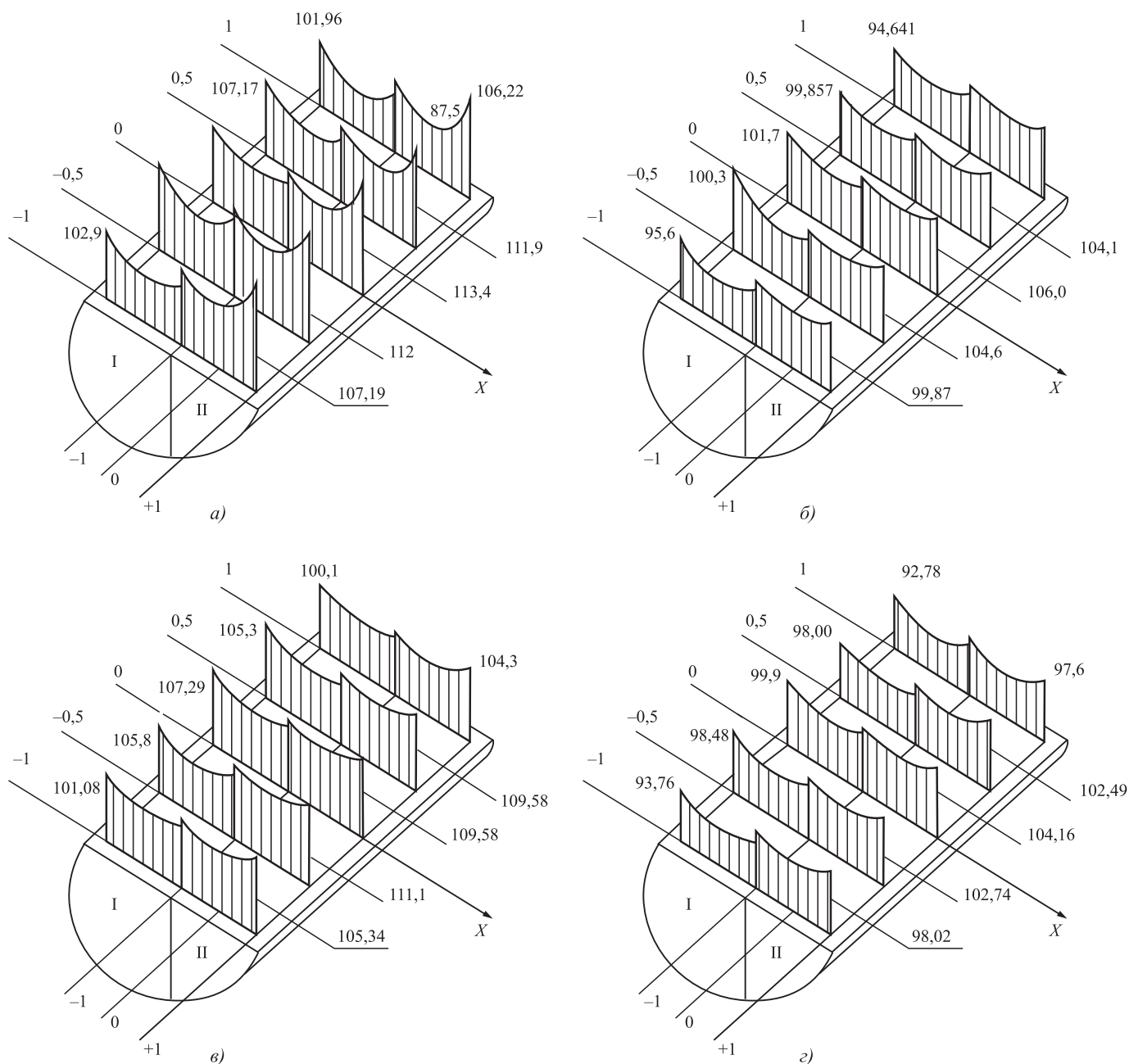
После реализации и обработки результатов эксперимента получена следующая математическая модель:

$$y_m = 102,865 + 59,23X_1^2 - 18,47X_2^2 - 32,211X_1 - 0,813X_2 + 2,124X_3 - 3,2X_4 + 0,93X_5. \quad (2)$$

Математическая модель (2) позволяет провести расчет значений микротвердости в любой точке формованной заготовки, хотя для построения этой модели было проведено всего девять опытов (при трех повторениях измерений микротвердости в каждом из них).

С использованием математической модели (2) построены графики (рис. 6) зависимости микротвердости от факторов описанного выше эксперимента.

Координатные сетки на меридиональных сечениях заготовок нанесены для определения местоположения на этих сечениях осей абсцисс построенных графиков и местоположения на осях абсцисс характерных точек этих графиков. Указанные сетки нанесены в условных величинах, которые понятны при рассмотрении рисунков. Ординатами графиков являются значения микротвердости. Для характерных точек графиков эти значения указаны численно в стандартных единицах микротвердости  $H_{0,1}$ . Для построения графиков, приведенных на рис. 6, по модели (2) проведены расчеты, имитирующие так называемые однофакторные эксперименты. При этом из входящих в модель (2) пяти факторов четыре фиксировались на задаваемых исследователем своих уровнях, а пятый изменялся с заданным шагом. Затем для четырех зафиксированных факторов меняли уровни их фиксации, и пятый снова изменяли с заданным шагом. После изучения влияния пятого фактора его переводили в разряд фиксируемых и изучали влияние следующего фактора. При этом значения микротвердости рассчитывали по модели (2).



**Рис. 6.** Распределение микротвердости на меридиональном сечении заготовки без МИО (а); при МИО шихты перед формированием (б); при ее формировании с МИО (в) при МИО шихты и формуемой заготовки (г): I — схема I; II — схема II

### Результаты исследований и их обсуждение

Анализ математической модели распределения микротвердости (имеющей значимую корреляционную связь с прочностью) и графиков, приведенных на рис. 6, показал следующее.

Значения микротвердости по радиусу заготовки, сформированной без МИО (рис. 6, а), распределяются по некоей гиперболе с максимальными значениями  $H_{0,1}$  в центре заготовки и вдоль ее боковых поверхностей. Минимальные значения

$H_{0,1}$  имеют место на расстояниях  $\approx \pm 0,5R$ , где  $R$  — радиус заготовки. Такие значения  $H_{0,1}$ , согласно кривым, можно объяснить тем, что на указанных расстояниях значения осевой силы и касательных напряжений на боковых поверхностях ослабевают. В центре заготовки повышение твердости  $H_{0,1}$  происходит под действием максимальных осевых напряжений. На боковых поверхностях повышение  $H_{0,1}$  обеспечивают касательные напряжения.

При схеме II формирования равномерность распределения микротвердости по высоте заготов-



ки выше, чем при схеме I, что является одним из преимуществ схемы II.

При сопоставлении схемы I формования со схемой II характер кривых не меняется, но при схеме II значения  $H_{0,1}$  возрастают, так как в частицах накапливаются деформации и происходит их упрочнение по сравнению со схемой I, что сказывается на приросте  $H_{0,1}$ .

МИО шихты выравнивает значения  $H_{0,1}$  по радиусу и по высоте заготовки как при схеме I, так и при схеме II формования. Как видно на рис. 6, б, крутизна кривых на графиках микротвердости становится незначительной, в отличие от заготовок из шихты, не подвергнутой МИО, что положительно сказывается в дальнейшем на качестве изделий после спекания.

Предположительно, снижение значений  $H_{0,1}$  в частицах порошка можно объяснить с использованием описанной ниже гипотезы. При МИО шихты передаваемая заготовке энергия уменьшает количество дефектов внутри частиц, приводит к повышению плотности дислокаций и, соответственно, к наклепу на поверхности частиц. Косвенным подтверждением наклепа является то, что обработанные МИО порошки формуются хуже (их плотность становится ниже).

Наклеп на поверхности частиц порошка происходит одновременно с разрушением окружающих частицы оксидных пленок. Оба эти явления приводят к уменьшению остаточных напряжений II рода [11], которые уравниваются в объемах одного порядка с размерами зерен, и их влияние существеннее, чем влияние остаточных напряжений III рода (внутризеренных).

Уменьшение остаточных напряжений II рода проявляется при МИО формуемой заготовки, когда частицы находятся в плотном контакте друг с другом. При МИО формуемой заготовки распределение твердости по ее меридиональному сечению при формовании по схеме II (рис. 6, б, II) такое же равномерное, как и при формовании по схеме II с МИО шихты (см. рис. 6, б, II). Однако значения твердости выше, чем при МИО шихты.

При сравнении кривых (см. рис. 6, б, I и 6, в, I), отражающих распределение твердости по меридиональному сечению заготовки, формованной по схеме I, распределение равномернее при формовании с МИО.

При проведении МИО шихты и формуемой заготовки наблюдается (см. рис. 6, г) наиболее равномерное распределение твердости, поскольку такая обработка уменьшает остаточные напряжения как II, так и III рода. При этом естественно,

что пиковые значения ординат на графиках меньше, чем эти значения на рис. 6, а—в.

Таким образом, построенная в результате проведенного экспериментального исследования математическая модель распределения микротвердости (и имеющей с ней значимую корреляционную связь прочности), измеренной на формованных по предложенным авторами данной статьи схемам порошковых заготовках позволяет правильно организовать процесс формования. Например, выбрать значения факторов (технологических параметров процесса формования образцов), при которых обеспечивается наиболее равномерное распределение в них прочности на этапе, предшествующем спеканию. Поскольку в данной статье рассмотрено изготовление деталей из порошковых материалов, обеспеченная на этапе до проведения спекания равномерность (или требуемая неравномерность) распределения микротвердости в этих деталях сохранится после спекания.

В первой части статьи были описаны проведенные на макроуровнях структур изготавливаемых деталей исследования, которые в дальнейшем легли в основу исследований и разработок, осуществляемых учеными-нанотехнологами. Приведенные в настоящей статье результаты исследований могут быть развиты в дальнейшем в направлении более дискретных структур материалов, а также в направлении технологий спекания формованных полуфабрикатов деталей при использовании приведенных технологий их формования.

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Сегал В.М., Ганаго О.А., Павлик Д.А. Обработка литых образцов простым сдвигом // Кузнечно-штамповочное производство. 1980. № 2. С. 7—9.
2. Процессы пластического структурообразования металлов / В.М. Сегал и др. Минск: Навука і техника, 1994. 232 с.
3. Segal V.M. Engineering and Commercialization of Equal Channel Angular Extrusion (ECAE). Materials Science and Engineering: A. 2004. Vol. 386. No. 1—2. P. 269—276.
4. Субич В.Н., Ганаго О.А., Степанов Б.А. Штамповка поковок тонкостенных дисков осадкой вращающимся инструментом // Кузнечно-штамповочное производство. 1981. № 6. С. 31—34.
5. Степанов Б.А., Субич В.Н., Шестаков Н.А. Специализированный винтовой пресс для штамповки с кручением осесимметричных поковок // Кузнечно-штамповочное производство. Обработка материалов давлением. 2013. № 9. С. 29—31.
6. Дмитриев А.М., Коробова Н.В. Выбор технологического процесса производства деталей из порошков на железной основе, обеспечивающего их прочность // Упрочняющие технологии и покрытия. 2020. Т. 16. № 11. С. 483—490.

7. **Исследование** высокоплотных порошковых цилиндрических заготовок, сформованных на специализированных гидравлических прессах / Н.В. Коробова, А.М. Дмитриев, Н.С. Толмачев, А.Ю. Аксененко // Заготовительные производства в машиностроении. 2015. № 7. С. 15–19.

8. **Дмитриев А.М., Коробова Н.В., Гречников Ф.В.** Интенсификация уплотнения и упрочнения деталей из железных порошков и порошковых сталей на этапе их холодного формования перед спеканием // Упрочняющие технологии и покрытия. 2015. № 5. С. 43–48.

9. **Дмитриев А.М., Ступников В.П.** Повышение плотности порошковых заготовок при формовании на прессах // Кузнечно-штамповочное производство. Обработка материалов давлением. 2001. № 1. С. 24–28.

10. **Новик Ф.С., Арсов Я.Б.** Оптимизация процессов технологии металлов методами планирования экспериментов. М.: Машиностроение. София: Техника, 1980. 304 с.

11. **Сторожев М.В., Попов Е.А.** Теория обработки металлов давлением: учебник для вузов. 4-е. изд. М.: Машиностроение. 1977. 423 с.

УДК 699.812.2+699.866

DOI: 10.36652/1813-1336-2021-17-6-250-255

**Н.В. Рябинина, Г.И. Шайдурова, д-р техн. наук, М.И. Токарева**  
(Пермский национальный исследовательский политехнический университет)  
E-mail: natochka59@yandex.ru

## Высоконаполненный, нетоксичный материал повышенной прочности и огнестойкости

*Представлены результаты исследований и испытаний вновь разработанного композиционного материала, уникальные свойства которого позволяют использовать его как в качестве специального огнестойкого покрытия для обитаемых объектов, так и в строительстве (дверные блоки, вкладыши для эффективной теплоизоляции). Гетерогенная структура отвержденного композита не содержит токсичных компонентов, а при воздействии открытого пламени еще более упрочняется в результате оплавления и не выделяет вредных химических соединений. Разработанный материал получен с использованием диспергирования и механической активации при смешении отдельных компонентов с последующим поэтапным отверждением при нормальной и повышенной температуре. Уникальные свойства обеспечиваются присутствием в рецептурном составе в основном кремний-содержащих компонентов — смеси дисперсных наполнителей, включая дискретные стекловолокна длиной 4...7 мм, с использованием в качестве вяжущего связующего жидкого натриевого стекла.*

**Ключевые слова:** высококремнеземистые покрытия, композитные материалы, матрица, огнестойкость, жидкое стекло.

*Presents the results of research and testing of a newly developed composite material, the unique properties of which make it possible to use it, both as a special fire-resistant coating for habitable objects and in construction (door blocks, liners for effective thermal insulation). The heterogeneous structure of the cured composite does not contain toxic components, and when exposed to an open flame, it is even more hardened as a result of reflow and does not emit harmful chemical compounds. The developed material was obtained using dispersion and mechanical activation by mixing individual components with subsequent stage curing at normal and elevated temperatures., using sodium soda glass as a binder. Unique properties are provided by the presence in the recipe composition of mainly silicon-containing components — a mixture of dispersed fillers, including discrete glass fibers with a length of 4...7 mm, using liquid sodium glass as a binder.*

**Keywords:** high-silica coatings, composite materials, matrix, fire resistance, liquid glass.

### Введение

Актуальной задачей материаловедения, в условиях поставленной Правительством РФ задачи по энергосбережению, является создание конструкционных энергоэффективных материалов, позволяющих возводить здания с энергоэффективными несущими стенами. При этом предпочтение отдается однослойным конструкциям наружных стен и возможности использования точных геометрических форм и замковых соединений, что достигается за счет высокой прочности, долговечности и техно-

логичности материалов. Такие материалы должны иметь хорошие адгезионные свойства для возможности интегрирования в стеновой материал на этапе производства в качестве защитных и декоративных покрытий. Важнейшие условия — огнестойкость и высокая химическая стойкость для исключения выделения токсичных веществ, оказывающих вредное влияние на здоровье и безопасность людей.

Еще одна область применения энергоэффективных материалов — это термозащитные покрытия и сооружения для различных агрегатов и устройств, работающих в области высоких тем-

ператур. Создание такой защиты является непросто технической задачей, особенно с учетом экстремальных эксплуатационных режимов, и требует дополнительных экономических затрат, что свидетельствует о целесообразности проведения научных исследований в области совершенствования технологических процессов формирования теплоизолирующих покрытий в целях разработки рецептурных составов, не содержащих токсичных компонентов и достижения свойств, обеспечивающих уровень требуемого качества при долговременной или экстремальной эксплуатации.

Известные в настоящее время теплоизоляционные и конструкционные материалы не удовлетворяют в полной мере этим требованиям.

Среди множества наноструктур значительное место принадлежит кремнийсодержащим образованиям [1]. Создание композиции с высоким содержанием кремния достаточно перспективно для функциональных материалов, огнестойких в течение длительного времени, что актуально для применения в различных областях промышленности [2, 3].

Модификация высококремнийсодержащих компонентов рецептуры специальным составом и в присутствии вяжущего связующего на основе натриевого жидкого стекла приводит к получению материала, относительно легкого, обладающего водоотталкивающими свойствами, повышенной огнестойкостью, для которого не свойственно выделение токсичных компонентов при улучшенных прочностных характеристиках, что является отличительным признаком от его аналогов.

В статье представлены результаты исследования по разработке рецептуры высококремнеземистого, теплоизоляционного, высоконаполненного, нетоксичного материала повышенной прочности и огнестойкости.

**Цели исследования:** разработать рецептуру и технологию изготовления материала с содержанием кремния на уровне 90 %, исследовать его физико-химические свойства и варианты применения в различных, в том числе экстремальных, условиях эксплуатации.

### Подготовка материала и методика проведения исследований

Для проведения исследований изготавливали экспериментальные образцы материала с различными вариантами рецептур. При этом учитывали совместимость компонентов, технологичность использования в производстве и наличие у них необходимых физико-механических и эксплуатационных свойств.

Разработка рецептурных составов с использованием кремнийсодержащих компонентов, которые в совокупности могут обеспечить эндоэффект, стала основной задачей исследования. Для соответствия своему назначению и условиям применения продукт должен отвечать необходимым базовым требованиям. На основе анализа назначения и области применения исследуемого материала и параметров существующих аналогов выведены базовые требования для создаваемого продукта по плотности, влагостойкости, теплопроводности, огнестойкости и ряду других параметров:

- плотность материала должна обеспечивать оптимальное соотношение пористости и механической прочности. Значения плотности ближайших аналогов находятся в диапазоне 980...1050 кг/м<sup>3</sup>;
- влагостойкость — возможность длительной или экстремальной эксплуатации материала в условиях высокой влажности, вплоть до непосредственного воздействия водного потока, с минимальным влагопоглощением;
- материал должен обладать высокими теплоизоляционными свойствами; теплопроводность не должна превышать соответствующие параметры аналогов. Значения коэффициентов теплопроводности ближайших аналогов 0,056...0,061 Вт/(м<sup>2</sup>·К);
- класс горючести — должна быть полностью исключена возможность воспламенения материала самопроизвольно или под действием внешних источников;
- предел огнестойкости — материал должен выдерживать десятки минут прямого воздействия газового потока, нагретого до 1000 °С, без существенного разрушения структуры;
- материал должен быть нетоксичным при всех условиях эксплуатации, в том числе экстремальных.

Одним из наиболее термо- и огнестойких материалов, известных в настоящее время, является теплоизоляционный материал, содержащий жидкое стекло и наполнители из группы: кварцевый песок, кварцит, перлит, вермикулит, шамот и другие, которые обладают высокой плотностью [6]. Материал изготовлен на водной основе, в процессе хранения и эксплуатации способен накапливать влагу из окружающей среды, что приводит к ослаблению механических связей и разрушению материала в целом [4, 5].

Известны также композиции с применением хлорсульфированного полиэтилена с наполнителями, обладающие высокой кратковременной огнестойкостью. Однако они токсичны при деструкции

хлорсульфированного полиэтилена на низкомолекулярные мономеры (хлорсодержащие соединения) [6].

Важная сторона подбора рецептурного состава — исследование физико-химических превращений компонентов при достижении высокотемпературного диапазона, при котором наблюдаются эндоэффекты реакции разложения.

Главное отличие разработанного материала от известных аналогов — выбор дополнительных кремнийсодержащих компонентов, способствующих уменьшению теплопроводности и существенному повышению стойкости материала к окислительной деструкции. При выборе компонентов предпочтение было отдано наличию кремния в сочетании с другими компонентами [7]. В результате получили нетоксичный, огнестойкий, теплоизоляционный, высококремнеземистый материал.

Различные варианты материала неорганической структуры получали путем перемешивания и отверждения высокотемпературного состава, содержащего дисперсные наполнители и жидкое стекло в совокупности с дополнительными адсорбентами и коагулянтами. В состав дисперсных наполнителей входит рубленое стекловолокно и смесь минеральных наполнителей из группы кремнийсодержащих компонентов, которым свойственны отрицательные тепловые эффекты при воздействии температуры до 1000 °С.

Для подбора компонентов использовали весы лабораторные типа "Масса-К ВК-600". Для проведения контролируемой сушки в целях удаления летучих компонентов использовали сушильный шкаф SNOL 75/350.

Получали отвержденный материал из дисперсного состава на основе натриевого жидкого стекла. Применяли промышленное жидкое стекло по ГОСТ 13078—81 плотностью 1,45 г/см<sup>3</sup> с силикатным модулем 2,8 (состав: SiO<sub>2</sub> — 29,6 % мас., Na<sub>2</sub>O — 10,6 % мас., вода — остальное) [8—10].

Для экспериментальных исследований полученного материала использовали образцы-демонстраторы цилиндрической формы диаметром (40 ± 0,1) мм и толщиной (40 ± 0,1) мм. Испытания образцов на стойкость и негорючесть проводили в условиях испытательной базы ВНИИПО МЧС РФ по методике испытаний на пожарную опасность, предусмотренной ГОСТ 31251—2008. Для измерения использовали термоанализатор Du Pont 9900. Твердость материала измеряли с помощью твердомера по Шору NOVOTEST ТШ—Ц.

В процессе наработки пробных составов были проведены исследования методом дифференциально-сканирующей калориметрии с получением

дериватограммы, для чего использовали совмещенный термический анализатор Linseis STA PT 1600.

Влагопоглощение исследовали погружением образцов в воду на длительные периоды времени с последующей оценкой влагосодержания.

### Результаты исследований и их обсуждение

Разработанный высококремнеземистый материал имеет гетерогенную структуру, полученную механизированным перемешиванием и отверждением состава, приготовленного из дисперсии минеральных наполнителей, введенных в жидкое стекло. Полученный материал по плотности близок к существующим аналогам, но обладает значительно меньшей эффективной теплопроводностью; конкретные данные приведены в табл. 1. В силу многофакторности процесса разработки рецептур эту работу проводили поэтапно, отсеивая неподходящие варианты и внося целенаправленные корректировки в состав смеси для наилучшего приближения к требуемым параметрам конечного продукта.

Например, первые варианты рецептур не обеспечивали стабильность фактора формы из-за большого содержания аэросила и, как следствие, материал подлежал более длительному термостатированию (табл. 2, рецептура № 1). В другом

Таблица 1

Сравнительные параметры разрабатываемого материала и аналогов

Материал	Эффективная теплопроводность λ, Вт/(м·К)	Плотность ρ, кг/м <sup>3</sup>
Разработанный	0,025...0,031	860...1000
Аналоги	0,056...0,061	980...1050

Таблица 2

Варианты исследуемых рецептур разрабатываемого материала

Исходные компоненты	Состав рецептур, мас. ч.		
	№ 1	№ 2	№ 3
Жидкое натриевое стекло	80	85	90
Аэросил (SiO <sub>2</sub> ) + сажа белая (БС-100)	10 + 0	3 + 7	2 + 8
Минеральные наполнители	11	12	20
Стекловолокно (рубленое)	10	3	2
Модификатор	9	10	18

случае слишком большое содержание модификатора приводило к ускорению процесса схватывания, что снижало уровень технологичности при формировании изделий (рецептура № 3). Еще один представленный вариант отражает наиболее сбалансированный состав, в котором достигнуто оптимальное соотношение компонентов и их долей в составе исходной смеси (рецептура № 2).

