

Frontier Materials & Technologies

Основан в 2008 г.

№ 2

2022

16+

Ежеквартальный
научный журнал

Учредитель – Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования
«Тольяттинский государственный университет»

Главный редактор

Криштал Михаил Михайлович, д. ф.-м. н., профессор

*Заместитель главного редактора по направлению
«Металлургия и материаловедение»*

Мерсон Дмитрий Львович, д. ф.-м. н., профессор

*Заместитель главного редактора по направлению
«Машиностроение и машиноведение»*

Шайкин Александр Петрович, д. т. н., профессор

*Заместитель главного редактора по направлению
«Сварка, родственные процессы и технологии»*

Ковтунов Александр Иванович, д. т. н., доцент

Редакционная коллегия:

Бочкарев Петр Юрьевич, д. т. н., профессор

Бржозовский Борис Максович, д. т. н., профессор

Виноградов Алексей Юрьевич, д. т. н., к. ф.-м. н., профессор

Гаврюшин Сергей Сергеевич, д. т. н., профессор

Герштейн Грегори, д. т. н.

Глезер Александр Маркович, д. ф.-м. н., профессор

Гречников Федор Васильевич, академик РАН, д. т. н., профессор

Денисенко Александр Федорович, д. т. н., профессор

Казаков Александр Анатольевич, д. т. н., профессор

Карпов Михаил Иванович, член-корреспондент РАН, д. т. н., профессор

Кацман Александр Владимирович, к. ф.-м. н.

Кудря Александр Викторович, д. т. н., профессор

Кузьмин Сергей Викторович, член-корреспондент РАН, д. т. н., профессор

Ларшин Василий Петрович, д. т. н., профессор

Макаров Алексей Викторович, член-корреспондент РАН, д. т. н.

Макимова Светлана Васильевна, д. т. н.

Мулюков Радик Рафикович, член-корреспондент РАН, д. ф.-м. н., профессор

Наймарк Олег Борисович, д. ф.-м. н., профессор

Носов Николай Васильевич, д. т. н., профессор

Пилинский Александр Вениаминович, к. т. н., доцент

Романов Алексей Евгеньевич, д. ф.-м. н., профессор

Рубаник Василий Васильевич, д. т. н.

Старобинский Рудольф Натанович, д. т. н., профессор

Сундер Рамасуббу, член Индийской академии наук, к. т. н.

Табаков Владимир Петрович, д. т. н., профессор

Худобин Леонид Викторович, д. т. н., профессор

Шишков Владимир Александрович, д. т. н.

Эстрин Юрий Захарович, д. ф.-м. н., профессор

До декабря 2021 года журнал выходил под названием «Вектор науки Тольяттинского государственного университета».

Индексируется в Scopus. Включен в Перечень ВАК, ядро РИНЦ. Доступен в Crossref, Google Scholar.

Зарегистрирован Федеральной службой по надзору в сфере связи, информационных технологий и массовых коммуникаций (свидетельство о регистрации ПИ № ФС77-83040 от 31 марта 2022 г.).

Компьютерная верстка:
Н.А. Никитенко

Ответственный/технический редактор:
Н.А. Никитенко

Адрес редакции: 445020, Россия, Самарская область, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14
Тел.: (8482) 44-91-74
E-mail:
vektornaukitgu@yandex.ru

Сайт:
<https://vektornaukitech.ru>

Подписано в печать
30.06.2022.

Выход в свет 12.09.2022.

Формат 60×84 1/8.

Печать цифровая.

Усл. п. л. 16,3.

Тираж 25 экз. Заказ 3-260-22.

Цена свободная.

СВЕДЕНИЯ О ЧЛЕНАХ РЕДКОЛЛЕГИИ

Главный редактор

Кристал Михаил Михайлович, доктор физико-математических наук, профессор, ректор (Тольяттинский государственный университет, Тольятти, Россия).

Заместитель главного редактора по направлению «Металлургия и материаловедение»

Мерсон Дмитрий Львович, доктор физико-математических наук, профессор, директор Научно-исследовательского института перспективных технологий (Тольяттинский государственный университет, Тольятти, Россия).

Заместитель главного редактора по направлению «Машиностроение и машиноведение»

Шайкин Александр Петрович, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Энергетические машины и системы управления» (Тольяттинский государственный университет, Тольятти, Россия).

Заместитель главного редактора по направлению «Сварка, родственные процессы и технологии»

Ковтунов Александр Иванович, доктор технических наук, доцент, профессор кафедры «Сварка, обработка материалов давлением и родственные процессы» (Тольяттинский государственный университет, Тольятти, Россия).

Редакционная коллегия:

Бочкарев Петр Юрьевич, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Технология машиностроения и прикладная механика» (Камышинский технологический институт (филиал) Волгоградского государственного технического университета, Камышин, Россия), профессор кафедры «Техническое обеспечение АПК» (Саратовский государственный аграрный университет имени Н.И. Вавилова, Саратов, Россия).

Бржозовский Борис Максевич, доктор технических наук, профессор главный научный сотрудник лаборатории теории механизмов и структуры машин (Институт машиноведения им. А.А. Благонравова РАН, Москва, Россия).

Виноградов Алексей Юрьевич, доктор технических наук, кандидат физико-математических наук, профессор факультета механической и промышленной инженерии (Норвежский университет науки и технологии, Тронхейм, Норвегия).

Гаврюшин Сергей Сергеевич, доктор технических наук, профессор, заведующий лабораторией компьютерных систем автоматизации производства и цифровых технологий (Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана (национальный исследовательский университет), Москва, Россия).

Герштейн Грегори, доктор технических наук, заведующий лабораторией (Ганноверский университет имени Готфрида Вильгельма Лейбница, Ганновер, Германия).

Глезер Александр Маркович, доктор физико-математических наук, профессор, директор Научного центра металловедения и физики материалов (Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина, Москва, Россия).

Гречников Федор Васильевич, академик РАН, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой обработки металлов давлением (Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева, Самара, Россия).

Денисенко Александр Федорович, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Технология машиностроения, станки и инструменты» (Самарский государственный технический университет, Самара, Россия).

Казаков Александр Анатольевич, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Металлургические и литейные технологии», руководитель научно-испытательной лаборатории «Металлургическая экспертиза» (Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, Санкт-Петербург, Россия).

Карпов Михаил Иванович, член-корреспондент РАН, доктор технических наук, профессор, заведующий лабораторией материаловедения (Институт физики твердого тела Российской академии наук, Черноголовка, Россия).

Кацман Александр Владимирович, кандидат физико-математических наук, PhD, старший научный сотрудник (Технион – Израильский технологический институт, Хайфа, Израиль).

Кудря Александр Викторович, доктор технических наук, профессор, заместитель заведующего кафедрой металловедения и физики прочности (Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия).

Күзьмин Сергей Викторович, член-корреспондент РАН, доктор технических наук, профессор, первый проректор, профессор кафедры «Оборудование и технология сварочного производства» (Волгоградский государственный технический университет, Волгоград, Россия).

Ларшин Василий Петрович, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры технологии машиностроения (Одесский национальный политехнический университет, Одесса, Украина).

Макаров Алексей Викторович, член-корреспондент РАН, доктор технических наук, главный научный сотрудник, заведующий отделом материаловедения и лабораторией механических свойств (Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, Екатеринбург, Россия).

Макимова Светлана Васильевна, доктор технических наук, старший научный сотрудник, заведующий отделом «Физико-химические процессы пайки» (Институт электросварки им. Е.О. Патона Национальной академии наук Украины, Киев, Украина).

Мулюков Радик Рафикович, член-корреспондент РАН, доктор физико-математических наук, профессор, директор (Институт проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук, Уфа, Россия).

Наймарк Олег Борисович, доктор физико-математических наук, профессор, заведующий лабораторией «Физические основы прочности» (Институт механики сплошных сред Уральского отделения Российской академии наук, Пермь, Россия).

Носов Николай Васильевич, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Технология машиностроения, станки и инструменты» (Самарский государственный технический университет, Самара, Россия).

Пилинский Александр Вениаминович, кандидат технических наук, доцент, MSME (Master of Science in Mechanical Engineering), менеджер («Реймер Металс Корпорейшн», Лос-Анджелес, США).

Романов Алексей Евгеньевич, доктор физико-математических наук, профессор Института перспективных систем передачи данных, руководитель научно-исследовательского центра перспективных функциональных материалов и лазерных коммуникационных систем (Национальный исследовательский университет ИТМО, Санкт-Петербург, Россия)

Рубаник Василий Васильевич, член-корреспондент Национальной академии наук Беларуси, доктор технических наук, заведующий лабораторией физики металлов (Институт технической акустики Национальной академии наук Беларуси, Витебск, Республика Беларусь).

Старобинский Рудольф Натанович, доктор технических наук, профессор, научный консультант (консалтинг-бюро “Prof. Starobinski. Silencers. Consulting and Engineering”, Гамбург, Германия).

Сундер Рамасуббу, член Индийской академии наук, кандидат технических наук, директор (“BISS (P) Ltd”, Бангалор, Индия).

Табakov Владимир Петрович, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой «Инновационные технологии в машиностроении» (Ульяновский государственный технический университет, Ульяновск, Россия).

Худобин Леонид Викторович, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Инновационные технологии в машиностроении» (Ульяновский государственный технический университет, Ульяновск, Россия).

Шишков Владимир Александрович, доктор технических наук, начальник технического отдела (ООО «Палладио», Тольятти, Россия).

Эстрин Юрий Захарович, доктор физико-математических наук, профессор, профессор кафедры инженерных материалов (Университет им. Монаша, Мельбурн, Австралия).

СОДЕРЖАНИЕ

Исследование развивающихся повреждений при изгибном нагружении полимерных композиционных материалов и их идентификация методом акустической эмиссии Брянский А.А., Башков О.В., Белова И.В., Башкова Т.И.	7
Оптимизация компоновки токарного станка с ЧПУ Денисенко А.Ф., Гришин Р.Г.	17
Влияние дислокационных и двойниковых структур на механические характеристики сплавов Ni–Mn–Ga на ультразвуковых частотах Каминский В.В., Калганов Д.А., Подлеснов Е., Романов А.Е.	28
Образование и рост фуллеренов и нанотрубок, имеющих Т-симметрию третьего порядка Мелькер А.И., Крупина М.А., Матвиенко А.Н.	37
Металлографическая экспертиза как обратная связь между качеством и производством продукции Мерсон Д.Л., Караванова А.А., Климанов А.В.	54
Влияние структуры на кинетику и стадийность процесса коррозии биорезорбируемых магниевых сплавов ZX10 и WZ31 Мягких П.Н., Мерсон Е.Д., Полуянов В.А., Мерсон Д.Л.	63
Определение деформаций цилиндрических образцов оптическим способом с использованием метода цифровой корреляции изображений Расторгуев Д.А., Семенов К.О.	74
Методика расчета на прочность глобоидной червячной передачи Суслин А.В., Барманов И.С.	84
Аддитивное производство изделий с пространственным армированием непрерывным волокном Торубаров И.С., Дроботов А.В., Гуцин И.А., Вдовин Д.С., Плотников А.Л., Яковлев А.А.	92
Структура и механические свойства биомедицинского магниевого сплава Mg–1%Zn–0,2%Ca Худододова Г.Д., Кулясова О.Б., Нафиков Р.К., Исламгалиев Р.К.	105
Сравнительный анализ изменения структуры и свойств сплавов системы Al–Si, подвергнутых электровзрывному легированию Шлярова Ю.А., Загуляев Д.В., Громов В.Е.	113
Исследование тепловыделений в наномодифицированных эластомерах при растяжении и кручении под действием электрического напряжения Щегольков А.В., Щегольков А.В., Земцова Н.В.	121
НАШИ АВТОРЫ	133

CONTENT

Investigation of damages formed in polymer composite materials under bending loading and their identification by the acoustic emission technique Bryansky A.A., Bashkov O.V., Belova I.V., Bashkova T.I.	7
Optimizing the layout of a CNC lathe Denisenko A.F., Grishin R.G.	17
Influence of dislocation and twin structures on the mechanical characteristics of Ni–Mn–Ga alloys at ultrasonic frequencies Kaminskii V.V., Kalganov D.A., Podlesnov E., Romanov A.E.	28
Nucleation and growth of fullerenes and nanotubes having three-fold T-symmetry Melker A.I., Krupina M.A., Matvienko A.N.	37
Metallographic examination as the feedback between product quality and manufacturing Merson D.L., Karavanova A.A., Klimanov A.V.	54
Structure effect on the kinetics and staging of the corrosion process of biodegradable ZX10 and WZ31 magnesium alloys Myagkikh P.N., Merson E.D., Poluyanov V.A., Merson D.L.	63
Identification of deformations of cylindrical specimens by optical method using the technique of digital image correlation Rastorguev D.A., Semenov K.O.	74
The technique for calculating the strength of a globoid worm gear Suslin A.V., Barmanov I.S.	84
Additive manufacturing of parts with three-dimensional continuous fiber reinforcement Torubarov I.S., Drobotov A.V., Gushchin I.A., Vdovin D.S., Plotnikov A.L., Yakovlev A.A.	92
The structure and mechanical properties of biomedical magnesium alloy Mg–1%Zn–0.2%Ca Khudododova G.D., Kulyasova O.B., Nafikov R.K., Islamgaliev R.K.	105
The comparative analysis of change in the structure and properties of Al–Si system alloys exposed to electroexplosive alloying Shlyarova Yu.A., Zagulyaev D.V., Gromov V.E.	113
Investigation of heat release in nanomodified elastomers during stretching and torsion under the action of electric voltage Shchegolkov A.V., Shchegolkov A.V., Zemtsova N.V.	121
OUR AUTHORS	133

Исследование развивающихся повреждений при изгибном нагружении полимерных композиционных материалов и их идентификация методом акустической эмиссии

© 2022

Брянский Антон Александрович^{*1,2,3}, заведующий лабораторией, младший научный сотрудник
Башков Олег Викторович^{1,2,4}, доктор технических наук, доцент,
заведующий кафедрой материаловедения и технологии новых материалов, ведущий научный сотрудник
Белова Инна Валерьевна^{1,5}, кандидат технических наук,
доцент кафедры материаловедения и технологии новых материалов
Башкова Татьяна Игоревна^{1,6}, кандидат технических наук,
доцент кафедры материаловедения и технологии новых материалов

¹Комсомольский-на-Амуре государственный университет, Комсомольск-на-Амуре (Россия)

²Институт автоматики и процессов управления Дальневосточного отделения РАН, Владивосток (Россия)

*E-mail: bryansky.aa@yandex.ru

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7992-0165>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3910-9797>

⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0560-2855>

⁶ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7070-5821>

Поступила в редакцию 25.03.2022

Принята к публикации 08.06.2022

Аннотация: Полимерные композиционные материалы (ПКМ), армированные стеклянными волокнами, востребованы во многих отраслях промышленности благодаря комплексу уникальных свойств (высокой удельной прочности и хемостойкости) при экономической эффективности применения. Вместе с тем использование стеклотканей в роли армирующих элементов обеспечивает высокую технологичность производства. Однако, в отличие от кристаллических материалов, ПКМ подвержены сложному процессу разрушения, требующего применения неразрушающих методов контроля для получения информации о природе образующихся повреждений и кинетики их накопления. Работа посвящена исследованию повреждений, развивающихся в образцах стеклопластика, формованного с использованием стеклоткани Т-11-ГВС-9 и связующего DION 9300 FR, в условиях статической деформации изгибом в сопровождении метода акустической эмиссии (АЭ). В работе решалась задача идентификации природы повреждений в стеклопластике по спектрам Фурье регистрируемых сигналов АЭ. Для оценки кинетики образования и развития повреждений использовался метод кластеризации. Кластеризация выполнялась на основе алгоритма самоорганизующейся карты Кохонена (SOM) с использованием значений пиковых частот спектров Фурье, рассчитанных для зарегистрированных сигналов АЭ при статической деформации изгибом образца стеклопластика до разрушения. Для обеспечения разделимости образующихся повреждений по параметрам АЭ использовалась скорость нагружения в 10 раз ниже определяемой по государственному стандарту. Установлено, что использование частотного представления сигналов АЭ, регистрируемых при разрушении стеклопластика, эффективно при решении задачи идентификации природы образующихся повреждений. Установлено, что процесс образования расслоений при изгибе многослойных слоистых пластиков выступает критическим механизмом разрушения, приводящим к существенной потере прочностных свойств полимерного композита.

Ключевые слова: ПКМ; стеклопластик; разрушение; акустическая эмиссия; кластеризация; оптическая микроскопия.

Благодарности: Исследование выполнено при финансовой поддержке Российского научного фонда, проект № 21-19-00896.

Для цитирования: Брянский А.А., Башков О.В., Белова И.В., Башкова Т.И. Исследование развивающихся повреждений при изгибном нагружении полимерных композиционных материалов и их идентификация методом акустической эмиссии // Frontier Materials & Technologies. 2022. № 2. С. 7–16. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-2-7-16.

ВВЕДЕНИЕ

Полимерные композиционные материалы (ПКМ) представляют собой структуру, образуемую как минимум двумя фазами – матрицей связующего и армирующим материалом. Функциональное взаимодействие компонентов полимерных композитов позволяет добиться высоких показателей механических и других свойств. Однако данные особенности обуславливают процессы разрушения, отличающиеся от процессов, характерных

для разрушения традиционно используемых металлических материалов.

Для обеспечения оценки качества и надежности при эксплуатации изделий и конструкций из ПКМ необходимо развивать методы неразрушающего контроля и методики обработки регистрируемых данных. Акустическая эмиссия (АЭ) зарекомендовала себя как информативный метод анализа процессов, происходящих в материалах в условиях внешнего воздействия. Разработка методик обработки и анализа данных АЭ позволяет

решить задачи идентификации повреждений в материалах и оценки особенностей их накопления и развития.

Такие параметры сигналов АЭ, как их представление в частотном диапазоне, позволяют с высокой точностью идентифицировать природу событий АЭ [1]. В работе [2] для разделения событий АЭ на группы в соответствии с природой разрушения использовано распределение энергии и медианных частот сигналов АЭ. Анализ частотного представления сигналов, приведенный в [3], показывает эффективность подобного подхода для исследования природы образующихся повреждений даже в условиях высокого уровня шумов.

В зарубежных работах [4; 5] для анализа сигналов АЭ, зарегистрированных при разрушении углепластиков, применялась методика вейвлет-преобразования. Однако в качестве характеристического параметра оценки сигналов выбирались только значения пиковой частоты и диапазон ее значений, что можно объяснить визуальным более простым анализом распределений одно- или двумерных данных. В работах [6; 7] также использован одно- и двухпараметрический анализ данных АЭ, информативность которого повышена применением методов фрактографии и тензометрии.

Одним из решений в анализе многопараметрических данных АЭ является свертка данных методом главных компонент [8] или применением алгоритмов кластеризации, позволяющих представить многомерные данные в двумерной плоскости. Широкое распространение получил алгоритм *k*-средних [9; 10]. Высокую результативность разделения данных на кластеры демонстрируют искусственные нейронные сети, эффективно решающие задачи классификации сигналов [11], кластеризации [12], прогнозирования [13] и диагностики [14].

Использование ПКМ в ответственных узлах транспортных систем, ветряных электростанций, изделий авиа- и машиностроения ставит задачу обеспечения надежности конструкций, решение которой заключается в разработке и совершенствовании систем мониторинга и диагностики с использованием методов неразрушающего контроля [15]. Однако большинство исследований, связанных с анализом регистрируемых сигналов АЭ, проводятся для традиционно используемых металлических материалов, из-за чего возникает необходимость апробации уже разработанных методик и развития новых методов исследования процессов разрушения ПКМ.

Цель исследования – идентификация повреждений в стеклопластике, возникающих в условиях воздействия статической нагрузки, с использованием метода АЭ.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

Образец стеклопластика был изготовлен методом вакуумной инфузии с использованием связующего DION 9300 FR и стеклоткани Т-11-ГВС-9. При выкладке пакета для последующей пропитки и формования было использовано 46 слоев стеклоткани. Из полученной плиты абразивной пилой вырезаны образцы прямоугольной формы длиной 250 мм и поперечным сечением 10×10 мм.

Механические испытания проводились трехточечным статическим изгибом согласно ГОСТ Р 56810-2015 на универсальной испытательной машине Instron 3382.

Повышение скорости деформирования испытуемого материала приводит к повышению интенсивности накопления повреждений. Увеличение частоты образования повреждений, в свою очередь, приводит к перекрытию сигналов АЭ, регистрируемых от нескольких источников, и осложнению процесса разделения сигналов по типам источников. Поэтому скорость перемещения нагружающего наконечника была выбрана в 10 раз меньше рассчитанной по стандарту.

Сигналы АЭ регистрировались с помощью программно-аппаратного комплекса AE 2.1 Pro с использованием широкополосного датчика Globaltest GT301 с диапазоном рабочих частот 50–550 кГц. Детальное описание аппаратной и программной реализации приведено в [16].

Первичная оценка повреждений, образующихся в условиях изгибного деформирования ПКМ, проведена по результатам микроскопических исследований на расщепленном электроном микроскопе Hitachi S-3400N.

Обработка данных АЭ проводилась в ПО Matlab. Общая схема используемой методики двухстадийной кластеризации с использованием самоорганизующейся карты Кохонена (Self-organizing map, SOM) приведена на рис. 1.

Зарегистрированные в ходе механического испытания сигналы АЭ предварительно обрабатывались для последующего анализа. Для зарегистрированных сигналов АЭ рассчитывались спектры Фурье, частотный диапазон которых ограничивался до значений 20–450 кГц. Сигналы – шум от испытательной машины лежат в диапазоне частот до 20 кГц [17; 18]. Диапазон информативных частот сигналов АЭ при разрушении стеклопластика ограничивается значением 600 кГц [19]. Таким образом, ограничение анализируемого диапазона частот позволяет повысить информативность и, соответственно, качество данных [20]. Нормализация спектров снижает влияние значений амплитуд сигналов АЭ, характеризующих масштаб повреждений [21].

Предварительно обработанные данные использовались для обучения SOM. Количество выходных кластеров было установлено равным 10×10, т. е. 100 штук. Предварительные исследования показали, что такое количество кластеров обеспечивает удовлетворительную воспроизводимость результатов. Кластеры, в которые попало менее 1 % от всего количества зарегистрированных сигналов АЭ, принимались как шумовые и исключались из анализа.

Обученная SOM использовалась на первом этапе кластеризации. Центроиды, представляющие собой усредненные спектры всех данных в каждом полученном кластере, усреднялись с шагом 5 кГц для уменьшения размерности данных. Обработанные центроиды с использованием алгоритма *k-means* на втором этапе кластеризации объединялись до количества кластеров, характеризующих возможные структурные повреждения в ПКМ. Для работы алгоритма *k*-средних использовалась Евклидова метрика.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Микроскопия

Испытанный образец был распилен по разметке согласно рис. 2 для учета распределения повреждений структуры ПКМ и оценки поврежденности волокон

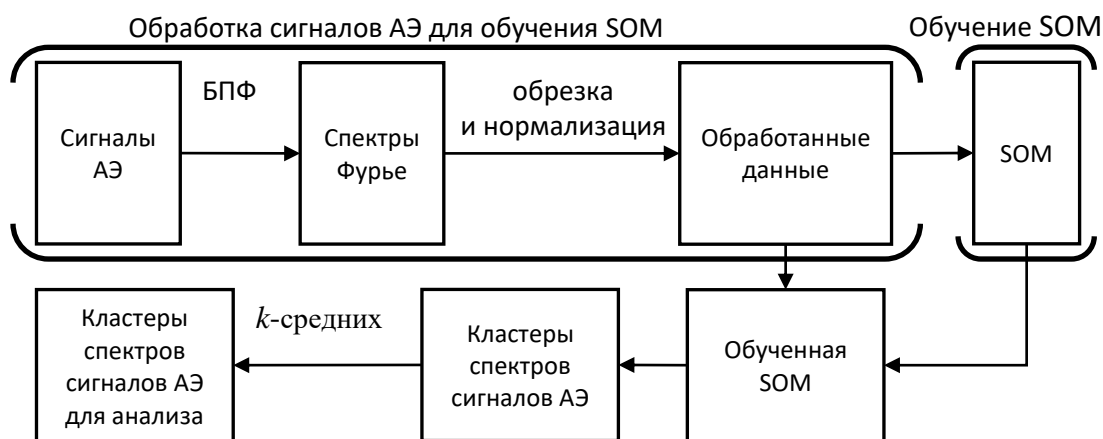


Рис. 1. Схематическое изображение методики двухстадийной кластеризации
 Fig. 1. The schematic illustration of the two-stage clustering technique

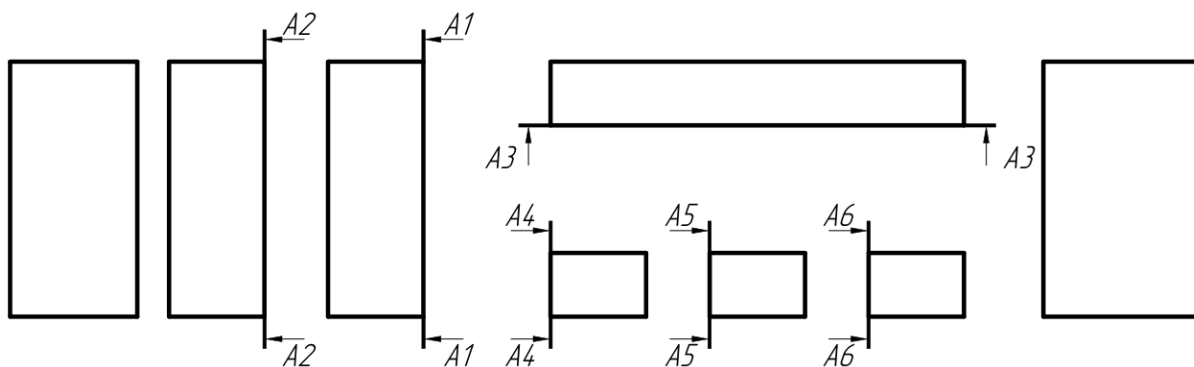


Рис. 2. Плоскости испытанного образца стеклопластика, исследуемые на наличие структурных повреждений в материале
 Fig. 2. The planes of a tested fiberglass plastic specimen examined for the presence of structural damages in the material

утка и основы ткани. Область разрушения образца находится между плоскостями A1 и A4. На рис. 3 и рис. 4 представлены полученные снимки микроструктуры испытанного образца.

Процесс разрушения при изгибном деформировании многослойных пластиков представляется сжимающими деформациями верхних слоев, располагающихся со стороны нагружающего наконечника испытательной машины, деформациями растяжения нижних слоев и чистым изгибом центральных слоев. При этом во всем сечении материала сохраняются множественные напряжения сдвига. Матрица связующего обеспечивает распределение нагрузки по армирующим волокнам, поэтому необходимо учитывать распределение образующихся повреждений по объему материала [22; 23].

Ближе к месту разрушения образца наблюдаются множественные повреждения матрицы от сжатия, приводящие к нарушению адгезии волокон основы ткани к матрице, их можно охарактеризовать как внутрислойные повреждения (рис. 3 а, 3 б). При удалении от места разрушения повреждения слоев приобретают более

распределенный характер, а их общее число становится меньше (рис. 3 с, 3 д). При рассмотрении плоскости A3 вблизи места разрушения обнаружены «кинки» (рис. 3 е). Сравнивая повреждения на границе пучков волокон и матрицы (рис. 3 ф), образованные сдвиговыми напряжениями, и внутрислойные повреждения вблизи точки изгиба (рис. 3 е) можно сделать вывод об эволюции структурных повреждений из-за нарушения адгезии на границе фаз «матрица/волокно» до нарушения структуры пучков волокон и их последующего излома.

В нижних слоях образца стеклопластика вблизи зоны изгиба также присутствуют расслоения (рис. 4 а) и отклеивание отдельных волокон от матрицы. Растягивающая нагрузка в нижних слоях стеклопластика привела к утонению волокон и их отклеиванию от матрицы связующего (рис. 4 б). При удалении от места изгиба наблюдается уменьшение доли отклеившихся волокон, а сам характер отклеивания похож на образование трещины (рис. 4 с, 4 д). Повреждение пучков волокон утка стеклоткани носит сдвиговый характер (рис. 4 е, 4 ф).

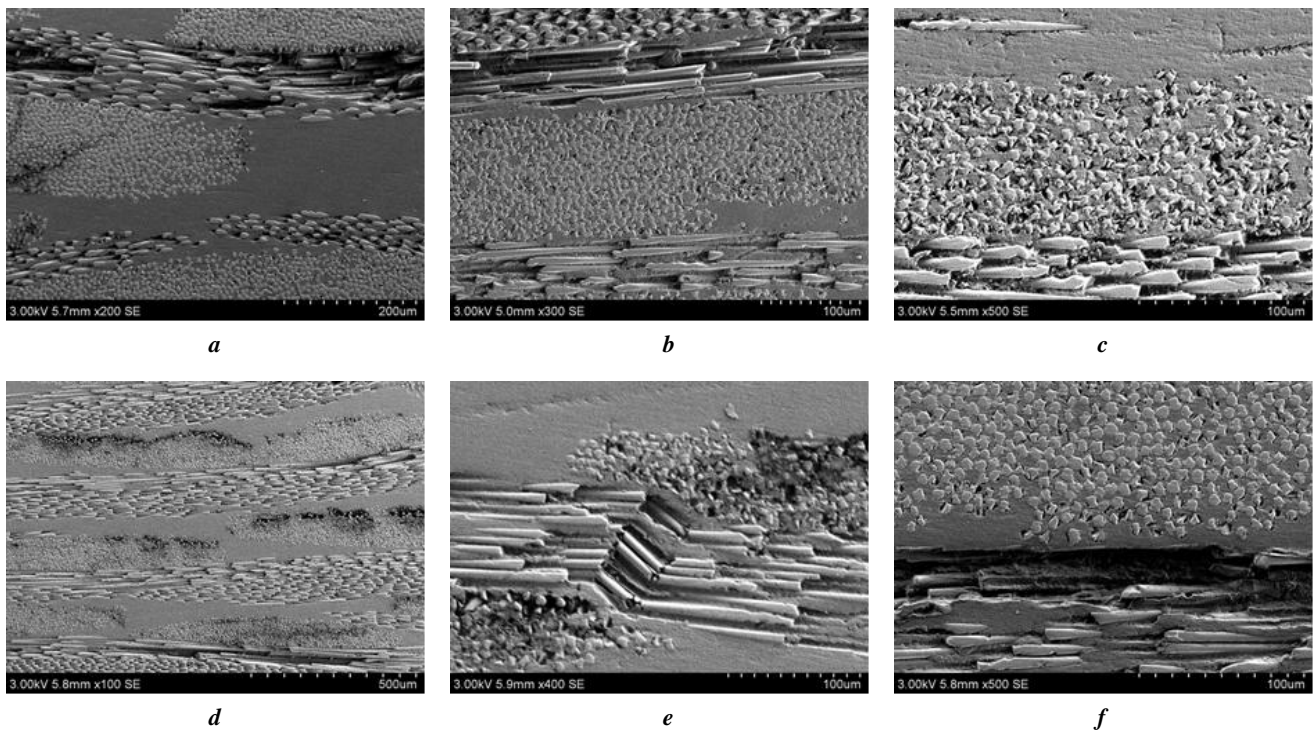


Рис. 3. Повреждения верхних слоев стеклопластика:
a – плоскость A4; *b* – плоскость A1; *c, d* – плоскость A6;
e, f – плоскость A3, движение от места излома
Fig. 3. The defects of the upper layers of a fiberglass plastic specimen:
a – A4 plane; *b* – A1 plane; *c, d* – A6 plane;
e, f – A3 plane, moving away from the fracture point

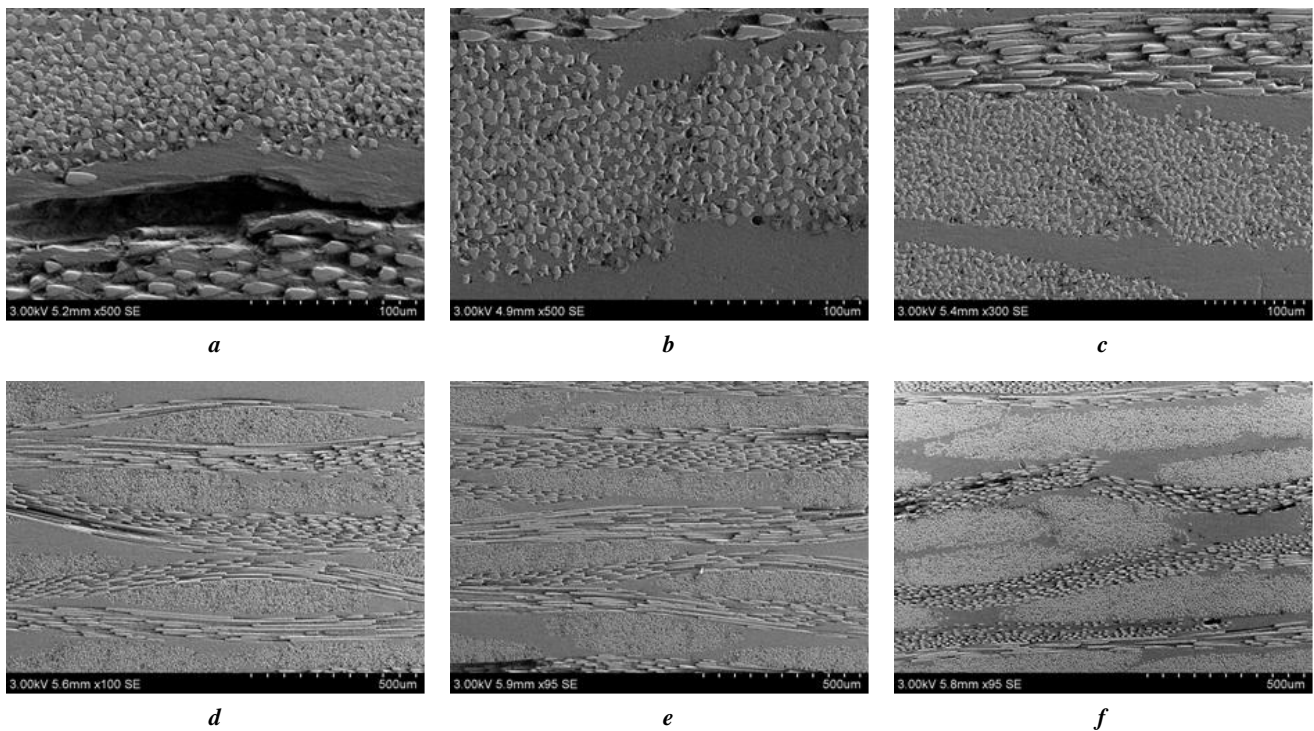


Рис. 4. Повреждения нижних слоев стеклопластика:
a – плоскость A4; *b* – плоскость A1; *c* – плоскость A5; *d* – плоскость A6;
e, f – плоскость A3, движение от места излома
Fig. 4. Defects of the lower layers of a fiberglass plastic specimen:
a – A4 plane; *b* – A1 plane; *c* – A5 plane; *d* – A6 plane;
e, f – A3 plane, moving away from the fracture point

Анализ АЭ

В результате кластеризации спектров сигналов зарегистрированной АЭ для всех испытаний были получены типовые спектры-центроиды, представленные на рис. 5.