Последующие экспериментальные технологические операции и исследования показали, что:

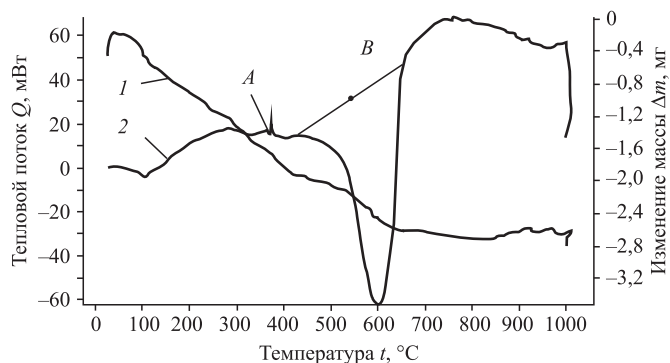
1) использование коротковолокнистого стеклянного наполнителя позволяет повысить прочность при сжатии и ударную вязкость материала при длине волокон от 4...7 мм;

2) для уменьшения плотности необходима обязательная сушка материала при температуре 110...120 °С продолжительностью не менее 1 ч. Потеря массы при сушке составляет 10...15 % мас.;

3) для обеспечения водостойкости материала необходима обработка его поверхности специальным раствором.

Испытания материала при высокотемпературном воздействии до 1000 °С продемонстрировали сохранность исходной массы образцов, отсутствие разрушений их структуры и незначительное оплавление поверхности. В качестве иллюстрации огнестойкости на рис. 1 (см. обложку) приведен пример непосредственного воздействия открытого огня газовой горелки на произвольно взятый образец материала.

Результаты термогравиметрического анализа (ТГА) и дифференциального термического анализа (ДТА) в условиях испытательной базы приведены на рис. 2 в виде дериватограммы исследуемого высококремнеземистого теплоизоляционного материала.



**Рис. 2. Дериватограмма высококремнеземистого теплоизоляционного материала:**

1 — термогравиметрическая кривая ТГА; 2 — дифференциально-термическая кривая ДТА. Характерные участки процесса: А — экзотермический эффект; В — эндотермический эффект

Из графика ТГА (кривая 1) видно, что процесс изменения массы с выделением летучих веществ состоит из трех стадий:

1-я стадия — до начала эндоэффекта ( $t < 450$  °С), когда процесс изменения массы практически линейный;

2-я стадия — переходный процесс ( $t = 450...660$  °С), скорость деструкции снижается в связи с разложением компонентов;

3-я стадия — процесс стабилизируется и изменения массы практически не происходит ( $t > 660$  °С). Масса выделившихся летучих веществ при этом равна потере массы твердого образца.

График ТДА (кривая 2) иллюстрирует, что в диапазоне температур 450...660 °С происходит нагревание испытуемого образца с поглощением теплоты (эндоэффект). При температуре ~500 °С энтальпия принимает отрицательные значения, а при ~600 °С резко замедляется и почти прекращается потеря массы. Энергия эндоэффекта была затрачена на разложение структуры материала и остаток образца превратился в стекло. Численные значения характерных точек дериватограммы для участков экзо- и эндотермического эффектов (рис. 2, А и В) приведены в табл. 3.

Испытания образца материала в условиях воздействия скоростного газового потока (~50 м/с) выявило поверхностное оплавление с минимальной потерей массы (~8 %) и подтвердило эрозионную стойкость на уровне  $5 \cdot 10^{-4}$  мм/с, что значительно превосходит ассортимент эрозионно-стойких термоизолирующих материалов.

Для получения значений параметров, регистрируемых при выполнении термического анализа (ТА), провели испытания трех образцов материала, затем определили среднеарифметические значения параметров и вычислили их среднеквадратичные отклонения. Для оценки параметров

Таблица 3

**Участки экзо- и эндотермического эффекта на графике ТДА**

Контрольные точки процесса ТДА	Экзотермический эффект	Эндотермический эффект
Начальная точка	372,0 °С (16 мин)	521,7 °С (24 мин)
Конечная точка	374,3 °С (16 мин)	649,4 °С (31 мин)
Точка реакции	16,005 мВ при 372,1 °С (16 мин)	-31,714 мВ при 563,8 °С (26 мин)
Пиковый максимум	20,127 мВ при 372,5 °С (16 мин)	-62,077 мВ при 601,4 °С (28 мин)
Энтальпия	1,08 Дж/г	-1441,49 Дж/г

экзотермического эффекта приняли его максимальное значение, а для температуры воспламенения или самовоспламенения — их минимальные значения. Часть результатов этих испытаний приведена в табл. 4.

Композитный материал в готовом виде обладает отрицательным теплосодержанием (при воздействии повышенных температур, начиная от 1000 °С и выше) и эффективной теплопрово-

Таблица 4

**Параметры экзо- и эндотермических эффектов по ДТА**

Разность максимумов параметров экзо- и эндотермического эффектов <sup>2</sup> ( $J_{m1} - J_{m2}$ ), °С/мг	$\frac{-0,03}{0,002}$
Разность температур ( $T_{jm1} - T_{jm2}$ ), соответствующих максимумам экзо- и эндотермических эффектов, °С	$\frac{105}{4}$
Относительное тепловыделение $\Delta H_i$ , °С·мин/мг, в области температур, прилегающих к температуре $T_{jmi}$	$\frac{-0,075}{0,01}$
Суммарное тепловыделение $\Delta H_{\Sigma}$ , °С·мин/мг	$\frac{-0,075}{0,01}$
Интервал температур возможного воспламенения $T_{jm1}$ , °С	Нет
Интервал температур возможного самовоспламенения $T_{jm2}$ , °С	Нет
Примечания: 1. В числителе — значение параметра, в знаменателе — среднеквадратичное отклонение. 2. $m$ — исходная масса образца, мг; $i$ — порядковый номер локального максимума.	

Таблица 5

**Параметры разработанного материала**

Наименование	Значение
Плотность, кг/м <sup>3</sup>	860...1000
Влагопоглощение, % мас., при погружении в воду на срок:	
24 ч	≤ 0,5 %
72 ч	≤ 2,5 %
Предел огнестойкости, мин, при толщине образца:	
5 мм	≥ 45 мин
40 мм	≥ 240 мин
Класс горючести	н/г
Твердость по Шору, шкала А	76
Скорость деструкции, мм/с	≤ 5 · 10 <sup>-4</sup>

дностью 0,025...0,031 Вт/(м·К) при 20 °С при плотности 850...920 кг/м<sup>3</sup>, высокими механическими характеристиками и стойкостью в условиях воздействия открытого пламени, не выделяет токсичных газообразных продуктов. Оплавление поверхности тормозит процесс последующей деструкции. Дальнейшие исследования направлены на отработку технологических параметров и снижение влагопоглощения. В табл. 5 сведены некоторые наиболее важные характеристики исследуемого материала.

**Возможности применения полученного продукта**

Физико-механические свойства полученного композитного продукта позволяют применять его как в виде строительных блоков, так и формовать путем заливки в формы, обеспечивая возможность создания крупноблочных конструкций или реализацию аддитивных технологий.

Можно обозначить ряд очевидных областей применения продукта:

- нанесение в качестве теплоизолирующего слоя при производстве полипропиленовых (или иных с низким коэффициентом температурного расширения) труб для транзита горячей воды;
- нанесение на существующие строительные конструкции в качестве их эффективной и долговечной пожарозащиты (несущие металлические конструкции, воздухопроводы и пр.);
- эффективное и долговечное заполнение противопожарных конструкций (двери, брандмаурные перегородки и т. п.);
- при создании крупномодульных изделий использовать в качестве армирующего слоя для снижения веса и стоимости конструкций;
- применение в качестве штукатурного покрытия или в качестве материала ограждающей конструкции стены для обеспечения энергоэффективности зданий и сооружений.

**Заключение**

Продукт относится к высококремнеземистым теплоизоляционным материалам, способным удовлетворить требования эффективной огнезащиты различных тепловых установок и агрегатов в энергетике, металлургии, строительстве и многих других отраслях промышленности, а также обеспечить надежную теплоизоляцию при ликвидации последствий или в ходе чрезвычайных ситуаций (пожар, возгорание и т. п.) в качестве материала для защитных средств пожарных подразделений.

Анализ результатов испытаний на огнестойкость показывает, что в рамках области назначения продукт по уровню термоизоляции превосходит все известные аналоги (по назначению) и не выделяет токсичных газообразных продуктов в процессе оплавления.

При незначительной толщине покрытия (10...15 мм) разработанный материал может широко применяться как для теплоизоляции тепловых агрегатов, так и для традиционно применяемых строительных и конструкционных материалов.

Таким образом, из результатов выполненных исследований установлено, что новый материал имеет низкую плотность, высокую пористость, обладает низкой теплопроводностью, достаточно высокими механическими характеристиками, повышенной прочностью и стойкостью к окислительной деструкции. Технология изготовления материала отличается простотой и широко доступна по ассортименту используемых компонентов, что представляет практическое значение для реально-го сектора экономики в строительной индустрии.

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Аскадский А.А., Попов М.Н., Кондрашенко В.И. Физико-химия полимерных материалов и методы их исследования: учебник для высшей школы. М.: Изд-во АСВ. 2015. 407 с.

2. Патент RU 2245861 РФ, МПК С04В28/26. Жидкостеклянная композиция / Ю.Г. Ивашенко, Р.В. Фомин № 2002130689/03; заявл. 15.11.2002; опубл. 10.02.2005 // Бюл. 2005. № 4.

3. Клименко Н.Н., Михайленко Н.Ю. Строительный материал на основе жидкого стекла и процессы его упрочнения // Мир техники и технологий. 2012. № 7. С. 60—63.

4. Михайленко Н.Ю., Клименко Н.Н. Оптимизация технологических параметров синтеза высококремнеземистых жидкостеклянных композитов строительного назначения // Стекло и керамика. 2013. № 5. С. 11—17.

5. Клименко Н.Н., Михайленко Н.Ю. Высококремнеземистый композиционный материал строительного назначения на жидкостеклянном связующем // Композиционные материалы в промышленности. Сборник докладов. 2014. С. 250—252.

6. Рябинина Н.В., Шайдурова Г.И., Шевяков Я.С. Высококремнеземистые композиционные материалы и покрытия широкого спектра назначения // Приоритетные направления развития науки и технологий: доклады XXVI международной научно-практической конференции / под общей редакцией В.М. Панарина. 2019. С. 3—6.

7. Соколов И.И. Сферопластики на основе термоактивных связующих для изделий авиационной техники: автореф. дис. ... канд. техн. наук. 2013.

8. Типичные диаграммы состояния трехкомпонентных систем: учебное пособие / Н.В. Голубев и др. М.: РГТУ им. Д.И. Менделеева. 2017. 72 с.

9. Влияние связующих на свойства новых теплоизоляционных покрытий с использованием стеклянных микросфер / А.С. Филимонов и др. // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. 2012. № 9. С. 185—192.



ООО "Издательство "Инновационное машиностроение"  
продолжает подписку на журнал

## "УПРОЧНЯЮЩИЕ ТЕХНОЛОГИИ И ПОКРЫТИЯ"

- За наличный и безналичный расчет
- С любого номера и на любой срок
- Без почтовых наценок

Присылайте заказ и обращайтесь за дополнительной информацией в отдел продаж, маркетинга и рекламы:

107076, г. Москва, Колодезный пер., д. 2а, стр. 2,  
тел.: (495) 785-6069,  
e-mail: realiz@mashin.ru, www.mashin.ru

<sup>1</sup>В.П. Табаков, *д-р техн. наук*, <sup>1,2</sup>А.В. Чихранов, *канд. техн. наук*, <sup>2</sup>Я.А. Долженко  
(<sup>1</sup>Ульяновский государственный технический университет,  
<sup>2</sup>Ульяновский институт гражданской авиации имени Главного маршала авиации Б.П. Бугаева)  
E-mail: vpt1947@yandex.ru

## Многослойные покрытия на основе нитрида ниобия\*

*Представлены результаты исследования фазового состава, параметров структуры и механических свойств двухслойных покрытий на основе нитрида ниобия. Показана связь указанных характеристик с конструкцией покрытия и составом функциональных слоев.*

**Ключевые слова:** нитрид ниобия, фазовый состав, параметры структуры, механические свойства.

*The results of study of the phase composition, parameters of structure, and mechanical properties of two-layer coatings based on niobium nitride are presented. The dependence of these characteristics on the design of the coating and the composition of the functional layers is shown.*

**Keywords:** niobium nitride, phase composition, structure parameters, mechanical properties.

### Введение

Использование износостойких покрытий позволяет существенно повысить работоспособность режущих инструментов [1–6]. При этом в настоящее время в основном упрочнение режущего инструмента происходит путем нанесения износостойких покрытий на основе модифицированного нитрида титана [2, 7]. В то же время в ряде случаев эффективность такого инструмента с покрытиями недостаточна. Учитывая, что возможности модифицирования нитрида титана практически исчерпаны, возникает задача поиска новых составов покрытий на основе других соединений. Одним из перспективных материалов, который можно использовать в качестве покрытия режущего инструмента, можно считать нитрид ниобия. Анализ немногочисленных публикаций [8–13] показывает, что по сравнению с нитридом титана нитрид ниобия имеет лучшее сочетание механических и теплофизических свойств. Эти данные позволяют предположить, что использование его в качестве основы для создания износостойких покрытий может значительно повысить работоспособность режущего инструмента.

**Цель работы** — исследование фазового состава, параметров структуры и механических свойств многослойных покрытий на основе нитрида ниобия.

### Методика исследований

Покрытия наносили на установке "Булат-6" на твердосплавные пластины МК8 производства СП "МКТС-HERTEL" (Россия) и пластины из быстрорежущей стали Р6М5. Параметры структуры покрытий (углы скольжения  $2\theta$ , периоды кристаллической решетки  $a$  и  $c$ , межплоскостное расстояние  $d$ , полуширина рентгеновской дифракционной линии  $\beta$ , относительная интенсивность  $\Delta$ ) и остаточные напряжения  $\sigma_0$  определяли на дифрактометре ДРОН-3М, относительную микродеформацию кристаллической решетки  $\Delta a/a$  и размеры блоков областей когерентного рассеяния (ОКР)  $D$  рассчитывали по методике работы [14]. Химический состав покрытий определяли методом количественного рентгеноспектрального анализа на установке MAP-4 с учетом ZAF-поправок. Микротвердость  $H_{\mu}$  покрытий, модуль упругости  $E$  и коэффициент интенсивности напряжений  $K_{1C}$  определяли по методике, изложенной в работе [15], на микротвердомере Mitutoyo NH-125 с использованием пирамиды Кнуппа. Адгезионную прочность покрытий оценивали по коэффициенту отслоения  $K_0$ , определяемому согласно методике работы [2] на твердомере ТК-2М. Циклическую трещиностойкость покрытий определяли по методике работы [16].

### Результаты исследований и их обсуждение

При выборе архитектуры и состава функциональных слоев многослойных покрытий руководствовались рекомендациями работ [4, 7]. Была

\* Работа выполнена при поддержке РФФИ (Грант №18-48-730011).



Таблица 1

Химический состав верхнего слоя покрытия

Состав верхнего слоя	Содержание элементов, % ат.				
	Nb	Ti	Zr	Cr	Al
NbTiN	55,6	44,4	—	—	—
NbZrN	50,1	—	49,9	—	—
NbTiCrN	43,8	48,1	—	8,1	—
NbTiAlN	40,0	49,16	—	—	10,84

выбрана двухслойная архитектура покрытия. Нижний слой, примыкающий к инструментальной основе, представлял собой NbN, имеющий, согласно [13], высокую прочность адгезии, в качестве верхних слоев были выбраны двух- и трехэлементные нитриды ниобия: NbTiN, NbZrN, NbTiCrN и NbTiAlN. Нижние слои покрытия наносили с использованием двух катодов из ниобия, при нанесении верхних слоев на основе двухэлементных нитридов дополнительно включали катоды из титана или циркония, а на основе трехэлементных нитридов — составной катод из титана со вставкой из хрома или катод из сплава титана и алюминия.

Химический состав верхних слоев двухслойных покрытий представлен в табл. 1.

Выявлено присутствие на дифрактограммах двухслойных покрытий (за исключением покрытий с верхним слоем NbZrN) дифракционных пиков как гексагональной, так и тетрагональной структур (рис. 1). Это объясняется наличием в архитектуре двухслойных покрытий нижних слоев нитрида ниобия, имеющих гексагональную ре-

шетку, и верхних слоев на основе многоэлементных нитридов с тетрагональной решеткой.

Отсутствие дифракционных пиков тетрагональной структуры для покрытий NbN—NbZrN (рис. 2) объясняется тем, что нижний и верхний слои данного покрытия имеют гексагональную структуру [13]. Кроме того, на дифрактограммах данных покрытий кроме нитрида ниобия присутствует нитрид циркония, что объясняется наличием двух фаз (NbN и ZrN) верхнего слоя NbZrN.

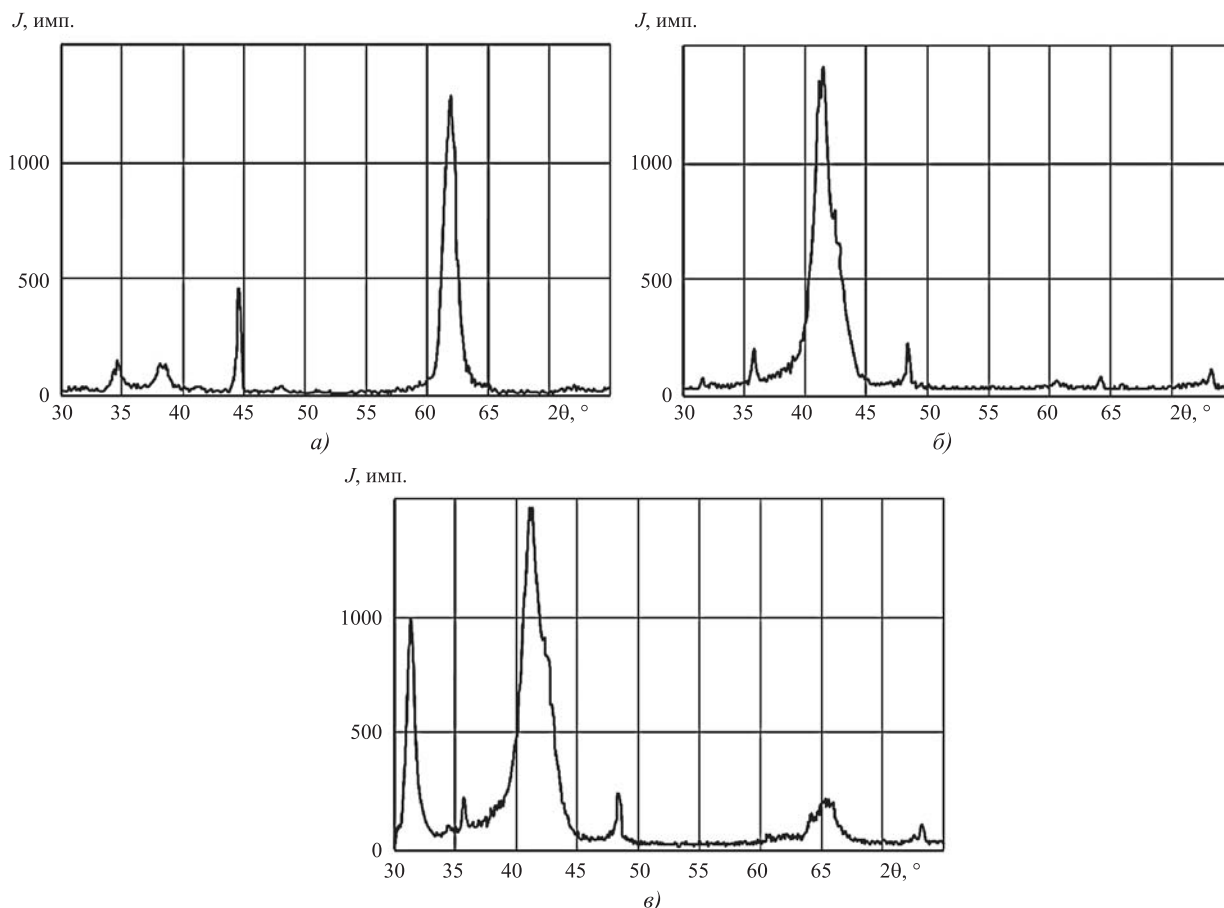
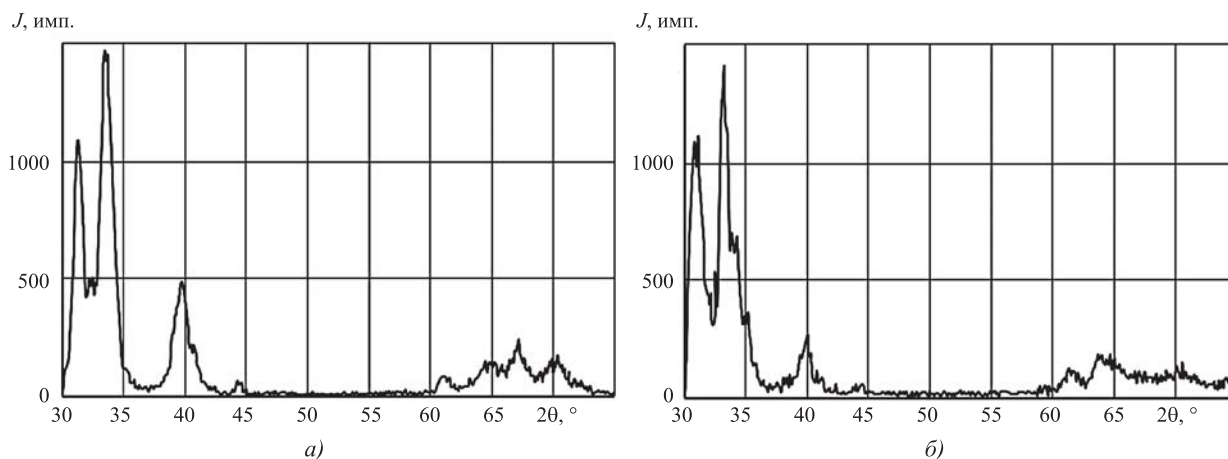


Рис. 1. Дифрактограммы покрытий: а — NbN; б — NbTiAlN; в — NbN—NbTiAlN (основа МК8)



**Рис. 2. Диффрактограммы покрытий:**  
*a* — NbZrN; *б* — NbN—NbZrN (основа P6M5)

Анализ диффрактограмм двухслойных покрытий с верхними слоями на основе трехэлементных нитридов и результатов фазового состава показывает, что большую интенсивность имеют дифракционные пики тетрагональной структуры, что свидетельствует о преимуществе данной структуры для таких покрытий. Кроме того, для них характерно смещение дифракционного пика гексагональной структуры максимальной интенсивности в сторону меньших углов по сравнению с покрытием NbN. В то же время дифракционные пики тетрагональной структуры максимальной интенсивности наблюдаются как для однослойных, так и для двухслойных покрытий примерно на одинаковых углах скольжения. Так, для покрытия NbN дифракционный пик максимальной интенсивности, соответствующий кристаллической плоскости (110) гексагональной структуры, расположен на угле  $2\theta$ , равном  $62^\circ$  (рис. 1, *a*), а для NbTiAlN дифракционный пик максимальной интенсивности тетрагональной структуры наблюдается на угле  $2\theta = 41,4^\circ$  (кристаллическая плоскость 004) (рис. 1, *б*). На диффрактограмме двухслойного покрытия NbN—NbTiAlN (рис. 1, *в*) дифракционный пик максимальной интенсивности, характеризующий гексагональную структуру, сместился в сторону меньших углов скольжения и проявился на угле  $2\theta = 31,4^\circ$  (кристаллическая плоскость (002)). При этом на диффрактограмме присутствует и дифракционный пик гексагональной структуры, соответствующей кристаллической плоскости (110), который наблюдается практически на одинаковом с покрытием NbN угле  $2\theta = 61,8^\circ$ , но имеет меньшую интенсивность. Дифракционный пик максимальной интенсивности тетрагональной структуры для двухслойного покрытия NbN—NbTiAlN наблюдается практически на одинаковом с однослойным

покрытием NbTiAlN углах скольжения  $2\theta$  (для двухслойного —  $41,3^\circ$ , для однослойного —  $41,4^\circ$  соответственно на кристаллических плоскостях (112) и (004)). При этом интенсивность дифракционных пиков, соответствующих тетрагональной структуре, выше, чем гексагональной (рис. 1, *в*), что свидетельствует о преимуществе данной структуры по отношению к гексагональной.

Аналогичные результаты получены и для двухслойных покрытий NbN—NbTiCrN. В табл. 2 и 3 (обозначение в таблицах:  $d_{\text{эксп}}$  и  $d_{\text{табл}}$  — межплоскостное расстояние соответственно экспериментальное и табличное) представлены результаты фазового анализа покрытий NbTiCrN и NbN—NbTiCrN. Как видно, по аналогии с покрытием NbN—NbTiAlN, для двухслойного покрытия дифракционные пики гексагональной структуры максимальной интенсивности по отношению к покрытию NbN наблюдаются на значительно меньших углах скольжения ( $2\theta = 34,5^\circ$ ), а дифракционные пики максимальной интенсивности тетрагональной структуры — практически на одинаковых углах (для покрытия NbN—NbTiCrN  $41,8^\circ$ , для покрытия NbTiCrN  $41,1^\circ$ ).

Сравнение диффрактограмм однослойных и двухслойных покрытий показывает, что для двухслойных покрытий характерна меньшая интенсивность дифракционных пиков как гексагональной, так и тетрагональной структур. Это может быть связано с меньшей толщиной функциональных слоев двухслойного покрытия по сравнению с толщиной однослойных покрытий. Наблюдаемое смещение дифракционных пиков гексагональной структуры максимальной интенсивности в сторону меньших углов скольжения также может быть связано с меньшей толщиной слоя NbN в двухслойном покрытии. Можно предположить,

Таблица 2

Фазовый анализ покрытия NbTiCrN (основа МК8)

№ п/п	$2\theta, ^\circ$	$d_{\text{эксп}}, \text{нм}$	$\Delta$	HKL	$d_{\text{табл}}, \text{нм}$	Фазы покрытия	Фазы основы	Примечание
1	31,6	0,2831	0,25	001	0,2820	—	WC	—
2	34,5	0,2600	0,66	100	0,2570	NbN	—	Гексагональная
3	35,7	0,2515	1,0	100	0,2500	—	—	—
4	38,9	0,2315	0,77	101	0,2331	NbN	—	Гексагональная
5	41,1	0,2196	1,0	200	0,2193	NbN	—	Тетрагональная
6	48,4	0,1881	0,64	101	0,1870	—	WC	—
7	60,8	0,1523	1,0	220	0,1520	—	TiC	—
8	61,5	0,1508	1,0	110	0,1484	—	WC	—

Таблица 3

Фазовый анализ покрытия NbN—NbTiCrN (основа МК8)

№ п/п	$2\theta, ^\circ$	$d_{\text{эксп}}, \text{нм}$	$\Delta$	HKL	$d_{\text{табл}}, \text{нм}$	Фазы покрытия	Фазы основы	Примечание
1	31,4	0,2849	1,00	002	0,2768	NbN	—	Гексагональная
2	34,5	0,2600	1,00	100	0,2570	NbN	—	Гексагональная
3	35,8	0,2508	0,48	112	0,2524	NbN	—	Тетрагональная
4	41,8	0,2161	1,00	004	0,2171	NbN	—	Тетрагональная
5	48,4	0,1881	1,00	101	0,1870	—	WC	—
6	61,9	0,1499	0,54	110	0,1484	NbN	—	Гексагональная
7	65,6	0,1423	0,15	004	0,1384	NbN	—	Гексагональная
8	73,2	0,1293	0,68	111	0,1290	—	WC	—
9	75,6	0,1258	0,52	200	0,1255	—	WC	—

что при малых толщинах слоя NbN (порядка 2...3 мкм) при его осаждении формируется NbN гексагональной структуры с преимущественной текстурой (002), а при больших толщинах (5...6 мкм) — с текстурой (110).

Изучение дифрактограмм и исследование фазового состава двухслойных покрытий с верхними слоями на основе двухэлементных нитридов позволило установить отличия в выявленных закономерностях формирования дифракционных пиков по сравнению с покрытиями, имеющими верхние функциональные слои на основе трехэлементных нитридов. Для двухслойных покрытий NbN—NbTiN, так же как и покрытий с верхним слоем на основе трехэлементных нитридов, характерно наличие на дифрактограммах дифракционных пиков тетрагональной и гексагональной структур. При этом, в отличие от покрытий с верхним слоем на основе трехэлементных нитридов, в сторону меньших углов скольжения смещаются не только пики гексагональной, но

и тетрагональной структуры. Так, дифракционный пик тетрагональной структуры максимальной интенсивности для двухслойных покрытий NbN—NbTiN находится при угле 35,6° (табл. 4), а для однослойного покрытия NbTiN — при угле 41,6° (табл. 3), а дифракционный пик максимальной интенсивности гексагональной структуры двухслойного покрытия также смещается в сторону меньших углов и находится при угле, равном 31,1°, против 32,3° для покрытия NbTiN (табл. 4 и 5).

Для двухслойных покрытий NbN—NbZrN дифракционные пики гексагональной структуры максимальной интенсивности по сравнению с однослойным покрытием NbZrN смещаются в сторону больших углов скольжения. Так, для однослойного покрытия NbZrN данный дифракционный пик расположен при угле 31,1°, а для двухслойного NbN—NbZrN — при угле 33,3° (рис. 2).

Результаты исследований параметров структуры покрытий представлены в табл. 6. Как видно

Таблица 4

Фазовый анализ покрытия NbTiN (основа Р6М5)

№ п/п	2θ, °	d <sub>эксп</sub> , нм	Δ	HKL	d <sub>табл</sub> , нм	Фазы покрытия	Фазы основы	Примечание
1	32,3	0,2772	1,00	002	0,2768	NbN	—	Гексагональная
2	35,6	0,2522	0,02	012	0,2524	NbN	—	Тетрагональная
3	40,8	0,2212	0,60	200	0,2193	NbN	—	Тетрагональная
4	41,6	0,2171	1,00	004	0,2171	NbN	—	Тетрагональная
5	44,5	0,2036	1,00	110	0,2010	—	α-Fe	—
6	48,3	0,1884	0,67	102	0,1883	NbN	—	Гексагональная
7	65,1	0,1433	0,18	200	0,1430	—	α-Fe	—

Таблица 5

Фазовый анализ покрытия NbN—NbTiN (основа Р6М5)

№ п/п	2θ, °	d <sub>эксп</sub> , нм	Δ	HKL	d <sub>табл</sub> , нм	Фазы покрытия	Фазы основы	Примечание
1	31,1	0,2877	1,00	002	0,2768	NbN	—	Гексагональная
2	32,4	0,2764	0,54	002	0,2768	NbN	—	Гексагональная
3	33,5	0,2675	0,79	100	0,2570	NbN	—	Гексагональная
4	34,4	0,2607	0,56	100	0,2570	NbN	—	Гексагональная
5	35,6	0,2522	1,00	112	0,2524	NbN	—	Тетрагональная
6	41,8	0,2161	0,26	004	0,2171	NbN	—	Гексагональная
7	44,5	0,2036	1,00	110	0,2010	—	α-Fe	—
8	61,5	0,1508	0,14	110	0,1484	NbN	—	Гексагональная
9	65,1	0,1433	0,24	004	0,1384	NbN	—	Гексагональная
10	75,2	0,1264	0,09	224	0,1262	NbN	—	Тетрагональная

Таблица 6

Параметры структуры и остаточные напряжения в покрытиях

Основа	Покрытие	a, нм	c, нм	D, нм	Δa/a, 10 <sup>-3</sup>	β, °	σ <sub>0</sub> , МПа
МК8	NbTiAlN	0,4462	0,8724	6	18,0	1,6	—
	NbN—NbTiAlN	0,4476	0,8794	4	27,0	2,35	—
	NbTiCrN	0,4392	0,8686	16	6,78	0,61*	—
	NbN—NbTiCrN	0,4356	0,8644	9	11,58	1,03	—
Р6М5	NbN	0,3020	0,5751	8	8,6	1,2*	-4716 ± 348
	NbTiAlN	0,4394	0,8704	13	7,9	0,71	-1742 ± 15
	NbN—NbTiAlN	0,4399	0,8684	9	11,2	0,99	—
	NbTiAlN	0,3015	0,5611	7	18,1	1,3	-4753 ± 269
	NbN—NbTiAlN	0,3033	0,5733	6	11,7	1,6	-6311 ± 48
	NbTiN	0,4381	0,8684	7	14,7	1,27	-2319 ± 50
	NbN—NbTiN	0,3011	0,5715	8	17,0	—	-5488 ± 683
	NbZrN	0,3007	0,5715	11	12,3	0,81**	-5541 ± 802
NbN—NbZrN	0,3011	0,5769	8	17,0	1,18**	-5152 ± 740	

\* Измерено по пику 100.

\*\* Измерено по пику 002.

Примечание. Значение β для тетрагональной структуры измерено по пику 004, гексагональной — по пику 110.

из представленных данных, периоды кристаллической решетки однослойных трехэлементных покрытий и двухслойных покрытий с соответствующими верхними слоями имеют примерно одинаковые значения. Для двухслойных покрытий с верхними слоями на основе трехэлементных нитридов характерны более высокие значения полуширины рентгеновской линии независимо от инструментальной основы, измеренные по дифракционным пикам как тетрагональной, так и гексагональной структур (см. табл. 6, покрытие NbN—NbTiAlN). Повышение ширины рентгеновской линии составило от 10 до 44 % в зависимости от состава верхнего слоя и инструментальной основы. Для данных покрытий характерны более высокие значения относительной микродеформации кристаллической решетки и меньшие значения размеров блоков ОКР.

Для двухслойных покрытий NbN—NbZrN также характерны более высокие значения полуширины рентгеновской линии по сравнению с однослойным покрытием NbZrN. Для двухслойных покрытий NbN—NbTiN отсутствие соответствующих дифракционных пиков не позволило сравнить величину  $\beta$  с данным параметром однослойных покрытий.

Остаточные напряжения определяли в двухслойных покрытиях, нанесенных на пластины из стали Р6М5. Следует отметить, что остаточные напряжения не всегда удавалось измерить из-за отсутствия на дифрактограммах соответствующих дифракционных пиков. Установлено, что двухслойные покрытия имеют более высокие значения остаточных сжимающих напряжений по сравнению с соответствующими однослойными трехэлементными покрытиями (на 33...53 %, в зависимости от покрытия). Более высокие сжимающие остаточные напряжения в двухслойных покрытиях по сравнению с однослойными трехэлементными покрытиями можно объяснить присутствием в их архитектуре нижнего слоя NbN, имеющего высокие сжимающие остаточные напряжения. Так, например, для покрытия NbN—NbTiAlN остаточные сжимающие напряжения, измеренные по дифракционным пикам гексагональной структуры, составили  $(-6311 \pm 48)$  МПа, а для однослойных покрытий NbTiAlN соответственно  $(-4753 \pm 269)$  МПа. Величины остаточных напряжений, измеренных по пикам гексагональной структуры, существенно превышают напряжения, измеренные по пикам тетрагональной структуры. Например, для покрытия NbTiAlN значение  $\sigma_0$ , измеренное по пикам гексагональной структуры, больше в 2,7 раза, чем по пикам тетрагональной структуры.

Измерения остаточных напряжений в двухслойных покрытиях с верхним слоем NbZrN показали, что их значения несколько меньше (не более 7 %) по сравнению с однослойным покрытием NbZrN. Для двухслойных покрытий с верхним слоем NbTiN остаточные напряжения удалось измерить только для гексагональной структуры, величина которых составила  $(-5488 \pm 683)$  МПа. При этом в однослойных покрытиях NbTiN остаточные сжимающие напряжения, измеренные по пикам тетрагональной структуры, равны  $(-2319 \pm 50)$  МПа. Принимая во внимание, что остаточные напряжения, полученные по пикам гексагональной структуры, существенно больше, чем по пикам тетрагональной структуры, можно предположить, что в двухслойных покрытиях NbN—NbTiN остаточные напряжения будут иметь несколько меньшие значения по сравнению с однослойными покрытиями NbTiN.

Измерение остаточных напряжений в твердосплавной основе под покрытием показало, что их значения меньше в случае нанесения двухслойных покрытий, по сравнению с однослойными покрытиями, что положительно может сказаться на прочности адгезии двухслойных покрытий.

Механические свойства многослойных покрытий в сравнении с однослойными представлены в табл. 7.

Установлено, что микротвердость  $H_\mu$ , модуль упругости первого рода  $E$  и, соответственно, сопротивление покрытий абразивному изнашиванию  $H_\mu/E$  и пластическому деформированию  $H_\mu^3/E^2$ , а также коэффициент интенсивности напряжений  $K_{IC}$  двухслойных покрытий практически не отличаются от соответствующих значений однослойных, являющихся верхними слоями двухслойных покрытий. В то же время по сравнению с покрытием NbN коэффициент интенсивности напряжений двухслойных покрытий выше на 29...38 % в зависимости от состава верхнего слоя.

Как видно из табл. 7, трехэлементные покрытия по сравнению с покрытием NbN имеют более низкую прочность адгезии с твердосплавной основой. Об этом свидетельствуют их более высокие значения коэффициента отслоения, которые в 1,6 раза выше по сравнению с покрытием NbN. Двухслойные покрытия по сравнению с однослойными покрытиями, используемыми в качестве верхних слоев, имеют более высокую прочность адгезии. Коэффициент отслоения данных покрытий меньше на 32...45 % в зависимости от состава верхнего слоя.

Исследованиями установлено, что циклическая трещиностойкость двухслойных покрытий

Таблица 7

Механические свойства покрытий

Покрытие	$H_{\mu}$	$E$	$H_{\mu}/E$	$H_{\mu}^3/E^2$	$K_0$	$K_{IC}$ МПа·м <sup>1/2</sup>	$t_{ц}$ мин
	ГПа						
NbN	29,8	467	0,064	0,121	0,10	9,78	18,85
NbTiN	31,3	422	0,074	0,172	0,15	10,16	18,71
NbN—NbTiN	32,9	452	0,073	0,174	0,13	10,71	31,74
NbZrN	31,1	428	0,073	0,164	0,13	9,97	17,31
NbN—NbZrN	32,6	454	0,072	0,168	0,12	10,53	29,01
NbTiAlN	32,1	455	0,071	0,160	0,22	12,76	28,87
NbN—NbTiAlN	34,0	463	0,073	0,183	0,15	13,54	46,42
NbTiCrN	33,4	448	0,075	0,186	0,26	12,69	26,41
NbN—NbTiCrN	34,9	461	0,076	0,200	0,16	13,47	40,28

по сравнению с однослойными трехэлементными покрытиями выше в 1,5...1,7 раза, а по сравнению с NbN — в 1,5...2,5 раза в зависимости от состава верхних слоев покрытий.

Выводы

Анализ параметров структуры и механических свойств многослойных покрытий на основе нитрида ниобия позволяет сделать предположение об эффективности их использования в качестве покрытий режущего инструмента в целях повышения их работоспособности.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Верещака А.А., Григорьев С.Н. Теоретическое обоснование выбора рациональной архитектуры и элементного состава многослойно-композиционных износостойких покрытий. М.: Издательство МГТУ Станкин. 2020. 141 с.
2. Табаков В.П., Григорьев С.Н., Верещака А.С. Принципы формирования и технологии нанесения износостойких покрытий режущего инструмента. Ульяновск: УлГТУ. 2012. 196 с.
3. Повышение работоспособности режущего инструмента осаждением наноструктурных покрытий / Ю.Г. Кабалдин и др. // Вестник машиностроения. 2010. № 3. С. 41—49.
4. Табаков В.П. Принципы формирования многослойных покрытий режущего инструмента с учетом

функционального назначения его слоев и контактных характеристик процесса резания // Вестник РГАТУ имени П.А. Соловьева. 2017. № 2 (41). С. 205—213.

5. Табаков В.П., Чихранов А.В. Повышение работоспособности твердосплавного режущего инструмента путем направленного выбора рациональных параметров состава износостойкого покрытия // СТИН. 2016. № 3. С. 14—18.

6. Пчелкин В.М., Дуюн Т.А. Износостойкость пластин с многослойными покрытиями в различных технологических условиях точения жаропрочной стали // Вестник Белгородского государственного технологического университета им. В.Г. Шухова. 2018. № 1. С. 94—100.

7. Многослойные износостойкие покрытия режущего инструмента на основе модифицированного нитрида титана / В.П. Табаков и др. // Технология машиностроения. 2011. № 12. С. 20—24.

8. Formation of polyhedral voids at surface cusps during growth of epitaxial TiN/NbN superlattice and alloy films / L. Hultman, et al. // J. Vac. Sci. Technol. A 10 (4, Pt 2). 1992. P. 1618—1824.

9. Combined cathodic arc/unbalanced magnetron grown CrN/NbN superlattice coatings for applications in the cutlery industry / P. Eh. Hovsepian et al. // Surf. Coat. Technol. 133. 2000. P. 508—516.

10. Structure and properties of nanostructured NbN and Nb—Si—N films depending on the conditions of deposition: Experiment and theory / V.I. Ivashchenko et al. // The Physics of Metals and Metallography. 2015. Vol. 116. No. 10. P. 1015—1028.

11. Structure and physicomaterial properties of NbN-based protective nanocomposite coatings: A review / A.D. Pogrebnjak et al. // Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces. 2016. Vol. 52. No. 5. P. 802—813.

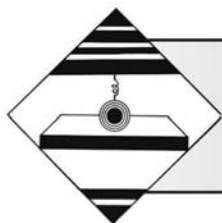
12. Табаков В.П., Сизов С.В., Чихранов А.В. Новые износостойкие покрытия режущего инструмента на основе нитрида ниобия // Вестник Рыбинской государственной авиационной технологической академии им. П.А. Соловьева. 2017. № 2 (41). С. 235—240.

13. Табаков В.П., Чихранов А.В., Долженко Я.А. Исследование параметров структуры и механических свойств износостойких покрытий на основе нитрида ниобия // Вестник машиностроения. 2019. № 5. С. 80—84.

14. Горелик С.С., Расторгуев Л.Н., Скаков Ю.А. Рентгеноструктурный и электронно-оптический анализ металлов. М.: Металлургиздат, 1970. 366 с.

15. Табаков В.П., Чихранов А.В. Определение механических характеристик износостойких ионно-плазменных покрытий на основе нитрида титана // Известия Самарского научного центра РАН. 2010. Т. 12. № 4. С. 292—297.

16. Методика расчета трещиностойкости многослойных покрытий режущего инструмента / В.П. Табаков и др. // Упрочняющие технологии и покрытия. 2010. № 3. С. 43—48.



П.А. Саблин, канд. техн. наук, В.С. Щетинин, д-р техн. наук  
(Комсомольского-на-Амуре государственный университет)  
E-mail: ikpmtu@knastu.ru

## Обеспечение качества поверхности при обработке упрочненных закаленных сталей, титановых сплавов и полимерных композиционных материалов

*Рассмотрен многофакторный подход к обеспечению необходимого качества обработанной поверхности труднообрабатываемых и упрочненных материалов, который учитывает широкую комбинацию управляемых параметров механической обработки. Предложена схема многофакторного влияния на выходной параметр процесса резания — шероховатость.*

**Ключевые слова:** шероховатость, стружкообразование, динамическая устойчивость.

*A multifactorial approach to ensuring the required quality of the machined surface of difficult-to-machine and hardened materials is considered, which takes into account a wide combination of controllable parameters of machining. A scheme of multifactorial influence on the output parameter of the cutting process — roughness is proposed.*

**Keywords:** roughness, chip formation, dynamic stability.

### Введение

В современном автоматизированном производстве, где количество безлюдных технологий постоянно растет, роль контроля за каким-либо процессом или результатом повышается в разы. В этой связи вопрос обеспечения качества обработанной поверхности в условиях автоматизированного производства, которым занимаются ведущие научные школы страны и мира, остается актуальным.

Качество обработки поверхности является как составным параметром точности обработки, так и самостоятельным параметром. Например, при обеспечении высокой точности линейного размера, высокое качество обработанной поверхности обеспечивается автоматически (по умолчанию). Но в то же время, данное правило никак не действует в "обратном направлении", т. е. обеспечив высокое качество обработанной поверхности, нельзя однозначно говорить о том, что мы обеспечили высокую точность.

Начало исследованиям процессов, происходящих в зоне резания, положено русскими учеными

И.А. Тиме и Я.Г. Усачевым. Механизмы пластической деформации при резании изучались в работах зарубежных и отечественных ученых А.М. Розенберга, М.И. Клушина, Н.Н. Зорева и др.

Проблема повышения надежности процессов механической обработки в автоматизированном производстве включает решение таких задач, как повышение устойчивости процесса резания, надежного стружкодробления, повышения износостойкости и стабильности режущих свойств инструмента, а также изготовления деталей с высокими точностью, износостойкостью и сопротивлением усталости.

Поэтому эффективность механообработки зависит не только от совершенства станочного оборудования, но и от степени изученности физических явлений при резании. Последнее позволит проводить обоснованный выбор диагностирующих признаков, тесно связанных с физической сущностью контролируемых параметров, а также разработку на этой основе методов повышения качества обработки. В этой связи управление выходными параметрами механической обработки невозможно без углубленного изучения процесса

резания и, прежде всего, механизмов деформации срезаемого слоя, устойчивости упругой системы станочного оборудования, закономерностей формообразования, а также изнашивания и разрушения режущего инструмента.

Система резания является открытой термодинамически неустойчивой системой, через которую проходит поток механической и тепловой энергии, вызывающий фазовые и структурные превращения в приконтактных слоях и формирование вторичных (диссипативных) структур. Устойчивость и оптимальное функционирование системы резания будет определяться интенсивностью протекания этих процессов, взаимодействием с упругой системой станка и внешней средой.