Характеристика кластеров, соответствующих каким-либо типам повреждений, производилась по значениям пиковых частот. В работах [9; 24; 25] показано, что частоты 30–150 кГц соответствуют микроповреждениям матрицы, частоты 130–220 кГц – образованию расслоений, а частоты 230–310 кГц, 180–290 кГц и свыше 380 кГц – отклеиванию, скольжению и излому стекловолокон соответственно. Анализ данных, полученных при проведении исследований, показал, что в диапазоне частот, соответствующем микроповреждениям матрицы, можно выделить 3 пика: 25–40 кГц, 50–80 кГц и 90–

130 кГц. На этом основании было предложено охарактеризовать диапазоны пиковых частот зарегистрированных сигналов АЭ, как показано в таблице 1.

С учетом значений пиковых частот (рис. 5) и принятых частотных диапазонов (таблица 1) была получена характеристика кластеров (таблица 2). Графики накопления кластеров в процессе нагружения образца стеклопластика представлены на рис. 6.

При анализе диаграммы накопления кластеров была получена следующая характеристика процесса разрушения ПКМ, приведенная на примере одного из испытаний, которое можно считать типовым для заданных условий эксперимента.

1. В период с 720 до 760 с зарегистрировано незначительное накопление кластеров С1 и С5, характеризующих микроповреждения матрицы и повреждения по типу

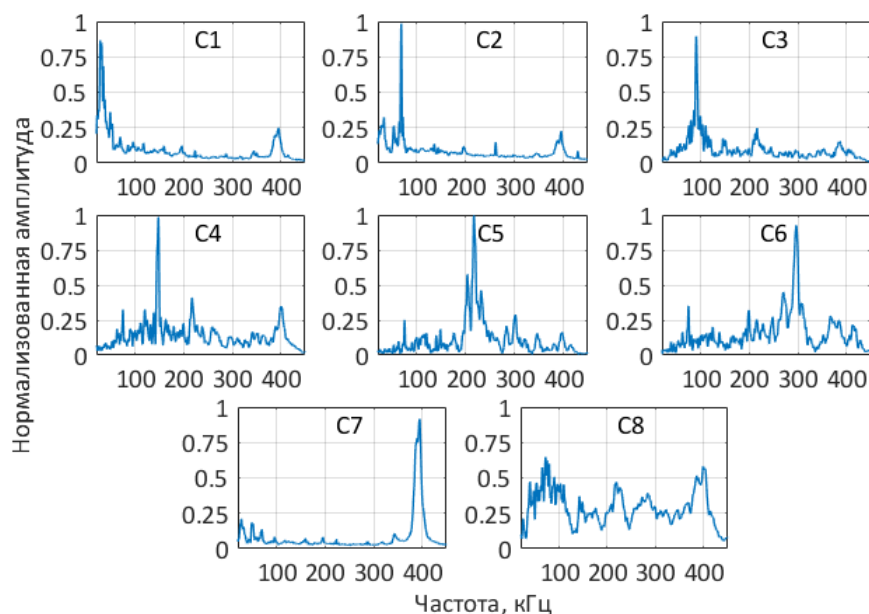


Рис. 5. Типовые спектры центроидов

Fig. 5. Typical spectra of centroids

Таблица 1. Соответствие типов повреждений диапазонам пиковых частот сигналов АЭ

Table 1. Correspondence of damage types to the ranges of AE signal peak frequency

Частоты, кГц	Тип повреждений
25–40	Микроповреждения матрицы
50–80	Повреждения матрицы промежуточного (среднего) масштаба
90–130	Макроповреждения матрицы, образование и рост трещин
140–220	Выскальзывание волокон
180–240	Образование расслоений
260–300	Отклеивание стекловолокон от матрицы
360–400	Разрушение стекловолокон

Таблица 2. Характеристика полученных кластеров
Table 2. Characteristics of the obtained clusters

Кластер, частоты, кГц	Описание кластера
C1, 24–38	Микроповреждения матрицы масштаба
C2, 50–78	Повреждения матрицы среднего масштаба
C3, 80–130	Крупные критические повреждения матрицы, такие как образование и рост трещины
C4, 145–155	Выскальзывание волокон
C5, 160–240	Образование расслоений
C6, 260–300	Отклеивание стекловолокон от матрицы
C7, 380–400	Разрушение стекловолокон
C8, 24–400	Повреждения смешанной природы

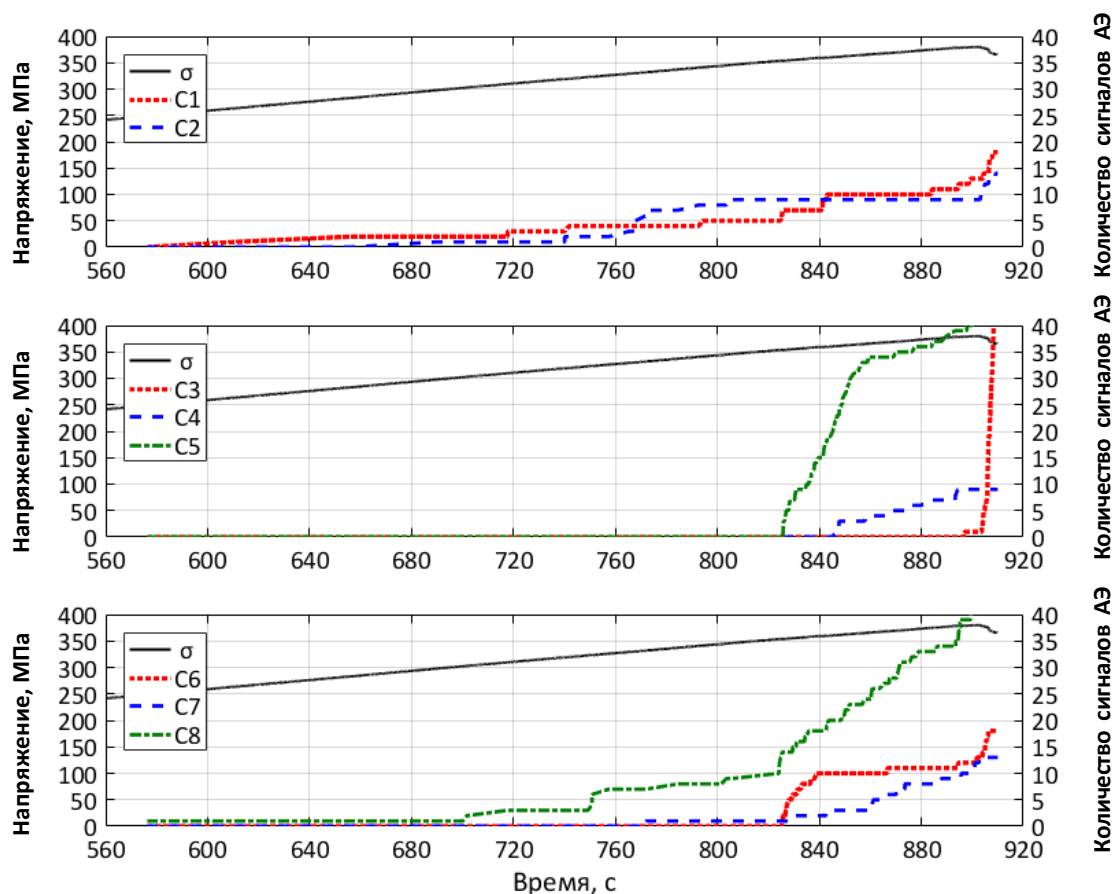


Рис. 6. Диаграмма накопления кластеров типовых повреждений в ходе механического испытания
Fig. 6. Diagram of the typical damage clusters accumulation during the mechanical test

образования расслоений. Учитывая результаты микроскопического исследования структурных повреждений, можно связать регистрируемые повреждения с повреждениями матрицы, приводящими к нарушению адгезии волокон к матрице.

2. В период с 760 до 820 с начинается рост накопления кластера C2, характеризующего повреждения мат-

рицы среднего масштаба. Регистрируется рост повреждений матрицы, связанный с увеличением сжимающей деформации верхних слоев образца.

3. В период с 820 до 840 с накапливаются кластеры C6 и C8, указывающие на начало образования повреждений смешанной природы и отклеивание волокон. Матрица накопила достаточные повреждения для потери

функции эффективного распределения поля внутренних напряжений, начинается активное разрушение волокон.

4. В период с 840 до 900 с накапливаются кластеры С4 и С7, характеризующие выскальзывание и разрушение волокон. Происходит активное разрушение материала: волокна продолжают отклеиваться, выскальзывать и изламываться в объеме материала. Характеристика разрушения на данной стадии указывает на существенные повреждения нижних слоев образца, испытывающих растягивающие деформации.

5. В период с 900 с и до разрушения регистрируются повреждения кластера С3, крупные повреждения матрицы, образование и рост трещин, разрушение образца.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

В работе [26] исследована прочность на межслоевой сдвиг стеклопластиков на основе связующего DION FR 9300, используемого в данной работе, и установлена склонность к образованию межслоевых повреждений стеклопластиков на базе этого связующего. При анализе накопления кластеров различных типов повреждений (рис. 6) была зарегистрирована активность образования межслоевых повреждений от изгибной деформации на первой стадии процесса накопления повреждений, что коррелирует с результатами исследования [26].

Описанный процесс разрушения с 1-й по 3-ю стадии можно кратко охарактеризовать зарождением повреждений на границе фаз, их развитием и накоплением в фазе связующего. В работе [27] разрушение стеклопластиков в условиях сдвиговых нагрузок характеризуется образованием микроповреждений на границе контакта матрицы с волокнами и, учитывая относительно хрупкую матрицу, их дальнейшим развитием в матрице связующего с увеличением масштаба.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

Сходимость характеристики процесса разрушения стеклопластика в условиях статической деформации трехточечным изгибом с результатами исследований по оценке прочности на межслоевой сдвиг указывает на необходимость регистрации и распознавания класса повреждений, вызываемых сдвиговыми деформациями, для прогнозирования разрушения стеклопластиков и изделий из них. Исходя из полученных результатов, сделаны следующие выводы.

1. Разрушению стеклопластика предшествует образование повреждений на границе фаз матрицы и стекловолокон, их дальнейшее развитие в виде повреждений матрицы в межслоевом пространстве, что в итоге приводит к нарушению комплексности слоистой структуры композита.

2. Критерием, характеризующим начало наступления начального процесса нарушения структуры стеклопластика, выступает регистрация межслоевых повреждений. Для межслоевых повреждений матрицы был установлен диапазон частот регистрируемых сигналов АЭ 160–240 кГц.

3. Изменение масштаба повреждений матрицы, характеризующее процесс образования микроповреждений на границе фаз матрицы и волокон и их дальнейшее развитие до разрушения матрицы в межслоевом

пространстве, регистрируется изменением значений диапазона пиковых частот регистрируемых сигналов АЭ с 24–38 до 50–78 кГц.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Zarif Karimi N., Minak G., Kianfar P. Analysis of damage mechanisms in drilling of composite materials by acoustic emission // *Composite Structures*. 2015. Vol. 131. P. 107–114. DOI: [10.1016/J.COMPSTRUCT.2015.04.025](https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2015.04.025).
- Мерсон Д.Л., Дементьев С.И., Миронов М.А., Куценко М.М., Виноградов А.Ю. Применение метода акустической эмиссии для контроля деструкционных процессов цементных бетонов // *Вектор науки Тольяттинского государственного университета*. 2012. № 2. С. 41–45.
- Селезнев М.Н., Виноградов А.Ю. Применение метода акустической эмиссии для мониторинга ультразвуковых усталостных испытаний // *Вектор науки Тольяттинского государственного университета*. 2021. № 2. С. 47–56. DOI: [10.18323/2073-5073-2021-2-47-56](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2021-2-47-56).
- Hao W., Yuan Z., Tang C., Zhang L., Zhao G., Luo Y. Acoustic emission monitoring of damage progression in 3D braiding composite shafts during torsional tests // *Composite Structures*. 2019. Vol. 208. P. 141–149. DOI: [10.1016/j.compstruct.2018.10.011](https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2018.10.011).
- Marec A., Thomas J.H., El Guerjouma R. Damage characterization of polymer-based composite materials: Multivariable analysis and wavelet transform for clustering acoustic emission data // *Mechanical systems and signal processing*. 2008. Vol. 22. № 6. P. 1441–1464. DOI: [10.1016/j.ymsp.2007.11.029](https://doi.org/10.1016/j.ymsp.2007.11.029).
- Степанова Л.Н., Батаев В.А., Чернова В.В. Исследование разрушения образцов из углепластика при статическом нагружении с использованием методов акустической эмиссии и фрактографии // *Дефектоскопия*. 2017. № 6. С. 26–33.
- Серьезнов А.Н., Степанова Л.Н., Лазненко А.С., Кабанов С.И., Кожемякин В.Л., Чернова В.В. Статические испытания кессона композиционного крыла самолета с использованием акустической эмиссии и тензометрии // *Дефектоскопия*. 2020. № 8. С. 12–21. DOI: [10.31857/S0130308220080023](https://doi.org/10.31857/S0130308220080023).
- Xu D., Liu P.F., Chen Z.P., Leng J.X., Jiao L. Achieving robust damage mode identification of adhesive composite joints for wind turbine blade using acoustic emission and machine learning // *Composite Structures*. 2020. Vol. 236. Article number 111840. DOI: [10.1016/j.compstruct.2019.111840](https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2019.111840).
- Gutkin R., Green C.J., Vangrattanachai S., Pinho S.T., Robinson P., Curtis P.T. On acoustic emission for failure investigation in CFRP: Pattern recognition and peak frequency analyses // *Mechanical systems and signal processing*. 2011. Vol. 25. № 4. P. 1393–1407. DOI: [10.1016/j.ymsp.2010.11.014](https://doi.org/10.1016/j.ymsp.2010.11.014).
- Линдеров М.Л., Зегель К., Виноградов А.Ю., Вайднер А., Бирман Х. Особенности деформации ТРИП/ТВИП сталей при различных температурах по данным акустической эмиссии // *Вектор науки Тольяттинского государственного университета*. 2013. № 3. С. 208–212.

11. Кабалдин Ю.Г., Хлыбов А.А., Аносов М.С., Шатагин Д.А. Исследование хладостойкости металлов индентированием с регистрацией сигнала акустической эмиссии // Вестник машиностроения. 2020. № 8. С. 61–64. DOI: [10.36652/0042-4633-2020-8-61-64](https://doi.org/10.36652/0042-4633-2020-8-61-64).
12. Аверин П.И. Интеллектуальная обработка цифровых осциллографических данных импульсов акустической эмиссии при пластической деформации металлов // Вестник транспорта Поволжья. 2013. № 2. С. 43–49.
13. Аверин П.И., Мельников Б.Ф. Вариант решения задачи прогнозирования признаков разрушения металлов с помощью нейронных сетей на основе данных вейвлет-анализа импульсов акустической эмиссии // Современные информационные технологии и ИТ-образование. 2011. № 7. С. 789–794.
14. Кабалдин Ю.Г., Лаптева И.Л., Шатагина Д.А., Аносова М.С., Зотова В.О. Разрушение конструкций при работе в условиях пониженных температур и диагностика устойчивости структурного состояния материала // Вестник машиностроения. 2016. № 1. С. 60–64.
15. Кузнецов П.Н., Котельников Д.Ю. Автоматизированный комплекс интеллектуального мониторинга ветровых электростанций // Энергосбережение и водоподготовка. 2022. № 1. С. 4–10.
16. Bashkov O.V., Parfenov E.E., Bashkova T.I. A soft and hardware complex for recording and processing of acoustic emission signals and for location and identification of their sources // Instruments and Experimental Techniques. 2010. Vol. 53. № 5. P. 682–687. DOI: [10.1134/S0020441210050106](https://doi.org/10.1134/S0020441210050106).
17. Hamam Z., Godin N., Fusco C., Monnier T. Modelling of fiber break as Acoustic Emission Source in Single Fiber Fragmentation Test: comparison with experimental results // Journal of Acoustic Emission. 2018. Vol. 35. P. S442–S455.
18. Sause M.G.R. On Use of Signal Features For Acoustic Emission Source Identification in Fibre-Reinforced Composites // Journal of Acoustic Emission. 2018. Vol. 35. P. S125–S136.
19. Li L., Lomov S.V., Yan X., Carvelli V. Cluster analysis of acoustic emission signals for 2D and 3D woven glass/epoxy composites // Composite Structures. 2014. Vol. 116. № 1. P. 286–299. DOI: [10.1016/j.compstruct.2014.05.023](https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2014.05.023).
20. Hill E.V., Foti C.J., Leung N.Y., Palacios A.E. Neural network burst pressure prediction in tall graphite-epoxy pressure vessels from acoustic emission data // Journal of Acoustic Emission. 2012. Vol. 30. P. 167–179.
21. Enoki M., Muto Y., Shiraiwa T. Evaluation of deformation behavior in LPSO-magnesium alloys by AE clustering and inverse analysis // Journal of Acoustic Emission. 2016. Vol. 33. P. S71–S76.
22. Morioka K., Tomita Y. Effect of lay-up sequences on mechanical properties and fracture behavior of CFRP laminate composites // Materials Characterization. 2000. Vol. 45. № 2. P. 125–136. DOI: [10.1016/S1044-5803\(00\)00065-6](https://doi.org/10.1016/S1044-5803(00)00065-6).
23. Klasztorny M., Nycz D., Labuda R. Modelling, simulation and experimental validation of bend tests on GFRP laminate beam and plate specimens // Composite Structures. 2018. Vol. 184. P. 604–612. DOI: [10.1016/j.compstruct.2017.10.046](https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2017.10.046).
24. Willems F., Benz J., Bonten C. Detecting the critical strain of fiber reinforced plastics by means of acoustic emission analysis // Journal of Acoustic Emission. 2016. Vol. 33. P. S261–S270.
25. Sause M.G.R. Acoustic emission source identification in large scale fibre reinforced composites // Journal of Acoustic Emission. 2016. Vol. 33. P. S223–S232.
26. Лавров А.В., Баранов В.М. Метод оценки прочности полимерных композиционных материалов при межслойном сдвиге // Труды Центрального научно-исследовательского института им. академика А.Н. Крылова. 2015. № 86. С. 275–284.
27. Яковлев Н.О., Гуляев А.И., Лашов О.А. Трещиностойкость слоистых полимерных композиционных материалов (обзор) // Труды ВИАМ. 2016. № 4. С. 104–112. DOI: [10.18577/2307-6046-2016-0-4-12-12](https://doi.org/10.18577/2307-6046-2016-0-4-12-12).

REFERENCES

1. Zarif Karimi N., Minak G., Kianfar P. Analysis of damage mechanisms in drilling of composite materials by acoustic emission. *Composite Structures*, 2015, vol. 131, pp. 107–114. DOI: [10.1016/J.COMPSTRUCT.2015.04.025](https://doi.org/10.1016/J.COMPSTRUCT.2015.04.025).
2. Merson D.L., Dementev S.I., Mironov M.A., Kutsenko M.M., Vinogradov A.Yu. Application of acoustic emission technique for monitoring of damage in concrete. *Vektor nauki Tolyattinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2012, no. 2, pp. 41–45.
3. Seleznev M.N., Vinogradov A.Yu. The application of acoustic emission method for ultrasonic fatigue testing monitoring. *Vektor nauki Tolyattinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2021, no. 2, pp. 47–56. DOI: [10.18323/2073-5073-2021-2-47-56](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2021-2-47-56).
4. Hao W., Yuan Z., Tang C., Zhang L., Zhao G., Luo Y. Acoustic emission monitoring of damage progression in 3D braiding composite shafts during torsional tests. *Composite Structures*, 2019, vol. 208, pp. 141–149. DOI: [10.1016/j.compstruct.2018.10.011](https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2018.10.011).
5. Marec A., Thomas J.H., El Guerjouma R. Damage characterization of polymer-based composite materials: Multivariable analysis and wavelet transform for clustering acoustic emission data. *Mechanical systems and signal processing*, 2008, vol. 22, no. 6, pp. 1441–1464. DOI: [10.1016/j.ymsp.2007.11.029](https://doi.org/10.1016/j.ymsp.2007.11.029).
6. Stepanova L.N., Bataev V.A., Chernova V.V. Studying the failure of a cfrp sample under static loading by the acoustic-emission and fractography methods. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2017, vol. 53, no. 6, pp. 422–429.
7. Ser'eznov A.N., Stepanova L.N., Laznenko A.S., Kabanov S.I., Kozhemyakin V.L., Chernova V.V. Static tests of wing box of composite aircraft wing using acoustic emission and strain gaging. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2020, vol. 56, no. 8, pp. 611–619. DOI: [10.31857/S0130308220080023](https://doi.org/10.31857/S0130308220080023).
8. Xu D., Liu P.F., Chen Z.P., Leng J.X., Jiao L. Achieving robust damage mode identification of adhesive composite joints for wind turbine blade using acoustic emission and machine learning. *Composite Structures*, 2020, vol. 236, article number 111840. DOI: [10.1016/j.compstruct.2019.111840](https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2019.111840).

9. Gutkin R., Green C.J., Vangrattanachai S., Pinho S.T., Robinson P., Curtis P.T. On acoustic emission for failure investigation in CFRP: Pattern recognition and peak frequency analyses. *Mechanical systems and signal processing*, 2011, vol. 25, no. 4, pp. 1393–1407. DOI: [10.1016/j.ymssp.2010.11.014](https://doi.org/10.1016/j.ymssp.2010.11.014).
10. Linderov M.L., Zegel K., Vinogradov A.Yu., Vaydner A., Birman Kh. Effect of temperature on microstructure evolution in TRIP/TWIP steels during tensile deformation by acoustic emission data. *Vektor nauki Tolyatinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2013, no. 3, pp. 208–212.
11. Kabaldin Yu.G., Khlybov A.A., Anosov M.S., Shatagin D.A. Research of the cold resistance of metals by indentation with registration of an acoustic emission signal. *Vestnik mashinostroeniya*, 2020, no. 8, pp. 61–64. DOI: [10.36652/0042-4633-2020-8-61-64](https://doi.org/10.36652/0042-4633-2020-8-61-64).
12. Averin P.I. Intellectual processing of ae pulses digital oscillographic data under plastic deformation of metals. *Vestnik transporta Povolzhya*, 2013, no. 2, pp. 43–49.
13. Averin P.I., Melnikov B.F. Solution of the problem of forecasting sings of fracture of metals with the help of neural networks based on wavelet analysis of acoustic emission pulses. *Sovremennye informatsionnye tekhnologii i IT-obrazovanie*, 2011, no. 7, pp. 789–794.
14. Kabaldin Yu.G., Lapteva I.L., Shatagina D.A., Anosova M.S., Zotova V.O. Failure of structures at operating in conditions of low temperatures and diagnostics of structural state stability of material. *Vestnik mashinostroeniya*, 2016, no. 1, pp. 60–64.
15. Kuznetsov P.N., Kotelnikov D.Yu. Automated complex of intelligent monitoring of wind power plants. *Energosberezhenie i vodopodgotovka*, 2022, no. 1, pp. 4–10.
16. Bashkov O.V., Parfenov E.E., Bashkova T.I. A soft and hardware complex for recording and processing of acoustic emission signals and for location and identification of their sources. *Instruments and Experimental Techniques*, 2010, vol. 53, no. 5, pp. 682–687. DOI: [10.1134/S0020441210050106](https://doi.org/10.1134/S0020441210050106).
17. Hamam Z., Godin N., Fusco C., Monnier T. Modelling of fiber break as Acoustic Emission Source in Single Fiber Fragmentation Test: comparison with experimental results. *Journal of Acoustic Emission*, 2018, vol. 35, pp. S442–S455.
18. Sause M.G.R. On Use of Signal Features For Acoustic Emission Source Identification in Fibre-Reinforced Composites. *Journal of Acoustic Emission*, 2018, vol. 35, pp. S125–S136.
19. Li L., Lomov S.V., Yan X., Carvelli V. Cluster analysis of acoustic emission signals for 2D and 3D woven glass/epoxy composites. *Composite Structures*, 2014, vol. 116, no. 1, pp. 286–299. DOI: [10.1016/j.compstruct.2014.05.023](https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2014.05.023).
20. Hill E.V., Foti C.J., Leung N.Y., Palacios A.E. Neural network burst pressure prediction in tall graphite-epoxy pressure vessels from acoustic emission data. *Journal of Acoustic Emission*, 2012, vol. 30, pp. 167–179.
21. Enoki M., Muto Y., Shiraiwa T. Evaluation of deformation behavior in LPSO-magnesium alloys by AE clustering and inverse analysis. *Journal of Acoustic Emission*, 2016, vol. 33, pp. S71–S76.
22. Morioka K., Tomita Y. Effect of lay-up sequences on mechanical properties and fracture behavior of CFRP laminate composites. *Materials Characterization*, 2000, vol. 45, no. 2, pp. 125–136. DOI: [10.1016/S1044-5803\(00\)00065-6](https://doi.org/10.1016/S1044-5803(00)00065-6).
23. Klasztorny M., Nycz D., Labuda R. Modelling, simulation and experimental validation of bend tests on GFRP laminate beam and plate specimens. *Composite Structures*, 2018, vol. 184, pp. 604–612. DOI: [10.1016/j.compstruct.2017.10.046](https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2017.10.046).
24. Willems F., Benz J., Bonten C. Detecting the critical strain of fiber reinforced plastics by means of acoustic emission analysis. *Journal of Acoustic Emission*, 2016, vol. 33, pp. S261–S270.
25. Sause M.G.R. Acoustic emission source identification in large scale fibre reinforced composites. *Journal of Acoustic Emission*, 2016, vol. 33, pp. S223–S232.
26. Lavrov A.V., Baranov V.M. The assessment of interlaminar shear strength for polymer composite materials. *Trudy Tsentralnogo nauchno-issledovatel'skogo instituta im. Akademika A.N. Krylova*, 2015, no. 86, pp. 275–284.
27. Yakovlev N.O., Gulyaev A.I., Lashov O.A. Fracture toughness of laminated polymer composites (review). *Trudy VIAM*, 2016, no. 4, pp. 104–112. DOI: [10.18577/2307-6046-2016-0-4-12-12](https://doi.org/10.18577/2307-6046-2016-0-4-12-12).

Investigation of damages formed in polymer composite materials under bending loading and their identification by the acoustic emission technique

© 2022

Anton A. Bryansky^{1,2,3}, Head of the Laboratory, junior researcher
Oleg V. Bashkov^{1,2,4}, Doctor of Sciences (Engineering), Associate Professor,
 Head of Chair of Materials Science and New Material Technology, leading researcher

Inna V. Belova^{1,5}, PhD (Engineering),
 assistant professor of Chair of Materials Science and New Material Technology

Tatyana I. Bashkova^{1,6}, PhD (Engineering),
 assistant professor of Chair of Materials Science and New Material Technology

¹Komsomolsk-on-Amur State University, Komsomolsk-on-Amur (Russia)

²Institute of Automation and Control Processes of the Far Eastern Branch of RAS, Vladivostok (Russia)

*E-mail: bryansky.aa@yandex.ru

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7992-0165>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3910-9797>

⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0560-2855>

⁶ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7070-5821>

Abstract: Polymer composite materials (PCM) reinforced with glass fibers are very important in many industries due to their unique properties (high chemical resistance and specific strength) with the economic efficiency of use. At the same time, the application of glass fabrics as reinforcing elements ensures high manufacturability. However, unlike crystalline materials, polymer composite materials are subject to the complex process of destruction, which requires the application of non-destructive control methods to get information about the nature of the resulting damage and the kinetics of their accumulation. The paper studies the deteriorations formed in the fiberglass samples molded using T-11-GVS-9 glass fabric and DION 9300 FR binder within static bending deformation accompanied by the acoustic emission (AE) method. In this work, the authors solved the problem of identifying the nature of damages in fiberglass using the Fourier spectra of the recorded AE signals. The authors used the clustering method to estimate their formation and development kinetics. Clustering was performed based on the Kohonen self-organizing map (SOM) algorithm using the values of peak frequencies of the Fourier spectra calculated for the recorded AE signals under static bending deformation of a fiberglass sample up to failure. To ensure the separability of the resulting damages according to the AE parameters, the authors used the loading rate that was ten times lower than that calculated according to the state standard. The study established that the application of frequency representation of AE signals recorded during the fiberglass destruction is effective when solving the task of identifying the nature of the resulting damages. As a result of the study, the authors found that the process of delamination formation during the bending of multilayer laminated plastics acts as a critical mechanism of destruction leading to a significant loss of the polymer composite strength properties.

Keywords: PCM; fiberglass; destruction; acoustic emission; clustering; optical microscopy.

Acknowledgements: The research is carried out under the financial support of the Russian Science Foundation, project No. 21-19-00896.

For citation: Bryansky A.A., Bashkov O.V., Belova I.V., Bashkova T.I. Investigation of damages formed in polymer composite materials under bending loading and their identification by the acoustic emission technique. *Frontier Materials & Technologies*, 2022, no. 2, pp. 7–16. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-2-7-16.

Оптимизация компоновки токарного станка с ЧПУ

© 2022

Денисенко Александр Федорович^{*1}, доктор технических наук, профессор,
профессор кафедры «Технология машиностроения, станки и инструменты»

*Гришин Роман Георгиевич*², кандидат технических наук, доцент,
заведующий кафедрой «Технология машиностроения, станки и инструменты»

Самарский государственный технический университет, Самара (Россия)

*E-mail: sammortor@yandex.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6393-2831>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4511-9147>

Поступила в редакцию 14.03.2022

Принята к публикации 18.05.2022

Аннотация: Обоснованный выбор компоновки станков является одним из направлений улучшения качества станков с ЧПУ и результатом всестороннего рассмотрения и учета целого ряда часто противоречивых требований: точности, конструктивной целесообразности, технологичности, производительности, экономичности, безопасности и т. д. Сложность выбора компоновки станков связана с их многообразием, определяемым тем, что станки с различными конструкциями узлов могут иметь одинаковые компоновки, и, наоборот, станки с одинаковыми конструкциями основных узлов могут иметь различные компоновки. В связи с многосторонним действием компоновки на точностные характеристики станка выбор оптимального компоновочного решения является актуальной задачей станкостроения. Исследование посвящено разработке методики выбора компоновочного решения для токарных станков с ЧПУ, учитывающей произвольное расположение зоны резания и наличие силовых факторов, связанных с конструкцией и компоновкой шпиндельного узла. В разработанной методике в качестве критерия выбора оптимальной компоновки предложено использовать точностной компоновочный критерий, который оценивается упругими деформациями шпинделя в зоне резания. Получены аналитические выражения для целевой функции в зависимости от двух проектных переменных параметров: углов, определяющих расположение передприводной шестерни шпинделя, и суппортной группы. Отмечено, что для прецизионных токарных станков при определении радиальной жесткости шпиндельных опор следует учесть анизотропию жесткости отверстия корпуса под переднюю опору шпинделя. Для двух указанных проектных переменных параметров показана эффективность метода сканирования (полного перебора для 32^2 точек), в результате использования которого и обработки с использованием пакета Mathcad получены области возможного варьирования значений указанных углов для пяти типовых компоновок подшипников опор шпинделя и ограничений, связанных с минимизацией упругих деформаций инструментальной системы.

Ключевые слова: компоновка станка; многокритериальная оптимизация; точностной компоновочный критерий; шпиндельный узел; упругие перемещения шпинделя; метод сканирования.

Для цитирования: Денисенко А.Ф., Гришин Р.Г. Оптимизация компоновки токарного станка с ЧПУ // Frontier Materials & Technologies. 2022. № 2. С. 17–27. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-2-17-27.

ВВЕДЕНИЕ

Наблюдающееся в последние годы совершенствование конструкций станков, использование новых инструментальных материалов, внедрение различных измерительных систем, применение новых материалов для изготовления деталей станка, а также совершенствование программного управления обеспечило существенное улучшение качества станков, отвечающее общей тенденции повышения точности в машиностроении. Достигнутые успехи в этих направлениях заставляют искать новые пути повышения качества металлорежущего оборудования. Одним из таких путей является обоснованный выбор компоновки станков. Особенно эффективен этот путь при разработке станков с ЧПУ, когда за счет комплекса технических решений, реализуемых в их конструкциях, расширяется вариативность компоновочных решений. При этом технические решения, принимаемые на стадии проектирования, требуют всестороннего рассмотрения конструкции при учете большого числа часто противоречивых требований, т. е. при конструировании станка должен быть осуществлен

выбор его оптимальных параметров (структурных, кинематических, компоновочных, динамических, эксплуатационных), наилучшим образом соответствующих предъявляемым к ним многочисленным требованиям.

Поскольку разработка теории компоновок станков (компонетика) пока не завершена, актуальными являются вопросы анализа и обоснования компоновочных критериев, что позволит определить пути совершенствования компоновок проектируемых станков и области оптимального использования существующих компоновок. Так, например, в работе [1] рассмотрена методика автоматизированного проектирования компоновок станков с ЧПУ на стадии технического предложения с помощью программного обеспечения CAD/CAE-систем и метода конечных элементов (МКЭ). В статье [2] приведен анализ исходных данных для системы автоматизированного проектирования металлообрабатывающего оборудования, основанный на методологиях раннего выбора компоновки. Авторами [3] на основе анализа формы рабочего пространства в поперечном сечении предложена компоновка многоцелевого станка токарной группы с разработкой конструкции суппортной

группы, отличающейся простотой конструкции, низкой металлоемкостью и повышенными, по сравнению с аналогами, технологическими возможностями. Работа [4] посвящена исследованию влияния компоновочных решений на жесткость станка. Авторы предлагают выбирать компоновку технологической системы таким образом, чтобы равнодействующая сил резания приблизилась к оси наибольшей жесткости, что снижает упругие деформации и повышает точность обработки.

Определяя компоновку как систему расположения узлов станка, отличающуюся структурой, пропорциями и свойствами, получаем многообразие компоновок станков, связанное с тем, что станки с различными конструкциями узлов (сборочных единиц) могут иметь одинаковые компоновки, и, наоборот, станки с одинаковыми конструкциями основных узлов могут иметь различные компоновки. Выбор компоновки является результатом учета целого ряда критериев: точности, конструктивной целесообразности, технологичности, производительности, экономичности, безопасности и т. д.

Для современных токарных станков с ЧПУ схема компоновки определяется следующими факторами: положением обрабатываемой заготовки в пространстве, перераспределением подвижных звеньев между заготовкой и инструментом и порядком их следования, расположением инструмента относительно заготовки (спереди, сзади, сбоку, вверху), удобством доступа оператора к патрону шпинделя для установки заготовки, к задней бабке и к револьверной головке с инструментами.

Современные токарные станки с ЧПУ с горизонтальной осью шпинделя имеют компоновки следующих типов (рис. 1): горизонтальную (рис. 1 а и 1 е), вертикальную (рис. 1 d) или наклонную (рис. 1 b, 1 с, 1 f, 1 g). Наклонная компоновка может быть двусторонней (рис. 1 g), с расположением одного суппорта в нижней части станины (рис. 1 е), с расположением суппортов параллельно друг другу (рис. 1 f).

При этом токарные станки с ЧПУ выпускаются как с одной (рис. 1 а и 1 b), так и с двумя револьверными головками (рис. 1 с–g). Некоторые фирмы выпускают токарные станки с ЧПУ с тремя револьверными головками, с противощпинделем, а также станки, имеющие другие компоновки.

С учетом того, что качество станка при проектировании определяется целым рядом противоречивых критериев, выбор компоновки является задачей многокритериальной или векторной оптимизации, когда оптимальное решение может представлять собой лишь должным образом обоснованный компромисс между локальными критериями [5–8].

Из приведенных схем (рис. 1) следует, что компоновочное решение зависит от пространственного расположения суппорта (суппортов) относительно шпиндельного узла (ШУ) с возможностью расположения зоны резания в любой точке по окружности обрабатываемой заготовки.

Компоновка станка влияет на его точность через:

- упругие деформации базовых деталей и узлов в зависимости от их массы, размеров, конструктивной формы, взаимного расположения, вылетов подвижных деталей и узлов и изменения этих вылетов;
- износ направляющих, зависящий от схемы расположения, размеров и типов направляющих, расположе-

ния нагружаемых элементов относительно рабочей зоны станка;

– температурные деформации базовых и других деталей и узлов станка, что приводит к относительному линейному смещению узлов станка, несущих заготовку и режущий инструмент, а также к их угловым поворотам.

Роль учета конструктивного и компоновочного критерия в формировании упругих деформаций инструмента рассмотрена в ряде публикаций. Например, в работах [9–11] предлагаются конструктивные и технологические решения, обеспечивающие повышение жесткости инструментальных систем, в том числе при применении автоматической смены режущих инструментов. Авторами [12; 13] повышение точности обработки предлагается за счет снижения упругих деформаций инструмента, проанализированных на основе разработанных математических моделей. В [14–16] представлены методики расчета упругих параметров узлов, несущих инструментальные системы (резцедержатели, ползуны, суппорты), позволяющие с достаточной точностью определить конструктивные параметры указанных узлов на стадии их проектирования. Работы [17; 18] содержат методы, математические модели, алгоритмы и программы рационального оснащения, автоматизированного управления и многопараметрического контроля инструментальных систем на многоцелевых станках на этапе технологической подготовки производства.

Формирование составляющей точностного компоновочного критерия, обусловленной упругой деформацией шпинделя, легко решается в случае отсутствия других радиальных сил, кроме составляющих силы резания, действующих на тело шпинделя. Такие условия возникают, если на шпиндель крутящий момент передается через разгруженную конструкцию шкива ременной передачи и муфту или при использовании моторшпинделя. В этом случае направление вектора упругой деформации шпинделя в зоне резания определяется направлением действия силы (сил) резания, а его величина зависит только от конструкции тела шпинделя, компоновочного решения опор шпинделя и величин предварительных натягов в подшипниках.

Однако в ряде токарных станков с ЧПУ передача крутящего момента на шпиндель осуществляется с помощью зубчатой передачи, входящей в состав коробки скоростей, расположенной в ШУ, или являющейся частью переборной группы. Такие конструкции привода могут использоваться в случае недостаточного диапазона регулирования, получаемого с помощью асинхронного двигателя с частотным регулированием. При этом вектор упругой деформации шпинделя в зоне резания определяется действием двух силовых факторов: сил в зубчатом зацеплении и сил (силы) резания, взаимное положение которых вследствие возможных конструктивных и компоновочных решений может быть произвольным. В связи с этим рассмотрение формирования составляющей точностного компоновочного критерия, обусловленного упругой деформацией шпинделя, для указанных конструктивных решений ШУ и выбор на его основе оптимальной компоновочной схемы станка является необходимым условием повышения качества оборудования.

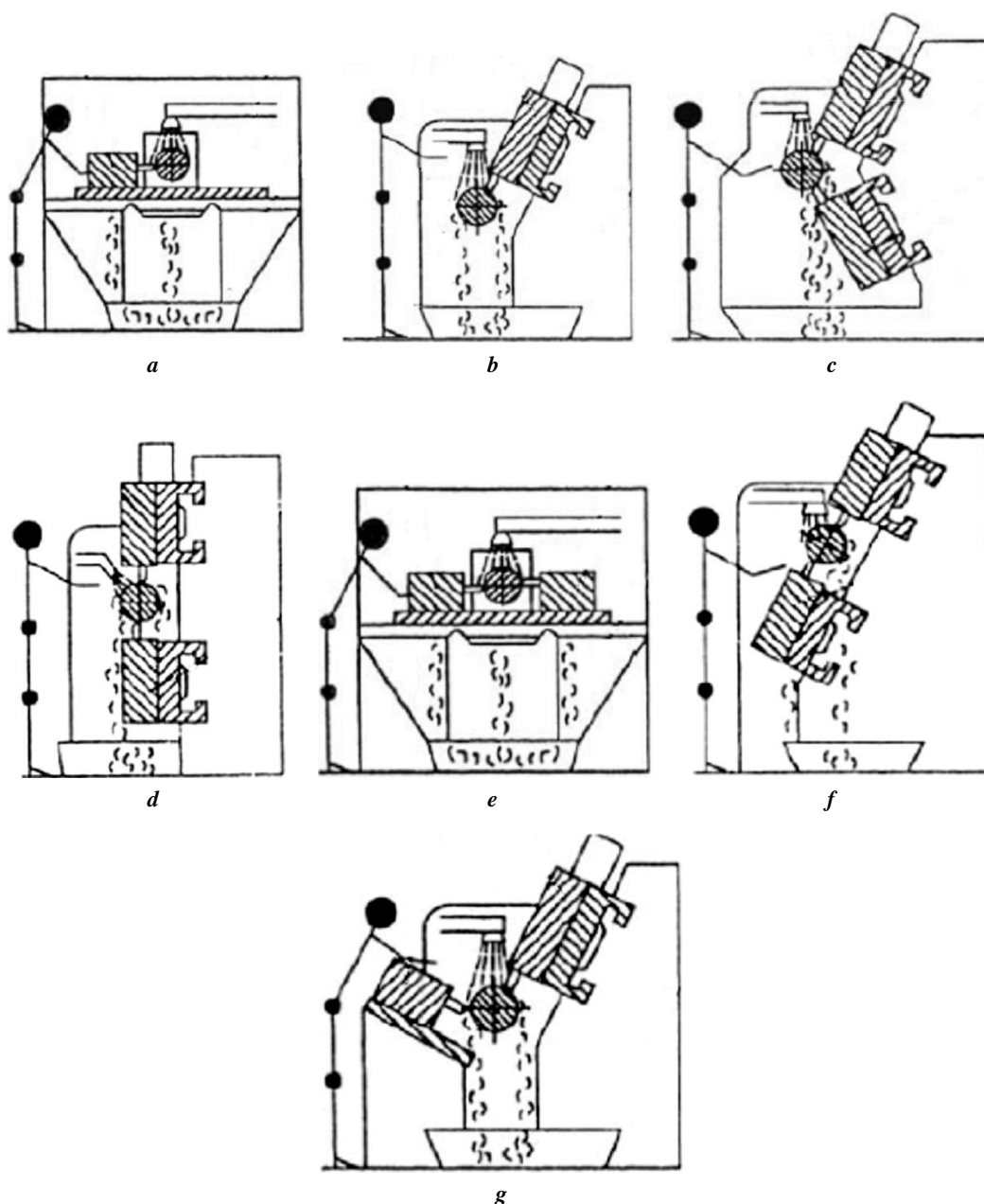


Рис. 1. Варианты компоновок токарных станков с ЧПУ:
a, b – одноопорная; *c-g* – двухопорная
Fig. 1. Layout options for CNC lathes:
a, b – single caliper; *c-g* – double caliper

Цель исследования – разработка методики выбора компоновочного решения для токарных станков с ЧПУ, учитывающей произвольное расположение зоны резания и наличие силовых факторов, связанных с конструкцией и компоновкой шпиндельного узла.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

Предлагаемая методика исследований предполагает с учетом анализа тенденций развития современного металлорежущего оборудования сведение многокритериальной задачи выбора компоновки к однокритериальной и принятие в качестве основного компоновочного критерия точностного, который оценивается век-

тором упругой деформации шпинделя и инструмента в зоне резания.

Если за целевую функцию точностного компоновочного критерия принять минимальные взаимные смещения оси шпинделя и инструмента в плоскости, проходящей через вершину инструмента перпендикулярно оси шпинделя, то в качестве силовых факторов, оценивающих целевую функцию, следует учесть силу резания и силы, действующие на шпиндель от приводного элемента (зубчатой передачи).

В общем случае радиальное упругое перемещение шпинделя в точке приложения силы резания складывается из следующих составляющих: δ_1 – деформации тела шпинделя под действием силы Q на приводном

элементе; δ_2 – перемещения, вызванные упругой деформацией опор от силы Q ; δ_3 – деформации тела шпинделя под действием силы резания P ; δ_4 – перемещений, вызванных упругой деформацией опор от силы резания P :

$$\bar{\delta} = \bar{\delta}_1 + \bar{\delta}_2 + \bar{\delta}_3 + \bar{\delta}_4.$$

Поскольку точность на токарном станке определяется в основном взаимным смещением инструмента и детали в радиальном направлении, то будем рассматривать перемещения переднего конца шпинделя в плоскости, проходящей через радиальную составляющую силы резания и ось шпинделя:

$$\delta_r = \delta_{1r} + \delta_{2r} + \delta_{3r} + \delta_{4r},$$

где δ_{1r} , δ_{2r} , δ_{3r} , δ_{4r} – перемещения шпинделя по оси ox от проекций сил Q и P на ось ox (рис. 2).

Проекция силы Q на ось ox находится с учетом углов α и β , определяющих расположение переборного вала и зоны резания (рис. 2):

$$Q_r = \frac{2000 M_{кр}}{mz \cos\left(\frac{\pi}{9}\right)} \cos\left(\frac{11\pi}{18} + \alpha - \beta\right),$$

где $M_{кр}$ – крутящий момент на шпинделе, Н·м;
 z – число зубьев приводной шестерни;
 m – модуль приводной шестерни, мм.

Упругие перемещения шпинделя в направлении действия радиальной составляющей силы резания, вызванные деформацией тела шпинделя под действием сил Q_r и P_r :

$$\delta_{1r} = \frac{Q_r(2l-b)}{6EI} ab(l-b);$$

$$\delta_{3r} = \frac{P_r(l+a)}{3EI} a^2,$$

где a – длина вылета переднего конца шпинделя;
 b – расстояние от передней опоры до приводной шестерни;

$$P_r = \frac{1000 M_{кр}}{D_{обр}};$$

$D_{обр}$ – диаметр обработки, мм;
 E – модуль упругости ($E=2 \cdot 10^5$ Н/мм²);
 I – момент инерции, мм⁴.

Для кольцевого сечения момент инерции

$$I = \frac{\pi D_{cp}^4}{64} \left(1 - \frac{d_{cp}^4}{D_{cp}^4}\right) \approx 0,05 D_{cp}^4 (1 - k^4),$$

где D_{cp} – расчетный наружный диаметр шпинделя;
 d_{cp} – расчетный внутренний диаметр шпинделя;
 $k = \frac{d_{cp}}{D_{cp}}$ (для вала без отверстия $k=0$).

Расчетные диаметры шпинделя D_{cp} и d_{cp} определяются по зависимостям:

$$D_{cp} = \frac{\sum D_i l_i}{\sum l_i}; \quad d_{cp} = \frac{\sum d_i l_i}{\sum l_i},$$

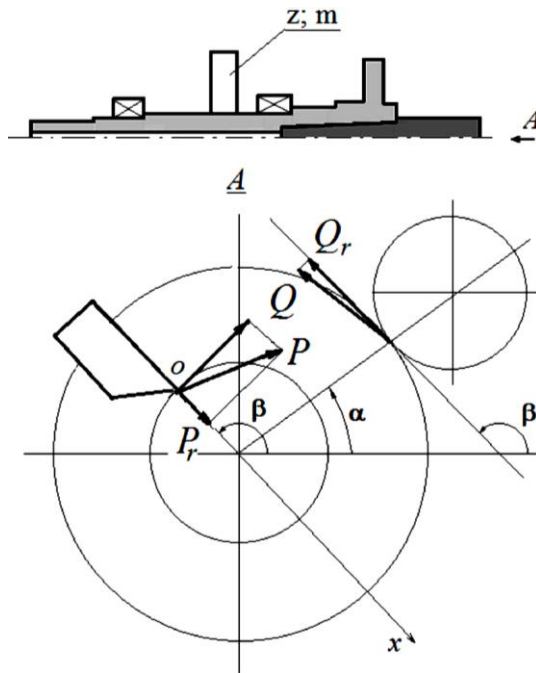


Рис. 2. Схема приведения сил Q и P к одной плоскости
 Fig. 2. The scheme of reduction of Q and P forces to the same plane

где i – индекс (номер) участка шпинделя с постоянным моментом инерции сечения;
 D_i и d_i – наружный и внутренний диаметры i -х участков шпинделя соответственно;
 l_i – длина i -го участка шпинделя.

Для определения δ_{2r} и δ_{4r} найдем реакции опор A (передней) и B (задней) из равенств нулю суммы моментов сил относительно точек (опор) A и B :

$$R_A = \frac{P_r(a+l) - Q_r(l-b)}{l}; R_B = \frac{P_r a + Q_r b}{l},$$

где l – длина межопорного участка шпинделя.

Тогда упругие деформации опор

$$\delta_A = \frac{R_A}{j_A}; \delta_B = \frac{R_B}{j_B},$$

где j_A и j_B – радиальная жесткость опор [19], и

$$\delta_{2r} + \delta_{4r} = \frac{a(\delta_A + \delta_B) + \delta_A l}{l}.$$

При выборе компоновки для прецизионных станков при определении радиальной жесткости опор следует учесть анизотропию жесткости отверстия корпуса под переднюю опору шпинделя [20; 21].

Как следует из рассмотренных выше вариантов компоновок токарных станков с ЧПУ (рис. 1), приложение силы резания при выборе компоновочного решения возможно в любой точке по окружности заготовки. Будем считать также, что расположение переборного вала относительно шпинделя также не имеет ограниче-

ний. Таким образом, переменными проектными параметрами (ППП) при нахождении оптимальной компоновки являются углы α и β . Наилучшей считается компоновка станка с минимальным значением величины $|\delta|$.

Существует большое число методов решения однокритериальных многопараметрических задач с ограничениями [5], основанных в первую очередь на определении градиентов и вычислении производных. Альтернативным является использование метода сканирования (полного перебора), когда осуществляется зондирование всего пространства ППП (определение характера (минимума или максимума) функции путем определения ее значений в ряде точек).

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Как отмечается в работе [22], в настоящее время для токарных станков с ЧПУ используют пять типовых компоновок ШУ, отличающихся типом подшипников опор (таблица 1).

Рассмотрим апробацию методики выбора компоновки токарного станка на основе точностного компоновочного критерия, взяв за основу конструкцию и основные размеры шпиндельной бабки токарного станка среднего типоразмера мод. 16Б16Т1 производства «Средневожского станкостроительного завода» (г. Самара), имеющей в своем составе переборную группу (рис. 3).

В таблице 2 приведены параметры подшипников опор, используемые при расчете радиальной жесткости, для рассматриваемых типовых компоновок ШУ.

Выбор оптимальной компоновки производился зондированием ППП, в качестве которых принимались углы α и β , изменяющиеся в диапазоне от 0 до 2π . Шаг

Таблица 1. Типовые компоновки опор шпиндельных узлов токарных станков с ЧПУ
 Table 1. Typical layouts of supports for spindle assemblies of CNC lathes

Номер компоновки	Типовые компоновки ШУ	Области применения
1		Средние и тяжелые токарные станки
2		Легкие и средние токарные станки
3		
4		Скоростные легкие и средние токарные станки
5		

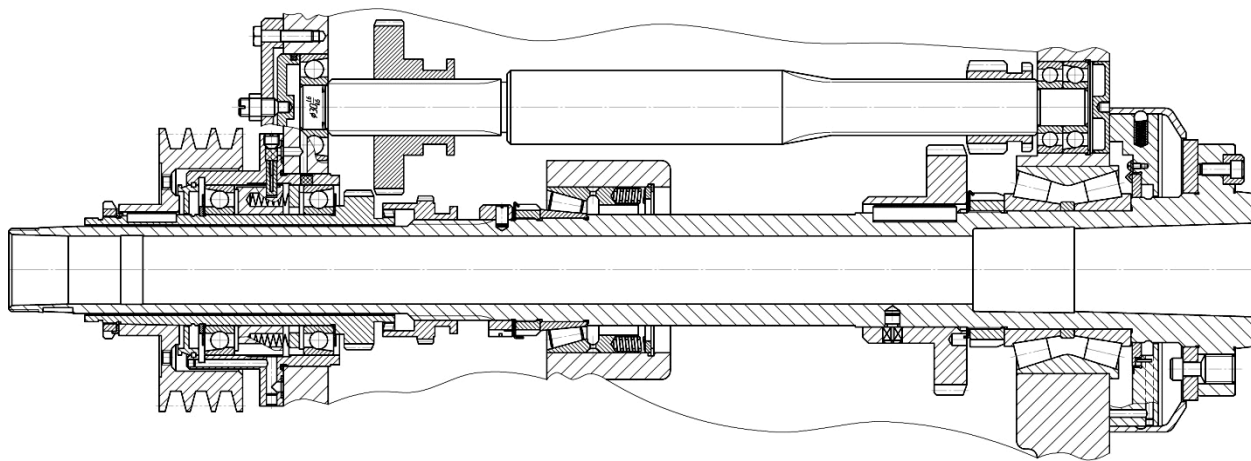


Рис. 3. Конструкция шпиндельного узла токарного станка мод. 16B16T1
 Fig. 3. The design of a spindle assembly of the mod. 16B16T1 lathe

Таблица 2. Параметры подшипников шпиндельных опор
 Table 2. Parameters of spindle bearings

Номер компоновки опор	Передняя опора (d=80 мм)							Задняя опора (d=70 мм)						
	Подшипник	D, мм	B, мм	α, град	z	D _T , мм	l, мм	Подшипник	D, мм	B, мм	α, град	z	D _T , мм	l, мм
1	97516	140	80	15	19	14,7	23,4	17814	120	32	14	17	14,2	17,4
2	7216	140	32	16	20	14,2	17,4	17814	120	32	14	17	14,2	17,4
3	3182116	125	34	–	26×2	–	10	3182114	110	30	–	25×2	–	9
	178816	125	54	60	–	9,525	–							
4	36216	140	26	12	15	19,05	–	3182114	110	30	–	25×2	–	9
	46216	125	22	26	15	19,05	–							
5	36216	140	26	12	15	19,05	–	36214	125	24	12	15	17,46	–
	46216	125	22	26	15	19,05	–	46214	110	20	26	15	17,46	–

зондирования – $\pi/16$ ($11,25^\circ$), т. е. зондирование проводилось в 32^2 точках. В результате зондирования с использованием пакета Mathcad были получены значения $|\delta|$.

Из графика, приведенного на рис. 4 для варианта компоновки опор ШУ № 1, видно, что на пространстве ППП имеются две зоны с минимальными значениями $|\delta|$.

Как показали исследования, зондирование с указанным шагом не дает оптимального решения, а определяет возможную зону варьирования ППП, для которой значение $|\delta|_{\min}$ не меняется. Возможность такого решения отмечается и в работе [3]. На рис. 5, где i и j – номера шагов зондирования по соответствующему ППП:

$$\alpha_i = \frac{\pi \cdot i}{16}; \beta_j = \frac{\pi \cdot j}{16}, \text{ указанные зоны затемнены.}$$

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Границы зон с минимальными значениями $|\delta|$, по которым построены графики на рис. 5, и значения $|\delta|_{\min}$ для типовых компоновок подшипников ШУ, указанных в таблице 1, приведены в таблице 3, где $\Delta j = j_2 - j_1 = j_3 - j_4$.

Зондирование пространства ППП с более мелкими шагами (таблица 4) показало, что зона варьирования ППП несколько увеличивается с уменьшением шага при неизменном значении $|\delta|$.

На полученные зоны оптимальных значений углов α и β должны быть наложены ограничения на угол β ($\Delta j_{\text{ис}}$), связанные с минимизацией упругих деформаций инструментальной системы, складывающиеся из упругих деформаций инструмента и деформаций в соединениях

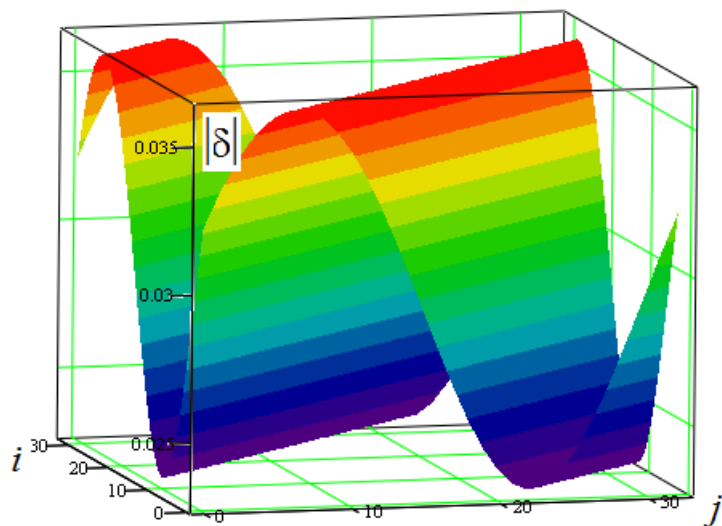


Рис. 4. Значения $|\delta|$ при варьировании параметров α и β для схемы компоновки подшипников № 1
 Fig. 4. Values $|\delta|$ when varying α and β parameters for bearing arrangement No. 1

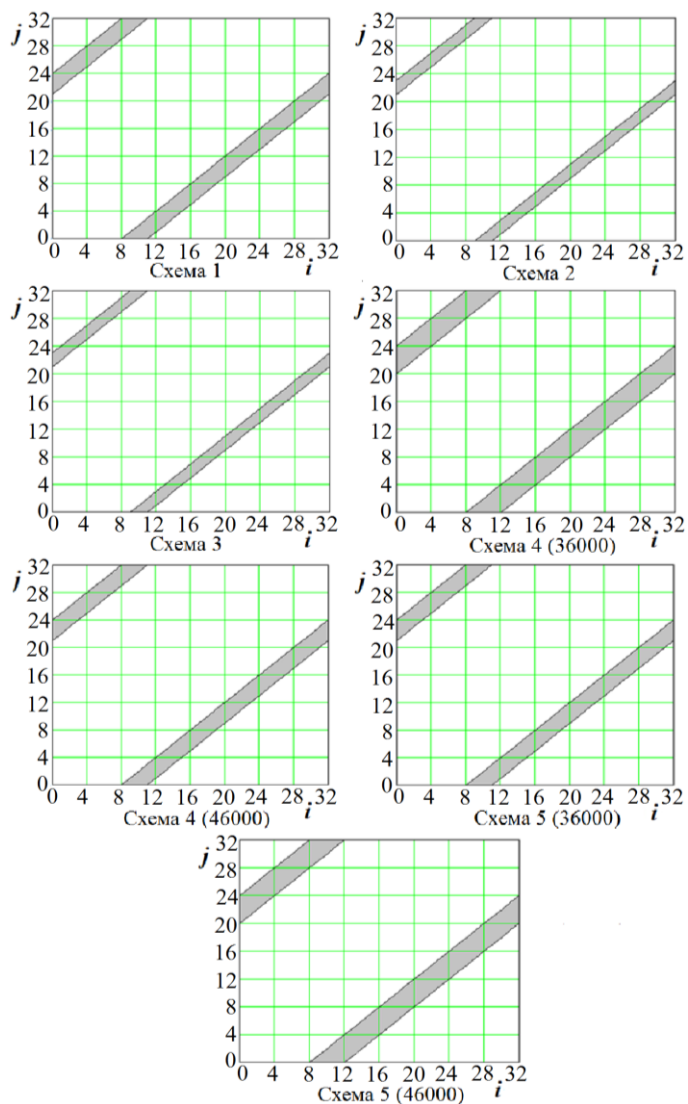


Рис. 5. Зоны варьирования параметров α и β для получения оптимальной компоновки (при нулевом зазоре в подшипниках)
 Fig. 5. Variation zones of α and β parameters to obtain an optimal layout (with zero clearance in bearings)

Таблица 3. Границы зон с минимальными значениями $|\delta|$
 Table 3. Zone boundaries with minimum values of $|\delta|$

Номер компоновки опор ШУ	$ \delta _{\min}$, мм	Δj	Зависимости, определяющие зоны варьирования ППП			
			$j_1=i+21$	$j_2=i+24$	$j_3=i-11$	$j_4=i-8$
1	0,023	3	$j_1=i+21$	$j_2=i+24$	$j_3=i-11$	$j_4=i-8$
2	0,039	2	$j_1=i+21$	$j_2=i+23$	$j_3=i-11$	$j_4=i-9$
3	0,025	2	$j_1=i+21$	$j_2=i+23$	$j_3=i-11$	$j_4=i-9$
4 (с подш. 36000)	0,018	4	$j_1=i+20$	$j_2=i+24$	$j_3=i-12$	$j_4=i-8$
4 (с подш. 46000)	0,019	3	$j_1=i+21$	$j_2=i+24$	$j_3=i-11$	$j_4=i-8$
5 (с подш. 36000)	0,016	3	$j_1=i+21$	$j_2=i+24$	$j_3=i-11$	$j_4=i-8$
5 (с подш. 46000)	0,018	4	$j_1=i+20$	$j_2=i+24$	$j_3=i-12$	$j_4=i-8$

Примечание. Значения j_1, j_2, j_3, j_4 должны выбираться из диапазона от 0 до 32.

Note. j_1, j_2, j_3, j_4 values should be selected from the range between 0 and 32.

Таблица 4. Влияние шага зондирования для схемы компоновки подшипников № 1
 Table 4. The influence of probing pitch for bearing arrangement No. 1

	Шаг зондирования, рад			
	$\pi/16$	$\pi/32$	$\pi/64$	$\pi/128$
Количество точек зондирования	32^2	64^2	128^2	256^2
$ \delta _{\min}$, мм	0,023	0,023	0,023	0,023
Δj	3	7	14	30
$\Delta\beta$, град	33,75	39,38	39,38	42,19

элементов суппортной группы, определяемые с учетом ее конструкции (рис. 6).

На основании полученных зон варьирования ППП (рис. 5, таблица 3) выбор оптимальной компоновки станка по точностному компоновочному критерию осуществляется следующим образом.

1. В соответствии с требуемым значением $|\delta|$ выбирается схема компоновки подшипников опор шпинделя и назначаются предварительные натяги в подшипниках.

2. Строится график $j=f(i)$ при шаге варьирования ППП, равном $\pi/16$.

3. Накладывается ограничение $\Delta j_{\text{ис}}$ (рис. 6 а).

4. С учетом возможных конструктивных решений выбирается расположение приводной шестерни и угол α (параметр i) и оценивается допустимое варьирование значения угла β (параметр Δj) (рис. 6 а).

5. Оптимальная компоновка (оптимальное расположение зоны резания – угол β) определяется выбором точки на выделенной линии в пределах Δj .

6. Если полученные значения углов α и β противостоят другим компоновочным критериям, то значения ППП могут быть определены выбором оптимальной

точки в выделенных зонах левее или правее построенной линии для Δj (рис. 6 б). В случае недостаточности выделенных возможных зон варьирования углов α и β расчет повторяется с п. 2 при уменьшенном шаге варьирования ППП.