Все перечисленные выше факторы, безусловно, влияют на качество обработанной поверхности. Большое количество научных работ в области резания материалов посвящено управлению тем или иным параметром процесса механообработки в целях повышения качества либо производительности обработки. Также большое количество работ посвящено управлению одновременно несколькими параметрами процесса резания.

Не умаляя заслуги ведущих научных школ в области обработки материалов резанием, авторы предлагают рассмотреть многофакторный подход к управлению качеством обработанной поверхности через воздействие на широкий спектр параметров процесса механической обработки.

### **Состояние дел в области исследования влияния различных параметров на качество обработанной поверхности**

Если обеспечение точности обработки достигается за счет жесткости системы "станок—приспособление—инструмент—заготовка", точности изготовления и сборки деталей и узлов станка и приспособлений, систем точного позиционирования и относится к области станкостроения и технологии машиностроения, то качество обработки хоть и зависит от точности, но относится к области процесса отделения от обрабатываемого материала стружки с помощью режущего клина и получения обработанной поверхности с заданными параметрами шероховатости.

Так, например, в работах [1, 3] М.Р. Гимадеев впервые получил зависимость параметров шероховатости ( $Ra$ ,  $Rz$ ,  $Rq$ ,  $Rp$ ,  $Rc$ ,  $Rt$ ,  $Rv$ ,  $Rsm$ ,  $Rku$ , ...,  $Rsk$ ) не только от режимов обработки, но и от способов фрезерования. Благодаря тщательно подобранному способу обработки, траектории движения режущего инструмента, формы режущего инструмента и

стратегии обработки, есть возможность получать заданный параметр шероховатости.

В работе [2] авторы впервые получили новые корреляционные зависимости между параметрами шероховатости согласно стандарту ГОСТ Р ИСО 4287—2014 для определенных способов механической обработки (рис. 1, см. обложку).

Авторы выявили корреляционные зависимости параметров шероховатости после обработки сферической концевой фрезой:

$$Rz = 0,391 + 4,022Ra;$$

$$Rt = 0,284 + 4,531Ra;$$

$$Rv = -0,531 + 0,403Rt;$$

$$Rq = 0,039 + 1,145Ra;$$

$$Rp = 0,499 + 2,274Ra;$$

$$Rc = 0,165 + 3,630Ra.$$

Но качество обработанной поверхности, т.е. высота микронеровностей, при этом так и остается величиной, зависящей от режимов обработки, геометрии режущего инструмента, температуры в зоне резания и многого другого.

### **Стружкообразование и температура в зоне резания**

С увеличением скорости резания при обработке сталей [4] происходит последовательное изменение вида стружки от элементной к сливной, а далее к сегментной (суставчатой). Следует отметить, что сегментная стружка образуется при обработке титановых и жаропрочных сплавов при низких скоростях резания. Причем при обработке титановых сплавов сегментная стружка может формироваться в широком диапазоне скоростей резания [8].

Одним из первых механизмов образования сегментной стружки изучал М.И. Клушин [5], который связал это с адиабатическими условиями деформаций, т.е. температурным разупрочнением.

В процессе резания определяющее влияние на образование и вид стружки оказывают области локализованного сдвига как в зоне стружкообразования, так и в прирезцовых слоях контакта инструмента со стружкой и с обработанной поверхностью [6].

Локализация пластической деформации в зонах сдвига может сопровождаться значительным тепловыделением и развитием структурных и фазовых превращений. При этом температура в месте контакта инструмента с обрабатываемым материалом может достигать температуры плав-



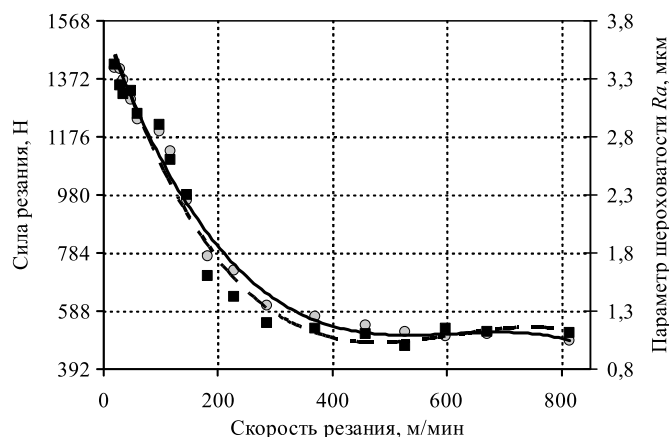


Рис. 2. Зависимость силы резания (сплошная линия) и шероховатости обработанной поверхности (штриховая линия) от скорости резания при фрезеровании закаленной стали 40X ( $s = 0,05$  мм/зуб;  $t = 1$  мм)

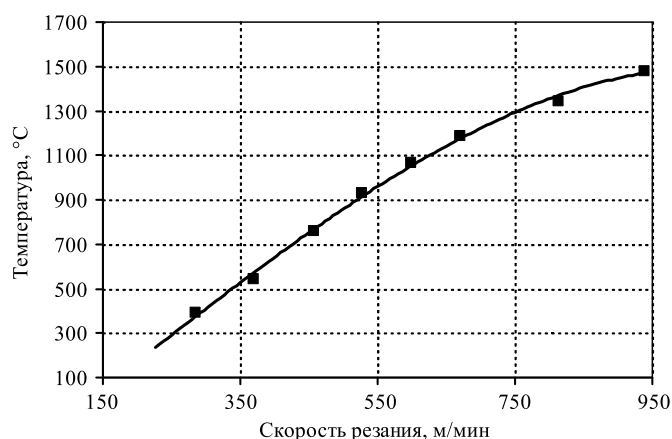


Рис. 3. Зависимость температуры стружки от скорости резания при фрезеровании закаленной стали 40X ( $s = 0,05$  мм/зуб;  $t = 1$  мм)

ления металла, особенно при высоких скоростях резания.

Анализ теплоснимков показывает, что температура стружки при высокоскоростном фрезеровании закаленной стали 40X достигает 813 °C, средняя температура поверхности стружки составляет 678 °C. Для титанового сплава BT3 максимальная температура стружки равна 1041 °C, а средняя — 917 °C [7].

Для повышения эффективности фрезерования исследования температурных процессов в зоне резания должны быть направлены на установление взаимосвязи температуры стружки с шероховатостью поверхности [8].

На рис. 2–5 показаны графики зависимости силы резания, шероховатости поверхности и температуры стружки для стали 40X и титанового сплава BT3.

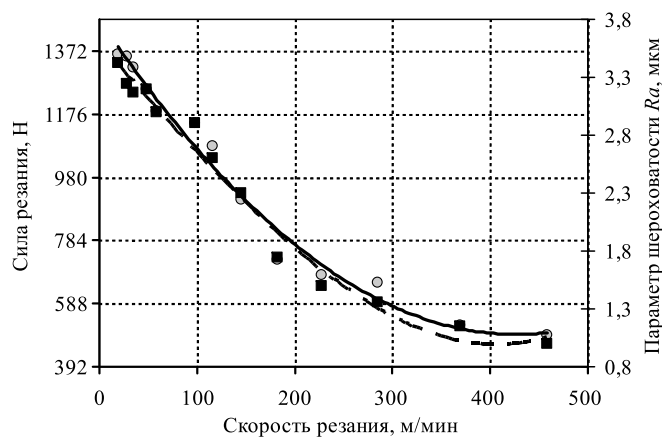


Рис. 4. Зависимость силы резания (сплошная линия) и шероховатости обработанной поверхности (штриховая линия) от скорости резания при фрезеровании титанового сплава BT3 ( $s = 0,05$  мм/зуб;  $t = 1$  мм)

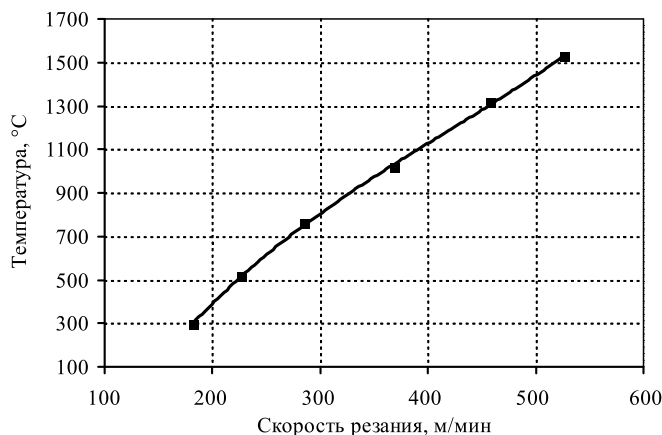


Рис. 5. Зависимость температуры стружки от скорости резания при фрезеровании титанового сплава BT3 ( $s = 0,05$  мм/зуб;  $t = 1$  мм)

В этой связи следует сделать промежуточный вывод, что для получения полной картины процессов, происходящих в зоне резания при высокоскоростной обработке (ВСО), диагностику ВСО необходимо проводить, используя параллельно несколько методов, с применением различного оборудования.

### Предварительное воздействие на обрабатываемый материал

В работе [9] авторы исследуют шероховатость деталей из полимерных материалов, предварительно обработанных поверхностно-активными веществами (ПАВ). Анализ параметров шероховатости (табл. 1) [9] подтверждает, что предварительная обработка заготовок определенными ПАВ обеспечивает повышение качества обрабо-

Таблица 1

Материал	Вид обработки	Параметры шероховатости, мкм						
		$Ra$	$Rz$	$Rmax$	$Rp$	$Rm$	$Sm$	$Sk$
Капролон	Обработка ПАВ и точение	4,39	11,6	15,2	7,6	5,89	0,88	-0,17
	Точение	7,6	22,72	35,97	14,02	21,95	0,33	0,27
Текстолит	Обработка ПАВ и точение	4,88	21,16	28,80	12,36	8,22	0,15	-0,18
	Точение	10,0	40,53	48,43	26,27	22,16	0,21	0,56

Таблица 2

Вариант точения	Параметры шероховатости, мкм						
	$Ra$	$Rz$	$Rmax$	$Rp$	$Rm$	$Sm$	$Sk$
Точение							
Обычное точение	12,61	32,72	30,97	14,02	21,95	0,337	0,976
С предварительной виброобработкой связующего (100 Гц, 60 мкм)	7,505	15,24	20,75	9,232	11,52	0,186	0,600

танной поверхности. Об этом свидетельствует снижение значений параметров шероховатости от 1,8 до 4,5 раза.

Аналогичные исследования проводились в работе [10], где определяли эффективность механической обработки стеклопластика Этал Т 210-Т11-ГВС9, полимерное связующее которого было предварительно обработано посредством механических колебаний частотой 100 Гц при амплитуде колебаний 60 мкм в течение 5 мин. Обработку осуществляли на токарном станке. Основное требование, предъявляемое к указанным операциям — обеспечение минимального уровня шероховатости обработанной поверхности.

Результаты исследования шероховатости поверхности деталей из стеклопластика при различных видах обработки приведены в табл. 2.

Существуют также работы, направленные на повышение качества обработанной поверхности при различном физическом воздействии на металлическую заготовку (лазерное воздействие, ультразвуковое воздействие и т.д.)

### Геометрия режущего инструмента и динамика процесса

Большое количество исследований посвящено управлению динамической устойчивостью

технологической системы на основе различных подходов. В частности, широкий спектр работ посвящен исследованиям вибраций и качества обработанной поверхности при изменении геометрии режущего инструмента.

Большой вклад в исследование вибраций при резании внес А.П. Соколовский. Он установил зависимость интенсивности колебаний, измеряемой высотой волн на поверхности резания от режима резания и геометрии режущего инструмента [11].

Так, например, главный угол в плане сильно влияет на интенсивность вибрации (рис. 6) [11]. При уменьшении этого угла вибрации резко усиливаются. Такой характер зависимости становится понятным, если учесть, что при уменьшении угла  $\phi$  возрастает ширина стружки и уменьшается ее толщина, что способствует усилению вибраций.

Передний угол режущего инструмента также сильно влияет на интенсивность вибраций. При увеличении этого угла вибрации ослабевают (рис. 7) [11]. При отрицательных передних углах высота волн выше, чем при положительных.

Из других элементов геометрии токарного резца следует отметить влияние вспомогательного угла в плане (при уменьшении которого вибрации усиливаются) и радиуса закругления вершины резца (с увеличением радиуса вибрации возрастают).

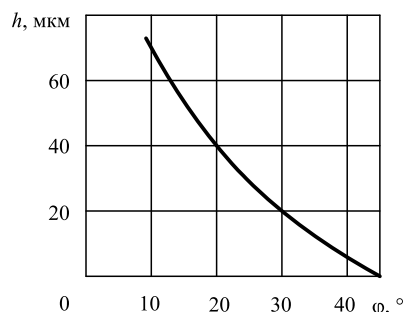


Рис. 6. Зависимость высоты волн на поверхности резания от главного угла в плане

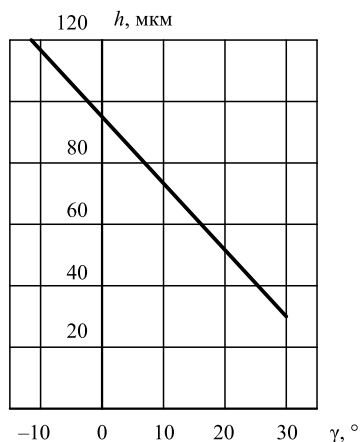


Рис. 7. Зависимость высоты волн на поверхности резания от переднего угла

Также вопросы исследования зависимости выходных параметров токарной обработки от геометрии режущего инструмента рассматривались в работе [12]. В данной работе получены графики зависимости шероховатости поверхности от значений переднего угла  $\gamma$  при обработке титанового сплава ВТ22.

Большое внимание вопросу влияния режущего инструмента на качество обработанной поверхности уделяется профессорско-преподавательским составом кафедры "Технология машиностроения" Комсомольского-на-Амуре государственного технического университета. А именно, в своих работах [16, 17] авторы подробно описывают влияние различных покрытий на режущий инструмент на эффективность механической обработки.

Также нельзя забывать об устойчивости всей технологической системы. Вопрос повышения устойчивости процесса резания был и остается актуальным до настоящего времени. Повышение устойчивости динамики станков, как видно в работе В.А. Кудинова [13–15], зависит в первую очередь от жесткости упругой системы станка. Чем больше жесткость, тем выше устойчивость процесса резания, но не всегда.

### Многопараметрическая модель

Обобщая вышеизложенное, можно сказать, что качество обработки (шероховатость) достигается посредством:

- применения рациональных режимов резания;
- применения методов, воздействующих на физико-механические свойства обрабатываемых материалов;
- изменения геометрических параметров режущих частей инструмента;
- снижения относительных пространственных динамических колебаний инструмента относительно обрабатываемой поверхности заготовки.

Таким образом, высокое качество обработанной поверхности достигается учетом многих факторов и их взаимовлияния. Поэтому обеспечение качества представляет собой комплексную многофакторную задачу, для решения которой требуется разработка методики, учитывающей весь комплекс этих взаимовлияний.

Для наглядности представления влияния основных факторов на шероховатость, а также их взаимовлияния, целесообразно изобразить в виде схемы (рис. 8).

Из представленной схемы, где показаны основные влияния факторов на качество обработки, видно, что нет однозначного решения о приоритете тех или иных факторов при получении шероховатости поверхности. Это обуславливает использование системного подхода к постановке задач, решение которых позволит повысить эффективность обработки для достижения требуемой шероховатости.

Основные задачи — это определение количественных параметров взаимовлияния друг на друга факторов, а также их приоритеты в зависимости от различных условий, позволяющих разрабатывать методики по обеспечению требуемой шероховатости при обработке резанием.

В настоящее время в КНАГУ выполнен ряд исследований в этом направлении [18–20], а также ведутся исследования, позволяющие оценивать влияние жесткости инструментальной оснастки на шероховатость обработанной поверхности.

### Выводы

1. Разработана схема влияния многофакторных параметров механической обработки на качество обработанной поверхности.

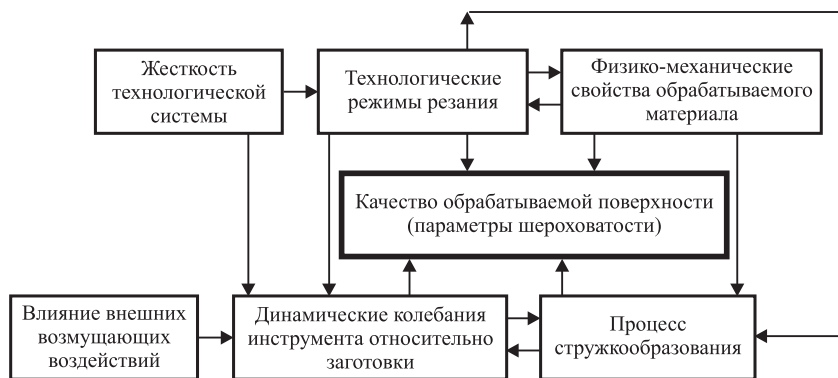


Рис. 8. Схема взаимовлияния факторов на качество обработки

2. Выявлено, что исследования по влиянию множества факторов технологической системы на качество обработанной поверхности в полном объеме не проводились.

3. Предложенная многофакторная схема применима для любого вида механической обработки.

### БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. **Гимадеев М.Р., Давыдов В.М.** Обеспечение качества поверхности при механообработке сложнопрофильных деталей // *Технология машиностроения*. 2018. № 11. С. 9–16.

2. **Гимадеев М.Р., Давыдов В.М.** Корреляционные связи показателей шероховатости при фрезеровании сферическим инструментом // *Тяжелое машиностроение*. 2018. № 10. С. 24–29.

3. **Получение** заданных параметров шероховатости при сверлении и фрезеровании цилиндрических отверстий / М.Р. Гимадеев и др. // *Ученые записки Комсомольского-на-Амуре государственного технического университета. Науки о природе и технике*. 2016. № 1-1 (25). С. 66–72.

4. **Клушин М.И.** О физических основах сверхскоростного резания. Горький, ГПИ, 1961. Т. XVII. Вып. 4. С. 15–22.

5. **Клушин М.И.** Резание металлов. М.: Машгиз. 1956. 363 с.

6. **Математическое** моделирование самоорганизующихся процессов в технологических системах обработки резанием / Ю.Г. Кабалдин и др. Владивосток: Дальнаука, 2000. 195 с.

7. **Биленко С.В., Саблин П.А., Леонтьевская Н.К.** Использование цветовой пирометрии при измерении температуры стружки при высокоскоростной обработке // *Контроль. Диагностика*. 2013. № 8. С. 37–43.

8. **Саблин П.А.** Повышение эффективности высокоскоростной механической обработки при фрезеровании: дис. ... канд. техн. наук. Комсомольский-на-Амуре государственный технический университет, 2008.

9. **Еренков О.Ю., Кравченко Е.Г., Верещагина А.С.** Исследование шероховатости полимерных материалов после точения заготовок, предварительно обработанных поверхностно-активными веществами // *Ученые записки Комсомольского-на-Амуре государственного технического университета. Серия: Науки о природе и технике. Машиностроение*. 2016. № II-1 (26). С. 23–28. [http://doi.org/10.17084/2016.II-1\(26\).4](http://doi.org/10.17084/2016.II-1(26).4).

10. **Еренков О.Ю., Проценко А.Е., Шпилев А.М.** Повышение прочности стеклопластика путем вибраци-

онной обработки эпоксидного связующего // *Ученые записки Комсомольского-на-Амуре государственного технического университета. Серия: Науки о природе и технике. Машиностроение*. 2018. Т. 1. № 4 (36). С. 94–99.

11. **Соколовский А.П.** Вибрации при работе на металлорежущих станках // *Исследование колебаний металлорежущих станков при резании металлов* / под ред. В.И. Дикушина, Д.Н. Решетова.

12. **Серебренникова А.Г., Гурылев В.Б.** Титановый сплав ВТ22: исследование зависимости выходных параметров токарной обработки от геометрии режущего инструмента. *Вестник Иркутского государственного технического университета*. 2020. Т. 24. № 3. С. 548–560. <https://doi.org/10.21285/1814-3520-2020-3-548-560>.

13. **Кудинов В.А.** Автоколебания на низких и высоких частотах (устойчивость движений) при резании // *Станки и инструмент*. 1997. № 10. С. 16–22.

14. **Кудинов В.А.** Динамика станков. М.: Машиностроение. 1967. 360 с.

15. **Кудинов В.А., Чуприна В.М.** Поузловой анализ динамических характеристик упругой системы станка // *Станки и инструмент*. 1989. № 1. С. 8–11.

16. **Comparative tests** of the metal cutting tools performance in the processing of stainless steels / I.V. Shvetsov, et al. / *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 441(1),012052 DOI: 10.1088/1757-899X/441/1/012052.

17. **Increase in Efficiency** of End Milling of Titanium Alloys Due to Tools with Multilayered Composite Nano-Structured Zr–ZrN–(Zr,Al)N and Zr–ZrN–(Zr,Cr,Al)N Coatings / A. Vereschaka et al. // *COATINGS*. Т. 8. Вып. 11. № 395. DOI: 10.3390/coatings8110395.

18. **Саблин П.А., Жигалкин К.А.** Динамика сил резания при высокоскоростном фрезеровании // *Ученые записки Комсомольского-на-Амуре государственного технического университета. Серия: Науки о природе и технике. Машиностроение*. 2019. Т. 1. № 2 (38). С. 41–49.

19. **Космынин А.В., Щетинин В.С., Саблин П.А.** Обеспечение качества обработки материалов резанием посредством внедрения трансформируемых управляемых звеньев в систему станочных систем // *Ученые записки Комсомольского-на-Амуре государственного технического университета. Серия: Науки о природе и технике. Машиностроение*. 2020. № 5 (45). С. 115–118.

20. **Саблин П.А., Космынин А.В., Щетинин В.С.** Управляемые шпиндельные опоры как инструмент обеспечения качества обработки. *Вестник Иркутского государственного технического университета*. 2020. Т. 24. № 5. С. 1019–1029. <https://doi.org/10.21285/1814-3520-2020-5-1019-1029>.

**Н.Ю. Чихачева***(МОО "Академия проблем качества", МБОУ СОШ № 1, г. Покров),***А.В. Щедрин**, канд. техн. наук, **А.А. Бекаев**, канд. техн. наук  
*(Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана),***Т.А. Буракова***(МОУ "Ликино-Дулевская гимназия", г. Ликино-Дулево)**E-mail: bekaev@list.ru*

## Исследование остаточных деформаций в инновационных методах комбинированного дорнования отверстий

*Исследовано влияние характера и параметров микрогеометрии воздействующих поверхностей дорнующего инструмента, а также состава технологической смазки на остаточные деформации полых цилиндрических образцов из латуни марки ЛС 59-1.*

**Ключевые слова:** дорнование, регулярный микрорельеф, металлолакирующая смазка, остаточные деформации.

*Investigated the influence of the nature and microgeometrical parameters influencing surface work tool, as well as the technological lubricant to remain-wide deformation of the hollow cylindrical specimen of a brass brand of LS 59-1.*

**Keywords:** mandrel formation, regular microrelief, metal-coating grease, residual deformations.

Дорнование — эффективный технологический метод формообразующей и отделочно-упрочняющей обработки отверстий различной формы и протяженности в заготовках из нешлифуемых материалов, включая сплавы на основе меди [1—5].