ВЫВОДЫ

1. С использованием основных положений оптимального проектирования предложена методика выбора компоновочного решения для токарных станков с ЧПУ, когда передача крутящего момента на шпиндель осуществляется с помощью зубчатой передачи, входящей в состав коробки скоростей, расположенной в шпиндельном узле, или являющейся частью переборной группы.

2. Обосновано, что методом решения многокритериальной оптимизационной компоновочной задачи может являться ее сведение к однокритериальной, когда в качестве критерия используется точность положения шпинделя под действием силовых факторов, а остальные критерии формируют критериальные ограничения.

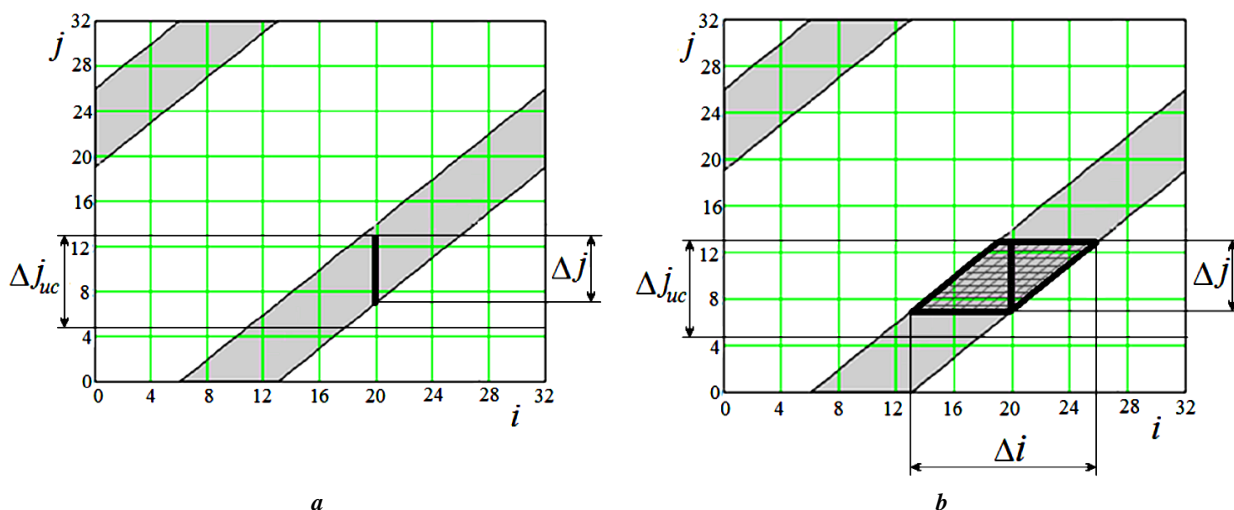


Рис. 6. Определение области оптимальных значений углов α и β :
a – область оптимальных значений угла β при фиксированном параметре i ;
b – расширенная область оптимальных значений углов α и β
Fig. 6. Determination of an area of optimal values of angles α and β :
a – the area of optimal values of angle β at a fixed parameter i ;
b – the extended area of optimal values of angles α and β

3. При двух проектных переменных параметрах показана эффективность метода сканирования (полного перебора), в результате использования которого получены области оптимальных значений углов α и β , определяющих расположение передприводной шестерни шпинделя и суппортной группы токарного станка.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Кульга К.С., Асбапов Э.Р., Китаев А.А., Кривошеев И.А. Автоматизированное проектирование компоновок металлорежущих станков с ЧПУ с помощью CAD/CAE-систем // Вестник МГТУ Станкин. 2019. № 2. С. 63–68.
2. Лехмус М.Ю., Фецак С.И., Амиров Р.Ф. Структурный синтез компоновок металлорежущих станков // СТИН. 2016. № 10. С. 1–4.
3. Акмаев О.К., Еникеев Б.А. Расширение технологических возможностей многоцелевого станка токарной группы // Вестник Уфимского государственного авиационного технического университета. 2012. Т. 16. № 4. С. 18–23.
4. Хусаинов Р.М., Зиангирова Э.Р., Лозинский В.В. Моделирование показателей точности технологической системы обработки резанием // Металлообработка. 2020. № 3. С. 11–18.
5. Белоусов В.Е., Гайдук А.В., Золотарев В.Н. К проблеме решения задач многокритериальной оптимизации // Системы управления и информационные технологии. 2006. № 3. С. 34–41.
6. Misyurin S., Kreynin G., Nelyubin A., Nosova N. Multicriteria Optimization of a Dynamic System by Methods of the Theories of Similarity and Criteria Importance // Mathematics. 2021. Vol. 9. № 22. Article number 2854. DOI: [10.3390/math9222854](https://doi.org/10.3390/math9222854).
7. Moumen S., Ouhimmou S. New multiobjective optimization algorithm using NBI-SASP approaches for mechanical structural problems // International Journal for Simulation and Multidisciplinary Design Optimization. 2022. Vol. 13. Article number 4. DOI: [10.1051/smdo/2021037](https://doi.org/10.1051/smdo/2021037).
8. Tong V.-C., Hwang J., Shim J., Oh J.-S., Hong S.-W. Multi-objective Optimization of Machine Tool Spindle-Bearing System // International Journal of Precision Engineering and Manufacturing. 2020. Vol. 21. № 10. P. 1885–1902. DOI: [10.1007/s12541-020-00389-7](https://doi.org/10.1007/s12541-020-00389-7).
9. Пини Б.Е., Зиновьев Д.А. Моделирование жесткости инструментальных систем станков для определения их влияния на точность обработки деталей // Известия МГТУ МАМИ. 2008. № 2. С. 129–135.
10. Стародубов В.С. Автоматическая смена режущих инструментов на металлорежущих станках с ЧПУ на основе применения револьверных головок // Известия высших учебных заведений. Машиностроение. 2012. № 5. С. 31–36.
11. Алехин А.Г., Крылов Е.Г., Сердобинцев Ю.П. Повышение контактной жесткости крепления хвостового режущего инструмента // СТИН. 2015. № 5. С. 7–11.
12. Заковоротный В.Л., Фам Д.Т., Нгуен С.Т. Моделирование деформационных смещений инструмента относительно заготовки при точении // Вестник Донского государственного технического университета. 2010. Т. 10. № 7. С. 1005–1015.
13. Lin Z., Tian W., Zhang D., Gao W., Wang L. A mapping model between the workpiece geometric tolerance and the end pose error of CNC machine tool considering structure distortion of cutting process system // Advances in Mechanical Engineering. 2021. Vol. 13. № 3. P. 1–14. DOI: [10.1177/16878140211004771](https://doi.org/10.1177/16878140211004771).
14. Довнар С.С., Якимович А.М., Ажар А.В., Кучинская А.А. МКЭ-анализ жесткости суппорта тяжелого токарного станка в статике и динамике // Машиностроение. Минск: Белорусский национальный технический университет, 2018. С. 171–180.

15. Безъязычный В.Ф., Чумак П.В. Алгоритм определения погрешности обработки, обусловленной жесткостью ползуна токарно-карусельного станка // Вестник Рыбинской государственной авиационной технологической академии им. П.А. Соловьева. 2018. № 2. С. 30–35.
 16. Вакуленко С.В. Проектирование и расчет токарного резцедержателя с регулируемым положением центра жесткости // Современные инновационные технологии подготовки инженерных кадров для горной промышленности и транспорта. 2015. № 1. С. 62–72.
 17. Крылов Е.Г., Сердобинцев Ю.П. Повышение эффективности функционирования инструментальных систем автоматизированного станочного оборудования. Старый Оскол: Тонкие наукоёмкие технологии (ТНТ), 2018. 316 с.
 18. Перепелкин Ю.К., Гилица В.Е., Московкин В.А. Расчет погрешности от упругих деформаций в условиях комплексной автоматизации // Главный механик. 2019. № 5. С. 41–49.
 19. Li Y., Cao H., Zhu Y. Study on nonlinear stiffness of rolling ball bearing under varied operating conditions // 2013 IEEE International Symposium on Assembly and Manufacturing (ISAM). 2013. P. 8–11. DOI: [10.1109/ISAM.2013.6643509](https://doi.org/10.1109/ISAM.2013.6643509).
 20. Денисенко А.Ф., Якимов М.В., Борисова К.Р. Анизотропия радиальной жесткости расточки корпуса под опоры шпинделя токарного станка // Вестник Брянского государственного технического университета. 2021. № 5. С. 23–31. DOI: [10.30987/1999-8775-2021-5-23-31](https://doi.org/10.30987/1999-8775-2021-5-23-31).
 21. Денисенко А.Ф., Якимов М.В. Учет анизотропии упругих свойств передней опоры шпиндельного узла токарного станка при изготовлении деталей приборов // Вестник Самарского государственного технического университета. Серия: Технические науки. 2015. № 3. С. 91–99.
 22. Зверев И.А. Современное состояние и перспективы развития высокоскоростных шпиндельных узлов металлорежущих станков // Станкоинструмент. 2016. № 4. С. 62–69.
- REFERENCES**
1. Kulga K.S., Asbapov E.R., Kitaev A.A., Krivosheev I.A. Automated design of CNC machine tools using CAD/CAE systems. *Vestnik MGTU Stankin*, 2019, no. 2, pp. 63–68.
 2. Lekhmus M.Yu., Fetsak S.I., Amirov R.F. Structural synthesis of machinetool arrangements. *STIN*, 2016, no. 10, pp. 1–4.
 3. Akmaev O.K., Enikeev B.A. The enhancing of technological capabilities of multi-purpose turning group machines. *Vestnik Ufimskogo gosudarstvennogo aviatsionnogo tekhnicheskogo universiteta*, 2012, vol. 16, no. 4, pp. 18–23.
 4. Khusainov R.M., Ziangirova E.R., Lozinskiy V.V. Modeling of accuracy indicators of the technological cutting system. *Metalloobrabotka*, 2020, no. 3, pp. 11–18.
 5. Belousov V.E., Gayduk A.V., Zolotarev V.N. On the problem of solving problems of multicriteria optimization. *Sistemy upravleniya i informatsionnye tekhnologii*, 2006, no. 3, pp. 34–41.
 6. Misyurin S., Kreynin G., Nelyubin A., Nosova N. Multicriteria Optimization of a Dynamic System by Methods of the Theories of Similarity and Criteria Importance. *Mathematics*, 2021, vol. 9, no. 22, article number 2854. DOI: [10.3390/math9222854](https://doi.org/10.3390/math9222854).
 7. Moumen S., Ouhimmou S. New multiobjective optimization algorithm using NBI-SASP approaches for mechanical structural problems. *International Journal for Simulation and Multidisciplinary Design Optimization*, 2022, vol. 13, article number 4. DOI: [10.1051/smdo/2021037](https://doi.org/10.1051/smdo/2021037).
 8. Tong V.-C., Hwang J., Shim J., Oh J.-S., Hong S.-W. Multi-objective Optimization of Machine Tool Spindle-Bearing System. *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing*, 2020, vol. 21, no. 10, pp. 1885–1902. DOI: [10.1007/s12541-020-00389-7](https://doi.org/10.1007/s12541-020-00389-7).
 9. Pini B.E., Zinovev D.A. Simulation of tooling system rigidity for estimation their influence on working accuracy. *Izvestiya MGTU MAMI*, 2008, no. 2, pp. 129–135.
 10. Starodubov V.S. Automatic changing of cutting tools on numerically controlled machine tools on the basis of turrets application. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Mashinostroenie*, 2012, no. 5, pp. 31–36.
 11. Alekhin A.G., Krylov E.G., Serdobintsev Yu.P. Increasing the contact rigidity of the attachment of the tail cutting tool. *STIN*, 2015, no. 5, pp. 7–11.
 12. Zakovorotnyy V.L., Fam D.T., Nguen S.T. Modeling of tool deformation offsetting to workpiece in turning. *Vestnik Donskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta*, 2010, vol. 10, no. 7, pp. 1005–1015.
 13. Lin Z., Tian W., Zhang D., Gao W., Wang L. A mapping model between the workpiece geometric tolerance and the end pose error of CNC machine tool considering structure distortion of cutting process system. *Advances in Mechanical Engineering*, 2021, vol. 13, no. 3, pp. 1–14. DOI: [10.1177/16878140211004771](https://doi.org/10.1177/16878140211004771).
 14. Dovnar S.S., Yakimovich A.M., Azhar A.V., Kuchinskaya A.A. FEM-analysis of the rigidity of a support of a heavy lathe in statics and dynamics. *Mashinostroenie*. Minsk, Belorusskiy natsionalnyy tekhnicheskii universitet Publ., 2018, pp. 171–180.
 15. Bezyazychnyy V.F., Chumak P.V. Algorithm for determining the processing error due to the rigidity of the slider of a lathe-and-boring machine. *Vestnik Rybinskoy gosudarstvennoy aviatsionnoy tekhnologicheskoy akademii im. P.A. Soloveva*, 2018, no. 2, pp. 30–35.
 16. Vakulenko S.V. Design and calculation lathe tool holder with adjustable position of the center of rigidity. *Sovremennye innovatsionnye tekhnologii podgotovki inzhenernykh kadrov dlya gornoy promyshlennosti i transporta*, 2015, no. 1, pp. 62–72.
 17. Krylov E.G., Serdobintsev Yu.P. *Povyshenie effektivnosti funktsio-nirovaniya instrumentalnykh sistem avtomatizirovannogo stanochnogo oborudovaniya* [Improving the efficiency of the functioning of instrumental systems of automated machine equipment]. Staryy Oskol, Tonkie naukoemkie tekhnologii (TNT) Publ., 2018. 316 p.
 18. Perepelkin Yu.K., Giditsa V.E., Moskovkin V.A. Calculation of elastic deformation error in the conditions of

- complex automation. *Glavnyy mekhanik*, 2019, no. 5, pp. 41–49.
19. Li Y., Cao H., Zhu Y. Study on nonlinear stiffness of rolling ball bearing under varied operating conditions. *2013 IEEE International Symposium on Assembly and Manufacturing (ISAM)*, 2013, pp. 8–11. DOI: [10.1109/ISAM.2013.6643509](https://doi.org/10.1109/ISAM.2013.6643509).
20. Denisenko A.F., Yakimov M.V., Borisova K.R. Radial stiffness anisotropy of body boring for lathe spindle bearings. *Vestnik Bryanskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta*, 2021, no. 5, pp. 23–31. DOI: [10.30987/1999-8775-2021-5-23-31](https://doi.org/10.30987/1999-8775-2021-5-23-31).
21. Denisenko A.F., Yakimov M.V. Elastic anisotropy front bearing spindle unit lathes. *Vestnik Samarskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta. Seriya: Tekhnicheskie nauki*, 2015, no. 3, pp. 91–99.
22. Zverev I.A. Modern state and development prospects of highspeed spindle units. *Stankoinstrument*, 2016, no. 4, pp. 62–69.

Optimizing the layout of a CNC lathe

© 2022

Aleksandr F. Denisenko*¹, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, professor of Chair “Mechanical Engineering Technology, Machines and Tools”

Roman G. Grishin², PhD (Engineering), Associate Professor, Head of Chair “Mechanical Engineering Technology, Machines and Tools”

Samara State Technical University, Samara (Russia)

*E-mail: sammortor@yandex.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6393-2831>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4511-9147>

Received 14.03.2022

Accepted 18.05.2022

Abstract: A reasonable choice of machine layout is one of the ways to improve the quality of CNC machines and the result of a comprehensive analysis and consideration of many frequently conflicting requirements: accuracy, design feasibility, processability, productiveness, efficiency, safety, etc. The complexity of the choice of machine layout is associated with their diversity depending on the fact that machines with different designs of assembly units can have the same arrangement and, conversely, lathes with the same designs of main elements can have different layouts. Due to the multiple effects of layout on the accuracy characteristics of a machine, the optimal layout solution choice is the priority problem of machine building. The study covers the development of a technique for selecting a layout solution for the CNC lathes, which considers the random location of cutting zones and the existence of power factors related to the design and layout of a spindle unit. In the developed technique, as a criterion for choosing an optimal arrangement, the authors suggest using an accuracy layout criterion evaluated by the elastic deformations of a spindle in the cutting zone. The study resulted in analytical expressions for an objective function depending on two design variables: angles determining the location of a spindle pre-drive gear and a tool-holding group. The authors note that for the precision lathes when identifying spindle bearing radial stiffness, one should take into account the stiffness anisotropy of a housing bore for the spindle front support. For two specified design variables, the study shows the performance of a scanning method (complete enumeration for 32² points). Using this method and processing with Mathcad software, the authors obtained a possible variation range of values of specified angles for five standard layouts of spindle support bearings and limitations related to the minimization of elastic deformations of the tooling system.

Keywords: machine layout; multicriteria optimization; accuracy layout criterion; spindle assembly; spindle elastic displacement; scanning method.

For citation: Denisenko A.F., Grishin R.G. Optimizing the layout of a CNC lathe. *Frontier Materials & Technologies*, 2022, no. 2, pp. 17–27. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-2-17-27.

Влияние дислокационных и двойниковых структур на механические характеристики сплавов Ni–Mn–Ga на ультразвуковых частотах

© 2022

Каминский Владимир Владимирович^{*1}, аспирант института перспективных систем передачи данных
*Калганов Дмитрий Александрович*², магистрант института перспективных систем передачи данных
*Подлеснов Екатерина*³, аспирант института перспективных систем передачи данных
*Романов Алексей Евгеньевич*⁴, доктор физико-математических наук, профессор,
профессор института перспективных систем передачи данных
Университет ИТМО, Санкт-Петербург (Россия)

*E-mail: kam-vladimiro@yandex.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4388-2459>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1986-3693>

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0520-9407>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3738-408X>

Поступила в редакцию 06.05.2022

Принята к публикации 16.06.2022

Аннотация: Магнитные сплавы с памятью формы являются особым подвидом материалов с эффектом памяти формы. Высокий исследовательский интерес к ним обусловлен явлением магнитодеформации. Так, в одном из наиболее перспективных сплавов на основе Ni–Mn–Ga при помощи магнитного поля возможно добиться изменения размера монокристалла до 10 % за счет переориентации магнитного поля в магнитных доменах. Высокая магнитная деформация напрямую связана с высокой подвижностью двойниковых границ, разделяющих два домена. В настоящей работе методом составного пьезоэлектрического осциллятора на частоте 100 кГц определено влияние дефектов, таких как дислокации и двойниковые границы, на механические характеристики Ni₄₉Mn₃₀Ga₂₁. Исследованы особенности температурных зависимостей внутреннего трения в образцах до и после деформации, построены амплитудные зависимости данных характеристик. В изучаемой мартенситной фазе монокристалла обнаружен фазовый переход из тетрагональной фазы в орторомбическую при 235 К. В тетрагональной фазе Ni–Mn–Ga образование новых дефектов способствует более ярко выраженному и раннему началу амплитудно-зависимого внутреннего трения. При более низких нагрузках проходят последовательные стадии, связанные с процессами движения дислокаций и двойниковых границ внутри облаков Коттрелла, движения дислокаций и двойниковых границ вне облаков Коттрелла и, предположительно, торможения движения границ двойников и дислокаций за счет их взаимодействия. Наряду с внутренним трением исследовано изменение модуля Юнга. Его уменьшение при всех температурах наиболее выражено в образцах с дефектными структурами. Установлено, что в орторомбической фазе зависимость внутреннего трения от амплитуды деформации наблюдается при меньшей нагрузке благодаря увеличению подвижности двойниковых границ с ростом температуры.

Ключевые слова: магнитная память формы; магнитодеформация; модуль Юнга; внутреннее трение; дефекты; дислокации; двойники; Ni–Mn–Ga.

Благодарности: Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 20-32-90195.

Для цитирования: Каминский В.В., Калганов Д.А., Подлеснов Е., Романов А.Е. Влияние дислокационных и двойниковых структур на механические характеристики сплавов Ni–Mn–Ga на ультразвуковых частотах // Frontier Materials & Technologies. 2022. № 2. С. 28–36. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-2-28-36.

ВВЕДЕНИЕ

Особую категорию материалов с эффектом памяти формы составляют сплавы с магнитной памятью формы, в которых наблюдается эффект магнитоиндуцированной переориентации намагниченности доменов. Связанная с этим деформация материалов достигает феноменальных значений – до 10 % [1–3]. Наибольшее распространение благодаря своим уникальным свойствам получили сплавы на основе Ni–Mn–Ga. Причиной эффекта магнитной памяти формы в них является особая подвижность двойниковых границ, которые, в свою очередь, являются стенками магнитных доменов. Движение двойниковых границ – основной механизм маг-

нитной деформации. При приложении магнитного поля энергетически предпочтительны те варианты двойников, которые имеют ось легкого намагничивания вдоль направления поля. Эти варианты растут под действием поля за счет неблагоприятно ориентированных, что приводит к гигантской магнитной деформации. Такой эффект также был назван «магнитно-индуцированной переориентацией», потому что варианты различаются кристаллографической ориентацией, и поэтому значительное количество материала меняет свою кристаллографическую ориентацию во время этого процесса [3].

Высокая магнитная деформация напрямую связана с высокой подвижностью двойниковых границ, разделяющих два домена. В связи с этим возникает

потребность в исследовании механизмов, определяющих этот процесс. Ранее влияние двойников a/b и a/c на механические характеристики, такие как модуль Юнга и внутреннее трение (ВТ), было изучено для $Ni_{50,2}Mn_{28,3}Ga_{21,5}$ [4]. Двойники делятся на a/b и a/c в соответствии с осями элементарной ячейки в исследуемом материале [5]. Установлено, что сверхвысокое затухание и низкий модуль Юнга в направлении [100] обусловлены колебательным движением благоприятно ориентированных a/b -двойников [4]. В работе [6] с более сложным набором двойников в $Ni_{50,2}Mn_{28,3}Ga_{21,5}$ особенности этих взаимодействий были определены детально. Выяснилось, что часть двойниковых структур типа a/c фиксируется облаками Коттрелла, а другая свободна от пиннинга. Было показано, что анизотропия теплового расширения приводит к перемещению границ двойников a/c при колебаниях температуры. В широком диапазоне температур система двойников a/b находится в сильно неравновесном состоянии.

Цель исследования – рассмотрение влияния деформации с образованием новых двойниковых структур и дислокаций на механические свойства в образцах $Ni_{49}Mn_{30}Ga_{21}$.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Исследование основано на методе пьезоэлектрического составного осциллятора [7]. Используя этот метод, можно получить температурные и амплитудные зависимости продольного модуля упругости – модуля Юнга E и внутреннего трения δ в широком температурном диапазоне. Эти значения измеряются одновременно и характеризуют различные процессы, протекающие в материале, в том числе на наноуровне. К кварцевому резонатору прикладывается переменное электрическое напряжение заданной амплитуды, заставляющее его колебаться за счет пьезоэлектрического эффекта. Это колебание переносится на исследуемый образец. Измерения возможны только при образовании стоячей волны в системе «кварц – образец». Величина затухания колебаний в образце определяет внутреннее трение, в то время как изменения частоты соответствуют эффективным значениям модуля Юнга [8]. Модуль Юнга рассчитывается исходя из частоты резонансных колебаний f , плотности образца ρ и его длины l :

$$E = 4\rho f^2 l^2.$$

Внутреннее трение представляет собой отношение между энергией, рассеиваемой в цикле колебаний ΔW , и максимальной накопленной упругой энергией W :

$$\delta \propto \frac{\Delta W}{W}.$$

Следует более подробно остановиться на основных стадиях зависимости ВТ от амплитуды колебаний. В нашей работе мы разделяем амплитудно-независимое внутреннее трение (АНВТ) и амплитудно-зависимое внутреннее трение (АЗВТ). АНВТ – это первая стадия внутреннего трения, при которой ВТ не меняется при изменении амплитуды. АЗВТ является второй стадией

внутреннего трения, в которой ВТ изменяется с амплитудой. Нередко при АЗВТ изменяется и модуль Юнга, появляется такая характеристика, как дефект модуля Юнга, определяемый из соотношения

$$\Delta E = \frac{(E_i - E(\epsilon))}{E_i},$$

где E_i – модуль упругости на амплитудно-независимой стадии;

$E(\epsilon)$ – модуль упругости на амплитудно-зависимой стадии;

ϵ – амплитуда деформации образца.

В настоящей работе исследовались монокристаллы состава $Ni_{49}Mn_{30}Ga_{21}$, полученные методом Бриджмена с последующей термообработкой. Образцы для акустических измерений имели прямоугольное сечение и соответствующую условию резонанса длину. Линейные размеры образцов приблизительно равнялись $8,4 \times 1,8 \times 1,1$ мм³. Резонансные колебания возбуждались в направлении [100]. Для решения поставленных задач часть образцов подвергалась механической деформации с образованием двойников различного типа, наличие которых подтверждалось методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Механическая деформация монокристаллических образцов с образованием двойников осуществлялась приложением нагрузки вдоль кристаллографического направления [100] с использованием прессы при давлении около 2 МПа. Для исследований образцов методом составного пьезоэлектрического осциллятора в различных фазовых состояниях использовались значения температур фазовых переходов, полученные для данных образцов ранее в [2] методом спектроскопии импеданса.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

На рис. 1 а представлена температурная зависимость модуля Юнга. После деформации модуль упругости уменьшается. При комнатной температуре модуль Юнга до деформации составлял $E=20$ ГПа, после – $E=14$ ГПа. При низких температурах разница между модулем Юнга в образцах до и после деформации не существенна ($E \approx 42$ ГПа) и отличается на величину не более погрешности измерения.

Средние значения для АЗВТ после деформации выше, чем до нее (рис. 1 б). Это изменение менее выражено при низких температурах. Перегиб кривой модуля Юнга и плавный пик ВТ, наблюдаемый при 235 К, указывает на фазовый переход в тетрагональную фазу. Дополнительно на графике отмечено АНВТ при трех температурах. На температурных зависимостях у образца до деформации также наблюдается перегиб кривой модуля Юнга (рис. 1 а) и пик ВТ около 181 К.

Деформация кристалла приводила к образованию различных типов двойников. Эти двойники либо имели вид строгой периодичной структуры (рис. 2 а), либо были разориентированы под небольшими углами (рис. 2 б). Расстояние между двойниковыми границами в множественно сдвойникованном кристалле находилось в диапазоне от 10 до 60 мкм (рис. 2 а). Такая структура распространялась на всю ширину образца – 1,8 мм.

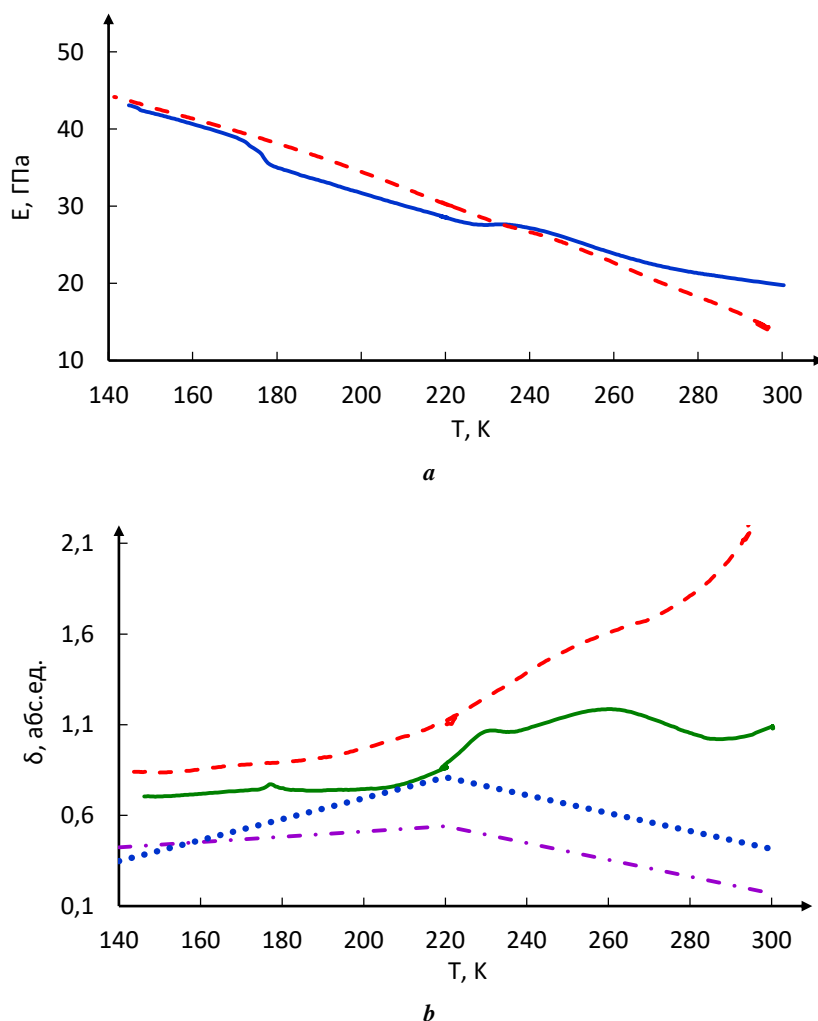


Рис. 1. Температурные зависимости параметров исследуемых образцов:
a – модуль Юнга до деформации (сплошная линия) и после деформации (пунктирная линия);
b – внутреннее трение: амплитудно-зависимая часть до деформации (штрихованная линия);
 амплитудно-зависимая часть после деформации (сплошная линия);
 уровень амплитудно-независимого внутреннего трения, указанный по измерениям
 в точках 140 К, 220 К и 300 К до деформации (точечная линия);
 уровень амплитудно-независимого внутреннего трения, указанный по измерениям
 в точках 140 К, 220 К и 300 К после деформации (штрихпунктирная линия)

Fig. 1. Temperature dependences of the studied samples parameters:
a – Young's modulus before deformation (a solid line) and after deformation (a dashed line);
b – internal friction: an amplitude-dependent part before deformation (a hatched line);
 an amplitude-dependent part after deformation (a solid line);
 the level of amplitude-independent internal friction specified according to the measurements
 at the points 140 K, 220 K and 300 K before deformation (a dotted line);
 the level of amplitude-independent internal friction specified according to the measurements
 at the points 140 K, 220 K and 300 K after deformation (a dash-dotted line)

На рис. 3 а представлены амплитудные зависимости внутреннего трения. После деформации амплитудно-зависимая часть внутреннего трения проявляется при меньших амплитудах. Величина и наклон АЗВТ после деформации увеличиваются, гистерезис остается неизменным и обратимым. Фоновое внутреннее трение увеличивается с ростом температуры для всех зависимостей. После деформации появляется АЗВТ с амплитудой $1,41 \cdot 10^{-6}$ при 220 К и $1,37 \cdot 10^{-6}$ при 140 К. До деформации АЗВТ появляется при $3,27 \cdot 10^{-6}$ при 220 К и $2,26 \cdot 10^{-6}$ при 140 К. При 140 К

амплитуда роста выше более чем в 1,5 раза, а при 220 К – почти в 2,5 раза. С повышением температуры амплитудно-зависимая часть сдвигается в область больших амплитуд. При 300 К наблюдается более ранняя стадия АЗВТ (рис. 3 б).

Кривая АЗВТ может быть подразделена на три части. Особенно хорошо это заметно на образцах после деформации (рис. 3 а). Первая часть – малоамплитудная – обозначена сплошной линией, вторая – среднеамплитудная – штриховой, третья – высокоамплитудная – штрихпунктирной.

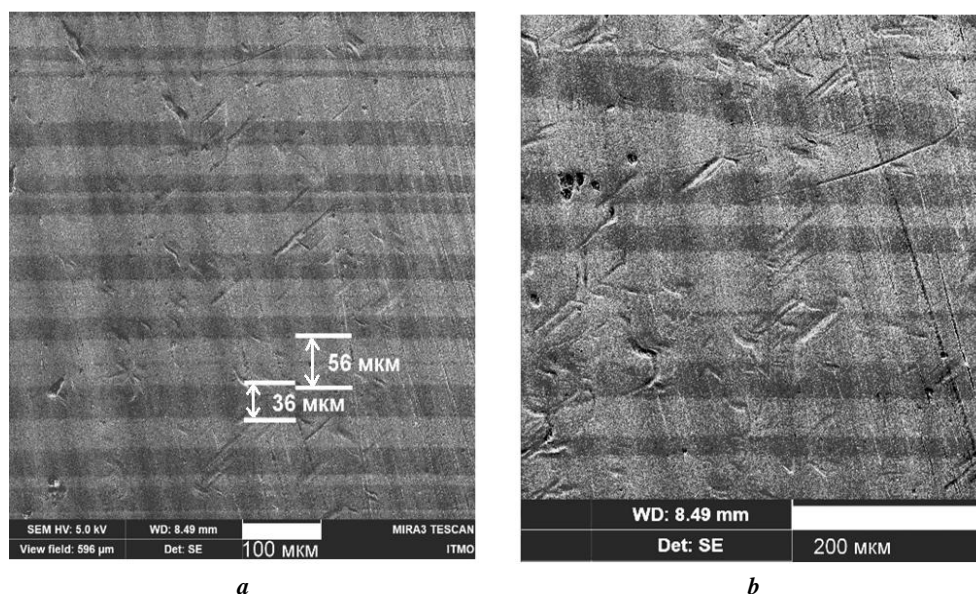


Рис. 2. Изображения поверхности исследуемых образцов, полученные методом сканирующей электронной микроскопии. Периодическая структура двойников, образовавшихся после деформации:

a – строгая параллельная (отмечены характерные расстояния между внешними и внутренними границами двойников);
b – частично разориентированная

Fig. 2. The images of the samples' surface produced by the scanning electron microscopy method.

The periodic structure of twins formed after deformation:

a – strong parallel (typical distances between the external and internal twin boundaries are indicated);
b – partially disordered

Как можно видеть (рис. 3 а), после деформации данные стадии становятся ярко выраженными и появляются при более низкой амплитуде, что подтверждается на серии образцов.

На рис. 4 представлены амплитудные зависимости дефекта модуля Юнга до и после деформации. В образцах после деформации соответствующие величины возрастают вдвое при 140 К и чуть менее чем в 5 раз при 220 К. При более высокой температуре 300 К после деформации также видно увеличение дефекта модуля Юнга и увеличение микропластической деформации.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Определено влияние дислокаций и двойниковых структур на механические характеристики мартенситной фазы $\text{Ni}_{49}\text{Mn}_{30}\text{Ga}_{21}$. Обнаружено уменьшение упругих характеристик в материале после деформации при комнатной температуре с одновременным увеличением АЗВТ. В данном случае пластическая деформация увеличивает плотность дефектных структур, таких как двойники и дислокации. Данные изменения в модуле Юнга и ВТ проявляются во многих материалах [9; 10]. Однако влияние двойников на механические характеристики сильно зависит от их ориентации относительно направления колебания монокристалла [4; 6]. На температурных зависимостях модуля Юнга и внутреннего трения до деформации при температуре 235 К можно заметить в первом случае перегиб, а во втором – пик (рис. 1). Эти эффекты можно однозначно связать с орторомбическим – тетрагональным фазовым переходом [2].

Исследуемая кристаллическая структура мартенситной низкотемпературной фазы в материале представлена двумя видами – орторомбической семислойной модулированной фазой и тетрагональной немодулированной фазой с разными симметриями элементарной ячейки. Большое влияние на температуры фазовых переходов оказывает стехиометрия монокристаллов [11]. После пластической деформации на температурных зависимостях данный переход становится менее заметен. На температурных зависимостях можно увидеть схожее явление около 178 К, возможно связанное с модуляцией структуры [12], хотя в некоторых работах его определяют как пик движения двойниковой границы – “twin boundary motion peak” [13].

В аустенитной высокотемпературной фазе, в данном материале на частоте 100 кГц, амплитудные зависимости внутреннего трения и модуля упругости обусловлены релаксацией из-за вихревых токов, а точнее, связаны с изменением магнитного потока в ферромагнетике за счет колебательной деформации в домене [14]. В мартенситной фазе эти механизмы отличаются.

Разберем данные стадии подробно, используя амплитудную зависимость ВТ после деформации при 220 К (рис. 3 а). Малоамплитудная стадия АЗВТ соответствует движению двойников и дислокаций внутри облаков Коттрелла (обозначена сплошной линией). Облаками Коттрелла мы называем область с повышенной концентрацией вакансий, на которой происходит закрепление (пиннинг) дислокаций и двойниковых границ. В пользу образования облаков Коттрелла из повышенной концентрации вакансий, а не примесей говорят недавние исследования, выполненные на схожем

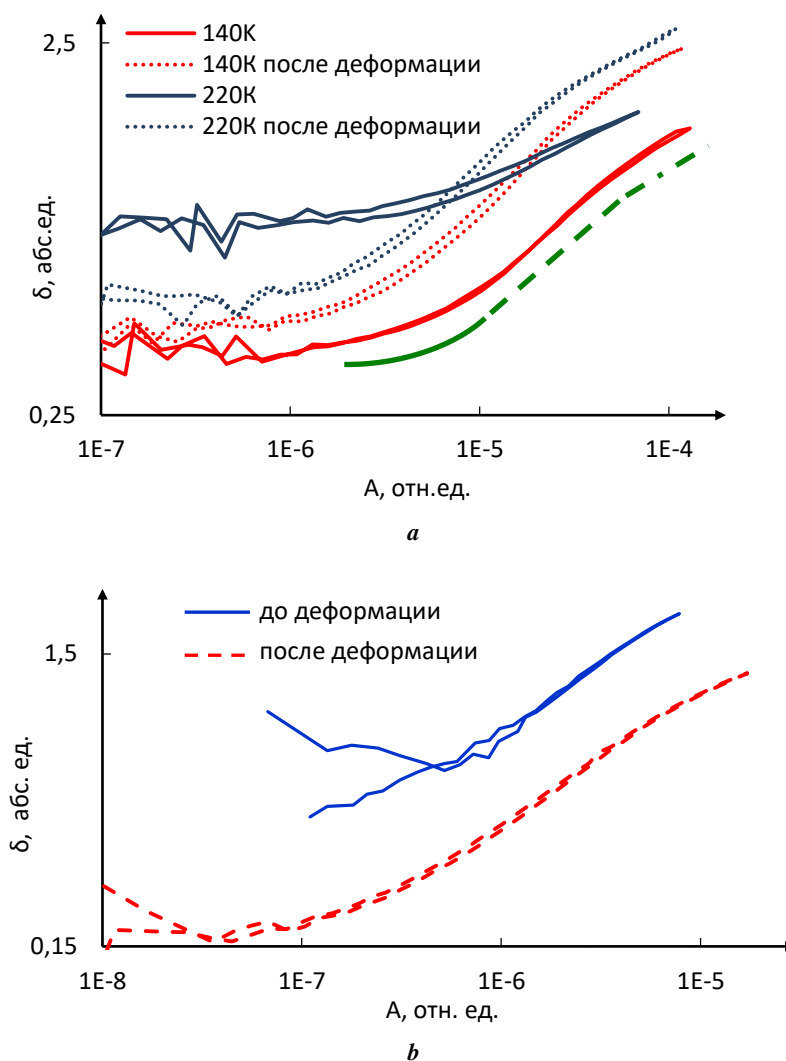


Рис. 3. Амплитудные зависимости внутреннего трения:

a – внутреннее трение в орторомбической фазе при 140 и 220 К до деформации (сплошные линии) и после деформации (точечные линии).

Пояснение трех последовательных стадий амплитудно-зависимого внутреннего трения на нижней кривой сплошной, штрихованной и штрихпунктирной линиях;

b – внутреннее трение в тетрагональной фазе при 300 К до деформации (сплошная линия) и после деформации (пунктирная линия)

Fig. 3. The internal friction amplitude dependences:

a – the internal friction in the orthorhombic phase at 140 and 220 K before deformation (solid lines) and after deformation (dotted lines).

The explanation of three successive stages of amplitude-dependent internal friction on the lower curved solid, dashed, and dash-dotted lines;

b – the internal friction in the tetragonal phase at 300 K before deformation (a solid line) and after deformation (a dashed line)

материале [15]. Резкий рост внутреннего трения на средней амплитудной стадии (пунктирная линия) соответствует откреплению двойниковых границ и дислокаций от облаков Коттрелла и переходу к движению двойников и дислокаций в однородном пространстве вне облаков. При высоких амплитудах, например, таких как $3 \cdot 10^{-5}$ для деформированных образцов при низких температурах и $5 \cdot 10^{-6}$ для высоких, наблюдается дополнительная стадия АЗВТ. На данной стадии происходит, предположительно, торможение движения двойников и дислокаций за счет их взаимодействия друг с другом (штрихпунктирная линия). После процесса

деформации данные стадии более ярко выражены, так как свежие дефектные структуры, такие как двойники и дислокации, обладают высокой подвижностью. Это же можно заметить по амплитудным зависимостям дефекта модуля Юнга (рис. 4). В рамках данной модели амплитудный гистерезис ВТ подразумевает перераспределение центров пиннинга, составляющих облака Коттрелла, движущимися двойниковыми границами [16–18]. Делпиннинг двойников в кристалле происходит при амплитуде деформации около $1 \cdot 10^{-6}$ [6]. Большая подвижность двойников в ортогональной фазе (рис. 3 b), чем в тетрагональной (рис. 3 a), косвенно подтверждается

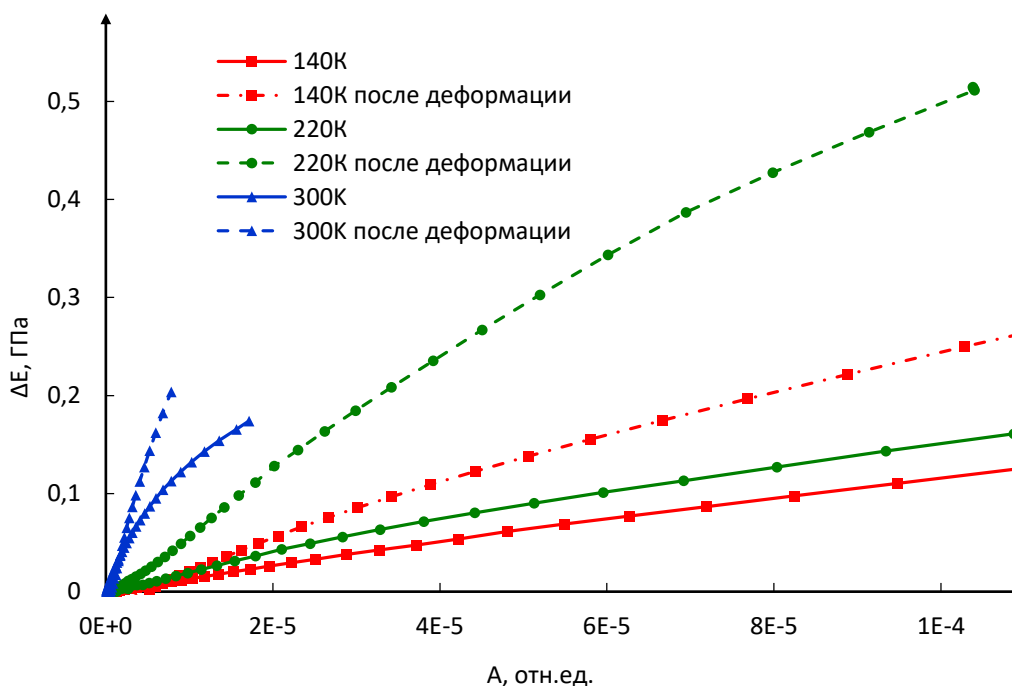


Рис. 4. Амплитудные зависимости дефекта модуля Юнга до деформации (сплошные линии) и после деформации (пунктирные линии)

Fig. 4. Amplitude dependences of the Young's modulus defect before deformation (solid lines) and after deformation (dashed lines)

в работах [19; 20]. Так, на зависимостях при 300 К АЗВТ начинается раньше, чем при более низких температурах. Напряжения, обусловленные анизотропией теплового расширения, являются еще одной из причин облегчения выхода двойных границ из атмосфер точечных дефектов при высоких температурах. Анизотропия теплового расширения некубических мартенситных фаз сплавов с памятью формы обычно довольно высока [21].

Дефект модуля Юнга в образцах после деформации увеличивается при всех исследуемых температурах. Он определяется как плотностью дефектных структур, так и их распределением по длине и сечению образца, но главную роль играет плотность дефектных структур [22]. Несмотря на то, что дефектность структуры играет первостепенную роль, температура также оказывает существенное влияние на данную характеристику. При росте температуры растет дефект модуля. В данном случае амплитудные зависимости дефекта модуля Юнга связаны с АЗВТ и отражают изменения микроструктуры образца, соответствующие их стадиям.

ВЫВОДЫ

Размытый пик внутреннего трения и перегиб модуля Юнга свидетельствуют о переходе материала из орторомбической в тетрагональную фазу при 235 К. Дислокации и двойниковые структуры уменьшают данное явление, одновременно увеличивая дефект модуля Юнга при всех температурах. В орторомбической фазе Ni–Mn–Ga образование дефектов способствует более ярко выраженному и раннему появлению амплитудно-за-

висимого внутреннего трения, характеризующего определенные стадии микродеформации в образце: 1) движение двойников и дислокаций внутри облаков Коттрелла; 2) движение двойников и дислокаций вне облаков Коттрелла; 3) торможение движения двойников и дислокаций за счет их взаимодействия. В орторомбической фазе стадия амплитудно-зависимого внутреннего трения наступает при меньших амплитудах благодаря увеличению подвижности двойниковых границ.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Straka L., Heczko O., Seiner H., Lanska N., Drahokoupil J., Soroka A., Fahler S., Hanninen H., Sozinov A. Highly mobile twinned interface in 10 M modulated Ni-Mn-Ga martensite: Analysis beyond the tetragonal approximation of lattice // *Acta Materialia*. 2011. Vol. 59. № 20. P. 7450–7463. DOI: [10.1016/j.actamat.2011.09.020](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.09.020).
2. Sozinov A., Likhachev A.A., Lanska N., Ullakko K. Giant magnetic-field-induced strain in NiMnGa seven-layered martensitic phase // *Applied Physics Letters*. 2002. Vol. 80. № 10. P. 1746–1748. DOI: [10.1063/1.1458075](https://doi.org/10.1063/1.1458075).
3. Acet M., Mañosa Ll., Planes A. Magnetic-field-induced effects in martensitic Heusler-based magnetic shape memory alloys // *Handbook of magnetic materials*. 2011. Vol. 19. № C. P. 231–289. DOI: [10.1016/B978-0-444-53780-5.00004-1](https://doi.org/10.1016/B978-0-444-53780-5.00004-1).
4. Kustov S., Saren A., Sozinov A., Kaminskii V., Ullakko K. Ultrahigh damping and Young's modulus softening due

- to a/b twins in 10M Ni-Mn-Ga martensite // *Scripta Materialia*. 2020. Vol. 178. P. 483–488. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2019.12.024](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2019.12.024).
5. Saren A., Sozinov A., Kustov S., Ullakko K. Stress-induced *a/b* compound twins redistribution in 10M Ni-Mn-Ga martensite // *Scripta Materialia*. 2020. Vol. 175. P. 11–15. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2019.09.001](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2019.09.001).
 6. Kustov S., Saren A., D'Agosto B., Sapozhnikov K., Nikolaev V., Ullakko K. Transitory Ultrasonic Absorption in “Domain Engineered” Structures of 10 M Ni-Mn-Ga Martensite // *Metals*. 2021. Vol. 11. № 10. Article number 1505. DOI: [10.3390/met11101505](https://doi.org/10.3390/met11101505).
 7. Robinson W.H., Carpenter S.H., Tallon J.L. Piezoelectric method of determining torsional mechanical damping between 40 and 120 kHz // *Journal of Applied Physics*. 1974. Vol. 45. № 5. P. 1975–1981. DOI: [10.1063/1.1663533](https://doi.org/10.1063/1.1663533).
 8. Kustov S., Golyandin S., Ichino A., Gremaud G. A new design of automated piezoelectric composite oscillator technique // *Materials Science and Engineering: A*. 2006. Vol. 442. № 1-2. P. 532–537. DOI: [10.1016/j.msea.2006.02.230](https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.02.230).
 9. Kaminskii V.V., Lyubimova Y.V., Romanov A.E. Probing of polycrystalline magnesium at ultrasonic frequencies by mechanical spectroscopy // *Mater Physics and Mechanics*. 2020. Vol. 44. № 1. P. 19–25. DOI: [10.18720/MPM.4412020_3](https://doi.org/10.18720/MPM.4412020_3).
 10. Benito J.A., Manero J.M., Jorba J., Roca A. Change of Young's modulus of cold-deformed pure iron in a tensile test // *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*. 2005. Vol. 36. № 12. P. 3317–3324. DOI: [10.1007/s11661-005-0006-6](https://doi.org/10.1007/s11661-005-0006-6).
 11. Lanska N., Soderberg O., Sozinov A., Ge Y., Ullakko K., Lindroos V.K. Composition and temperature dependence of the crystal structure of Ni-Mn-Ga alloys // *Journal of Applied Physics*. 2004. Vol. 95. № 12. P. 8074–8078. DOI: [10.1063/1.1748860](https://doi.org/10.1063/1.1748860).
 12. Cesari E., Chernenko V.A., Kokorin V.V., Pons J., Segui C. Internal friction associated with the structural phase transformations in Ni-Mn-Ga alloys // *Acta materialia*. 1997. Vol. 45. № 3. P. 999–1004. DOI: [10.1016/S1359-6454\(96\)00244-3](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(96)00244-3).
 13. Chang S.H., Wu S.K. Low-frequency damping properties of near-stoichiometric Ni₂MnGa shape memory alloys under isothermal conditions // *Scripta Materialia*. 2008. Vol. 59. № 10. P. 1039–1042. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2008.07.006](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2008.07.006).
 14. Kustov S., Corró M.-L., Kaminskii V., Saren A., Sozinov A., Ullakko K. Elastic and anelastic phenomena related to eddy currents in cubic Ni₂MnGa // *Scripta Materialia*. 2018. Vol. 147. P. 69–73. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2018.01.003](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2018.01.003).
 15. Sapozhnikov K., Kustov B., Krymov V., Nikolaev V. Anelasticity of the martensitic phase of Ni₅₅Fe₁₈Ga₂₇ single crystals in hyperstabilized and nonstabilized states // *Journal of Alloys and Compounds*. 2022. Vol. 908. Article number 164528. DOI: [10.1016/j.jallcom.2022.164528](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2022.164528).
 16. Kustov S., Liubimova Iu., Salje E.K.H. LaAlO₃: A substrate material with unusual ferroelastic properties // *Applied Physics Letters*. 2018. Vol. 112. № 4. Article number 042902. DOI: [10.1063/1.5017679](https://doi.org/10.1063/1.5017679).
 17. Sapozhnikov K., Golyandin S., Kustov S., Van Humbeeck J., De Batist R. Motion of dislocations and interfaces during deformation of martensitic Cu–Al–Ni crystals // *Acta materialia*. 2000. Vol. 48. № 5. P. 1141–1151. DOI: [10.1016/S1359-6454\(99\)00374-2](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(99)00374-2).
 18. Kustov S., Sapozhnikov K., Wang X. Phenomena associated with diffusion, assisted by moving interfaces in shape memory alloys: A review of our earlier studies // *Functional Materials Letters*. 2017. Vol. 10. № 1. Article number 1740010. DOI: [10.1142/S1793604717400100](https://doi.org/10.1142/S1793604717400100).
 19. Heczko O., Straka L., Seiner H. Different microstructures of mobile twin boundaries in 10 M modulated Ni-Mn-Ga martensite // *Acta materialia*. 2013. Vol. 61. № 2. P. 622–631. DOI: [10.1016/j.actamat.2012.10.007](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.10.007).
 20. Sozinov A., Likhachev A.A., Lanska N., Söderberg O., Ullakko K., Lindroos V.K. Stress-and magnetic-field-induced variant rearrangement in Ni–Mn–Ga single crystals with seven-layered martensitic structure // *Materials Science and Engineering: A*. 2004. Vol. 378. № 1-2. P. 399–402. DOI: [10.1016/j.msea.2003.10.365](https://doi.org/10.1016/j.msea.2003.10.365).
 21. L'vov V.A., Glavatska N., Aaltio I., Söderberg O., Glavatsky I., Hannula S.-P. The role of anisotropic thermal expansion of shape memory alloys in their functional properties // *Acta materialia*. 2009. Vol. 57. № 18. P. 5605–5612. DOI: [10.1016/j.actamat.2009.07.058](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.07.058).
 22. Лебедев А.Б., Кустов С.Б., Кардашев Б.К. О внутреннем трении и дефекте модуля Юнга в процессе деформирования кристаллов // *Физика твердого тела*. 1992. Т. 34. № 9. С. 2915–2921.

REFERENCES

1. Straka L., Heczko O., Seiner H., Lanska N., Drahokoupil J., Soroka A., Fahler S., Hanninen H., Sozinov A. Highly mobile twinned interface in 10 M modulated Ni-Mn-Ga martensite: Analysis beyond the tetragonal approximation of lattice. *Acta Materialia*, 2011, vol. 59, no. 20, pp. 7450–7463. DOI: [10.1016/j.actamat.2011.09.020](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.09.020).
2. Sozinov A., Likhachev A.A., Lanska N., Ullakko K. Giant magnetic-field-induced strain in NiMnGa seven-layered martensitic phase. *Applied Physics Letters*, 2002, vol. 80, no. 10, pp. 1746–1748. DOI: [10.1063/1.1458075](https://doi.org/10.1063/1.1458075).
3. Acet M., Mañosa Ll., Planes A. Magnetic-field-induced effects in martensitic Heusler-based magnetic shape memory alloys. *Handbook of magnetic materials*, 2011, vol. 19, no. C, pp. 231–289. DOI: [10.1016/B978-0-444-53780-5.00004-1](https://doi.org/10.1016/B978-0-444-53780-5.00004-1).
4. Kustov S., Saren A., Sozinov A., Kaminskii V., Ullakko K. Ultrahigh damping and Young's modulus softening due to a/b twins in 10M Ni-Mn-Ga martensite. *Scripta Materialia*, 2020, vol. 178, pp. 483–488. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2019.12.024](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2019.12.024).
5. Saren A., Sozinov A., Kustov S., Ullakko K. Stress-induced *a/b* compound TWINS redistribution in 10M Ni-Mn-Ga martensite. *Scripta Materialia*, 2020, vol. 175, pp. 11–15. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2019.09.001](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2019.09.001).
6. Kustov S., Saren A., D'Agosto B., Sapozhnikov K., Nikolaev V., Ullakko K. Transitory Ultrasonic Absorption in “Domain Engineered” Structures of 10 M Ni-Mn-Ga Martensite. *Metals*, 2021, vol. 11, no. 10, article number 1505. DOI: [10.3390/met11101505](https://doi.org/10.3390/met11101505).

7. Robinson W.H., Carpenter S.H., Tallon J.L. Piezoelectric method of determining torsional mechanical damping between 40 and 120 kHz. *Journal of Applied Physics*, 1974, vol. 45, no. 5, pp. 1975–1981. DOI: [10.1063/1.1663533](https://doi.org/10.1063/1.1663533).
8. Kustov S., Golyandin S., Ichino A., Gremaud G. A new design of automated piezoelectric composite oscillator technique. *Materials Science and Engineering: A*, 2006, vol. 442, no. 1-2, pp. 532-537. DOI: [10.1016/j.msea.2006.02.230](https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.02.230).
9. Kaminskii V.V., Lyubimova Y.V., Romanov A.E. Probing of polycrystalline magnesium at ultrasonic frequencies by mechanical spectroscopy. *Mater Physics and Mechanics*, 2020, vol. 44, no. 1, pp. 19–25. DOI: [10.18720/MPM.4412020_3](https://doi.org/10.18720/MPM.4412020_3).
10. Benito J.A., Manero J.M., Jorba J., Roca A. Change of Young's modulus of cold-deformed pure iron in a tensile test. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 2005, vol. 36, no. 12, pp. 3317–3324. DOI: [10.1007/s11661-005-0006-6](https://doi.org/10.1007/s11661-005-0006-6).
11. Lanska N., Soderberg O., Sozinov A., Ge Y., Ullakko K., Lindroos V.K. Composition and temperature dependence of the crystal structure of Ni–Mn–Ga alloys. *Journal of Applied Physics*, 2004, vol. 95, no. 12, pp. 8074–8078. DOI: [10.1063/1.1748860](https://doi.org/10.1063/1.1748860).
12. Cesari E., Chernenko V.A., Kokorin V.V., Pons J., Segui C. Internal friction associated with the structural phase transformations in Ni–Mn–Ga alloys. *Acta materialia*, 1997, vol. 45, no. 3, pp. 999–1004. DOI: [10.1016/S1359-6454\(96\)00244-3](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(96)00244-3).
13. Chang S.H., Wu S.K. Low-frequency damping properties of near-stoichiometric Ni₂MnGa shape memory alloys under isothermal conditions. *Scripta Materialia*, 2008, vol. 59, no. 10, pp. 1039–1042. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2008.07.006](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2008.07.006).
14. Kustov S., Corró M.-L., Kaminskii V., Saren A., Sozinov A., Ullakko K. Elastic and anelastic phenomena related to eddy currents in cubic Ni₂MnGa. *Scripta Materialia*, 2018, vol. 147, pp. 69–73. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2018.01.003](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2018.01.003).
15. Sapozhnikov K., Kustov B., Krymov V., Nikolaev V. Anelasticity of the martensitic phase of Ni₅₅Fe₁₈Ga₂₇ single crystals in hyperstabilized and nonstabilized states. *Journal of Alloys and Compounds*, 2022, vol. 908, article number 164528. DOI: [10.1016/j.jallcom.2022.164528](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2022.164528).
16. Kustov S., Liubimova Iu., Salje E.K.H. LaAlO₃: A substrate material with unusual ferroelastic properties. *Applied Physics Letters*, 2018, vol. 112, no. 4, article number 042902. DOI: [10.1063/1.5017679](https://doi.org/10.1063/1.5017679).
17. Sapozhnikov K., Golyandin S., Kustov S., Van Humbeeck J., De Batist R. Motion of dislocations and interfaces during deformation of martensitic Cu–Al–Ni crystals. *Acta materialia*, 2000, vol. 48, no. 5, pp. 1141–1151. DOI: [10.1016/S1359-6454\(99\)00374-2](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(99)00374-2).
18. Kustov S., Sapozhnikov K., Wang X. Phenomena associated with diffusion, assisted by moving interfaces in shape memory alloys: A review of our earlier studies. *Functional Materials Letters*, 2017, vol. 10, no. 1, article number 1740010. DOI: [10.1142/S1793604717400100](https://doi.org/10.1142/S1793604717400100).
19. Heczko O., Straka L., Seiner H. Different microstructures of mobile twin boundaries in 10 M modulated Ni–Mn–Ga martensite. *Acta materialia*, 2013, vol. 61, no. 2, pp. 622–631. DOI: [10.1016/j.actamat.2012.10.007](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.10.007).
20. Sozinov A., Likhachev A.A., Lanska N., Söderberg O., Ullakko K., Lindroos V.K. Stress-and magnetic-field-induced variant rearrangement in Ni–Mn–Ga single crystals with seven-layered martensitic structure. *Materials Science and Engineering: A*, 2004, vol. 378, no. 1-2, pp. 399–402. DOI: [10.1016/j.msea.2003.10.365](https://doi.org/10.1016/j.msea.2003.10.365).
21. L'vov V.A., Glavatska N., Aaltio I., Söderberg O., Glavatsky I., Hannula S.-P. The role of anisotropic thermal expansion of shape memory alloys in their functional properties. *Acta materialia*, 2009, vol. 57, no. 18, pp. 5605–5612. DOI: [10.1016/j.actamat.2009.07.058](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.07.058).
22. Lebedev A.B., Kustov S.B., Kardashev B.K. On internal-friction and young modulus defect during crystal deformation. *Fizika tverdogo tela*, 1992, vol. 34, no. 9, pp. 2915–2921.

Influence of dislocation and twin structures on the mechanical characteristics of Ni–Mn–Ga alloys at ultrasonic frequencies

© 2022

Vladimir V. Kaminskii^{*1}, postgraduate student of the Institute of Advanced Data Transfer Systems

Dmitriy A. Kalganov², graduate student of the Institute of Advanced Data Transfer Systems

Ekaterina Podlesnov³, postgraduate student of the Institute of Advanced Data Transfer Systems

Alexey E. Romanov⁴, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor,

professor of the Institute of Advanced Data Transfer Systems

ITMO University, Saint Petersburg (Russia)

*E-mail: kam-vladimiro@yandex.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4388-2459>²ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1986-3693>³ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0520-9407>⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3738-408X>

Received 06.05.2022

Accepted 16.06.2022

Abstract: Magnetic shape memory alloys are a specific subtype of shape memory materials. The magnetic deformation phenomenon causes the high research interest in these alloys. Thus, in one of the most promising alloys based on Ni–Mn–Ga, using a magnetic field, it is possible to achieve changes in a single crystal size by up to 10 % due to the reorientation of the magnetic field in magnetic domains. The high magnetic deformation is directly related to the high mobility of twin

boundaries separating two domains. In this work, the authors used a composite piezoelectric oscillator at a frequency of about 100 kHz to determine the influence of such defects as dislocations and twin boundaries on the mechanical characteristics of $\text{Ni}_{49}\text{Mn}_{30}\text{Ga}_{21}$. The authors investigated the features of temperature dependences of internal friction in the samples before and after deformation and provided the amplitude dependences of these characteristics. In the studied single-crystal martensitic phase, the transition from the tetragonal phase to the orthorhombic phase was detected at 235 K. In the Ni–Mn–Ga tetragonal phase, the formation of new defects contributes to the more pronounced and early onset of amplitude-dependent internal friction. At lower loads, the successive stages occur associated with the processes of dislocations and twin boundaries movements inside the Cottrell clouds, dislocations and twin boundaries movement outside the Cottrell clouds, and supposedly, the slowdown of dislocations and twin boundaries movement due to their interaction. As well as internal friction, the authors studied the change in Young's modulus. Its decrease at all temperatures is most pronounced in the samples with the defective structures. The study identified that in the orthorhombic phase, it is possible to observe the internal friction dependence on the deformation amplitude at a lower load due to an increase in the twin boundaries mobility with increasing temperature.

Keywords: magnetic shape memory; magnetic deformation; Young's modulus; internal friction; defects; dislocations; twins; Ni–Mn–Ga.

Acknowledgements: The reported study was funded by RFBR, project number 20-32-90195.

For citation: Kaminskii V.V., Kalganov D.A., Podlesnov E., Romanov A.E. Influence of dislocation and twin structures on the mechanical characteristics of Ni–Mn–Ga alloys at ultrasonic frequencies. *Frontier Materials & Technologies*, 2022, no. 2, pp. 28–36. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-2-28-36.

Nucleation and growth of fullerenes and nanotubes having three-fold T-symmetry

© 2022

Alexander I. Melker, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor,
professor of St. Petersburg Academy of Sciences on Strength Problems

Maria A. Krupina¹, PhD (Physics and Mathematics), assistant professor of Department of Experimental Physics

Aleksandra N. Matvienko*², engineer of Department of Mechanics and Control Processes

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University, St. Petersburg (Russia)

*E-mail: ndtcs@inbox.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8504-9302>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3012-1407>

Received 14.07.2021

Accepted 14.06.2022

Abstract: According to the periodic system of fullerenes, all the fullerenes can be classified into the groups having different symmetry. It is supposed that the fullerenes of one and the same symmetry have similar properties. Before the appearance of the periodic system in 2017 the fullerenes were chosen for study at a random way that instead of ordering the results only increased information entropy. We have studied possible ways of generation and growing the fullerenes, which refer to the group having three-fold T-symmetry. Beginning with cyclopropane C₃H₆ producing clusters C₆, we have obtained elementary fullerenes C₆ as well as mini-fullerenes C₁₂, which in their turn have produced the fullerenes from C₁₈ to C₄₈, perfect and imperfect, as well as nanotubes. The basic perfect fullerenes C₁₈, C₂₄, C₃₀, C₃₆, C₄₂ and C₄₈ have the ordinary three-fold symmetry, the intermediate ones having no such symmetry. Their imperfection is connected with extra ‘interstitial’ or carbon dimers, the dimers playing the role of defects. One can define the imperfect fullerenes with defects as the fullerenes having topological three-fold symmetry. We have calculated their shape and energies using Avogadro package and discussed possible reasons of their dependence on a fullerene size and shape. We have found that the fullerenes can be divided into two groups, alive that can grow, and dead which are impotent. Taking into account the results obtained early, allows us to make predictions that the dead fullerenes C_{24R}, C_{32R}, C_{40R} and C_{48R} of three-, four-, five- and six-fold symmetry have the most chance to be found experimentally with comparison of their isomers.

Keywords: carbon; embedding; energy; fullerene; fusion reaction; graph representation; growth; nanotube; periodic system; single and double bond; topological symmetry.

Acknowledgments: The paper was written on the reports of the participants of the X International School of Physical Materials Science (SPM-2021), Togliatti, September 13–17, 2021.

For citation: Melker A.I., Krupina M.A., Matvienko A.N. Nucleation and growth of fullerenes and nanotubes having three-fold T-symmetry. *Frontier Materials & Technologies*, 2022, no. 2, pp. 37–53. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-2-37-53.