В настоящее время методы дорнования системно [6, 7] развиваются по пути совместного использования регулярной микрогеометрии воздействующих поверхностей инструмента и различных технологий применения современных металлолакирующих смазок, реализующих эффект безызносности при трении Гаркунова—Крагельского [8, 9].

В результате комбинированного, деформирующе-режущего воздействия, обработанные дорнованием заготовки получают различные остаточные деформации, которые определяют качество, себестоимость, производительность и безопасность изготовления продукции [10, 11].

Для оценки влияния на остаточные деформации характера и параметров микрогеометрии воздействующих поверхностей дорнующего инструмента, а также состава технологической смазки были проведены следующие исследования.

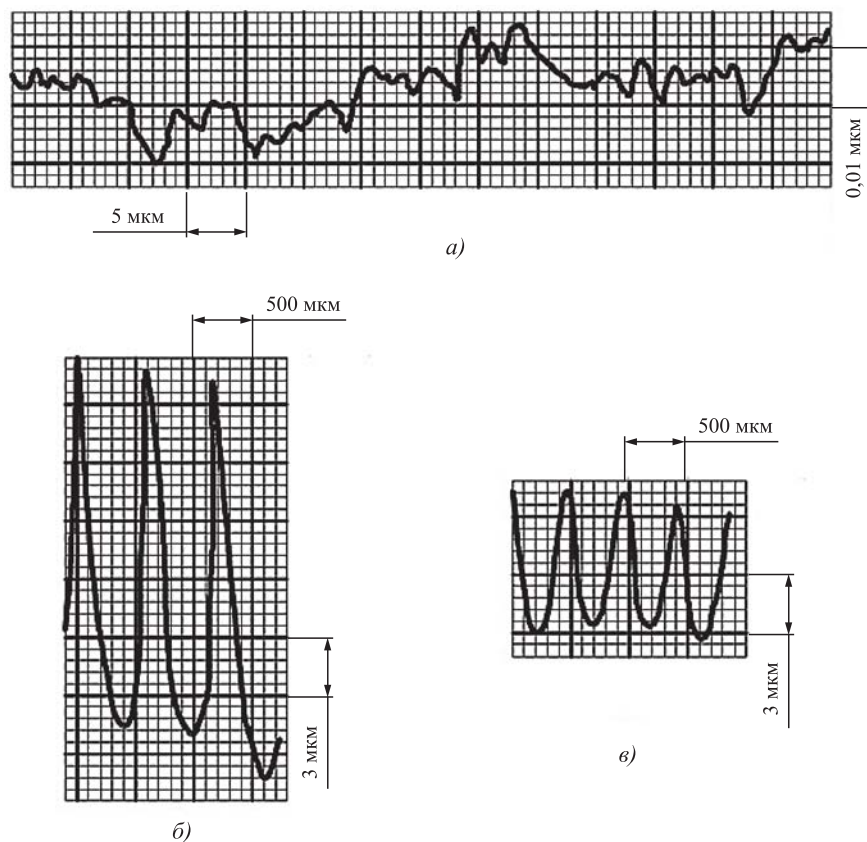
В качестве образцов-заготовок использовали полые цилиндры из латуни марки ЛС 59-1 ( $HВ = 1550$  МПа) с наружным диаметром  $D_{3,н} = 39$  мм и длиной  $L_3 = 40$  мм. Предварительная обработка отверстий образцов-заготовок — растачивание (параметр шероховатости поверхности  $Ra < 2,5$  мкм).

В качестве инструмента использовали сборную прошивку — дорн с деформирующими элементами из быстрорежущей стали марки Р6М5 [9]. Диаметры деформирующих элементов по калибрующей ленточке  $D_л$  составляли 20,11...20,24 мм, углы рабочего и обратного конусов —  $5^\circ$ , ширина калибрующей ленточки — 7 мм.

Регулярный микрорельеф (РМР) воздействующей поверхности деформирующих элементов выполняли на исходном иррегулярном микрорельефе (ИМР), полученном после шлифования и полирования, в виде однозаходных винтовых канавок с радиусом 1,5 мм, шагом  $Ш_к = 0,5$  мм и глубиной  $Г_к$ , равной 8 и 20 мкм на участке калибрующей ленточки.

Продольные профилограммы калибрующих ленточек деформирующих элементов представлены на рис. 1. Параметры РМР  $Г_к = Ш_к = 0$  условно соответствуют ИМР. Фактическая абсолютная деформация  $i_ф$  на диаметр отверстия образцов-заготовок варьировалась в диапазоне 0,1...0,4 мм. Обработку выполняли на испытательной машине модели Р5 при скорости дорнования 0,05 м/мин. В качестве базовой технологической смазки использовали минеральное масло марки И-40 с добавкой металлолакирующей медьсодержащей присадки "Валена SV", реализующей эффект безызносного трения Гаркунова—Крагельского за счет самоорганизации контактных процессов [12]. Объемная доля присадки  $C$  составляла 0, 10 и 20 %.

Анализ графических зависимостей удельной силы дорнования от фактической абсолютной



**Рис. 1. Продольные профилограммы калибрующих ленточек деформирующих элементов:**  
 а —  $\Gamma_k = \text{Ш}_k = 0$ ; б —  $\Gamma_k = 20 \text{ мкм}$ ,  $\text{Ш}_k = 0,5 \text{ мм}$ ; в —  $\Gamma_k = 8 \text{ мкм}$ ,  $\text{Ш}_k = 0,5 \text{ мм}$

деформации, содержания присадки, характера и параметров микрогеометрии воздействующей поверхности инструмента на рис. 2, а качественно показывает, что даже при наличии ИМР воздействующей поверхности инструмента происходит существенное уменьшение удельной силы дорнования в условиях применения металлоплакирующих смазок [8]. Аналитически данная графическая зависимость может быть представлена в виде:

$$\Gamma_{\text{ш}} = \text{Ш}_k = 0;$$

$$\begin{cases} q_d (C = 0 \%) = 89,86 + 506,67i_{\phi}; \\ q_d (C = 10 \%) = 10,649 + 589,72i_{\phi}; \\ q_d (C = 20 \%) = 13,76 + 565,41i_{\phi}. \end{cases} \quad (1)$$

Используя аналитические зависимости системы (1), можно сделать более точный количественный анализ: в диапазоне концентрации присадки  $C = 10 \dots 20 \%$  в смазке удельная сила дорнования практически одинакова; в диапазоне  $i_{\phi} = 0,1 \dots 0,4 \text{ мм}$  по сравнению со смазкой И-40 (чистое минеральное масло без присадки,  $C = 0 \%$ ) сила уменьшается на  $50,4 \dots 18 \%$ ; при этом при равной удельной силе дорнования в диапазоне  $q_d = 150 \dots 300 \text{ Н/мм}$

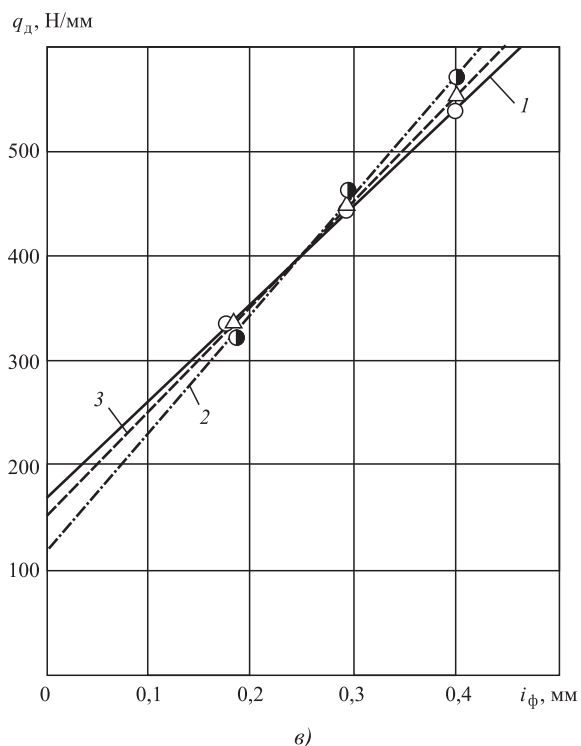
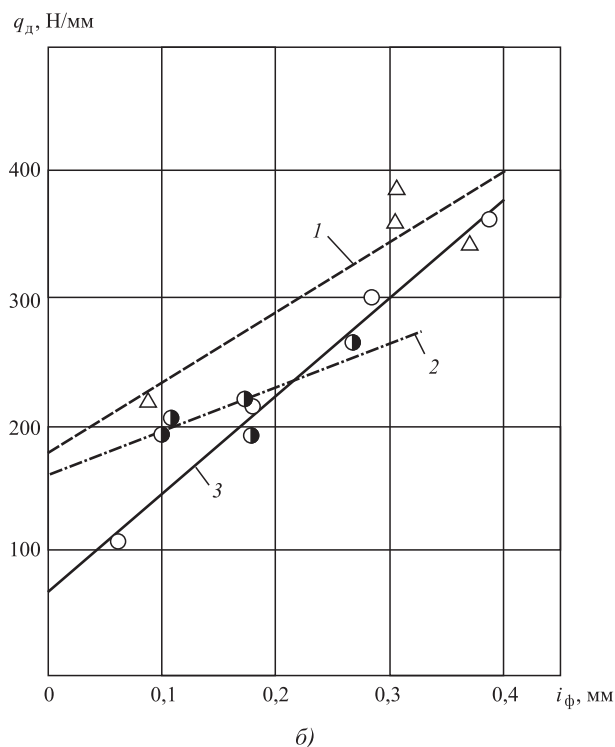
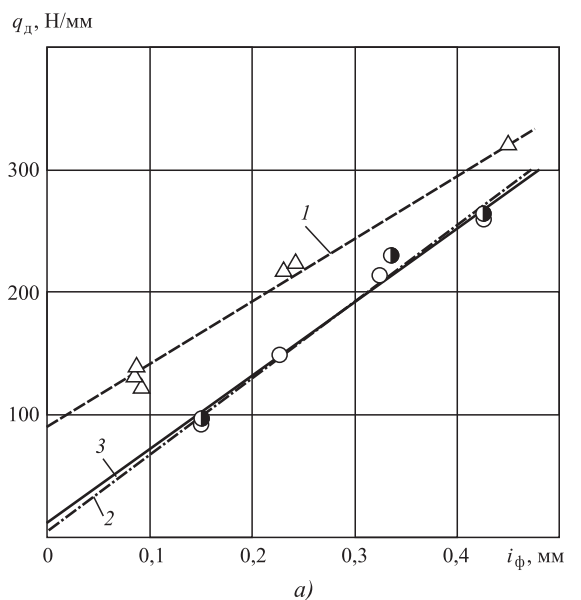
по сравнению с чистым минеральным маслом без присадки смазка с концентрацией присадки  $10 \dots 20 \%$  позволяет увеличить абсолютную фактическую деформацию отверстия  $i_{\phi}$  до двух раз [8].

Такой энергосиловой эффект, а также возможное увеличение производительности обработки (увеличение  $i_{\phi}$  при равной силе) объясняются образованием в очаге деформации визуально не наблюдаемой медной сервовитной пленки, обладающей феноменальными физическими свойствами: интенсификацией эффекта Ребиндера, снижением коэффициента граничного трения до значений коэффициента жидкостного трения, исключением прямого контакта микровыступов шероховатых поверхностей инструмента и заготовки [12].

На рис. 2, б представлена графическая зависимость удельной силы дорнования при использовании инструмента с РМР, имеющего параметры  $\Gamma_k = 8 \text{ мкм}$ ,  $\text{Ш}_k = 0,5 \text{ мм}$ .

Качественный анализ данной зависимости показывает, что РМР в совокупности с металлоплакирующими смазками еще более существенно влияет на протекание контактных процессов.

В этом случае оптимальна технологическая смазка с  $C = 10 \%$ , так как в диапазоне  $i_{\phi} =$



**Рис. 2. Зависимость удельной силы дорнования от фактической абсолютной деформации и содержания присадки:**

*a* — при  $\Gamma_k = \text{Ш}_k = 0$ ; *б* — при  $\Gamma_k = 8 \text{ мкм}$ ,  $\text{Ш}_k = 0,5 \text{ мм}$ ; *в* — при  $\Gamma_k = 20 \text{ мкм}$ ,  $\text{Ш}_k = 0,5 \text{ мм}$ . *C*, %: 1 — 0; 2 — 10; 3 — 20

= 0,1...0,4 мм удельная сила снижается на 15,9...23,8 % соответственно. Аналитически при  $\Gamma_k = 8 \text{ мкм}$ ,  $\text{Ш}_k = 0,5 \text{ мм}$  данная зависимость может быть представлена в виде:

$$\begin{cases} q_d (C = 0 \%) = 176,97 + 569,53i_\phi; \\ q_d (C = 10 \%) = 162,56 + 341,54i_\phi; \\ q_d (C = 20 \%) = 66,05 + 802,1i_\phi. \end{cases} \quad (2)$$

Приведенный порядок цифр указывает на новый феномен — увеличение эффекта снижения

удельной силы дорнования при увеличении абсолютной фактической деформации отверстия.

Другой вывод — при равной удельной силе дорнования  $q_d = 200...350 \text{ Н/мм}$  производительность обработки  $i_\phi$  в условиях применения металлоплакирующей смазки ( $C = 10 \%$ ) может быть увеличена почти в два раза.

Такие результаты объясняются большой "маслоемкостью" РМР по сравнению с ИМР, а также большими контактными нормальными давлениями на выступах РМР, что в совокупности интенсифицирует образование сервовитной пленки [8, 9, 12].

На рис. 2, в представлена графическая зависимость удельной силы дорнования при использовании инструмента с РМР, имеющего параметры  $\Gamma_k = 20$  мкм,  $\text{Ш}_k = 0,5$  мм. Аналитически данная графическая зависимость может быть представлена в виде:

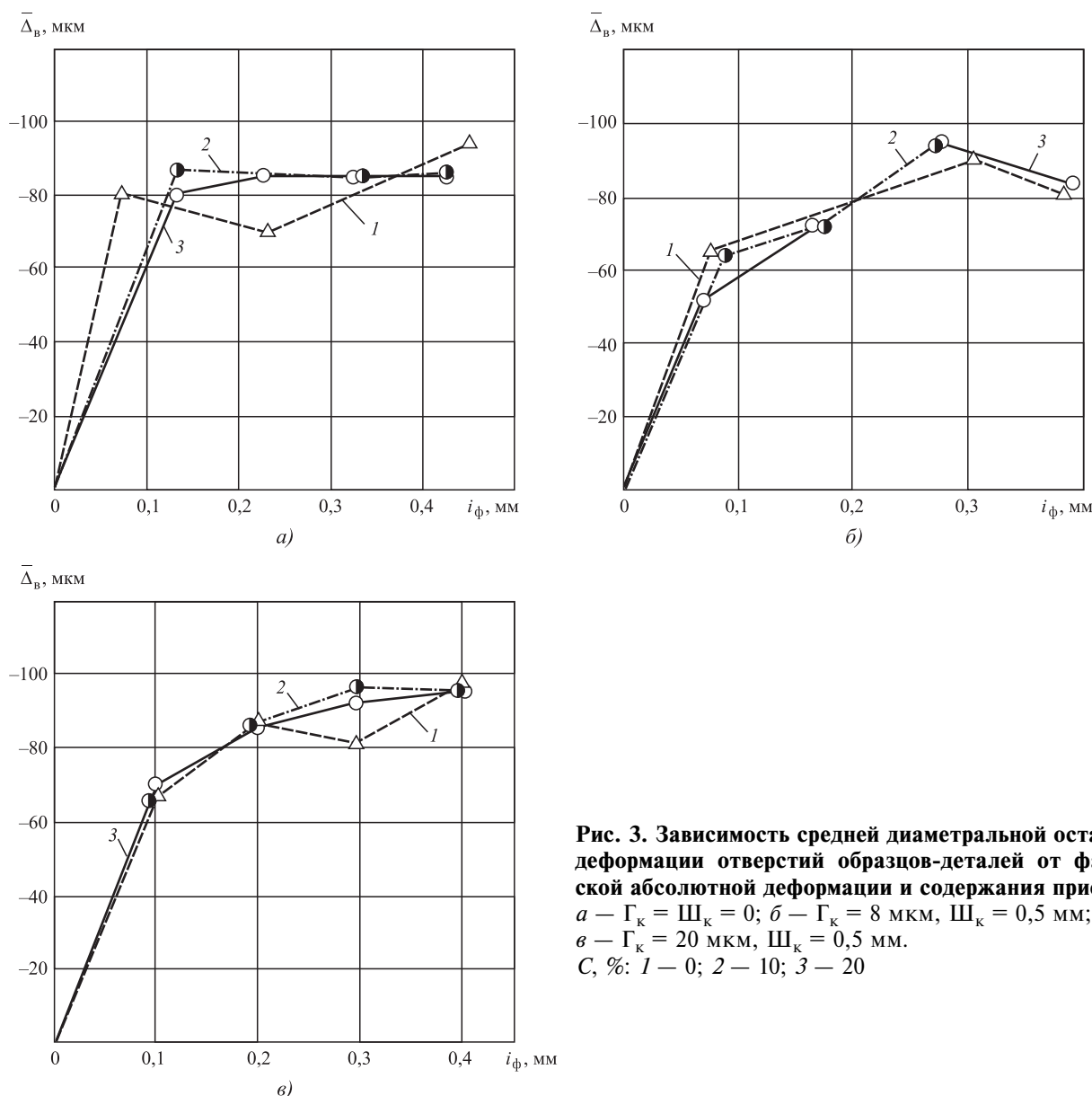
$$\begin{cases} q_d (C = 0 \%) = 149,45 + 980,11i_\phi; \\ q_d (C = 10 \%) = 102,93 + 1160,39i_\phi; \\ q_d (C = 20 \%) = 164,65 + 894,64i_\phi. \end{cases} \quad (3)$$

Совместный анализ графической (см. рис. 2, в) и аналитической зависимостей (3) показывает, что в диапазоне  $i_\phi = 0,1 \dots 0,4$  мм энергосиловой эффект практически отсутствует. Это связано с тем, что РМР с глубиной канавок  $\Gamma_k = 20$  мкм

помимо деформирования реализует параллельное воздействие в виде микрорезания, на наличие которого указывала микростружка, плотно расположенная в канавках такого РМР [13].

Полностью забитые микростружкой канавки РМР интенсивно не аккумулируют технологическую смазку, которая не подается в очаг деформации и не минимизирует трение.

На рис. 3 представлены зависимости средней диаметальной остаточной деформации отверстия образцов-деталей [1, 4]. Их общий анализ показывает, что средняя диаметральная остаточная деформация отверстий имеет отрицательное значение, которое свидетельствует о наличии в поверхностном слое сжимающих остаточных напряжений. Однако при  $\Gamma_k = 8$  мкм,  $\text{Ш}_k = 0,5$  мм (см. рис. 3, б) в области



**Рис. 3.** Зависимость средней диаметальной остаточной деформации отверстий образцов-деталей от фактической абсолютной деформации и содержания присадки: а —  $\Gamma_k = \text{Ш}_k = 0$ ; б —  $\Gamma_k = 8$  мкм,  $\text{Ш}_k = 0,5$  мм; в —  $\Gamma_k = 20$  мкм,  $\text{Ш}_k = 0,5$  мм.  $C, \%$ : 1 — 0; 2 — 10; 3 — 20

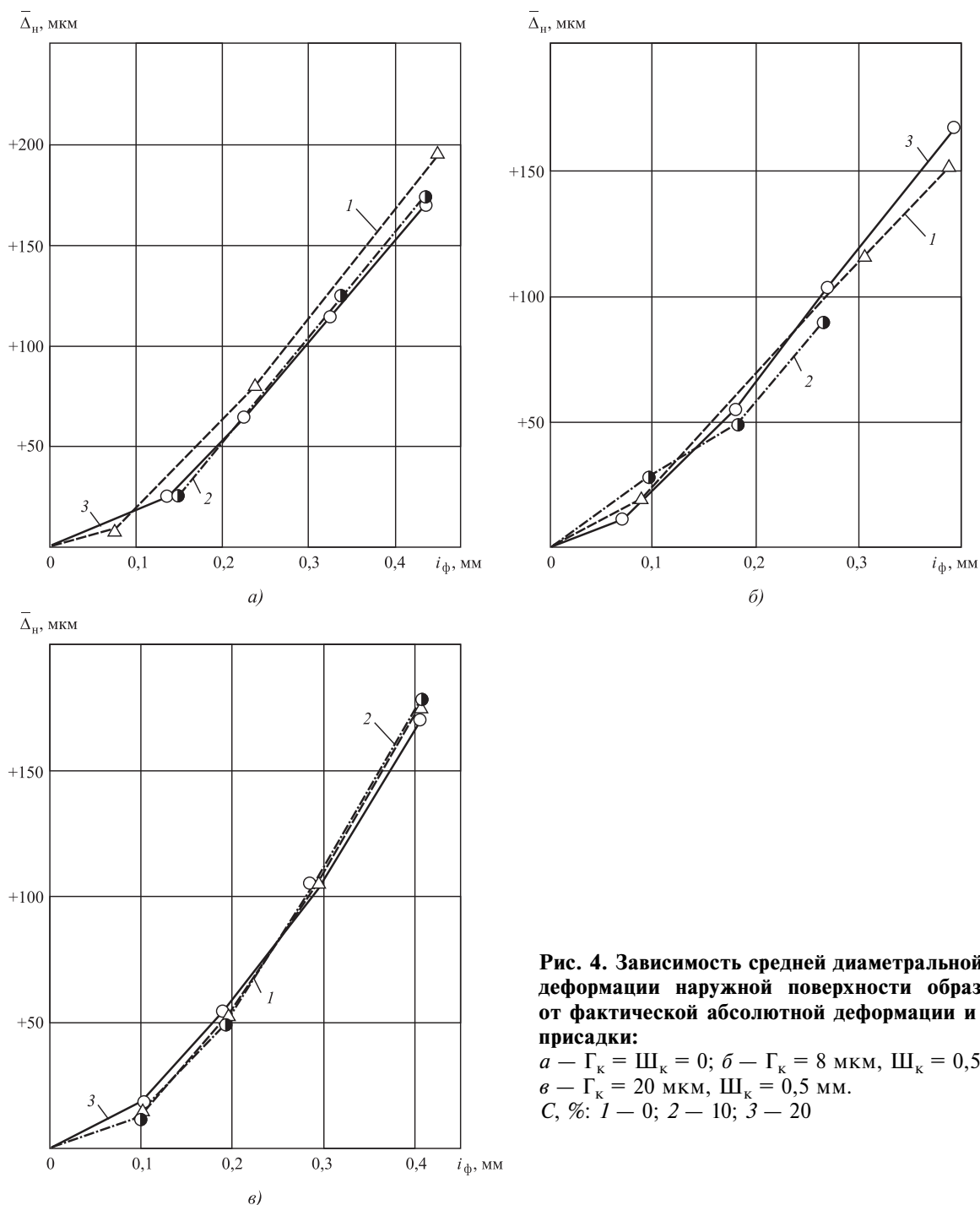


абсолютной деформации  $i_{\phi} > 0,3$  мм средняя диаметральная остаточная деформация уменьшается из-за начинающегося передеформирования поверхностного слоя отверстия.