INTRODUCTION

Periodic system of fullerenes

The system was formulated at first implicitly as the prediction of the fullerenes conserving symmetry during their growth in Ref [1] and in the final form in Refs [2; 3]. The system consists of horizontal series and vertical columns (groups); they include basic perfect fullerenes from C₁₄ to C₉₆. The horizontal series form the Δn periodicities, where the fullerene structure changes from three-fold symmetry to six-fold through four and five ones. The vertical columns have different symmetry. Each column includes the fullerenes of one and the same symmetry, the mass difference Δm for each column being equal to a double degree of symmetry. Two groups of three-fold symmetry differ by the structure of their apices. The three-fold S-symmetry column has two sharp apices; the third-order axis is going through them. The three-fold T-symmetry group has two truncated apices; the third-order axis is going through the centers of their equilateral triangles. Since the vertical columns incorporate the fullerenes of one and the same symmetry, we suppose that the fullerenes of one and the same symmetry have similar

properties. The system leaves room for incorporating into it other fullerene families having quite different symmetries than above-mentioned ones. It should be emphasized that the system can be taken as a basis for rigorous fullerene classification.

Ordinary and topological symmetry

At first it has been desirable to work entirely with the Δn series in order to discover general features of the transition from one symmetry to another [3–7]. After we have found the corresponding regularity, we need to focus upon particulars of one and the same column (group). According to the periodic system, in each column there are two main types of fullerenes; the basic perfect ones and intermediate imperfect ones. The basic perfect fullerenes have ideal structure and ordinary symmetry. The intermediate imperfect fullerenes have extra carbon dimers. By analogy with crystal physics, we have assumed [2] that these extra dimers play the role of defects which violate the local symmetry and create imperfections. However, in crystals with defects the long-range-order is observed experimentally. In order to underline this peculiarity, such long-range order is referred to as the topological long-range one [8]. Using analogous terminology, we have defined

the imperfect fullerenes, which conserve the main axis of symmetry, as having topological symmetry.

The previous investigations were done for the fullerenes of three-fold S-symmetry [9], four-fold [10] and tetrahedral one [11; 12]. In this contribution we have studied the nucleation and growth of fullerenes referring to the column of three-fold T-symmetry. In the periodic table of fullerenes there are two columns of three-fold symmetry which differ by the structure of their apices. The 3-fold symmetry group S has two sharp apices, the third-order axis going through them. The 3-fold symmetry group T has two truncated apices, the third-order axis going through the centers of triangles. In our case of three-fold T-symmetry, there are perfect fullerenes C_{12} , C_{18} , C_{24} , C_{30} , C_{36} , C_{42} and C_{48} of ordinary symmetry and imperfect fullerenes C_{20} , C_{22} , C_{26} , C_{28} , C_{32} , C_{34} , C_{38} , C_{40} , C_{44} and C_{46} of topological symmetry.

Aim of study

According to Aristotle (384-322 BC), all essential originates and consists of two principia: *matter and form*; the form being the leading principle. The matter in itself is the passive principle of nature; it is the possibility for appearance of a real thing. In order the thing became the reality; it must receive the form, which transforms the possibility into the reality. The periodic system of fullerenes was suggested for ordering different forms of fullerenes on the base of symmetry [1–3]. As a first approximation, this gives a tolerably correct classification of fullerene “form”. It is not enough for comprehensive knowledge of the “form”, especially taking into account the fact that since the discovery of fullerenes, carbon nanotubes and graphene, carbon occupies a strategic position in materials science and technology. The purpose of this work is to gain a complete understanding of how fullerenes can be effectively used through providing their abstract “form” with the shape, structure, energy, etc., using the example of fullerenes with triple T-symmetry.

RESULTS

1. Generation of basic fullerenes and nanotubes

1.1. Cyclic carbon molecule and carbon clusters. We assume that the embryo of fullerenes of three-fold symmetry

is a cluster having just the same symmetry. The question arises: Are there in nature similar molecules, from which it is possible to obtain such cluster? To our mind cyclopropane C_3H_6 with D_{3h} symmetry [13] could be such a molecule.

Suppose that we have removed six hydrogen atoms and added three carbon atoms instead. In doing so we obtain carbon cluster C_3C_3 with several types of carbon atoms. They are shown, together with cyclopropane C_3H_6 , in Fig. 1. We have calculated the optimized structures and energy through the use of Avogadro package [14]. The carbon atoms of cyclopropane remain in the initial electronic state; they are considered, as is customary, being sp^2 hybridized atoms. The new added ones are reactive carbon atoms, which are connected with the initial carbon atoms by single or double bonds, being ionized to a different degree. One way of looking at the gradual evolution of the clusters shown is folding the clusters and fusion the structures obtained with the following growth. Consider this way.

1.2. Cluster folding. The elementary fullerene of three-fold symmetry is a triangular prism. It can be obtained as result of folding the carbon clusters shown above. Two extreme electronic structures are presented in Fig. 2. It refers to the $\Delta n=2$ series. It should be emphasized that at first the periodic system of fullerenes was formulated for the series which had begun with $\Delta n=6$. Later, in order to close the gap between the clusters and fullerenes, there added two series: $\Delta n=2$ and $\Delta n=4$ [15; 16].

1.3. Fusion of prisms. The elementary fullerenes can grow, conserving its symmetry, by the mechanism known as “fusion of fullerenes having compatible symmetry” [17]. The final configuration produced by the fusion of two prisms is shown in Fig. 3. The shape of the fullerene resembles a triangular barrel; it was named previously a mini-fullerene. In its turn this fullerene can continue the growth conserving the symmetry, through the use of the above mentioned mechanism, i.e. joining another prism (Fig. 4). The reaction is possible since the both reacting structures have three-fold symmetry and therefore they are compatible with each other.

One can consider the structure obtained both as a fullerene and as an embryo of nanotube. Really, if to continue the fusion of prisms, there appears the ultra narrow nanotube of three-fold symmetry (Fig. 5). It is

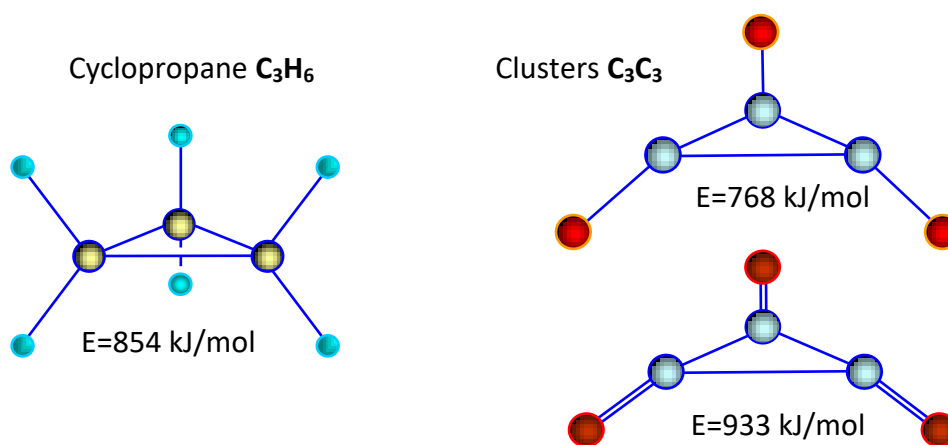


Fig. 1. Cyclopropane and two six-atom carbon clusters of three-fold symmetry

Рис. 1. Циклопропан и два шестиатомных углеродных кластера симметрии третьего порядка

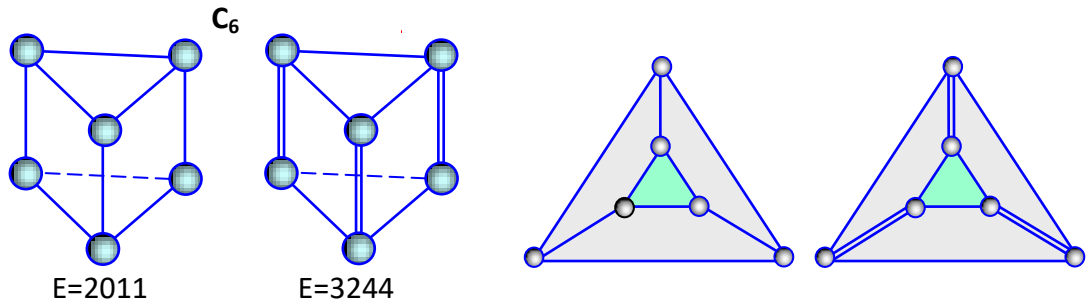


Fig. 2. Two electronic isomers of a carbon triangular prism; energy in kJ/mol

Рис. 2. Два электронных изомера углеродной треугольной призмы; энергия в кДж/моль

worth noting that at first extremely narrow nanotubes were considered only as a new type of nanotubes being of academic interest [18; 19]. Recently it has been discovered that small diameter single-walled carbon nanotubes were mimics of ion channels found in natural systems [20]. These properties make them a promising material for developing membrane separation technologies [21].

1.4. Cupolas and their fusion. There is the second way for the generation of fullerenes having the three-fold symmetry [17]. It consists in the growth of initial clusters which then transform into half-fullerenes (cupolas) conserving the three-

fold symmetry (Fig. 6). From the figure it is seen that all the cupolas have one and the same base of six atoms; therefore they can combine with each other creating new fullerenes as well as nanotubes. Let us investigate this process in detail.

1.5. Fusion of cluster C_6 with cupola C_{12} . The fullerene obtained contains two triangles, three squares and six hexagons (Fig. 7). It is a tri₂-tetra₃-hexa₆ polyhedron. Its shape is a truncated triangular bipyramid having three-fold symmetry. The fullerene is an isomer of the bifurcation fullerene C_{18} shown in Fig. 4.

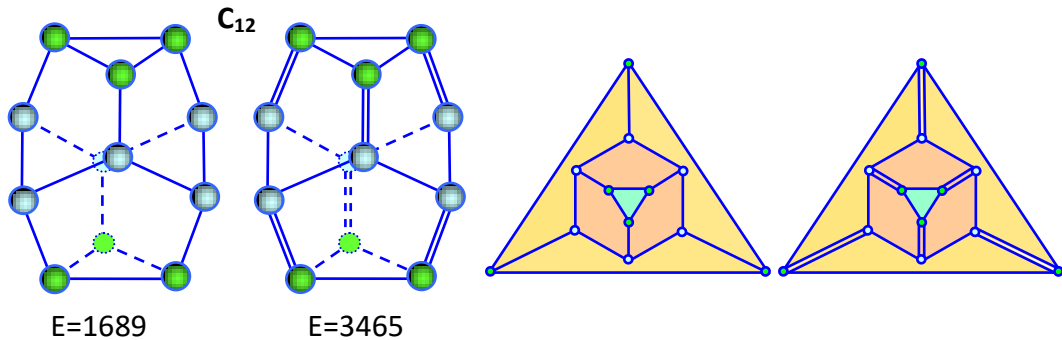


Fig. 3. Triangle-barrel-shaped mini-fullerene C_{12} and its graphs; energy in kJ/mol

Рис. 3. Треугольный бочкообразный мини-фуллерен C_{12} и его графические изображения; энергия в кДж/моль

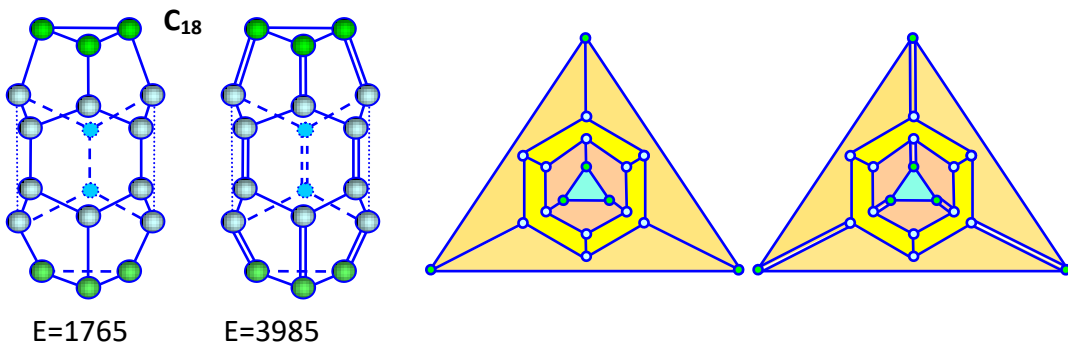


Fig. 4. Fusion of two fullerenes C_6 and C_{12} ; structure and graphs; energy in kJ/mol

Рис. 4. Слияние двух фуллеренов C_6 и C_{12} ; структура и графические изображения; энергия в кДж/моль

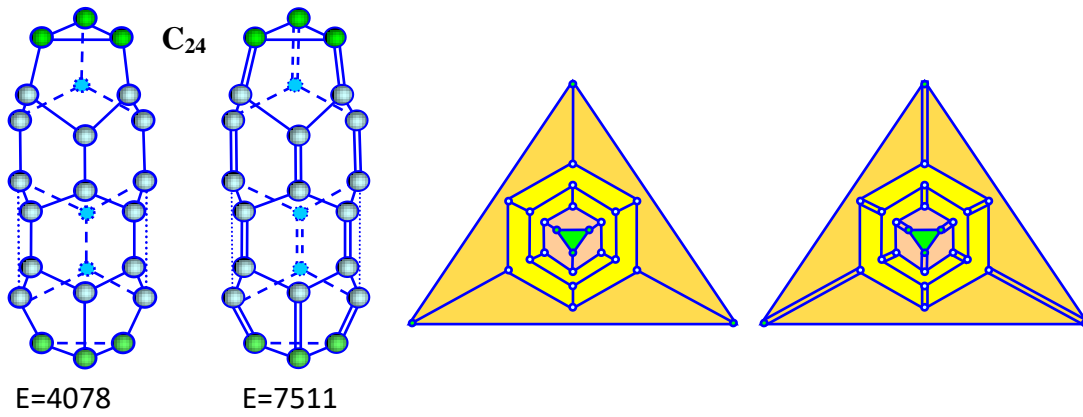


Fig. 5. Joining two mini-fullerenes C_{16} through the use of the rotation-reflection symmetry: structure and graphs; energy in kJ/mol

Рис. 5. Соединение двух мини-фуллеренов C_{16} с использованием зеркально-поворотной симметрии: структура и графические изображения; энергия в кДж/моль

1.6. Fusion of two cupolas C_{12} . There are two ways of joining the cupolas: mirror symmetry and rotation-reflection one. In the first case (Fig. 8) the lower cupola is a mirror copy of the upper one. The fullerene obtained contains two triangles, three squares and nine hexagons forming a tri₂-tetra₃-hexa₉ polyhedron. In the second case (Fig. 9) the lower cupola is a rotatory reflection of the upper one. The fullerene contains two triangles, six pentagons and six hexagons. It is a truncated dodecahedron with the energy less than the first fullerene.

1.7. Fusion of two cupolas: C_{12} and C_{18} (Fig. 10). The fullerene obtained contains two triangles, three pairs of

adjacent pentagons and nine hexagons. It is a tri₂-(penta₂)₃-hexa₉ polyhedron.

1.8. Fusion of two cupolas C_{18} . The fullerene formed is shown in Fig. 11. It consists of two triangles, six pentagons and twelve hexagons, so it is a tri₂-penta₆-hexa₁₂ polyhedron. We see that the growth is ensured by adding three hexagons. The number of pentagons is the same as before and equal to six.

1.9. Fusion of two cupolas: C_{18} and C_{24} (Fig. 12). The fullerene contains two triangles, six pentagons and fifteen hexagons. It is a tri₂-penta₆-hexa₁₅ polyhedron.

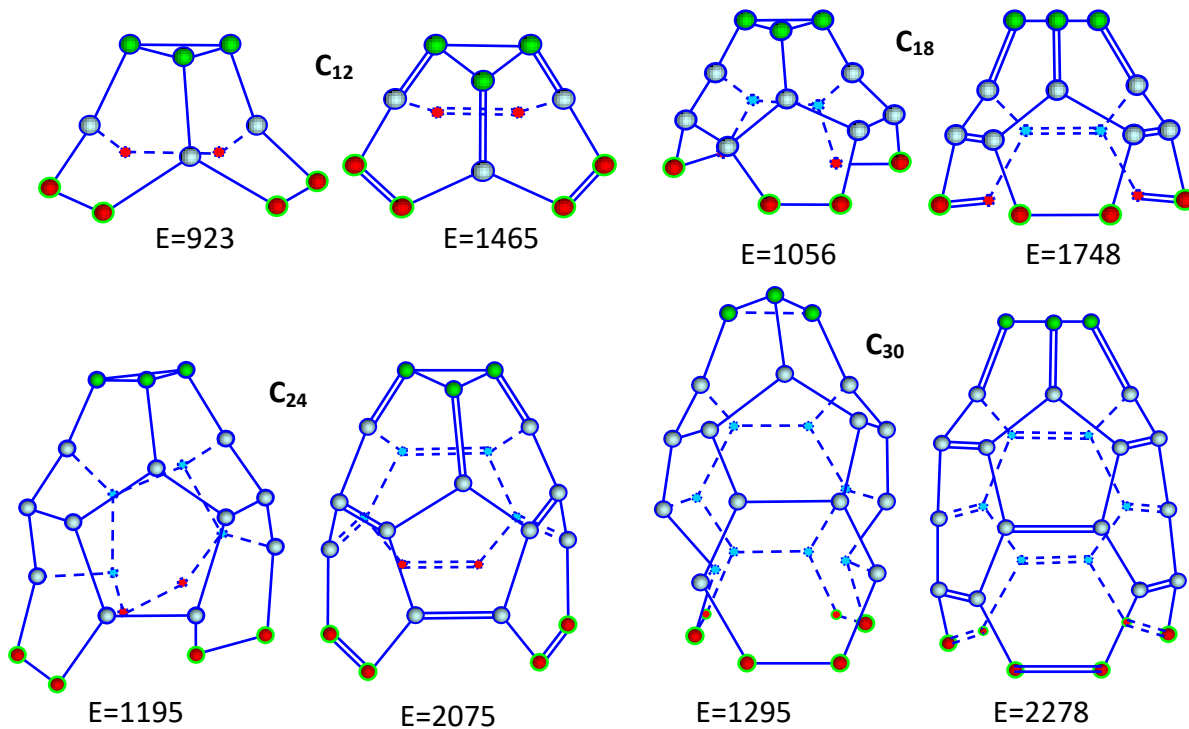


Fig. 6. Growth of cupolas of three-fold symmetry: structure and graphs; energy in kJ/mol

Рис. 6. Рост куполов симметрии третьего порядка: структура и графические изображения; энергия в кДж/моль

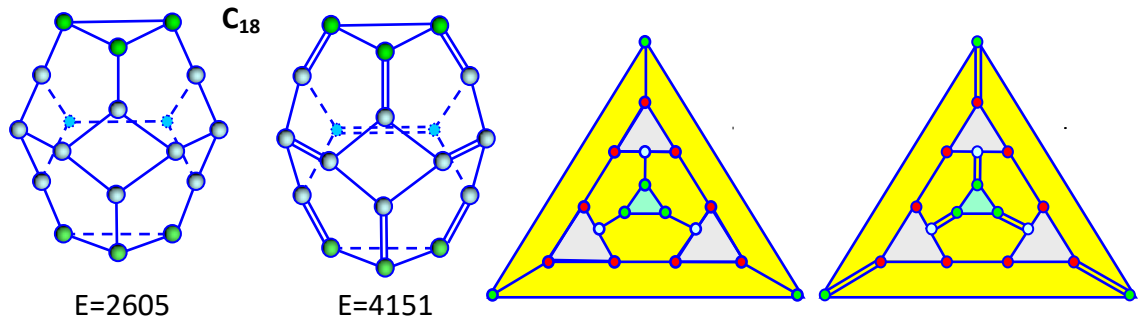


Fig. 7. Truncated-triangular-bipyramid fullerene C_{18} and its graphs; energy in kJ/mol
Рис. 7. Фуллерен C_{18} в виде усеченной треугольной бипирамиды и его графические изображения; энергия в кДж/моль

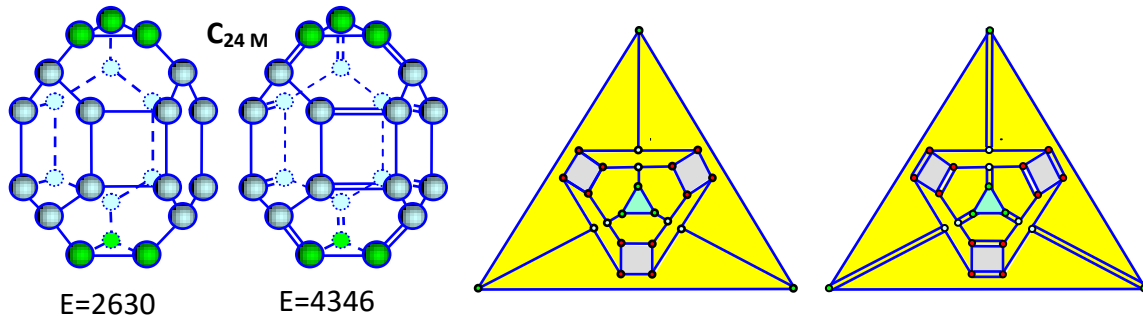


Fig. 8. Mirror symmetry joining two half fullerenes C_{12} of three-fold symmetry: structure and graphs; energy in kJ/mol
Рис. 8. Зеркальная симметрия, соединяющая два половинчатых фуллерена C_{12} симметрии третьего порядка: структура и графические изображения; энергия в кДж/моль

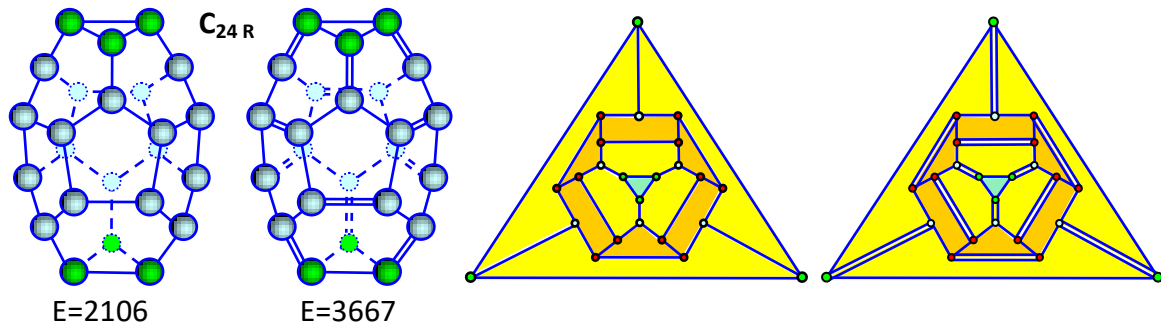


Fig. 9. Rotation-reflection symmetry fusion of two half fullerenes C_{12} of three-fold symmetry: structure and graphs; energy in kJ/mol
Рис. 9. Слияние двух половинчатых фуллеренов C_{12} симметрии третьего порядка с помощью зеркально-поворотной симметрии: структура и графические изображения; энергия в кДж/моль

1.10. Fusion of two cupolas C_{24} (Fig. 13). The polyhedron obtained contains two triangles, six pentagons and eighteen hexagons. Formally it is a $tri_2-penta_6-hexa_{18}$ polyhedron. However we admit that it is a nanotube. The reason for such conclusion is discussed below.

1.11. Fusion of two cupolas: C_{24} and C_{30} (Fig. 14). The polyhedron consists of two triangles, six pentagons and twenty-one hexagons. It is a $tri_2-penta_6-hexa_{21}$ nanotube.

1.12. Fusion of two cupolas C_{30} (Fig. 15). The polyhedron contains two triangles, six pentagons and twenty-four hexagons. It is a $tri_2-penta_6-hexa_{24}$ nanotube.

1.13. A fullerene or a nanotube? Let's analyze Fig. 7–15. We have obtained all the basic fullerenes having three-fold T-symmetry predicted earlier [2; 3]. However the question arises: They are fullerenes or nanotubes? As indicated above, one can consider the structure C_{18} shown in Fig. 4 as a fullerene and as an embryo of nanotube. This is a bifurcation structure. The situation is not uncommon in nature. For example, in radiation solid state physics it is well known that one and the same small vacancy cluster (embryo) during its growth can transform either into a void (volume configuration) or into a dislocation loop (plane configuration)

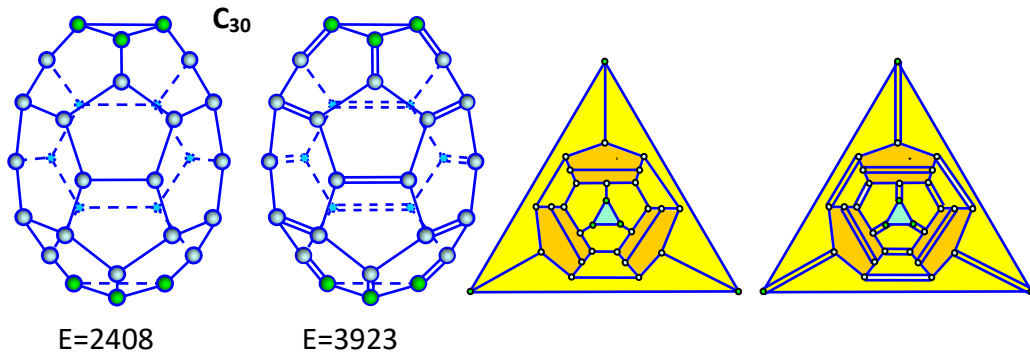


Fig. 10. Mirror symmetry fusion of two cupolas (half-fullerenes) C_{12} and C_{18} having three-fold symmetry: structure and graphs; energy in kJ/mol

Рис. 10. Слияние двух куполов (полуфуллеренов) C_{12} и C_{18} с симметрией третьего порядка с помощью зеркальной симметрии: структура и графические изображения; энергия в кДж/моль

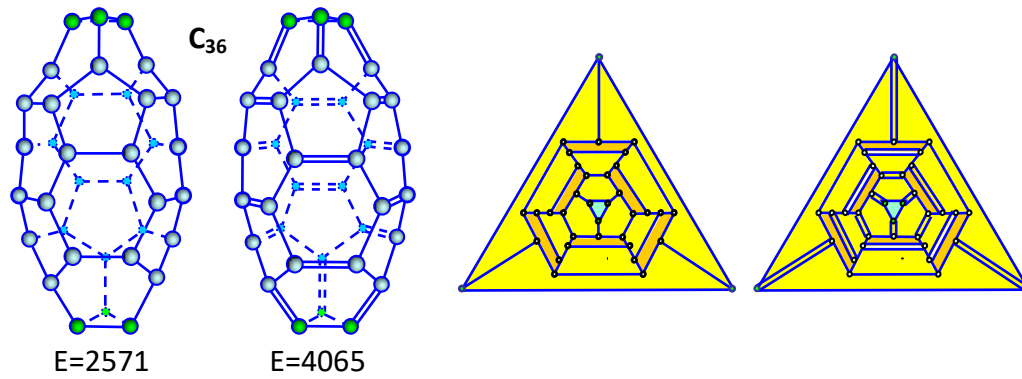


Fig. 11. Rotation-reflection symmetry fusion of two cupolas (half-fullerenes) C_{18} having three-fold symmetry: structure and graphs; energy in kJ/mol

Рис. 11. Слияние двух куполов (полуфуллеренов) C_{18} с симметрией третьего порядка с помощью зеркально-поворотной симметрии: структура и графические изображения; энергия в кДж/моль

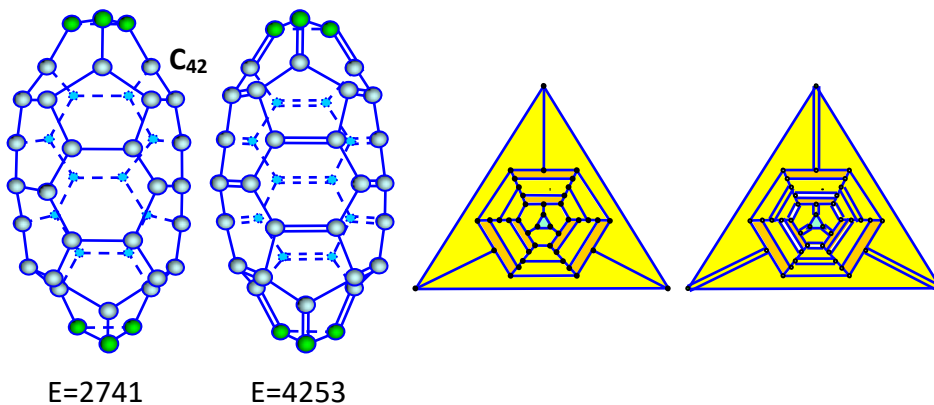


Fig. 12. Mirror symmetry fusion of two cupolas (half-fullerenes) C_{18} and C_{24} having three-fold symmetry: structure and graphs; energy in kJ/mol

Рис. 12. Слияние двух куполов (полуфуллеренов) C_{18} и C_{24} с симметрией третьего порядка с помощью зеркальной симметрии: структура и графические изображения; энергия в кДж/моль

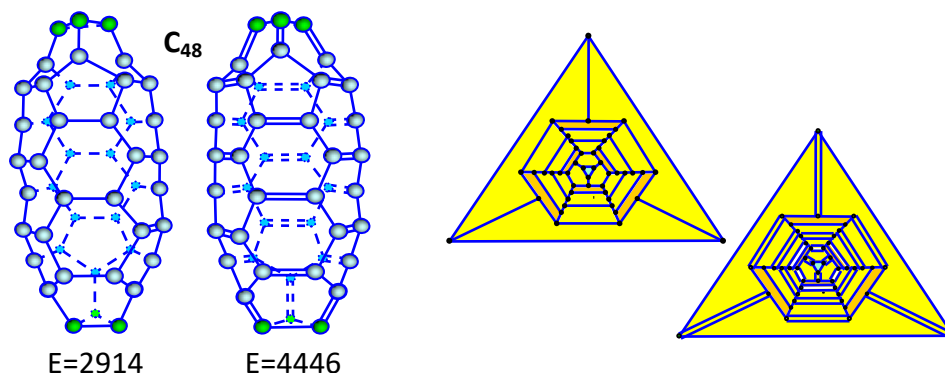


Fig. 13. Rotation-reflection symmetry fusion of two cupolas (half-fullerenes) C_{24} having three-fold symmetry: structure and graphs; energy in kJ/mol

Рис. 13. Слияние двух куполов (полуфуллеренов) C_{24} с симметрией третьего порядка с помощью зеркально-поворотной симметрии: структура и графические изображения; энергия в кДж/моль

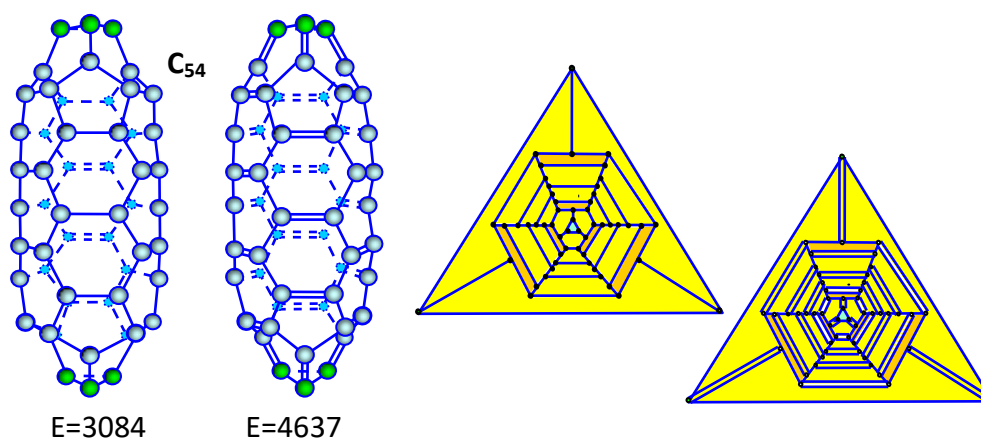


Fig. 14. Mirror symmetry fusion of two cupolas (half-fullerenes) C_{24} and C_{32} having three-fold symmetry: structure and graphs; energy in kJ/mol

Рис. 14. Слияние двух куполов (полуфуллеренов) C_{24} и C_{32} с симметрией третьего порядка с помощью зеркальной симметрии: структура и графические изображения; энергия в кДж/моль

[22]. In our case this brings up the question: Where is the boundary between fullerenes and nanotubes? An intuitive idea says that a fullerene is a spheroid, whereas a nanotube with open ends is a cylinder and a nanotube with closed ends is a cylinder with two hemispheres. However we need an exact quantitative criterion. Under these circumstances we should look at the electron theory for clues.

Buckminsterfullerene $C_{60}-I_h$ is a truncated icosahedron [23]. This fullerene is considered as an ideal one, having only equal isolated pentagons and forming a perfect sphere; each hexagon has three single and three double bonds. The measured bond lengths are $r_{hh} = 1.38 \text{ \AA}$ and $r_{hp} = 1.4654 \text{ \AA}$. The larger bonds are singular, the lesser bonds are double ones. In contrast to this, in an ideal nanotube with open ends there are only hexagons with four single and two double bonds. Each spheroid can be divided into three parts; two hemispheres with hexagons having three single and three double bonds and one cylinder with hexagons of four single and two double bonds. If the height of cylinder is less than the height of two hemispheres, we assume that it is a fullerene. On the contrary we have a nanotube. In its turn the cylinder height is defined by the number of adjacent hexagons with

four single and two double bonds. To form a cylinder one needs to have along its height at least one such hexagon which is not connected with pentagons. Referring to the graphs shown, we admit that the nanotubes begin with the structure C_{48} .

It is worth noting that all of them have one and the same number of pentagons, namely six, being equal to a double degree of symmetry.

2. Alive and dead fullerenes

The $\text{tri}_2\text{-penta}_6\text{-hexa}_3$ polyhedron shown in Fig. 4 can be thought over as a primary fullerene having the possibility to use for growing the mechanism known as “embedding carbon dimers.” It was suggested by M. Endo and the Nobel Prize winner H.W. Kroto in 1992 [24]. According to it, a carbon dimer embeds into a hexagon of an initial fullerene. This leads to stretching and breaking the covalent bonds which are normal to the dimer and to creating new bonds with the dimer (Fig. 16, at the left). As a result, there arises a new atomic configuration and there is mass increase of two carbon atoms.

However, it is necessary to take into account the nearest circumference of a hexagon. From the figures, of special

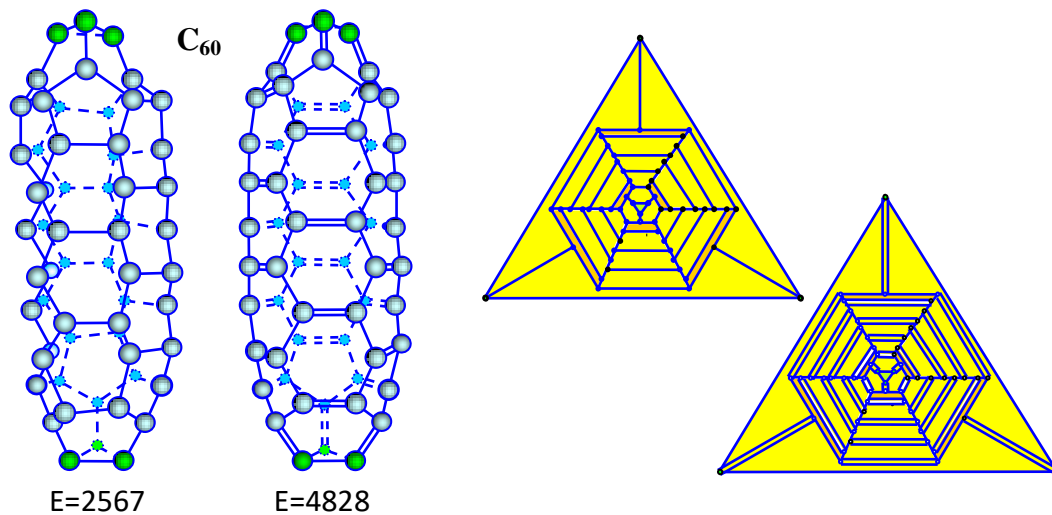


Fig. 15. Rotation-reflection symmetry fusion of two cupolas (half-fullerenes) C_{40} having four-fold symmetry: structure and graphs; energy in kJ/mol

Рис. 15. Слияние двух куполов (полуфуллеренов) C_{40} с симметрией четвертого порядка с помощью зеркально-поворотной симметрии: структура и графические изображения; энергия в кДж/моль

note are the graphs, it follows that there are two ways of joining the cupolas: mirror symmetry fusion and rotation-reflection one. In the first case we notice on the fullerene equator the three mutually penetrating cells consisting of a central hexagon with two pairs of adjacent pentagons (fullerene C_{30} , Figs. 10, 16) or the three separated cells of a hexagon with two neighboring pentagons above and below the equator (fullerene C_{42} , Figs. 12, 16). In the second case there are the six mutually penetrating cells of a central hexagon with radially sited three pentagons and three hexagons (fullerene C_{36} , Figs. 11, 16) or the six separated cells of a central hexagon with radially sited one pentagons and five hexagons such ones. The fullerenes of the first subgroup, C_{30} and C_{42} , can grow further by using the Endo-Kroto's mechanism and producing new fullerenes; they are alive. Therefore, together with the above mentioned fullerenes C_{18} and C_{24} , we have four basic perfect fullerenes of three-fold symmetry, which are alive, namely:

- tri₂-penta₆-hexa₃ polyhedron C_{18}
- tri₂-tetra₃-hexa₉ polyhedron C_{24}
- tri₂-(penta₂)₃-hexa₉ polyhedron C_{30}
- tri₂-penta₆-hexa₁₅ polyhedron C_{42}

The fullerenes of the second subgroup, C_{36} and C_{48} , are the dead-end ones; the first has no diametrically opposite pentagons, the second has only one adjacent pentagon. Truncated triangular bipyramid C_{18} or tri₂-tetra₃-hexa₆ polyhedron (Fig. 7) refers also to the subgroup of dead-end fullerenes.

3. Intermediate fullerenes

3.1. Growth of fullerene C_{18} . The fullerenes designed through the use of the Endo-Kroto's mechanism are illustrated in Fig. 17. From the figures, of special note are the graphs, we notice that only the initial C_{18} and final C_{24} fullerenes have ordinary three-fold symmetry. However, the three-fold symmetry of these fullerenes is different, namely $C_{18}-D_{3h}$ and $C_{24}-D_3$. They are perfect fullerenes, but only fullerene $C_{18}-D_{3h}$ is basic. Moreover fullerene $C_{24}-D_3$ is a dead-end one; it follows from its graph. The intermediate fullerenes C_{20} and C_{22} have topological three-fold symmetry.

3.2. Growth of fullerene C_{24} . The fullerenes designed through the use of the Endo-Kroto mechanism are illustrated in Fig. 18. Taking as a base the structure and graph of fullerene C_{24} (Fig. 8), we have obtained the fullerenes

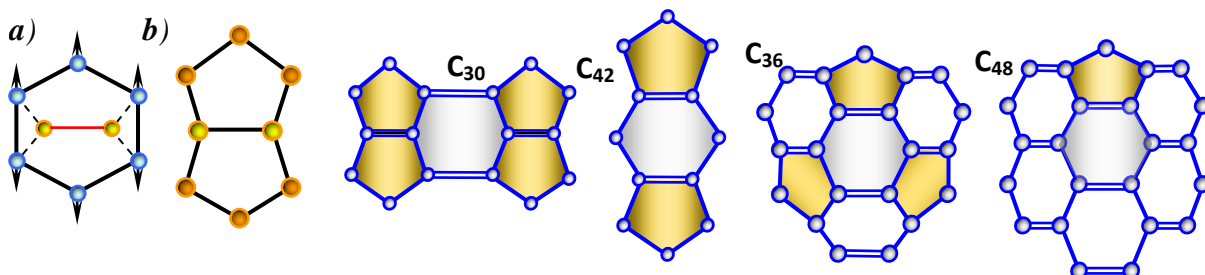


Fig. 16. Dimer embedding into a hexagon (a) transforms it into two adjacent pentagons (b). Nearest circumference of a hexagon in different fullerenes

Рис. 16. Внедрение димера в шестиугольник (a), трансформирующее его в два прилегающих пятиугольника (b). Ближайшая окружность шестиугольника в различных фуллеренах

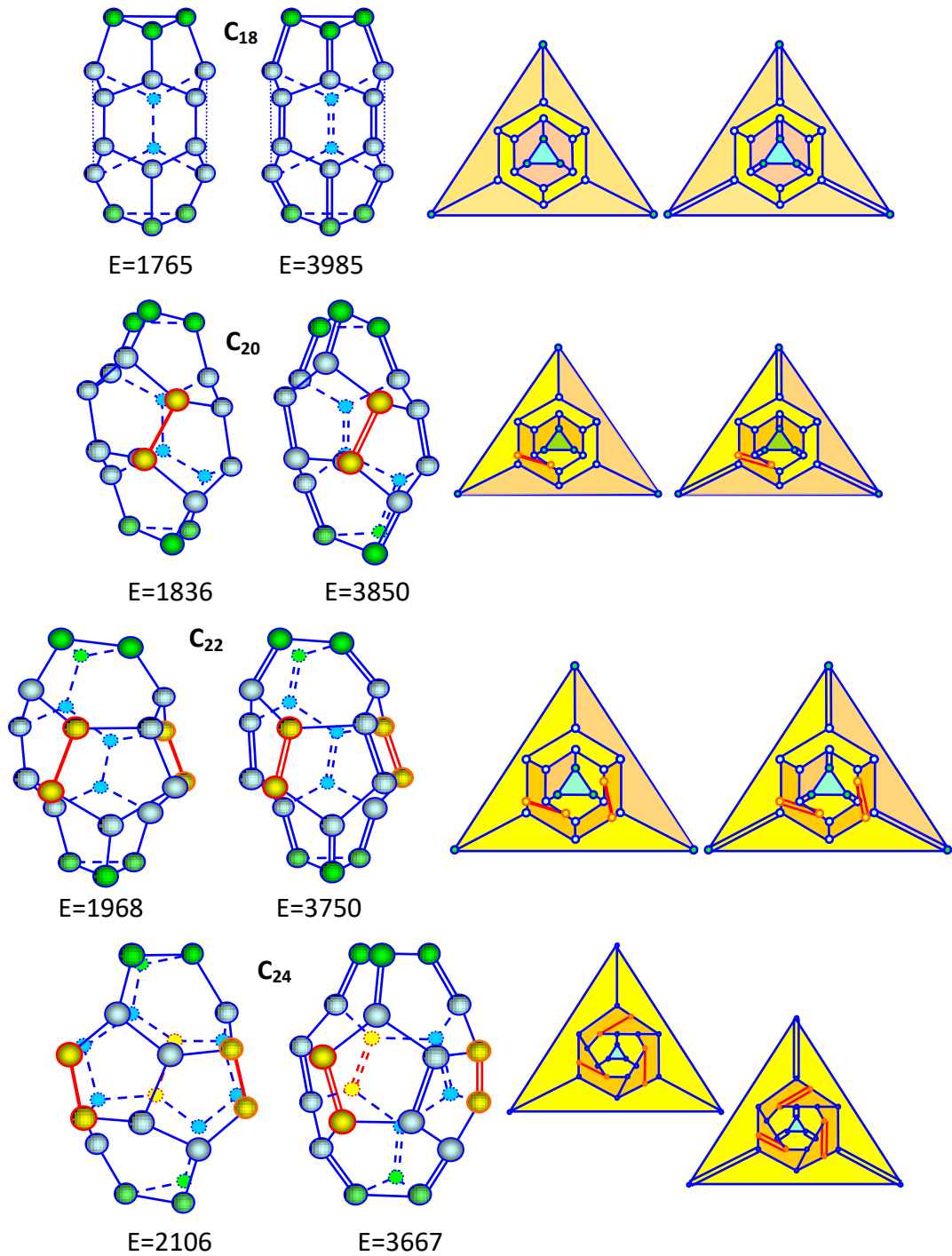


Fig. 17. Fullerenes C_{20} , C_{22} , C_{24} obtained by one-after-another embedding a carbon dimer (yellow atoms) into fullerene C_{18} : structure and graphs; energy in kJ/mol

Рис. 17. Фуллерены C_{20} , C_{22} , C_{24} , полученные путем последовательного внедрения углеродного димера (желтые атомы) в фуллерен C_{18} : структура и графические изображения; энергия в кДж/моль

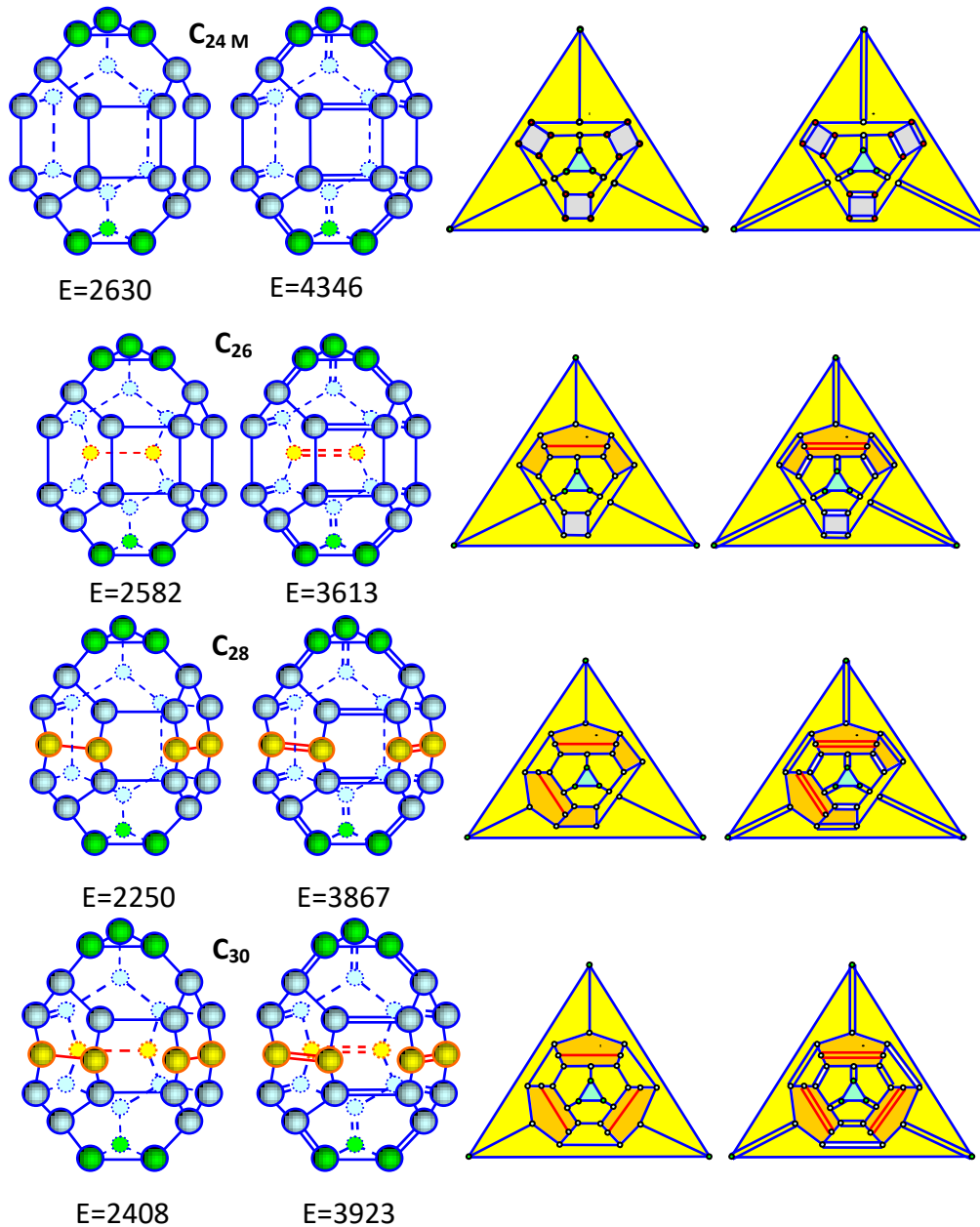


Fig. 18. Fullerenes C_{26} , C_{28} and C_{30} as a result of one-after-another embedding a carbon dimer into fullerene C_{24} : structure and graphs; energy in kJ/mol

Рис. 18. Фуллерены C_{26} , C_{28} , C_{30} как результат последовательного внедрения углеродного димера в фуллерен C_{24} : структура и графические изображения; энергия в кДж/моль

from C_{24} to C_{30} . From the figures it follows that only the initial and final fullerenes, C_{24} and C_{30} , have ordinary three-fold symmetry. They are basic perfect fullerenes. The intermediate fullerenes C_{26} and C_{28} have topological three-fold symmetry. To gain a better understanding of the mechanism of dimer embedding, its main features are given in the form of schematic representation (Fig. 19).

We see that the first embedding, which transforms fullerene C_{24} into fullerene C_{26} , influences deeply only on one of hexagons and two its square neighbours. This hexagon transforms into two adjacent pentagons and its square neighbors become pentagons; the fullerene C_{26} losing three-fold symmetry. It becomes an imperfect fullerene with ordinary D_1 symmetry, however conserving topological three-fold symmetry. At that in the fullerene, there appears

a cell which contains four pentagons. The second imbedding transforms fullerene C_{26} into fullerene C_{28} . The third embedding leads to transition from fullerene C_{28} to fullerene C_{30} . It transforms one more hexagon and two its neighbors into two adjacent pentagons with abut hexagons of another local orientation. The embedding restores D_{3h} symmetry. The perfect fullerene C_{30} obtained is a tri₂-penta₆-hexa₉ polyhedron where every two adjacent pentagons have the form of a bow tie. Its structure coincides with that of the fullerene formed by the fusion of two cupolas C_{12} and C_{18} (Fig. 10).

3.3. Growth of fullerene C_{30} . The growth can continue producing imperfect fullerenes C_{32} , C_{34} and perfect fullerene C_{36} (Fig. 20). To gain a better understanding of the process, its main features are given in the form of schematic representation (Fig. 21).

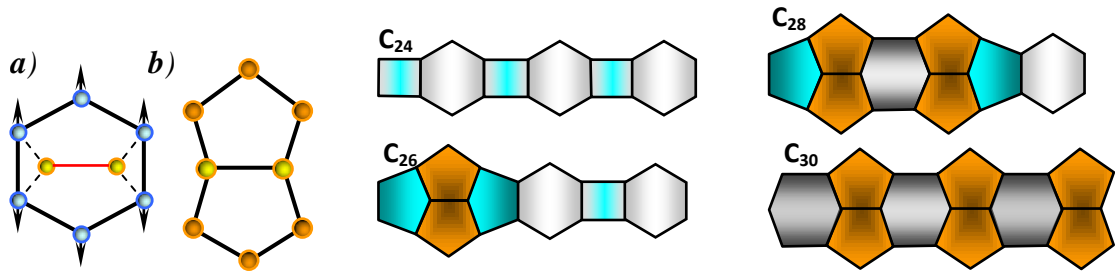


Fig. 19. Scheme of the main structural changes during the growth of fullerene C_{24} . Dimer embedding into a hexagon (a) transforms it into two adjacent pentagons (b)

Рис. 19. Схема основных структурных изменений во время роста фуллера C_{24} . Внедрение димера в шестиугольник (a), трансформирующее его в два прилегающих пятиугольника (b)

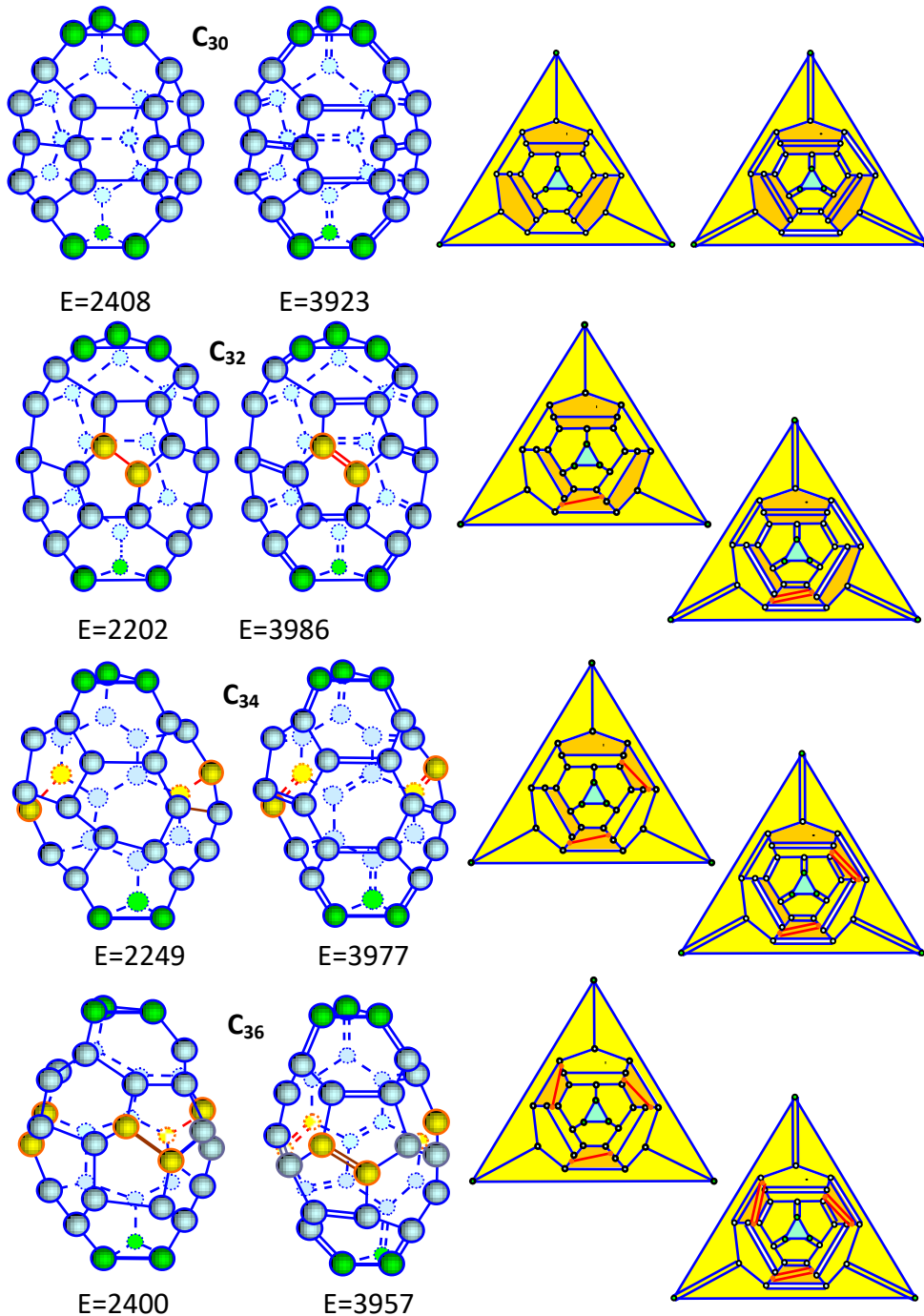


Fig. 20. Fullerenes C_{32} , C_{34} and C_{36} as a result of embedding one after another carbon dimer into fullerene C_{30} : structure and graphs; energy in kJ/mol

Рис. 20. Фуллерены C_{32} , C_{34} , C_{36} как результат последовательного внедрения углеродного димера в фуллерен C_{30} :

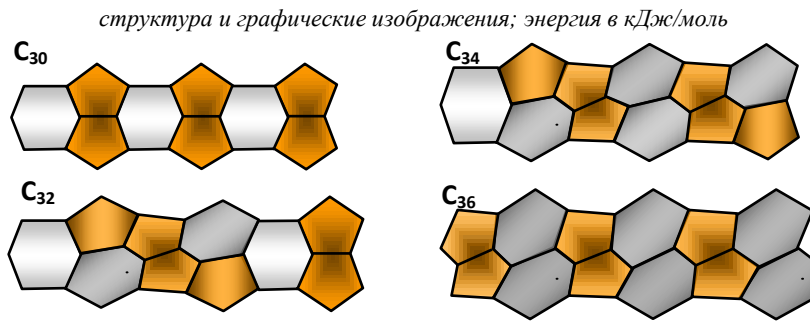
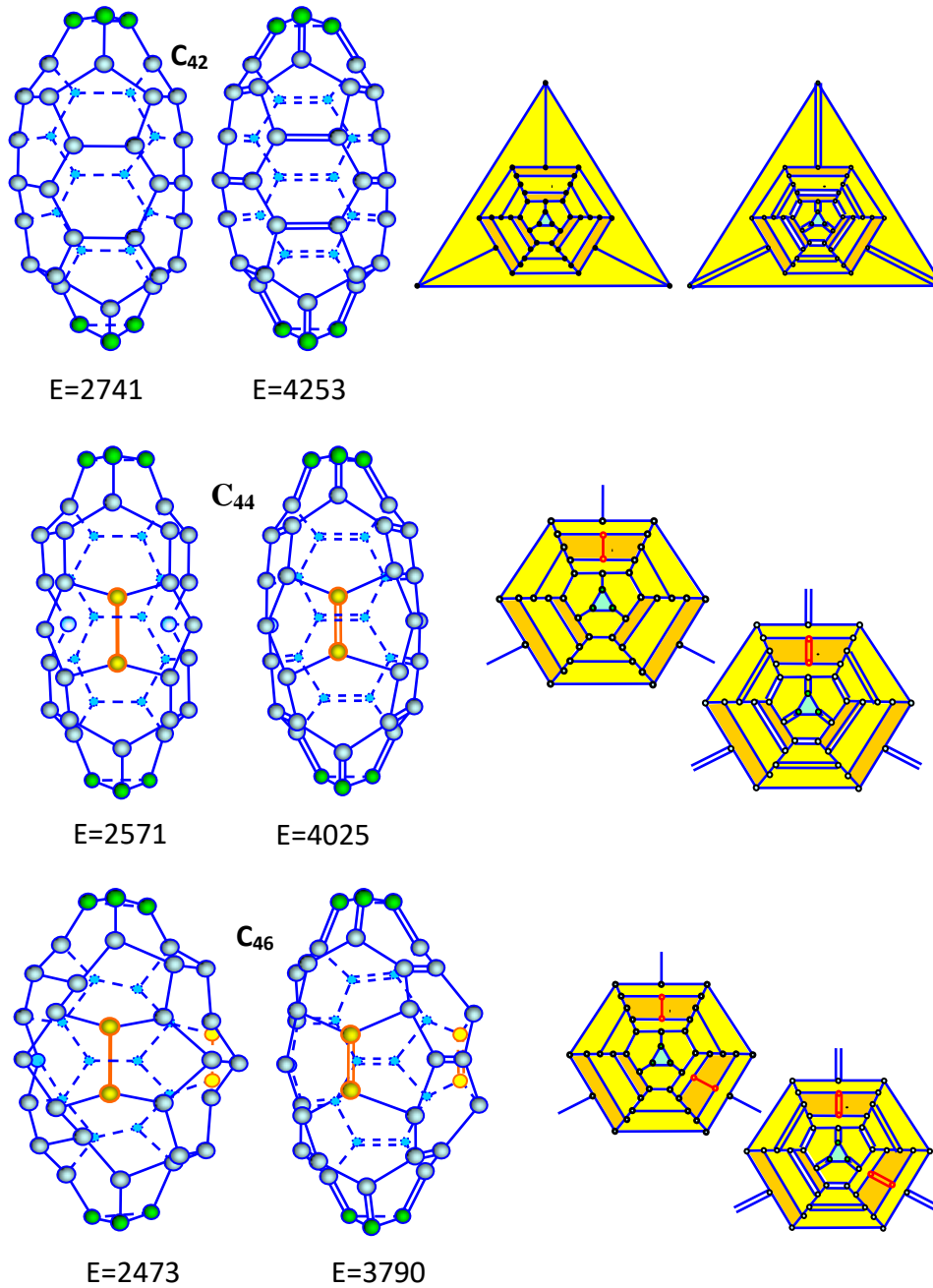


Fig. 21. Scheme of the main structural changes during the growth of fullerene C_{30}
Рис. 21. Схема основных структурных изменений во время роста фуллерена C_{30}



*The continuation of the drawing follows
 Продолжение рисунка следует*

Continuation of the drawing
Продолжение рисунка

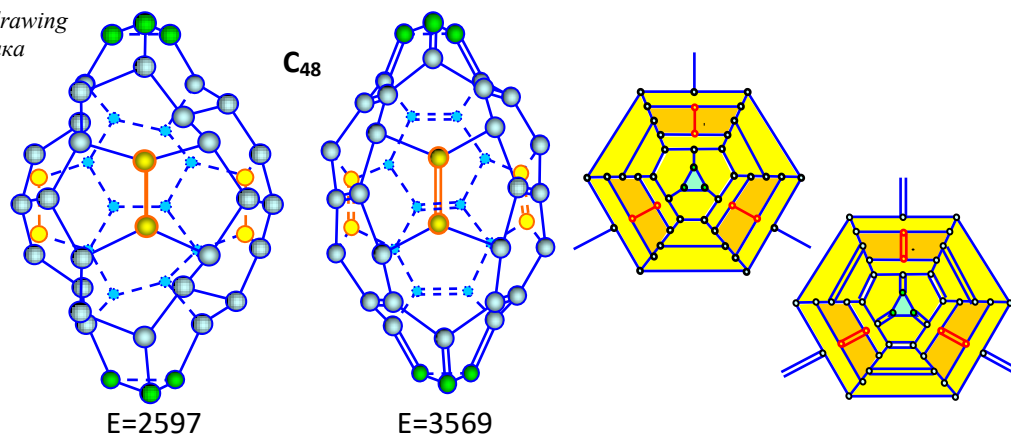


Fig. 22. Fullerenes C_{44} , C_{46} and C_{48} as a result of embedding one after another carbon dimer into fullerene C_{42} : structure and graphs; energy in kJ/mol

Рис. 22. Фуллерены C_{44} , C_{46} , C_{48} как результат последовательного внедрения углеродного димера в фуллерен C_{42} : структура и графические изображения; энергия в кДж/моль

We see that fullerene C_{30} can grow by embedding the dimers only at an angle to its main axis of symmetry; it follows from Fig. 20 and 21. The phenomenon is connected with the fact that embedding can be realized only normal to a direction along which a hexagon has two neighboring mutually antithetic pentagons. During the further growth one obtains fullerenes C_{32} , C_{34} and C_{36} . The intermediate fullerenes are imperfect (C_{32} and C_{34}) having topological three-fold symmetry, but fullerene $C_{36}-D_3$ with three imbedded dimers is perfect. It should be emphasized that in this case the number of imbedded dimers is equal to the degree of symmetry. However it is a dead-end fullerene; as can be seen from its graph.

3.4. Growth of fullerene C_{42} . The fullerenes designed through the use of the Endo-Kroto mechanism are illustrated in Fig. 22. Taking as a base the structure and graph of fullerene C_{42} (Fig. 12), we have obtained fullerenes C_{44} , C_{46} and C_{48} . From Fig. 22 it follows that only the initial and final fullerenes, C_{42} and C_{48} , have ordinary three-fold symmetry. They are perfect fullerenes. The intermediate fullerenes C_{44} and C_{46} have topological three-fold symmetry.

SUMMARY AND DISCUSSION

The results obtained are summarized and classified in Tables 1–4.

We have studied possible ways of generation and growing the fullerenes having T-three-fold symmetry. Beginning with cyclopropane C_3H_6 and clusters C_3-C_3 , we obtained elementary fullerenes C_6 and mini-fullerenes C_{12} ,

which produce the fullerenes from C_{18} to C_{48} , perfect and imperfect, as well as nanotubes. For the purpose of ordering, the results are divided into four groups. From the tables follows that the energy of clusters, cupolas and nanotubes (produced by folding the clusters and further fusion) enlarge monotonically with increasing the number of carbon atoms. For perfect and intermediate imperfect fullerenes designed by the Endo-Kroto mechanism, there is some deviation induced by fullerene C_{26} , but the difference is small.

The perfect fullerenes C_{18} , C_{24} , C_{30} , C_{36} , C_{42} and C_{48} have the ordinary three-fold symmetry; they were designed by fusion of cupolas and can be named *basic fullerenes*. In addition to the basic fullerenes, there are also so called *intermediate fullerenes* which fill up the gaps between the basic ones. In general, the intermediate ones have no three-fold symmetry. Their imperfection is connected with extra ‘interstitial’ carbon dimers, the dimers playing the role of defects. One can define the imperfect fullerenes with defects as the fullerenes having topological three-fold symmetry.