Дорнование с параллельным микрорезанием (см. рис. 3, в) обеспечивает монотонное увеличение средней диаметальной остаточной деформации отверстия образцов-деталей с увеличением режимного параметра обработки  $i_{\phi}$ .

При этом имеет место устойчивая закономерность в виде большей величины средней диаметальной остаточной деформации при дорновании в среде металлолакирующей смазки (зависимости 2 и 3 на рис. 3, а, б), что связано с минимизацией удельной силы дорнования (см. рис. 2, а, б) в диапазоне  $i_{\phi} = 0,1...0,4$  мм.

На рис. 4 представлены зависимости средней диаметальной остаточной деформации наружной



**Рис. 4.** Зависимость средней диаметальной остаточной деформации наружной поверхности образцов-деталей от фактической абсолютной деформации и содержания присадки:

а —  $\Gamma_k = \text{Ш}_k = 0$ ; б —  $\Gamma_k = 8$  мкм,  $\text{Ш}_k = 0,5$  мм;  
 в —  $\Gamma_k = 20$  мкм,  $\text{Ш}_k = 0,5$  мм.  
 C, %: 1 — 0; 2 — 10; 3 — 20

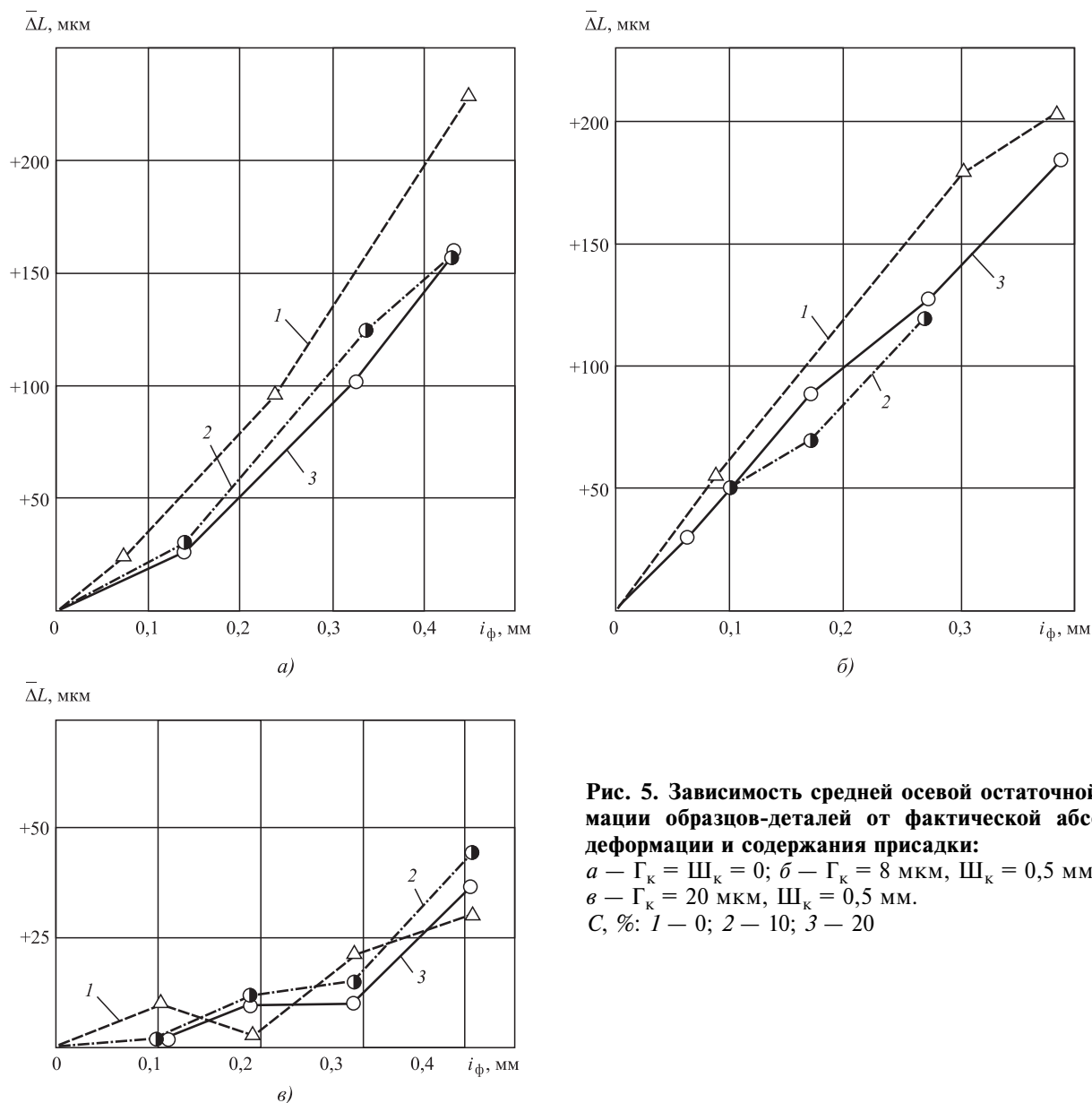
поверхности образцов-деталей [1]. Их общий анализ показывает, что этот вид остаточной деформации имеет положительное значение. Причиной такого характера данной остаточной деформации является пластическое увеличение диаметра отверстий образцов-заготовок.

Минимальная деформация данного вида имеет место при применении металлоплакирующих смазок (см. рис. 4, а, б) вследствие минимизации удельной силы дорнования (см. рис. 2, а, б).

На рис. 5 представлены зависимости средней осевой остаточной деформации на торцах образцов-деталей [3]. При этом осевая остаточная деформация складывается из "вспучивания" верхне-

го (входного) торца образцов-заготовок вследствие внедрения деформирующего элемента дорна и пластической волны на их нижнем (выходном) торце вследствие сдвиговых деформаций отверстия.

Как показывает анализ полученных зависимостей, наибольшее влияние на этот вид остаточной деформации оказывает характер и параметры микрогеометрии воздействующих поверхностей инструмента. В частности, наименьшая средняя осевая остаточная деформация наблюдается у образцов-заготовок после дорнования их отверстий инструментом с параметрами РМР  $\Gamma_k = 20$  мкм,  $\Pi_k = 0,5$  мм (см. рис. 5, в). Это объясняется удалением пластической волны на выходном торце

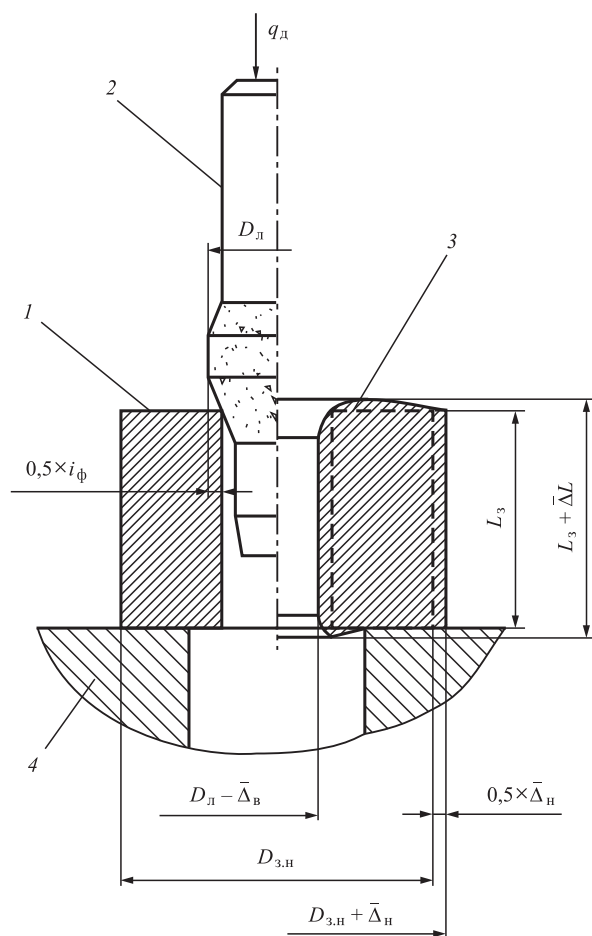


**Рис. 5. Зависимость средней осевой остаточной деформации образцов-деталей от фактической абсолютной деформации и содержания присадки:**

а —  $\Gamma_k = \Pi_k = 0$ ; б —  $\Gamma_k = 8$  мкм,  $\Pi_k = 0,5$  мм;

в —  $\Gamma_k = 20$  мкм,  $\Pi_k = 0,5$  мм.

C, %: 1 — 0; 2 — 10; 3 — 20



**Рис. 6. Остаточные деформации образцов-деталей в результате контактного взаимодействия шероховатых поверхностей отверстия полых цилиндрических образцов-заготовок и инструмента:**

1 — образец-заготовка; 2 — дорн-прошивка; 3 — образец-деталь с комплексом остаточных деформаций  $\bar{\Delta}_в, \bar{\Delta}_н, \bar{\Delta}L$ ; 4 — опора для дорнования

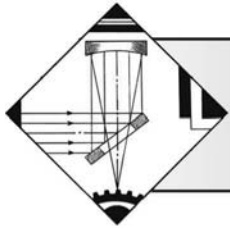
образцов-заготовок в результате параллельного микрорезания [10, 13].

Аналогично предыдущему данный вид остаточной деформации (см. рис. 5) хорошо коррелируется с силовыми зависимостями (см. рис. 2).

Полученные результаты расширяют картину контактного взаимодействия шероховатых поверхностей отверстия заготовок и инструмента (см. рис. 6) в условиях применения современных металлоплакирующих смазок, реализующих фундаментальное научное открытие — эффект безызносности при трении Гаркунова—Крагельского [8, 9, 13, 14], что в итоге позволит увеличить комплексность алгоритмических процедур "искусственного технологического интеллекта" и фундаментального направления "трибология на основе самоорганизации" [6, 12].

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Проскуряков Ю.Г., Романов В.Н., Исаев А.Н. Объемное дорнование отверстий. М.: Машиностроение. 1984. 224 с.
2. Скворцов В.Ф., Арляпов А.Ю. Дорнование глубоких отверстий малого диаметра. Томск: ТПУ. 2005. 91 с.
3. Сивцев Н.С. Развитие теории и технологии дорнования отверстий в нестационарных условиях трения инструмента с заготовкой: дис. ... д-ра техн. наук. Ижевск: ИжГТУ. 2005. 298 с.
4. Розенберг А.М., Розенберг О.А. Механика пластического деформирования в процессах резания и деформирующего протягивания. Киев: Наукова думка. 1990. 320 с.
5. Воронцов А.Л. Промышленное апробирование результатов исследований совмещенного процесса редуцирования-дорнования // Кузнечно-штамповочное производство, обработка металлов давлением. 2017. № 9. С. 3—10.
6. Щедрин А.В., Кострюков А.А., Чихачева Н.Ю. Искусственный технологический интеллект как идеологическая основа всеобщей системы методов обработки материалов // Упрочняющие технологии и покрытия. 2015. № 6. С. 20—26.
7. Щедрин А.В., Игнаткин И.Ю., Чихачева Н.Ю. Системное формирование информационных баз данных характеристик методов обработки для реализации алгоритмических процедур искусственного интеллекта // Упрочняющие технологии и покрытия. 2020. Т. 16. № 10. С. 444—451.
8. Щедрин А.В., Гаврилов С.А., Зинин М.А. Оптимизация рецептуры металлоплакирующих смазок для комбинированного дорнования отверстий в заготовках из нешлифуемых цветных сплавов // Вестник машиностроения. 2012. № 9. С. 76—79.
9. Влияние состава металлоплакирующей смазки и технологии ее применения на контактные характеристики методов комбинированного дорнования отверстий / А.В. Щедрин и др. // Упрочняющие технологии и покрытия. 2020. Т. 16. № 11. С. 504—510.
10. Исследование характеристик силовой динамики методов комбинированного дорнования отверстий инструментом с регулярной микрогеометрией поверхности / А.В. Щедрин и др. // Упрочняющие технологии и покрытия. 2020. Т. 16. № 8. С. 360—365.
11. Исследование закономерностей формирования параметров качества поверхностного слоя при резании по предварительно деформированному слою в методах комбинированного дорнования отверстий / А.В. Щедрин и др. // Ремонт, восстановление, модернизация. 2020. № 2. С. 21—26.
12. Трибология на основе самоорганизации / Д.Н. Гаркунов и др. // Германия: LAMBERT. 245 с.
13. Щедрин А.В., Игнаткин И.Ю., Чихачева Н.Ю. Исследование закономерности изменения коэффициента трения скольжения в инновационных методах комбинированного дорнования отверстий // Упрочняющие технологии и покрытия. 2020. Т. 16. № 4. С. 150—155.
14. Hybrid burnishing of cylindrical workpieces with a modified hole surface / A.V. Shchedrin et al. // Russian Engineering research. New York: Allerton Press. 2020. Vol. 40. No. 10. P. 852—856.



**Е.В. Агеева**, канд. техн. наук, **Е.В. Агеев**, д-р техн. наук, **А.А. Сысоев**  
(Юго-Западный государственный университет, г. Курск)  
E-mail: ageev-ev@mail.ru

## Структура и свойства порошков, полученных электродиспергированием коррозионно-стойких металлических отходов в керосине\*

*Представлены результаты экспериментальных исследований структуры и свойств электроэрозионных высокохромистых порошков, полученных в керосине. Показана высокая эффективность применения технологии электродиспергирования, которая обеспечивает при низких затратах электроэнергии получение пригодных к промышленному применению новых коррозионно-стойких порошковых материалов.*

**Ключевые слова:** высокохромистые стали, отходы, электроэрозионное диспергирование, керосин, порошок, структура, свойства.

*The results of experimental studies of the structure and properties of electroerosive high-chromium powders obtained in kerosene are presented. The high efficiency of using the electrodispersing technology is shown, which provides for obtaining new corrosion-resistant powder materials suitable for industrial use at low energy costs.*

**Keywords:** high-chromium steels, waste, electroerosive dispersion, kerosene, powder, structure, properties.

### Введение

Развитие современной техники предъявляет все более жесткие требования к материалам, работающим в условиях высоких давлений, скоростей деформаций, агрессивных сред и т. д. Использование методов порошковой металлургии при создании новых материалов позволяет обеспечить оптимальное сочетание технологии получения структурных и рабочих характеристик. При этом обеспечивается минимум потери металла, снижается себестоимость изделий. Среди материалов, получаемых методами порошковой металлургии, большой интерес представляют используемые в машиностроении порошковые стали. Они обладают высокой прочностью (приближающейся к прочности изделий, изготовленных из проката или литьем) в сочетании с хорошей пластичностью, вязкостью, низкой склонностью к хрупкому разрушению [1–9].

Повышение свойств сталей, в том числе порошковых, достигается увеличением содержания углерода, пластическим деформированием, легированием, применением термической обработки, изменением микро- и субмикроструктуры мартенсита. Одновременно с разработкой порошков новых марок проводятся исследования по регулированию их гранулометрического состава, насыпной массы, сфероидизации частиц, повышению степени чистоты, а также ищутся пути снижения себестоимости как порошков, так и изделий и материалов из них [9–14].

В частности, коррозионно-стойкие стали обладают рядом ценных свойств, благодаря которым их эффективно используют во многих областях промышленности. В настоящее время одной из основных проблем использования этих сталей является наличие в них значительного количества дорогостоящего хрома. Данная проблема может быть решена измельчением их отходов и повторным использованием. Существующие промышленные технологии измельчения отличаются крупнотоннажностью, высокими затратами энергии и экологическими проблемами. Одним

\*Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 19-33-90053.

из перспективных способов измельчения любого электропроводного материала является электроэрозионный способ [15–17].

Для разработки технологий повторного использования электроэрозионных порошков и оценки эффективности их использования требуется проведение комплексных теоретических и экспериментальных исследований.

**Цель работы** — исследование состава, структуры и свойств порошковых материалов, полученных электродиспергированием отходов коррозионно-стойкой стали 12Х17 в керосине.

### Материалы и методы проведения исследований

Для выполнения намеченных исследований в качестве диспергируемого материала были выбраны отходы стали 12Х17, которые скапливаются в виде обрезков труб различного диаметра на предприятиях в большом объеме.

Отходы стали 12Х17 перерабатывали на установке электродиспергирования (Патент на изобретение 2449859 РФ). Отходы загружали в реактор, заполненный рабочей жидкостью — керосином осветительным; процесс проводили при следующих электрических параметрах: емкость разрядных конденсаторов 48 мкФ, напряжение 100 В, частота следования импульсов 120 Гц.

При электродиспергировании отходов сплава 12Х17 импульсное напряжение генератора прикладывали к электродам и далее к кускам отходов (в качестве электродов использовали также куски отходов сплава). При достижении определенного напряжения происходил электрический пробой рабочей жидкости, находящейся в межэлектродном пространстве с образованием канала разряда. Благодаря высокой концентрации тепловой энергии материал в точке разряда плавился и испарялся, рабочая жидкость испарялась и окружала канал разряда газообразными продуктами распада (газовым пузырем). В результате развивающихся в канале разряда и газовом пузыре значительных динамических сил, капли расплавленного материала выбрасывались за пределы зоны разряда в рабочую жидкость, окружающую электроды, и застывали в ней, образуя сферические частицы порошка сплава.

Методом растровой электронной микроскопии (растровый электронный микроскоп Quanta 600 FEG) было проведено исследование микроструктуры образца по его поверхности. Поверхность (по шлифу) образца шлифовали и полировали. Шлифование производили металлографи-

ческой бумагой с крупным (Р 60...70) и мелким (Р 220...240) зерном. В процессе шлифования образец периодически поворачивали на 90°. Смывали частицы абразива водой и полировали на круге суспензиями из оксидов металла ( $Fe_3O_4$ ,  $Cr_2O_3$ ,  $Al_2O_3$ ). После достижения зеркального блеска поверхность шлифа промывали водой, спиртом и просушивали фильтровальной бумагой.

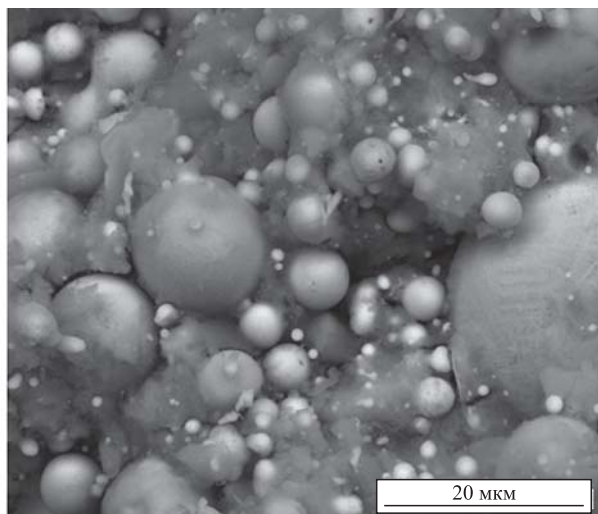
С помощью энергодисперсионного анализатора рентгеновского излучения фирмы EDAX, встроенного в растровый электронный микроскоп QUANTA 600 FEG, были получены спектры характеристического рентгеновского излучения в различных точках на поверхности образца.

Исследование фазового состава порошка проводили методом рентгеновской дифракции на дифрактометре RigakuUltima IV в излучении  $Cu K_\alpha$  (длина волны  $\lambda = 0,154178$  нм) с использованием шелей Соллера. Съемку дифракционного спектра для фазового анализа проводили по схеме  $\Theta-2\Theta$  сканирования с фокусировкой по Бреггу — Брентано в интервале углов  $5...100^\circ 2\Theta$ . Съемку осуществляли в поточечном режиме с шагом сканирования  $\Delta(2\Theta) = 0,02^\circ$ , скоростью  $0,6^\circ/\text{мин}$ , рабочее напряжение 45 кВ, сила тока 200 мА. Для уточнения профиля экспериментальных рентгенограмм использовали программный пакет PDXL RIGAKU. Вычитание фона проводили методом Сонневельда—Виссера, сглаживание экспериментального профиля — методом Савицкого—Голая, разделение компонент  $k_\alpha 1$  и  $k_\alpha 2$  — методом Рачингера. Для описания дифракционных максимумов использовали суперпозицию функции Гаусса и функции Лоренца. Аппроксимация каждого из рефлексов на дифрактограммах исследуемых образцов псевдофункцией Войгта позволила точно определить положение рефлексов с учетом смещения, вызванного перекрытием рефлексов, на половине максимума интенсивности (FWHM) и интенсивность. Фазовый состав покрытий определяли с помощью БД ICCD PDF-2 (2008).

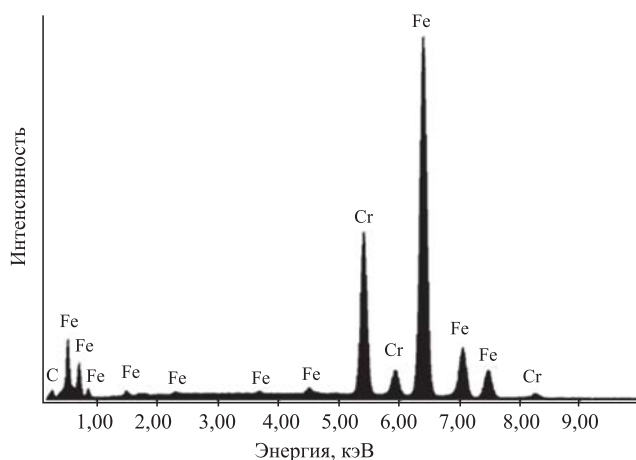
Анализ полученного порошкового материала по размерам частиц выполнен с помощью лазерного анализатора размеров частиц Analysette 22 NanoТес. Распределение частиц по размерам — посредством лазерной дифракции, при которой используется физический принцип рассеяния электромагнитных волн.

### Результаты исследований

Обобщенные данные по результатам исследования микроструктуры и рентгеноспектрального микроанализа (РСМА) электроэрозионных кор-



а)



б)

**Рис. 1. Электроэрозионный коррозионно-стойкий порошок:**  
а — микроструктура; б — элементный состав

розионно-стойких порошков, полученных в керосине, представлены на рис. 1.

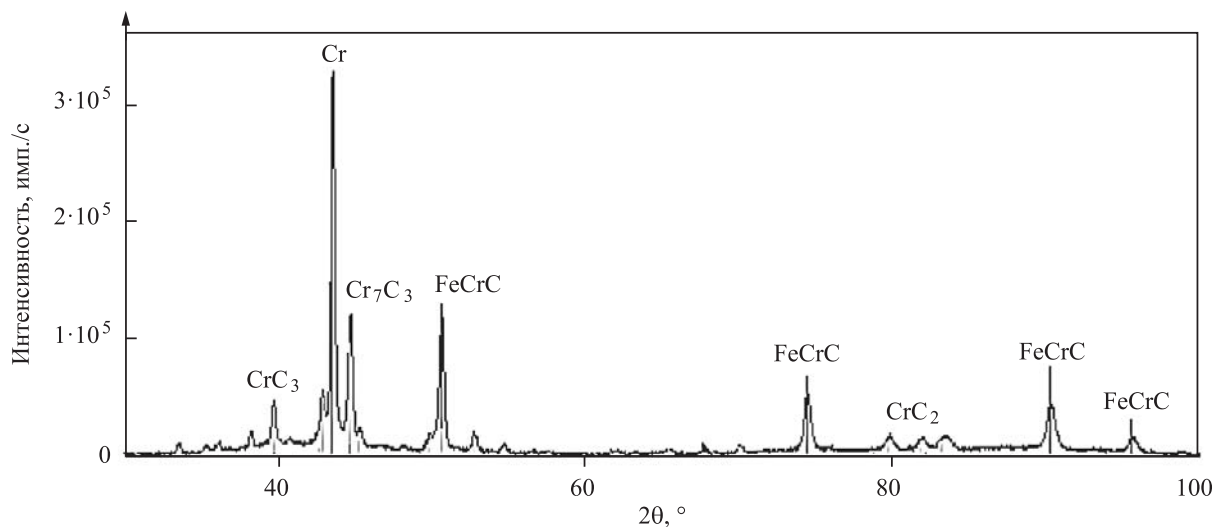
Из анализа микроструктуры видно, что полученный порошок состоит из частиц правильной сферической и эллиптической формы.

Элементный состав микрообъектов определен по возбуждаемому в них характеристическому рентгеновскому излучению. На спектрах каждому химическому элементу соответствует пик определенной высоты, поскольку энергия возникающего кванта зависит только от энергии участвующих в процессе электронных уровней, а они являются характерными для каждого элемента. При этом возникает характеристическое рентгеновское излучение. Каждый атом имеет определенное конечное число уровней, между которыми возможны переходы только определенного типа, характеристическое рентгеновское излучение дает дискретный линейчатый спектр.

Экспериментально установлено, что в электроэрозионных высокохромистых порошках, полученных в керосине, присутствует часть углерода, а все остальные элементы распределены по объему относительно равномерно. Основными элементами в сплавах являются Fe, Cr и C.

Результаты исследования рентгеноструктурного (фазового) состава полученных порошков представлены на рис. 2 и в табл. 1. Экспериментально установлено, что электроэрозионные высокохромистые порошки, полученные в керосине, имеют в своем составе следующие основные фазы: Cr, Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub> и FeCr<sub>0,29</sub>C<sub>0,06</sub>.

Результаты исследования гранулометрического состава полученных порошковых материалов



**Рис. 2. Дифрактограмма коррозионно-стойкого порошка**

Таблица 1

Фазовый состав спеченных образцов

Параметр	Хром Cr	Карбид хрома Cr <sub>7</sub> C <sub>3</sub>	Аустенит FeCr <sub>0,29</sub> C <sub>0,06</sub>
Тип кристаллической решетки	Кубическая кристаллическая решетка	Орторомбическая кристаллическая решетка	Кубическая кристаллическая решетка
Параметры кристаллической решетки, Å	$a = b = c = 2,871221$	$a = 6,940538,$ $b = 12,029685,$ $c = 4,506928$	$a = b = c = 3,605153$

приведены на рис. 3 и в табл. 2 и 3. На интегральной кривой (рис. 3, левая шкала) каждая точка показывает, сколько процентов порошка имеет размер частиц меньше либо равный данному. Гистограмма (рис. 3, правая шкала) указывает количество порошка с данным размером частиц.

В табл. 2 приведены результаты исследования распределения по размерам микрочастиц.

Значение параметра  $D_{50}$ , равное 26,99 мкм, указывает на то, что частиц размером меньше или равно 26,99 мкм в порошке содержится 50 % от общего объема.

В результате исследования гранулометрического состава порошков было установлено, что объемный средний диаметр частиц составляет 28,66 мкм, средний диаметр по площади поверхности — 7,86 мкм, средний диаметр по отношению к объему — 1,047 мкм, средний диаметр по отношению к площади — 0,64 мкм, средний диаметр по отношению к длине — 0,45 мкм.

Таблица 2

Распределение по размерам частиц порошка

Размерные характеристики	Значение параметра, мкм
$D_{10}$	4,56
$D_{20}$	13,51
$D_{30}$	16,93
$D_{40}$	20,52
$D_{50}$	26,99
$D_{60}$	34,31
$D_{70}$	39,96
$D_{80}$	45,41
$D_{90}$	52,23
$D_{95}$	57,36
Объемный средний диаметр	28,66
Средний диаметр по площади поверхности	7,86
Средний диаметр по отношению к объему	1,047
Средний диаметр по отношению к площади	0,64
Средний диаметр по отношению к длине	0,45

В табл. 3 приведены обобщенные данные по результатам исследования процентного содержания различных фракций материала.

Экспериментально установлено, что максимальное процентное содержание частиц от общего

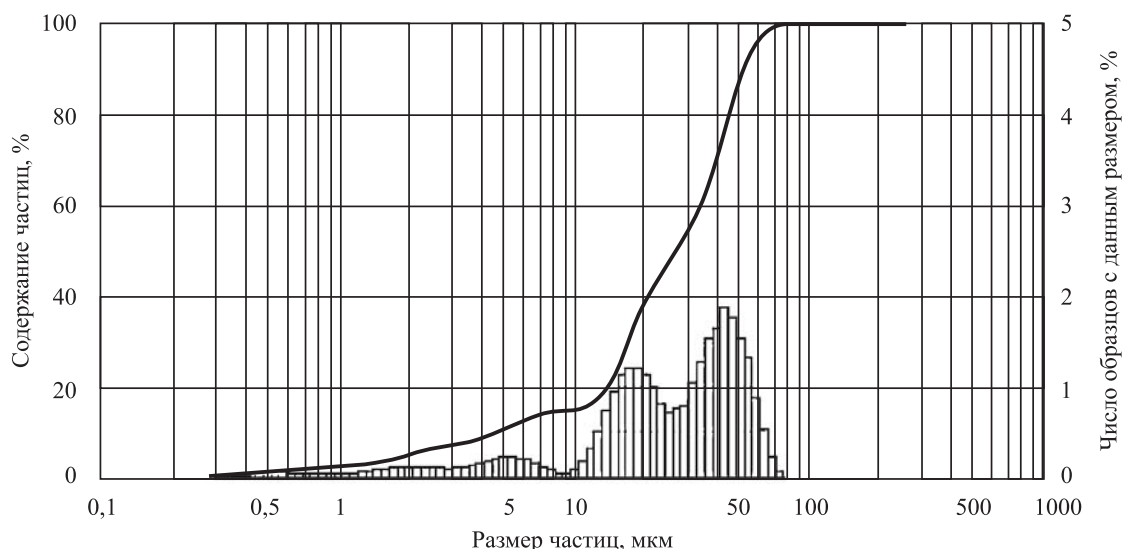


Рис. 3. Распределение по размерам частиц порошка:

1 — интегральная кривая; 2 — гистограмма

Содержание различных фракций

№ п/п	Размер частиц в пределах, мм		Содержание фракции, % от общего объема пробы	№ п/п	Размер частиц в пределах, мм		Содержание фракции, % от общего объема пробы	№ п/п	Размер частиц в пределах, мм		Содержание фракции, % от общего объема пробы	№ п/п	Размер частиц в пределах, мм		Содержание фракции, % от общего объема пробы
	от	до			от	до			от	до			от	до	
1	0,216	0,234	0,01	20	0,940	1,014	0,15	39	4,08	4,40	0,64	58	17,68	19,10	4,09
2	0,234	0,252	0,02	21	1,014	1,096	0,17	40	4,40	4,76	0,72	59	19,10	20,60	3,77
3	0,252	0,272	0,04	22	1,096	1,184	0,19	41	4,76	5,14	0,78	60	20,60	22,20	3,28
4	0,272	0,294	0,06	23	1,184	1,280	0,23	42	5,14	5,54	0,79	61	22,20	24,00	2,79
5	0,294	0,318	0,08	24	1,280	1,382	0,27	43	5,54	6,00	0,76	62	24,00	26,00	2,49
6	0,318	0,344	0,10	25	1,382	1,492	0,31	44	6,00	6,48	0,68	63	26,00	28,00	2,49
7	0,344	0,372	0,13	26	1,492	1,612	0,35	45	6,48	7,00	0,56	64	28,00	30,40	2,83
8	0,372	0,402	0,15	27	1,612	1,742	0,38	46	7,00	7,56	0,42	65	30,40	32,80	3,45
9	0,402	0,434	0,17	28	1,742	1,882	0,40	47	7,56	8,16	0,27	66	32,80	35,40	4,25
10	0,434	0,468	0,19	29	1,882	2,040	0,41	48	8,16	8,82	0,18	67	35,40	38,20	5,06
11	0,468	0,506	0,20	30	2,040	2,200	0,40	49	8,82	9,52	0,17	68	38,20	41,40	5,74
12	0,506	0,546	0,20	31	2,200	2,380	0,39	50	9,52	10,30	0,29	69	41,40	44,60	6,08
13	0,546	0,590	0,20	32	2,380	2,560	0,37	51	10,30	11,12	0,59	70	44,60	48,20	5,97
14	0,590	0,638	0,19	33	2,560	2,760	0,35	52	11,12	12,02	1,09	71	48,20	52,20	5,34
15	0,638	0,690	0,18	34	2,760	3,000	0,35	53	12,02	12,98	1,74	72	52,20	56,20	4,28
16	0,690	0,744	0,17	35	3,000	3,240	0,36	54	12,98	14,02	2,49	73	56,20	60,80	2,99
17	0,744	0,804	0,16	36	3,240	3,500	0,40	55	14,02	15,14	3,22	74	60,80	65,60	1,73
18	0,804	0,870	0,15	37	3,500	3,780	0,47	56	15,14	16,36	3,80	75	65,60	71,00	0,77
19	0,870	0,940	0,14	38	3,780	4,080	0,55	57	16,36	17,68	4,11	76	71,00	76,60	0,23

объема пробы, равное 6,08 %, содержит фракция с размером частиц в пределах от 41,4 до 44,6 мкм.

### Выводы

На основании проведенных экспериментальных исследований структуры и свойств электроэрозионных коррозионно-стойких порошков, полученных в керосине, показана высокая эффективность применения технологии электродиспергирования, которая обеспечивает при низких затратах электроэнергии получение пригодных к промышленному применению новых порошковых материалов.

Проведенные исследования позволят осуществить постепенный переход к передовым производственным технологиям и материалам посред-

ством применения прогрессивной, экологически чистой, малотоннажной и безотходной технологии электроэрозионного диспергирования при получении новых порошковых материалов из отходов сплава 12Х17.

### БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. **Изучение** распада переохлажденного аустенита порошковых сталей новым цифровым магнитометром / В.Н. Анциферов и др. // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2005. № 4 (598). С. 24—29.
2. **Еремеева Ж.В., Ниткин Н.М., Шарипзянова Г.Х.** Особенности применения наноразмерных порошков углерода и хрома на процессы подготовки шихты и прессования порошковых сталей // *Известия МГТУ МАМИ*. 2011. № 2 (12). С. 123—127.



3. **Особенности** контактного взаимодействия на границе слоев горячештампованного порошкового биметалла типа "конструкционная сталь — быстрорежущая сталь" / Ю.Г. Дорофеев и др. // Известия высших учебных заведений. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2018. № 3. С. 11—22.

4. **Структура** и свойства композита сталь 45 — порошковая сталь ASP2005, образованного энергией взрыва / И.П. Бородин и др. // Металловедение и термическая обработка металлов. 2011. № 8 (674). С. 8—11.

5. **Выбор** легирующих элементов для улучшения обрабатываемости резанием порошковых конструктивных сталей / В.Г. Шишка и др. // Инженерный вестник Дона. 2018. № 4 (51). С. 11.

6. **Высоцкий Т.В., Высоцкий В.Т.** Технологические процессы изготовления механически легированных порошковых сталей и изделий из них // Вестник Белорусско-Российского университета. 2008. № 3 (20). С. 58—65.

7. **Термообработка** порошковых горячедеформированных сталей, легированных наноразмерным углеродом и хромом / В.И. Костиков и др. // Материаловедение. 2012. № 1. С. 51—55.

8. **Гиршов В.Л., Цеменко В.Н., Мазуров С.А.** Исследование влияния дефектов структуры на прочность порошковых быстрорежущих сталей // Научно-технические ведомости Санкт-Петербургского государственного политехнического университета. 2011. № 3 (130). С. 175—180.

9. **Структура** фуллеренсодержащих деформированных порошковых сталей / В.Н. Анциферов и др. // Известия высших учебных заведений. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2012. № 3. С. 7а—11.

10. **Нарва В.К., Маранц А.В., Сентюрина Ж.А.** Изучение процесса лазерной наплавки порошковых смесей

"сталь—карбид титана" на стальную подложку // Известия высших учебных заведений. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2012. № 4. С. 25—31.

11. **Дьячкова Л.Н., Керженцева Л.Ф.** Активирование процесса спекания порошковых углеродистых сталей // Известия высших учебных заведений. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2012. № 4. С. 32—37.

12. **Богодухов С.И.** Упрочнение порошковых сталей с использованием скоростного нагрева // Машиностроитель. 1999. № 10. С. 38—40.


13. **Корнопольцев В.Н.** Интенсификация процессов борирования углеродистых сталей порошковыми смесями // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 2013. Т. 10. № 2. С. 266—271.


14. **Влияние** химико-термической обработки на структуру и свойства низколегированных порошковых сталей / Ю.Г. Дорофеев и др. // Известия высших учебных заведений. Северо-Кавказский регион. Технические науки. 2004. № 5. С. 37—40.

15. **Ageev E.V., Latypov R.A.** Fabrication and investigation of carbide billets from powders prepared by electroerosive dispersion of tungsten-containing wastes // Russian Journal of Non-Ferrous Metals. 2014. Vol. 55. No. 6. P. 577—580.

16. **Elemental composition** of the powder particles produced by electric discharge dispersion of the wastes of a VK8 hard alloy / R.A. Latypov et al. // Russian metallurgy (Metally). 2017. Vol. 2017. No. 12. P. 1083—1085.

17. **Properties** of the coatings fabricated by plasma-jet hard-facing by dispersed mechanical engineering wastes / R.A. Latypov et al. // Russian metallurgy (Metally). 2018. Vol. 2018. No. P. 573—575.


ИЗДАТЕЛЬСТВО «ИННОВАЦИОННОЕ МАШИНОСТРОЕНИЕ»



## СПРАВОЧНИК ТЕХНОЛОГА

*Под общей редакцией А.Г. Сулова*

2019 г. 800 с.

Цена 9500 руб.

За последние 40 лет впервые издан совершенно новый Справочник технолога. В его написании приняли участие 69 докторов и кандидатов технических наук из 17 регионов Российской Федерации. В книге приведен справочный материал, необходимый технологу при разработке технологических процессов изготовления деталей и сборки узлов. Последовательность изложения справочного материала соответствует методологии технологической подготовки производства. Изложен справочный материал по производству заготовок, назначению припусков, базированию, технологическим способам обработки заготовок, обеспечению качества деталей и сборочных единиц, методике разработки технологических процессов, обработке заготовок, в том числе на станках с ЧПУ и обрабатывающих центрах, и сборке изделий машиностроения и авиадвигателестроения.

Приведена нормализованная технологическая документация для разработки технологических процессов. Впервые изложена методология технологической подготовки цифровых производств.

Для инженерно-технических работников промышленных предприятий, студентов, аспирантов и преподавателей технических вузов.

ПРИБРЕСТИ КНИГУ ПО ЦЕНЕ ИЗДАТЕЛЯ МОЖНО, ПРИСЛАВ ЗАЯВКУ  
по e-mail: realiz@mashin.ru  
Дополнительная информация по телефону (495) 785-60-69 и на сайте WWW.MASHIN.RU



**А.В. Купряшов, И.Я. Шестаков**, *д-р техн. наук*  
(Сибирский государственный университет науки и технологий  
имени академика М.Ф. Решетнёва, г. Красноярск)  
E-mail: KupryashovAndrey@yandex.ru

## Использование углеродного наполнителя в качестве основного компонента многофункциональных материалов и покрытий в ракетно-космической технике

*Представлен информационно-аналитический обзор современных многофункциональных материалов и покрытий для космической и авиационной техники с наполнителями из различных углеродных нано- и микроструктур. Проведен анализ состава современных аэрокосмических защитных покрытий многофункционального назначения, а также исследованы мировые эффективные технические решения внешней защиты летательных аппаратов. Результаты исследований будут полезны при разработке новых углеродных компаундов для внешней защиты самолетов от негативных факторов.*

**Ключевые слова:** многофункциональное покрытие, углеродный наполнитель, мелкодисперсный графитовый порошок, теплозащита, вибропоглощение, коррозионная стойкость.

*An informational and analytical review of modern multifunctional materials and coatings for space and aviation technology with fillers from various carbon nano- and microstructures is presented. The analysis of the composition of modern aerospace protective coatings for multifunctional purposes is carried out, as well as the world's effective technical solutions for external protection of aircraft are studied. The research results will be useful in the development of new carbon-filled compounds for external protection of aircraft from external negative factors.*

**Keywords:** multifunctional coating, carbon filler, fine graphite powder, heat protection, vibration absorption, corrosion resistance.

### Введение

Создание защитного покрытия полифункционального назначения — перспективная и важная задача в современной ракетно-космической технике. Многофункциональное покрытие используется в целях решения множества ключевых проблем аэрокосмической техники: придание дополнительной жесткости, прочности и устойчивости отдельным элементам конструкции летательного аппарата; уменьшение коэффициента аэродинамического сопротивления летательного аппарата; поглощение и отражение ионизирующего и радиоизлучения; защита от перепадов тепловых возмущений [1]; вредное влияние электродина-

мических и гравитационных полей; противодействие негативному воздействию геомагнитных и ионосферных факторов; предотвращение коррозии и эрозии [2]; повышение атмосферостойкости и стойкости к воздействию озона [3].

Углеродные микроструктуры отличаются высокой электро- и теплопроводностью, устойчивостью по отношению к высокой температуре и антикоррозионной стойкостью, поэтому их широко используют во многих отраслях промышленности [4, 5].

Современная химическая инженерия непрерывно разрабатывает новые виды и формы углеродных наполнителей для композиционных материалов и покрытий: наноалмазы; графен;

углеродные нанотрубки, нанокристаллические, нанокompозитные, аморфные, стеклообразные графитовые порошки [6]; техническую сажу, фуллеры, многослойные углеродные нанопластины графита [7]; луковичные графитовые структуры [8]. Поэтому актуальна задача правильного и рационального применения новых видов наполнителей. Необходимо провести информационно-аналитическое исследование передового мирового опыта использования углеродных наполнителей в качестве основного компонента многофункционального покрытия в авиационной и аэрокосмической технике.

Для систематизации и углубления знаний о способах защиты летательных аппаратов от внешних агрессивных воздействий при помощи композитного мультифункционального покрытия с углеродными наполнителями, проведен информационно-аналитический обзор публикаций по данной тематике. Важной задачей работы является аналитический поиск возможных вариантов составных частей композиции мультифункциональных материалов и покрытий с новым наполнителем — мелкодисперсным порошком из графита, полученным электросинтезом.

### **Мультифункциональные покрытия ракетно-космической техники на основе синтетических смол с углеродным наполнителем**

Синтетические смолы имеют широкий диапазон применения в качестве связующей основы различных полимерных покрытий и композиций. В том числе они получили широкое распространение в качестве части композиции верхнего наружного защитного слоя летательных аппаратов.

Самой распространенной из синтетических смол, используемых в качестве связующего компонента мультифункционального покрытия, является эпоксидная смола. Эпоксидная смола получается в ходе поликонденсации фенола и эпихлоргидрина с участием в реакции различных групп аминов и спиртов. Именно поэтому они обладают полезной для ракетно-космической техники малой плотностью и способностью хорошо осаждаться на металлических поверхностях различной конфигурации.

Покрытия на полимерной основе имеют простую композиционную структуру и низкое содержание летучих органических соединений, поэтому они отвечают требованиям защиты окружающей среды и могут применяться для комплексной защиты авиационной техники от коррозии [9],

инфракрасного излучения и для теплоизоляции. Широко применяется в авиационной технике радиопоглощающий материал [10], содержащий многослойные углеродные нанотрубки (наполнитель) и эпоксидную смолу в качестве полимерного связующего в концентрации: многослойные углеродные нанотрубки — 2...8 %, эпоксидная смола — 92...98 %.

Композитный материал с матрицей на основе эпоксидной смолы и листового графита получают отверждением в ванне для горячего прессования. Полученный с помощью этой технологии высокопроизводительный и недорогой композитный материал используется в качестве материала усовершенствованной конструкции в авиационной промышленности [11]. Покрытия с углеродным наполнителем и терморезистивными смолами обладают электромагнитными экранирующими свойствами [12, 13]. Состав композитного материала, обладающего высокими защитными от электромагнитных волн свойствами [14]: 50...60 мас. ч. терморезистивная смола (реактопласты), 20...30 мас. ч. технический графитовый порошок и 10...30 мас. ч. непроводящий наполнитель, такой как мелкодисперсный порошок  $\text{CaCO}_3$  или  $\text{SiO}_2$ .

Более сложные по составу композиции, помимо защиты от электромагнитного излучения, обладают большим комплексом полезных функций, обусловленных компонентами в составе покрытия [15]: 60...90 мас. ч. мочевиноформальдегидной или меламиновой смолы, 3...5 мас. ч. оксида алюминия, 5...10 мас. ч. закиси железа ( $\text{FeO}$ ), 10...15 мас. ч. порошка карбонильного железа  $\text{Fe}(\text{CO})_5$ , 1...3 мас. ч. оксида кобальта  $\text{CoO}$ , 10...30 мас. ч. мелкодисперсного графитового порошка, 10...20 мас. ч. промотора ( $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  или  $\text{CaO}$ ) и 100...150 мас. ч. органического растворителя. Данное покрытие имеет высокие абсорбционные свойства и качественные показатели, хорошую совместимость, небольшую толщину, а также покрытие может уменьшить дальность обнаружения объекта радаром в широком диапазоне частот и применяться в различных полях.

Активно углеродное волокно и графитовые наноленты вводят в состав суспензий на основе фенолформальдегидной смолы. Получаемые таким образом композиции имеют улучшенные механические свойства в трехмерном направлении, высокие тепло- и электропроводность [16].

В современной авиационной технике для защиты элементов, работающих в среде высоких температур, применяется огнезащитное и теплоизоляционное покрытие, основным компонентом которого являются пучки углеродных волокон с диаметром волокон до 45 мкм, скрепленных свя-

зующим — модифицированной антипиреновой смолой (раствор мочевиноформальдегидной или меламиновой смолы, модифицированной антипиреном) [17]. Созданные по данному принципу графитсодержащие огнеупорные материалы и покрытия обладают хорошей огнестойкостью и повышенными теплоизоляционными характеристиками, низким коэффициентом теплопроводности, высокой удельной теплоемкостью и возможностью крупносерийного производства [18].

В аэрокосмической технике (КНР) разработано многофункциональное защитное покрытие, имеющее сложный состав [19]: 5...8 % — фенолформальдегидная смола, 9...14 % — фенольные микросферы, 11...17 % — углеродные нанотрубки, 4...7 % — углеродные волокна диаметром до 40 мкм, 16...35 % — отвердитель (органический растворитель) и 5...44 % — пластификатор (дибутилфталат). Такое экологически чистое защитное покрытие имеет низкую вязкость, хорошую технологичность, длительный период хранения, хорошую термическую стабильность, высокие атмосферо- и термостойкость, повышенную химическую стойкость, водостойкость, не токсично, обладает огнезащитными свойствами.

### **Многофункциональные покрытия ракетно-космической техники на основе синтетических каучуков с углеродным наполнителем**

Использование в составе композиций синтетических каучуков в качестве полимерной основы различной природы позволяет регулировать реологические, физико-химические, физико-механические, адгезионные и диэлектрические свойства получаемых графитсодержащих материалов.

Введение в состав суспензии различных синтетических каучуков, графитовых микроструктур придает создаваемым композициям широкий спектр защитных свойств [20]. Известно радиопоглощающее бронепокрывание военной техники [21], предназначенное для повышения скрытности боевого объекта от обнаружения ее радиолокаторами противника. Основой покрытия служит хлоропреновый каучук, а основным компонентом — мелкодисперсный графитовый порошок, полученный механическим измельчением.

Нитрильный каучук также служит основой радиопоглощающего покрытия ракетно-космической техники [22]. Композиционный материал, поглощающий волны, состоит из: 20...60 мас. ч. порошка карбонильного железа  $Fe(CO)_5$ , 20...60 мас. ч. феррита бария ( $BaFe$ ), 20...60 мас. ч. мелкодисперсного

графитового порошка, 80...120 мас. ч. нитрильного каучука и 1...10 мас. ч. органического растворителя, в котором размер частиц карбонильного железа, феррита бария и углеродного порошка находится в диапазоне 1...100 нм. Приготовленную смесь подвергают каландрированию, в результате чего полученный материал приобретает уникальные свойства поглощения в различных частотных диапазонах, имеет многополосный и широкополосный поглощающий эффект. Метод приготовления покрытия прост, само покрытие удобно для нанесения.

Известно композитное мультифункциональное покрытие, в составе которого сочетаются несколько видов синтетических каучуков, а также одновременно углеродный и металлический наполнители. Термостойкий и прочный материал покрытия готовят из следующих компонентов [23]: 4...10 мас. ч. эпоксидированного натурального каучука, 5...8 мас. ч. этиленпропилендиенового мономера, 3...8 мас. ч. бутилкаучука, 2...7 мас. ч. оксида цинка  $ZnO$ , 2...6 мас. ч. оксида кремния  $SiO_2$ , 5...7 мас. ч. дисульфида меди  $CuS_2$ , 5...7 мас. ч. метилпропандиола, 6...8 мас. ч. триэтанолamina, 4...7 мас. ч. меламина, 5...8 мас. ч. бутадienstирольного каучука, 3...5 мас. ч. полибутадиеновый каучук, 3...8 мас. ч. наноуглеродного волокна, 2...5 мас. ч. металлического мыла, 3...6 мас. ч. хлорметана, 3...7 мас. ч. полиэтиленового воска ЗВ-1, 5...8 мас. ч. стеарата магния, 2...7 мас. ч. стеарата натрия, 3...11 мас. ч. диметилмасляной кислоты, 7...12 мас. ч. триизопропаноламина и 1...3 мас. ч. мелкодисперсного порошка графита. Покрытие имеет превосходную термо- и износостойкость, защищает от коррозии и эрозии.

### **Полифункциональные покрытия с графитовыми частицами на базе различных эластомеров**

Традиционные электропроводящие полимерные материалы представляют собой композиции на основе различных эластомеров, полимеров (термо- и реактопласты: полиамид, поливинилхлорид, поликарбонат, полиэтилен, полиэтилентерефталат, полистирол, фенопласты и др.) и электропроводящих углеродных наполнителей (сажа, графит, углеродные наночастицы) и применяются в антистатических изделиях, электромагнитных защитных покрытиях, высокоомных резисторах, электрических неметаллических нагревателях и токопроводящих лаках [24].

Сегодня динамично развиваются технологии создания композиционных покрытий на базе

эластомеров с углеродными наполнителями. Исследование влияния дисперсий графита и политетрафторэтилена на механическую, абразивную и эрозионную износостойкость покрытий [25] показало, что полученное газотермическим напылением покрытие на основе политетрафторэтилена с добавлением графитовых твердых микрочастиц и  $\text{NiAl}_2\text{O}_3$  имеет повышенные показатели износостойкости и абразивной стойкости, а также увеличенный срок службы.

Твердые полимерные композитные системы широко используются для потенциальных технологических применений во внешней защите стальных корпусов аэрокосмической техники. Повышенный интерес вызывает покрытие, состоящее из полианилина и натурального игольчатого пластинчатого графита [26]. Полианилиновый композит с интеркалированным графитом обладает превосходными антикоррозионными и гидрофобными свойствами.

Термоимидизация раствора пиромилитового диангидрида и оксидианилина с углеродными нанотрубками в полярном растворителе (диметилформамиде или диметилфетамиде) и последующее плазмохимическое осаждение частиц нитрида кремния, формирует слой поглощающего покрытия [27]. Такое покрытие имеет коэффициент поглощения 0,98 % и возможность работать в широком диапазоне температур от  $-196$  до  $+400$  °С.

Также известны аэрокосмические покрытия полифункционального назначения на основе полистирола, модифицированного оксидом графена [28] и поликарбонатдиолполиуретана, синтезированного с использованием графитового проводящего наполнителя (0...50 мас. ч.) [29]. Данные покрытия обладают повышенными теплоизоляционными свойствами и коррозионной стойкостью.

### **Плазмонапыленные мультифункциональные покрытия с графитовыми частицами**

Для защиты от лазерного и ионного воздействий в авиационной и ракетной технике применяется покрытие на основе смеси мелкодисперсного порошка из частиц графита и никеля, а также диоксида кремния  $\text{SiO}_2$ , полученное методом плазменного напыления. Результаты показывают, что получение таких покрытий сопровождается незначительными удельными энергозатратами за счет эндотермической реакции графит—диоксид кремния. Получаемые покрытия позволяют защитить боевую технику от вредного лазерного и ионного влияния, а также имеют высокую термостойкость (до 1300 °С) [30, 31].

### **Композиционные многофункциональные покрытия с аллотропными модификаторами**

Полимерные композиции с разных модификаторов являются неотъемлемой частью металлополимероматричных композиционных материалов [32, 33], используемых в летательных аппаратах различного назначения, в качестве термозащитных коррозионно-стойких и упрочняющих покрытий [34].

Известно защитное покрытие алюминиевых элементов и деталей летательных аппаратов от высокотемпературного воздействия на основе сульфида молибдена  $\text{MoS}_2$  (модификатор), оксида сурьмы  $\text{Sb}_2\text{O}_3$  и мелкодисперсных частиц графита [35]. Покрытие выдерживает контактное давление до 1,4 ГПа и высокие температуры.

Примечателен состав антирадарного покрытия [36]: порошок мелкодисперсного графита, эмульсия поливинилацетата, хлорсульфированный полиэтилен, эпоксидная смола, дигидроксиметилпропан, диэтанолламин, оксид хрома, диизоцианат, оксид марганца, стеклянный порошок, циклогексанон, *n*-бутилацетат.

Антирадарное покрытие имеет высокую поглощающую способность электромагнитного излучения в диапазоне волн 8...18 ГГц с коэффициентом теплопроводности 0,01...0,014 Вт/(м·К). Это покрытие отражает инфракрасное излучение, коррозионно-стойкое, простое в синтезе, низкое по стоимости.

### **Мультифункциональные покрытия с углеродным наполнителем на водной основе**

Защитные покрытия на водной основе удобны для нанесения, отличаются низким содержанием летучих органических веществ и отсутствием вредных соединений, широко используются в качестве покрытий разных элементов конструкций летательных аппаратов. Покрытия с углеродным наполнителем на водной основе наносятся двумя способами: газотермическим напылением и окунанием в подготовленный раствор [37].

Мелкодисперсный графитовый порошок, полученный механическим способом, вводят в односпиртовой раствор на основе 5%-ного изопропилового спирта и гидроксида аммония [38]. В результате получается термостойкий широкополосный радиопоглощающий материал для защиты от электромагнитного излучения.

Более широко порошок графита используется как составляющая наполнителя композиции покрытия. Широко применяется водное радиационно-стойкое покрытие ракетно-космической

техники, состоящее из ионизированной воды, хлопьевидного порошка графита, ацетиленуглерода, порошка карбонильного железа и феррита [39]. Такое водное радиационно-стойкое покрытие способно поглощать электромагнитные волны частотой 1,0...20 000 МГц и мощностью 2...20 дБ в зависимости от толщины покрытия, может обеспечить защиту рабочей среды от вредного электромагнитного излучения путем экранирования и эффективно предотвратить повреждение аппаратуры и оборудования защищаемого объекта.

### Кабельные изоляционные композитные пленки с графитовым покрытием аэрокосмического назначения

Чувствительные к внешнему давлению изделия электронной техники сегодня эффективно защищают с помощью композитного слоя с графитовым наполнителем. Высокие экранирующие свойства изоляционных покрытий достигаются вводом в композицию специальных катализаторов, модификаторов, добавок.

В ракетно-космической технике широко используется многожильный кабель передачи слабого электрического сигнала для аэрокосмической системы управления и высокочастотных данных, имеющий полиамидную изоляционную композитную пленку с графитовым покрытием. Внешняя защитная оболочка кабеля состоит из полиамидно-графитовой пленки [40]. Оплетка внешней оболочки имеет высокую плотность и наносится на жилы диаметром 0,018...2,1 мм. Защищаемый кабель связи имеет высокий класс напряжения, опцию антидетонации, устойчивость к деформации и термостойкость до 300 °С.

Особого внимания заслуживает легкий оптоэлектрический композитный кабель из графитового слоя алкена, состоящий из светового блока, внутреннего проводника, изоляционного слоя, внешнего проводника и ограничивающего покрытия снаружи. В кабеле внутренний проводник представляет собой микронанографитовый слой алкена, покрывающий оболочку светового блока, изолирующий слой из политетрафторэтилена находится вокруг корпуса. Такой оптоэлектрический композитный кабель, благодаря использованию микронанографитового слоя, имеет уменьшенный диаметр кабеля, малую массу, устойчивость к высоким температурам, отличается небольшой частотой затухания при передаче, малыми значениями коэффициента стоячей волны напряжения и высокой помехозащищенностью. Именно поэтому он активно используется в аэрокосмической технике [41].

### Заключение

Углеродные наполнители получили широкое распространение в качестве основного компонента многофункциональных покрытий в авиационной и ракетно-космической технике. Это связано с уникальными свойствами получаемых защитных покрытий: высокой термостойкостью, стабильностью свойств при резких температурных перепадах, атмосферостойкостью, повышенным коэффициентом радиопоглощения, улучшенными характеристиками электромагнитного экранирования, долговечностью.

Получение новых углеродных микроструктур является актуальной задачей. Проведенное аналитическое исследование позволяет определить варианты полимерной базы и состава для получения композиционного многофункционального покрытия ракетно-космической техники с мелкодисперсным графитовым порошком в качестве наполнителя.

Полученные результаты исследования могут быть использованы при разработке новых составов и структур внешней защиты летательных аппаратов от внешнего вредного воздействия.

### БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. **Получение** мелкодисперсного порошка из графита электролизом / И.Я. Шестаков и др. // Сибирский журнал науки и технологий. 2020. Т. 21. № 4. С. 574–580. DOI: 10.31772/2587-6066-2020-21-4-574-580.
2. **Исследование** электрохимического интеркалирования графита в растворах  $\text{HNO}_3$  методом хроновольтамперометрии / А.В. Яковлев и др. // Изв. вузов. Химия и хим. технология. 2017. Т. 60. Вып. 1. С. 34–39. DOI: 10.6060/tcct.2017601.5459.
3. **Перспективы** использования кремнийорганических полимеров при создании современных материалов и покрытий различных назначений / И.Д. Краев и др. // Труды ВИАМ. 2017. № 12 (60). С. 48–62.
4. **Исследование** выхода по току при получении порошков Ni/графит электроосаждением / К. Дон и др. // Электрохимия. 2015. Т. 51. № 3. С. 280–287. DOI: 10.7868/S0424857015030044.
5. **Синани И.Л., Бушуев В.М.** Разработка шликерной композиции для изготовления герметичных конструкций на основе УУКМ // Вестник Пермского национального исследовательского Политехнического университета. Машиностроение, материаловедение. 2012. Т. 14. № 2. С. 22–28.
6. **El-Eskandarany S.** Utilization of ball-milled powders for surface protective coating // Mechanical Alloying. 2020. Vol. 12. P. 309–334. DOI: 10.1016/B978-0-12-818180-5.00012-1.

7. **Song Y., Zeng L., Zheng Q.** Unique liquid-to-solid transition of carbon filler filled polystyrene melts // *Composites Science and Technology*. 2017. Vol. 147. P. 39–44. DOI: 10.1016/j.compscitech.2017.05.003.
8. **Микроволновые** характеристики композиционных радиоматериалов на основе полимера и углеродных структур / О.А. Доценко и др. // *Доклады ТУСУРа*. 2011. № 2 (24). С. 36–40.
9. **Patent No. 2004327727 (A) Japan**, IPC B32B 27/10, B32B 7/02, H05K 9/00. Electromagnetic wave absorbing material. S. Toshihiko, I. Kazuhiko, S. Sueaki. No. JP2004327727 (A), appl. 24.04.2003, publ. 18.11.2004.
10. **Пат. № 2606350 РФ**, МПК B82B 3/00, C09D 5/32. Защитное покрытие на основе полимерного композиционного радиоматериала / Журавлева Е.В., Кулешов Г.Е., Доценко О.А. RU20150118596; заявл.19.05.2015; опубл. 10.01.2017.
11. **Patent No. 109504036 (A) China**, IPC C08K 3/24, C08K 7/06. Micro-nano-graphite sheet epoxy resin matrix-modified carbon fiber composite material and preparation method thereof / Huang J., Hou X., Liu M., Qin W., Li X., Feng Z. No. 201811365488, appl. 16.11.2018; publ. 22.03.2019.
12. **Electromagnetic** shielding properties of epoxy composites with hybrid filler nanocarbon/BaTiO<sub>3</sub> / L. Vovchenko, et al. // *Materials Chemistry and Physics*. 2020. Vol. 240. Article number 122234 DOI: 10.1016/j.matchemphys.2019.122234.
13. **Patent No. 109504036 (A) China**, IPC C09D 201/00, C09D 5/32. High polymer absorbing material / D. Qiaoyi, Z. Wanli, Z. Xuejun, D. Xu, D. Qiaofang, Z. Zhisheng, P. Ming. No. CN201811249755, appl. 25.10.2018; publ. 15.02.2019.
14. **Patent No. JPS5996142 (A) Japan**, IPC C08K 3/04, C08K 3/34. Electrically conductive resin composition / Y. Hiroshi, N. Kazunobu, N. Toshiyumi, T. Hiroshi. No. JP19820205814, appl. 24.11.1982, publ. 02.06.1984.
15. **Patent No. 103725073 (A) China**, IPC C09D 5/32, C09D 7/12. Camouflage coating / Z. Jinbi. No. CN201310748339, appl. 31.12.2013; publ. 16.04.2014.
16. **Patent No. 103881298 (A) China**, IPC C08K 3/04, C08K 7/00. Thermosetting resin composite material with electricity and heat conduction functions, and preparation method thereof / Y. Zongrong, S. Fang, Z. Xueli. No. CN201210558250, appl. 20.12.2012; publ. 25.06.2014.
17. **Пат. № 2730718 С1 РФ**, МПК C04B 35/013, C04B 35/03. Графитсодержащий огнеупорный материал и способ получения графитсодержащего огнеупорного материала / Есида К., Мацунага Х., Хама Е. JP 2019126662; заявл. 01.02.2018; опубл. 25.08.2020.
18. **Patent No. 109880423 (A) China**, IPC C09D 133/00, C09D 161/06. Novel flame-retardation and heat-insulation protective coating and preparation method thereof / S. Yidan, S. Lianlai, S. Zhuo et al. No. CN201910165022, appl. 05.03.2019; publ. 14.06.2019.
19. **Patent No. 111808494 (A) China**, IPC C09D 161/06, C09D 161/14. Environment-friendly multifunctional protective coating and application thereof / L. Geng, Y. Feng. No. CN202010490312, appl. 06.02.2020; publ. 23.10.2020.
20. **Пат. № 201118518 А РФ**, МПК F01D 5/28. Противозерозионный слой для аэродинамических компонентов и структур и способ его изготовления (варианты) / Э. Байер, Ю. Штайнвандель. 201118518/06; заявл. 09.11.2009; опубл. 20.12.2012, Бюл. № 35.
21. **Пат. № 2256984 С2 РФ**, МПК H01Q 17/00. Радиопоглощающее покрытие и способ его изготовления / Алексеев А.Г., Клиодт М.Ф., Козырев С.В. и др. 2003112634/09; заявл. 24.04.2003; опубл. 20.07.2005, Бюл. № 20.
22. **Patent No. 105199169 (A) China**, IPC C08K 3/04, C08K 3/18, C08K 3/22. Wave absorbing material and preparation method thereof / J. Shufu, Y. Xiaoming, D. Shuxiang. No. CN201510725896, appl. 02.11.2015; publ. 30.12.2015.
23. **Patent No. 110591463 (A) China**, IPC C09D 109/06, C09D 115/00. Composite coating antioxidation and wear-resistant material / Z. Guibing. No. CN201910936418, appl. 30.09.2019; publ. 20.12.2019.
24. **Пат. № 175802 U1 РФ**, МПК F41H 3/00. Маскировочное покрытие для надводных объектов / Н.Н. Костюнин, С.С. Вавилова, А.Г. Храпов, Э.В. Миронов, Ю.Н. Сукманюк. 2017103817; заявл. 26.02.2017; опубл. 19.12.2017.
25. **Influence** of Graphite and Polytetrafluoroethylene Dispersions on Mechanical, Abrasive, and Erosive Wear Performance of Thermal Spray Coatings / J.V. Christy et al. // *Surfin*. 2020. Article number 100737. DOI:10.1016/j.surfin.2020.100737.
26. **Graphite** intercalated polyaniline composite with superior anticorrosive and hydrophobic properties, as protective coating material on steel surfaces / R.M.N.M. Rathnayake et al. // *Applied Surface Science*. 2017. Vol. 410. P. 445–453. DOI: 10.1016/j.apsusc.2017.03.119.
27. **Пат. № 2503103 С1 РФ**, МПК H01Q 17/00. Способ изготовления поглощающего покрытия / А.А. Жуков, А.С. Корпухин, В.П. Лаврищев, О.А. Дюкарева, А.Ю. Казанцев. 2012157898/04; заявл. 27.12.2012; опубл. 27.12.2013, Бюл. № 36.
28. **Synthesis of paraffin** PS/reduced graphene oxide microcapsules via Pickering emulsion for multi-protective coatings / C. Xu et al. // *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 2021. Vol. 613. Article number 126054. DOI: 10.1016/j.colsurfa.2020.126054.
29. **An experimental study** of dynamic behaviour of graphite—polycarbonatediol polyurethane composites for protective coatings / C.M. Gomez et al. // *Applied surface science*. 2013. Vol. 275. P. 295302. DOI: 10.1016/j.apsusc.2012.12.108.
30. **Effect of Ni** content on high power laser ablation behavior of coatings sprayed by Ni covering graphite/SiO<sub>2</sub> powders / Li W. et al. // *Journal of Materials Science and Technology*. 2020. Vol. 47. P. 38–44. DOI: 10.1016/j.jmst.2019.11.036.
31. **Preparation**, modification and characterization of plasma sprayed graphite/SiO<sub>2</sub> powder and related coating / Li W. et al. // *Ceramics International*. 2019. Vol. 45. Is. 2. P. 2250–2257. DOI: 10.1016/j.ceramint.2018.10.138.
32. **Factors** affecting barrier performance of composite anti-corrosion coatings prepared by using electrochemically exfoliated few-layer graphene as filler / S. Daradmare et al. // *Composites Part B: Engineering*. 2018. Vol. 155. P. 1–10. DOI: 10.1016/j.compositesb.2018.08.023.

33. **Effect of flaky** graphite with different particle sizes on flame resistance of intumescent flame retardant coating / Y. Chao et al. // *Results in Materials*. 2020. Article number 100061. DOI: 10.1016/j.rinma.2020.100061.

34. Пат. № 2337083 С2 Российская Федерация, МПК С04В 35/83, С04В 35/532, С04В 35/577. Способ получения волокнисто-армированного углерод-карбидокремниевоего композиционного материала / В.И. Кулик, А.С. Нилов, Ю.В. Загашвили, А.В. Кулик, М.С. Рамм. 2006119795/03; заявл. 07.06.2006; опубл. 27.10.2008, Бюл. № 30.

35. **PEO-Chameleon** as a potential protective coating on cast aluminum alloys for high-temperature applications / A. Shirani et al. // *Surface and coating technology*. 2020. Vol. 397. Article number 126016. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2020.126016.

36. Patent No. 106634283 (A) China, IPC C09D 131/04, C09D 5/08. Anti-radar coating for air vehicles and preparation method of anti-radar coating / W. Weigen. No. CN201611260299, appl. 30.12.2016; publ. 10.05.2017.

37. Patent No. 104761965 (A) China, IPC C09D 133/00, C09D 7/12. Preparation of water-based acrylic protective dip coating / N. Wuwei. No. CN201510132322, appl. 25.03.2015; publ. 08.07.2015.

38. Пат. № 2583099 С1 РФ, МПК С01В 32/20, В01J 13/00. Способ получения активированного мелкодисперсного графита для покрытия на сверхтонкое стекловолокно / М.В. Прокофьев, К.А. Смольников, С.Ю. Журавлев. 20140141911; заявл. 17.10.2014; опубл. 10.05.2016.

39. Patent No. 101497757 (A) China, IPC C09D 125/14, C09D 5/32. Radiation protective paint / Z. Pan, J. Yu. No. CN20081018873, appl. 29.01.2008; publ. 05.08.2009.

40. Patent No. 205451803 (U) China, IPC H01B 11/06, H01B 3/30, H01B 7/04. Multicore polyimide insulating composite film graphite coating sheath communication cable / L. Xu. No. CN201620186731U, appl. 11.03.2016; publ. 10.08.2016.

41. Patent No. 206877753 (U) China, IPC H01B 11/22, H01B 7/17, H01B 7/28. Light-duty optoelectrical composite cable of graphite alkene / C. Jiwei, Z. Ying, W. Gang, G. Lu, W. Peng. No. CN201720715456U, appl. 20.06.2017; publ. 12.01.2018.

ООО "Издательство "Инновационное машиностроение", 107076, Москва, Колодезный пер., 2а, стр. 2.

Учредитель ООО "Издательство "Инновационное машиностроение".

E-mail: utp@mashin.ru

Web-site: www.mashin.ru

Телефоны редакции журнала: (499) 268-47-19, 269-54-96.

Технический редактор Конова Е.В. Корректор Сажина Л.И.

Сдано в набор 29.03.2020 г. Подписано в печать 31.05.2021 г. Формат 60×88 1/8.

Бумага офсетная. Усл. печ. л. 5,88. Свободная цена.

Отпечатано в ООО "Канцлер", 150008, г. Ярославль, ул. Клубная, д. 4, кв. 49

Оригинал-макет: ООО "Авансед солюшнз". 119071, г. Москва, Ленинский пр-т, д. 19, стр. 1

Сайт: www.aov.ru