Among the perfect fullerenes there is fullerene C_{24R} with a minimal energy; it is obtained by rotation-reflection symmetry fusion of two half fullerenes C_{12} of three-fold symmetry. Its structure has an equatorial belt composed of adjacent pentagons of mutually antiparallel directions. It is interesting to note that the same effect takes place for the fullerene group of four-fold symmetry; fullerene C_{32R} [10] In spite of their different symmetry these fullerenes have the resembling equatorial belts. Moreover they belong to one and the same series of the periodic system of fullerenes

Table 1. Energy of clusters and cupolas in kJ/mol
Таблица 1. Энергия кластеров и куполов, кДж/моль

	C_3H_6	C_3C_3	C_{12}	C_{18}	C_{24}	C_{36}
E_{\max}		933	1465	1748	2075	2278
E_{\min}	854	768	923	1056	1195	1295
ΔE		165	542	692	880	983

Table 2. Energy of nanotubes (folding the clusters and further fusion) in kJ/mol
Таблица 2. Энергия нанотрубок (уплотнение кластеров и дальнейшее слияние), кДж/моль

	C ₃ C ₃	C ₁₂	C ₁₈	C ₂₄	C ₃₆
E _{max}	933	1465	1748	2075	2278
E _{min}	768	923	1056	1195	1295
ΔE	583	574	1784	44	1707

Table 3. Energy of perfect and intermediate imperfect fullerenes designed by the Endo-Kroto mechanism in kJ/mol
Таблица 3. Энергия совершенных и промежуточных несовершенных фуллеренов, созданных с помощью механизма Эндо-Крото, кДж/моль

	C ₂₀	C ₂₂	C ₂₄	C ₂₆	C ₂₈	C ₃₀	C ₃₂	C ₃₄	C ₃₆	C ₄₄	C ₄₆	C ₄₈
E _{max}	3850	3750	3667	3613	3867	3923	3986	3977	3957	4025	3790	3569
E _{min}	1836	1968	2106	2582	2250	2408	2202	2249	2400	2571	2573	2597
ΔE	2014	1782	1561	1031	1617	1535	1784	1728	1557	1454	1217	972

Table 4. Energy of basic perfect fullerenes and nanotubes (fusion of cupolas) in kJ/mol
Таблица 4. Энергия основных совершенных фуллеренов и нанотрубок (слияние куполов), кДж/моль

	C ₁₈	C _{24M}	C _{24R}	C ₃₀	C ₃₆	C ₄₂	C ₄₈	C ₅₄	C ₆₀
E _{max}	4151	4346	3667	3923	4065	4253	4446	4637	4828
E _{min}	2605	2630	2106	2408	2571	2741	2914	3084	2567
ΔE	1546	1716	1326	1515	1494	1512	1532	1553	2261

(Δn=8) and can't grow (so called dead fullerenes). Suppose that this effect is valid for the fullerene groups of other symmetry, five- and six-fold. Preliminary studies have shown that for fullerene C_{40R} of five-fold symmetry it really takes place. Then we are able to do some prediction, namely, the dead fullerenes C_{24R}, C_{32R}, C_{40R} and C_{48R} have the most chance to be found experimentally than their isomers, since they can't grow.

In conclusion it is pertinent to add also the words which were said in 2004 by one of the authors of this study [25]. "Computer simulations have in general descriptive character and in this respect they are akin to an ordinary experiment. There comes a point when the accumulated computational data must be redacting into a theory. If it is managed, the following investigations will be more effective". In the case of question, we have used as a basis for study the periodic system of fullerenes formulated in 2017 by two of the authors of this study. As a consequence, for the first time in the world it has become possible not only to describe the properties of fullerenes, but to classify them and even more, to make predictions.

REFERENCES

- Melker A.I., Krupina M.A. Geometric modeling of midi-fullerene growth from C₃₂ to C₆₀. *St. Petersburg State Polytechnical University Journal. Physics and Mathematics*, 2017, vol. 10, no. 1, pp. 47–54. DOI: [10.1016/j.spjpm.2017.02.002](https://doi.org/10.1016/j.spjpm.2017.02.002).
- Melker A.I., Krupina M.A. Modeling growth of midi-fullerenes from C₄₈ to C₇₂. *Materials Physics and Mechanics*, 2017, vol. 34, no. 1, pp. 29–36. DOI: [10.18720/MPM.3412017_3](https://doi.org/10.18720/MPM.3412017_3).
- Melker A.I., Krupina M.A., Zarafutdinov R.M. Fullerenes of the Δn=12 series. *Materials Physics and Mechanics*, 2017, vol. 34, no. 1, pp. 46–50.
- Melker A.I., Vorobyeva T.V., Zarafutdinov R.M. Fullerenes of the Δn=6 series. *Journal of Applied and Theoretical Physics Research*, 2018, vol. 2, no. 1, pp. 1–4. DOI: [10.24218/jatpr.2018.13](https://doi.org/10.24218/jatpr.2018.13).
- Melker A.I., Zarafutdinov R.M., Krupina M.A. Fullerenes of the Δn=10 series. *Materials Physics and Mechanics*, 2017, vol. 34, no. 1, pp. 37–45. DOI: [10.18720/MPM.3412017_4](https://doi.org/10.18720/MPM.3412017_4).
- Melker A.I., Vorobyeva T.V. Structure and energy of the Δn=14 series fullerenes. *International Journal Atomic and Nuclear Physics*, 2018, vol. 3, article number 008. DOI: [10.35840/2631-5017/2508](https://doi.org/10.35840/2631-5017/2508).
- Melker A.I., Vorobyeva T.V., Zarafutdinov R.M. Modeling fullerene growth by fusion reactions of cupola half-fullerenes: Δn=16 series. *Materials Physics and Mechanics*, 2019, vol. 41, no. 1, pp. 36–44. DOI: [10.18720/MPM.4112019_6](https://doi.org/10.18720/MPM.4112019_6).

8. Kosevich A.M. *Fizicheskaya mekhanika realnykh kristallov* [Physical Mechanics of Real Crystals]. Kiev, Naukova dumka Publ., 1981. 327 p.
9. Melker A.I., Krupina M.A., Zarafutdinov R.M. Periodic system of fullerenes: the column of three-fold symmetry. *Nonlinear Phenomena in Complex Systems*, 2019, vol. 22, no. 4, pp. 383–394. DOI: [10.33581/1561-4085-2019-22-4-383-394](https://doi.org/10.33581/1561-4085-2019-22-4-383-394).
10. Melker A.I., Krupina M.A., Matvienko A.N. Nucleation and growth of fullerenes and nanotubes having four-fold symmetry. *Materials Physics and Mechanics*, 2021, vol. 47, no. 2, pp. 315–343. DOI: [10.18149/MPM.4722021_13](https://doi.org/10.18149/MPM.4722021_13).
11. Melker A.I., Starovoitov S.A., Zarafutdinov R.M. Tetrahedral mini- and midi-fullerenes. *Materials Physics and Mechanics*, 2019, vol. 41, no. 1, pp. 52–61. DOI: [10.18720/MPM.4112019_8](https://doi.org/10.18720/MPM.4112019_8).
12. Sánchez-Barnabe F.J. Towards a periodic pattern in classical and nonclassical fullerenes with tetrahedral structure. *Materials Physics and Mechanics*, 2020, vol. 45, no. 1, pp. 79–86. DOI: [10.18720/MPM.4512020_8](https://doi.org/10.18720/MPM.4512020_8).
13. Sverdlov L.M., Kovner M.A., Kraynov E.P. *Kolebatelnye spektry mnogoatomnykh molekul* [Vibration Spectra of Many-Atomic Molecules]. Moscow, Nauka Publ., 1970. 559 p.
14. Hanwell M.D., Curtis D.E., Lonie D.C., Vandermeersch T., Zurek E., Hutchison G.R. Avogadro: an advanced semantic chemical editor, visualization, and analysis platform. *Journal of Cheminformatics*, 2012, vol. 4, no. 8, article number 17. DOI: [10.1186/1758-2946-4-17](https://doi.org/10.1186/1758-2946-4-17).
15. Melker A.I., Krupina M.A., Zarafutdinov R.M. Fullerenes of the $\Delta n=2$ series. *Materials Physics and Mechanics*, 2018, vol. 39, no. 1, pp. 49–55. DOI: [10.18720/MPM.3912018_8](https://doi.org/10.18720/MPM.3912018_8).
16. Melker A.I., Vorobyeva T.V., Zarafutdinov R.M. Fullerenes of the $\Delta n=4$ series. *Materials Physics and Mechanics*, 2018, vol. 39, no. 1, pp. 43–48. DOI: [10.18720/MPM.3912018_7](https://doi.org/10.18720/MPM.3912018_7).
17. Melker A.I., Matvienko A.N. Periodic system of fullerenes: isomers from C_{20} to C_{28} . *Proceedings of the 18th Int Workshop: Nano-Design, Technology, Computer Simulations, Sept. 24-27*. Brest, 2019, pp. 72–78.
18. Slanina Z., Zhao X., Uhlik F. Model narrow nanotubes related to C_{36} , C_{32} and C_{20} : initial computational structural sampling. *Materials Science and Engineering B: Solid-State Materials for Advanced Technology*, 2002, vol. 96, no. 2, pp. 164–168. DOI: [10.1016/S0921-5107\(02\)00312-4](https://doi.org/10.1016/S0921-5107(02)00312-4).
19. Melker A.I., Krupina M.A. Unified approach to forming fullerenes and nanotubes. *Materials Physics and Mechanics*, 2017, vol. 34, no. 1, pp. 1–17. DOI: [10.18720/MPM.3412017_1](https://doi.org/10.18720/MPM.3412017_1).
20. Amiri H., Shepard K.L., Nuckolls C., Hernandez S.R. Single-walled carbon nanotubes: mimics of biological channels. *Nano Letters*, 2017, vol. 17, no. 2, pp. 1204–1211. DOI: [10.1021/acs.nanolett.6b04967](https://doi.org/10.1021/acs.nanolett.6b04967).
21. Tunuguntla R.H., Henley R.Y., Yao Y.-Ch., Pham T.A., Wanunu M., Noy A. Enhanced water permeability and tunable ion selectivity in subnanometer carbon nanotube porins. *Science*, 2017, vol. 357, no. 6353, pp. 792–796. DOI: [10.1126/science.aan2438](https://doi.org/10.1126/science.aan2438).
22. Melker A.I. *Dynamics of Condensed Matter. Collisions and Branchings*. Sankt Petersburg, St. Petersburg Academy of Sciences on Strength Problems Publ., 2010. Vol. 2, 342 p.
23. Schwerdtfeger P., Wirz L.N., Avery J. The topology of fullerenes. *Wiley Interdisciplinary Reviews: Computational Molecular Science*, 2015, vol. 5, no. 1, pp. 96–145. DOI: [10.1002/wcms.1207](https://doi.org/10.1002/wcms.1207).
24. Endo M., Kroto H.W. Formation of carbon nanofibers. *Journal of Physical Chemistry*, 1992, vol. 96, no. 17, pp. 6941–6944. DOI: [10.1021/j100196a017](https://doi.org/10.1021/j100196a017).
25. Melker A.I. *Dynamics of Condensed Matter. Vibrations and Waves*. Sankt Petersburg, St. Petersburg Academy of Sciences on Strength Problems Publ., 2013. Vol. 1, 527 p.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Melker A.I., Krupina M.A. Geometric modeling of midi-fullerene growth from C_{32} to C_{60} // St. Petersburg State Polytechnical University Journal. Physics and Mathematics. 2017. Vol. 10. № 1. P. 47–54. DOI: [10.1016/j.spjpm.2017.02.002](https://doi.org/10.1016/j.spjpm.2017.02.002).
2. Melker A.I., Krupina M.A. Modeling growth of midi-fullerenes from C_{48} to C_{72} // Materials Physics and Mechanics. 2017. Vol. 34. № 1. P. 29–36. DOI: [10.18720/MPM.3412017_3](https://doi.org/10.18720/MPM.3412017_3).
3. Melker A.I., Krupina M.A., Zarafutdinov R.M. Fullerenes of the $\Delta n=12$ series // Materials Physics and Mechanics. 2017. Vol. 34. № 1. P. 46–50.
4. Melker A.I., Vorobyeva T.V., Zarafutdinov R.M. Fullerenes of the $\Delta n=6$ series // Journal of Applied and Theoretical Physics Research. 2018. Vol. 2. № 1. P. 1–4. DOI: [10.24218/jatpr.2018.13](https://doi.org/10.24218/jatpr.2018.13).
5. Melker A.I., Zarafutdinov R.M., Krupina M.A. Fullerenes of the $\Delta n=10$ series // Materials Physics and Mechanics. 2017. Vol. 34. № 1. P. 37–45. DOI: [10.18720/MPM.3412017_4](https://doi.org/10.18720/MPM.3412017_4).
6. Melker A.I., Vorobyeva T.V. Structure and energy of the $\Delta n=14$ series fullerenes // International Journal Atomic and Nuclear Physics. 2018. Vol. 3. Article number 008. DOI: [10.35840/2631-5017/2508](https://doi.org/10.35840/2631-5017/2508).
7. Melker A.I., Vorobyeva T.V., Zarafutdinov R.M. Modeling fullerene growth by fusion reactions of cupola half-fullerenes: $\Delta n=16$ series // Materials Physics and Mechanics. 2019. Vol. 41. № 1. P. 36–44. DOI: [10.18720/MPM.4112019_6](https://doi.org/10.18720/MPM.4112019_6).
8. Косевич А.М. Физическая механика реальных кристаллов. Киев: Наукова думка, 1981. 327 с.
9. Melker A.I., Krupina M.A., Zarafutdinov R.M. Periodic system of fullerenes: the column of three-fold symmetry // Nonlinear Phenomena in Complex Systems. 2019. Vol. 22. № 4. P. 383–394. DOI: [10.33581/1561-4085-2019-22-4-383-394](https://doi.org/10.33581/1561-4085-2019-22-4-383-394).
10. Melker A.I., Krupina M.A., Matvienko A.N. Nucleation and growth of fullerenes and nanotubes having four-fold symmetry // Materials Physics and Mechanics. 2021. Vol. 47. № 2. P. 315–343. DOI: [10.18149/MPM.4722021_13](https://doi.org/10.18149/MPM.4722021_13).
11. Melker A.I., Starovoitov S.A., Zarafutdinov R.M. Tetrahedral mini- and midi-fullerenes // Materials Physics and Mechanics. 2019. Vol. 41. № 1. P. 52–61. DOI: [10.18720/MPM.4112019_8](https://doi.org/10.18720/MPM.4112019_8).
12. Sánchez-Barnabe F.J. Towards a periodic pattern in classical and nonclassical fullerenes with tetrahedral

- structure // Materials Physics and Mechanics. 2020. Vol. 45. № 1. P. 79–86. DOI: [10.18720/MPM.4512020_8](https://doi.org/10.18720/MPM.4512020_8).
13. Свердлов Л.М., Ковнер М.А., Крайнов Е.П. Колебательные спектры многоатомных молекул. М.: Наука, 1970. 559 с.
14. Hanwell M.D., Curtis D.E., Lonie D.C., Vandermeersch T., Zurek E., Hutchison G.R. Avogadro: an advanced semantic chemical editor, visualization, and analysis platform // Journal of Cheminformatics. 2012. Vol. 4. № 8. Article number 17. DOI: [10.1186/1758-2946-4-17](https://doi.org/10.1186/1758-2946-4-17).
15. Melker A.I., Krupina M.A., Zarafutdinov R.M. Fullerenes of the $\Delta n=2$ series // Materials Physics and Mechanics. 2018. Vol. 39. № 1. P. 49–55. DOI: [10.18720/MPM.3912018_8](https://doi.org/10.18720/MPM.3912018_8).
16. Melker A.I., Vorobyeva T.V., Zarafutdinov R.M. Fullerenes of the $\Delta n=4$ series // Materials Physics and Mechanics. 2018. Vol. 39. № 1. P. 43–48. DOI: [10.18720/MPM.3912018_7](https://doi.org/10.18720/MPM.3912018_7).
17. Melker A.I., Matvienko A.N. Periodic system of fullerenes: isomers from C₂₀ to C₂₈ // Proceedings of the 18th Int Workshop: Nano-Design, Technology, Computer Simulations, Sept. 24–27. Brest, 2019. P. 72–78.
18. Slanina Z., Zhao X., Uhlik F. Model narrow nanotubes related to C₃₆, C₃₂ and C₂₀: initial computational structural sampling // Materials Science and Engineering B: Solid-State Materials for Advanced Technology. 2002. Vol. 96. № 2. P. 164–168. DOI: [10.1016/S0921-5107\(02\)00312-4](https://doi.org/10.1016/S0921-5107(02)00312-4).
19. Melker A.I., Krupina M.A. Unified approach to forming fullerenes and nanotubes // Materials Physics and Mechanics. 2017. Vol. 34. № 1. P. 1–17. DOI: [10.18720/MPM.3412017_1](https://doi.org/10.18720/MPM.3412017_1).
20. Amiri H., Shepard K.L., Nuckolls C., Hernandez S.R. Single-walled carbon nanotubes: mimics of biological channels // Nano Letters. 2017. Vol. 17. № 2. P. 1204–1211. DOI: [10.1021/acs.nanolett.6b04967](https://doi.org/10.1021/acs.nanolett.6b04967).
21. Tunuguntla R.H., Henley R.Y., Yao Y.-Ch., Pham T.A., Wanunu M., Noy A. Enhanced water permeability and tunable ion selectivity in subnanometer carbon nanotube porins // Science. 2017. Vol. 357. № 6353. P. 792–796. DOI: [10.1126/science.aan2438](https://doi.org/10.1126/science.aan2438).
22. Melker A.I. Dynamics of Condensed Matter. Vol. 2. Collisions and Branchings. Sankt Petersburg: St. Petersburg Academy of Sciences on Strength Problems, 2010. 342 p.
23. Schwerdtfeger P., Wirz L.N., Avery J. The topology of fullerenes // Wiley Interdisciplinary Reviews: Computational Molecular Science. 2015. Vol. 5. № 1. P. 96–145. DOI: [10.1002/wcms.1207](https://doi.org/10.1002/wcms.1207).
24. Endo M., Kroto H.W. Formation of carbon nanofibers // Journal of Physical Chemistry. 1992. Vol. 96. № 17. P. 6941–6944. DOI: [10.1021/j100196a017](https://doi.org/10.1021/j100196a017).
25. Melker A.I. Dynamics of Condensed Matter. Vol. 1. Vibrations and Waves. Sankt Petersburg: St. Petersburg Academy of Sciences on Strength Problems, 2013. 527 p.

Образование и рост фуллеренов и нанотрубок, имеющих Т-симметрию третьего порядка

© 2022

Мелькер Александр Иосифович, доктор физико-математических наук, профессор, профессор Санкт-Петербургской Академии наук проблем прочности

*Крупина Мария Алексеевна*¹, кандидат физико-математических наук, доцент кафедры экспериментальной физики

Матвиенко Александра Николаевна^{*2}, инженер Высшей школы механики и процессов управления Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, Санкт-Петербург (Россия)

*E-mail: ndtcs@inbox.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8504-9302>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3012-1407>

Поступила в редакцию 14.07.2021

Принята к публикации 14.06.2022

Аннотация: В соответствии с периодической системой фуллеренов все фуллерены можно классифицировать по группам, имеющим разную симметрию. Есть основания полагать, что фуллерены с одним и тем же типом симметрии имеют схожие свойства. До возникновения периодической системы в 2017 году фуллерены для изучения выбирались случайным образом, что вместо упорядочения результатов только увеличивало энтропию информации. Мы изучили возможные способы создания и выращивания фуллеренов, относящихся к группе фуллеренов, имеющих Т-симметрию третьего порядка. Начиная с кластеров C₆, образующих циклопропан C₃H₆, мы получили элементарные фуллерены C₆, а также мини-фуллерены C₁₂, которые, в свою очередь, образовали фуллерены от C₁₈ до C₄₈, идеальные и неидеальные, а также нанотрубки. Основные идеальные (совершенные) фуллерены C₁₈, C₂₄, C₃₀, C₃₆, C₄₂ и C₄₈ имели обычную симметрию третьего порядка, промежуточные фуллерены не имели такой симметрии. Их несовершенство связано с дополнительными «внедренными», или углеродными, димерами, играющими роль дефектов. Можно описать неидеальные (несовершенные) фуллерены с дефектами как фуллерены, имеющие топологическую симметрию третьего порядка. Используя редактор Авогадро, мы рассчитали их форму и энергии и обсудили возможные причины их зависимости от размера и формы фуллерена. Установлено, что фуллерены можно разделить на две группы: живые и способные расти и мертвые, неактивные. Учитывая полученные ранее результаты, можно предположить, что мертвые фуллерены C_{24R}, C_{32R}, C_{40R} и C_{48R} с симметриями третьего, четвертого, пятого и шестого порядка имеют больше шансов быть обнаруженными экспериментально по сравнению с их изомерами.

Ключевые слова: углерод; внедрение; энергия; фуллерен; реакция синтеза; графическое представление; рост; нанотрубка; периодическая система; одинарная и двойная связь; топологическая симметрия.

Благодарности: Статья подготовлена по материалам докладов участников X Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2021), Тольятти, 13–17 сентября 2021 года.

Для цитирования: Мелькер А.И., Крупина М.А., Матвиенко А.Н. Образование и рост фуллеренов и нанотрубок, имеющих Т-симметрию третьего порядка // Frontier Materials & Technologies. 2022. № 2. С. 37–53. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-2-37-53.

Металлографическая экспертиза как обратная связь между качеством и производством продукции

© 2022

*Мерсон Дмитрий Львович**¹, доктор физико-математических наук, профессор,
директор НИИ прогрессивных технологий

*Караванова Анастасия Анатольевна*², кандидат технических наук,
заместитель директора НИИ прогрессивных технологий

*Климанов Алексей Владимирович*³, магистрант
кафедры «Нанотехнологии, материаловедение и механика»

Тольяттинский государственный университет, Тольятти (Россия)

*E-mail: d.merson@tltso.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5006-4115>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9192-525X>

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3313-2398>

Поступила в редакцию 20.02.2022

Принята к публикации 21.05.2022

Аннотация: Несмотря на все большую автоматизацию процесса проектирования и производства металлических изделий, выход последних из строя остается достаточно распространенным явлением. Для выяснения причин подобных инцидентов назначают металлографическую экспертизу, проводить которую на должном уровне могут только специализированные аккредитованные организации. Металлографическая экспертиза – это инструмент, выполняющий роль обратной связи между качеством изделий на выходе и всей цепочкой многочисленных операций на пути их создания. Цель настоящей работы состоит в демонстрации на практическом примере возможности и особой значимости выводов металлографической экспертизы для отработки технологии изготовления изделий. На поверхность оси колесной пары локомотива для повышения ее износостойкости методом высокоскоростного плазменного напыления было нанесено покрытие NiCrBSi. Во время проведения ресурсных стендовых испытаний оси в ней была обнаружена магистральная усталостная трещина, испытания остановлены, а ось искусственно доломана. Проведенный анализ качества металла (химического состава, механических свойств (прочностных, пластических, ударной вязкости), микроструктуры, чистоты металла по неметаллическим включениям и параметров поверхностного слоя, упрочненного накатыванием роликом) показал его полное соответствие нормативной документации. Параметры покрытия NiCrBSi по толщине и твердости также соответствовали заявленным в технологии значениям. Согласно фрактографическому анализу излома зарождение усталостного разрушения происходило по многоочаговому механизму, что является характерным признаком наличия общей объективной причины недостаточной прочности изделия, не связанной с каким-либо случайным фактором. В результате проведенной металлографической экспертизы установлено, что основной причиной разрушения оси колесной пары является недостаточная усталостная прочность покрытия. Зародившиеся в нем многочисленные усталостные микротрещины проросли в основной металл и привели к образованию усталостных макротрещин на разных уровнях, слияние которых привело к формированию обширной многоочаговой поверхности усталостного разрушения.

Ключевые слова: металлографическая экспертиза; испытания; высокоскоростное плазменное напыление; структура; усталостные трещины.

Для цитирования: Мерсон Д.Л., Караванова А.А., Климанов А.В. Металлографическая экспертиза как обратная связь между качеством и производством продукции // Frontier Materials & Technologies. 2022. № 2. С. 54–62. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-2-54-62.

ВВЕДЕНИЕ

Производство каждого изделия, конструкции или детали является результатом длинной цепочки разнообразных действий, начиная от проектирования и заканчивая сборкой. С каждым годом в реализации этого процесса все больше места отводится различным автоматизированным программам, позволяющим не только проектировать изделия с учетом обеспечения прочности, но и полностью разрабатывать технологии их изготовления [1–3]. Тем не менее случаи выхода из строя изделий или даже возникновения аварийных ситуаций происходят достаточно часто [4–6]. Как правило, для установления объективных причин наступления таких инцидентов назначают проведение металлографической

экспертизы (МЭ). Инициатором проведения МЭ может быть производитель продукции, потребитель, а также прокуратура или следственные органы.

Число возможных причин выхода изделий из строя очень велико, они могут возникнуть на любом этапе жизни изделия, которую условно можно представить следующей последовательностью: проектирование → изготовление → сборка → эксплуатация. Перечень вероятных на каждом из указанных этапов причин «несчастий» можно дополнительно разбить на группы. Например, на этапе изготовления это могут быть некачественный исходный материал, нарушения технологий механической и термической обработок, нанесения покрытий и др. [7–9]. В связи с указанной многофакторностью и высокой ответственностью за результат метало-

графическую экспертизу в большинстве случаев поручают проводить специализированным аккредитованным организациям, имеющим в своем распоряжении квалифицированных аттестованных специалистов, поверенное испытательное и современное исследовательское оборудование, а также нормативную документацию (методики), регламентирующую процедуры проведения испытаний и исследований.

При проведении МЭ необходимо соблюдать определенные правила и учитывать любые мелочи. Прежде чем начинать какие бы то ни было манипуляции с объектами экспертизы, необходимо изучить документы, набор которых может сильно различаться в зависимости от ситуации, но обычно включает паспорт на изделие, требования чертежей к деталям и описание технологии их изготовления, условия эксплуатации, акт первичного расследования аварии (при наличии) и другие документы [10;11].

Особое место занимает пробоподготовка материалов объекта экспертизы: вырезка контрольных образцов должна, во-первых, проводиться в местах, наиболее объективно отражающих общее состояние материала; во-вторых, важно не повредить материал в местах с признаками деградации (дефекты, микротрещины, следы коррозии и т. п.), изучение которых представляет максимальный интерес. Кроме того, вырезку образцов следует проводить с применением средств охлаждения для недопущения структурных изменений в процессе механической обработки.

Металлографическую экспертизу (исследования) проводят не только при расследовании причин разрушения или аварий, но и для выявления причин брака на производстве. Нередка ситуация, что при соблюдении одной и той же технологии изготовления детали при поступлении на вход новой партии металла на выходе идет брак. Если при этом качество нового металла полностью соответствует нормативной документации (НД), то разобраться, в чем проблема, – одна из самых трудных задач, ставящихся перед МЭ. В этом случае требуется детально разбираться в мельчайших отличиях микро- и макроструктуры, химическом составе и других свойствах металла из различных партий, и по итогам анализа производитель должен ужесточить требования к металлу сверх общепринятой НД.

Цель работы – на практическом примере продемонстрировать возможности и особую значимость выводов металлографической экспертизы для отработки технологии изготовления изделий.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Металлографическая экспертиза, о которой пойдет речь, была проведена в испытательных лабораториях НИИ прогрессивных технологий (НИИПТ) Тольяттинского государственного университета. НИИПТ имеет более 15 лет опыта работы в качестве экспертной организации. В настоящее время он аккредитован в Международной системе ИАС и Единой системе оценки соответствия на объектах, подконтрольных Федеральной службе по экологическому, технологическому и атомному надзору (Ростехнадзор), и включает в себя более 10 испытательных и исследовательских лабораторий, оснащенных современным оборудованием, позволяющим проводить большинство необходимых для осуществления МЭ работ.

Рассмотрим в качестве примера МЭ неудовлетворительный результат ресурсных (усталостных) испытаний оси колесной пары локомотива. На поверхность оси, изготовленной из стали ОС по ГОСТ 4728-2010, с целью повышения ее износостойкости и усталостной прочности методом высокоскоростного плазменного напыления было нанесено покрытие NiCrBSi [12–14] толщиной функционального слоя от 0,125 до 0,5 мм с последующей шлифовкой.

Стендовые испытания данной оси круговым изгибом, которые должны проводиться на базе 50 млн циклов, были остановлены при наработке 20 млн циклов из-за образования глубокой усталостной трещины. После остановки испытаний сечения оси, содержащее усталостную трещину, было искусственно доломано (рис. 1 а). Внешний вид ответных частей излома приведен на рис. 1 б.

Пробоподготовку представленных на МЭ объектов проводили с использованием электроискрового проволочно-вырезного станка Sodick AG400L LN2W, отрезного станка Discotom-6 и ленточной пилы JET HBS-916W с применением системы охлаждения водой для предотвращения структурных изменений исследуемого металла.



a



b

Рис. 1. Ответные части излома оси колесной пары
Fig. 1. Counterparts of the fractured axis of a wheelset

Химический состав определяли с помощью оптико-эмиссионного спектрометра Q4 TASMAR (Германия), механические испытания на растяжение проводили на универсальной испытательной машине WDW-300E (Китай), испытания на ударную вязкость – на копре JB-W300 (Китай). Микроструктуру изучали на микроскопе Axiovert 40 MAT (Германия) с применением программы оценки качества структуры материалов Thixomet Pro (Россия) и объекта-микрометра. Твердость по Виккерсу измеряли при нагрузках 1 и 10 кг на твердомере HVS-50 (Китай).

Подготовка шлифов для исследования микроструктуры включала в себя заливку образцов в пластмассу на заливочном прессе SIMPLIMET 1000 и доводку поверхности на шлифовально-полировальном станке LaboPol-25 (производства Struers).

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Согласно визуальному осмотру излома (рис. 2 а) на нем присутствуют две характерные области: 40 % занимает гладкая поверхность, образование которой связано с продвижением усталостной трещины (поз. 1 на рис. 2 а); остальная поверхность с грубым развитым рельефом сформировалась в результате искусственного долома (поз. 2 на рис. 2 а). Обращает на себя внимание наличие по всему периметру сечения оси обособленного кольцевого слоя толщиной около 1 см (поз. 3 на рис. 2 а). Кроме того, на боковой поверхности оси вблизи излома присутствуют многочисленные трещины (рис. 2 б).

После проведения визуального осмотра требуется убедиться в надлежащем качестве металла объекта экспертизы и, прежде всего, в соответствии химического состава нормативной документации. Согласно проведенному химическому анализу металл оси полностью соответствует химическому составу марки стали ОС, заложенной в ГОСТ 4728-2010. Характеристики прочности и пластичности, определенные при одноосном растяжении образцов, вырезанных непосредственно из

оси (рис. 3), а также значения ударной вязкости соответствуют требованиям ГОСТ 4728-2010: предел текучести составляет 349 МПа (должен превышать 330 МПа), временное сопротивление равно 663 МПа (требуется >650 МПа), относительное удлинение – 23 % (должно превышать 19 %), ударная вязкость – 59...61 Дж/см² (в ГОСТ – от 34 Дж/см²).

Соответствие химического состава и стандартных механических свойств НД не может служить гарантией безопасной эксплуатации изделия, особенно в условиях циклического нагружения, при которых и работает ось колесной пары. Необходимо убедиться в отсутствии дефектов микро- и макроструктуры. Например, присутствие неметаллических включений недопустимых размеров может послужить очагом зарождения усталостной трещины.

Согласно проведенному исследованию микроструктура стали оси представляет собой феррит + перлит с величиной зерна феррита G8, что соответствует требованиям п. 6.1.12 ГОСТ 33200-2014 (рис. 4). Контроль неметаллических включений, выполненный на нетравленных полированных образцах, выявил наличие сульфидов со средним баллом 0,4, что намного ниже требований ГОСТ 33200-2014 – не выше 1,5.

Для повышения эксплуатационных свойств поверхность оси положено упрочнять путем процедуры накатывания роликами, в результате которой согласно ГОСТ 33200-2014 твердость поверхностного слоя должна минимум на 20 % превышать твердость сердцевины. На рис. 5 приведены зависимости изменения твердости по Виккерсу от поверхности в сторону сердцевины. Согласно приведенным данным, твердость у поверхности составляет 225 HV1, что на 30 % выше, чем в сердцевине 175 HV1, т. е. соответствует требованиям ГОСТ 33200-2014.

Исследование покрытия, нанесенного на ось методом высокоскоростного плазменного напыления, показало, что оно имеет толщину ~0,16 мм (рис. 6) и твердость (594÷671) HV0,3, что соответствует паспортным данным покрытия.



Рис. 2. Поверхность излома оси:
a – общий вид с характерными зонами; *b* – трещины на боковой поверхности
Fig. 2. The axis fracture surface:
a – general view with the characteristic zones; *b* – side surface with cracks

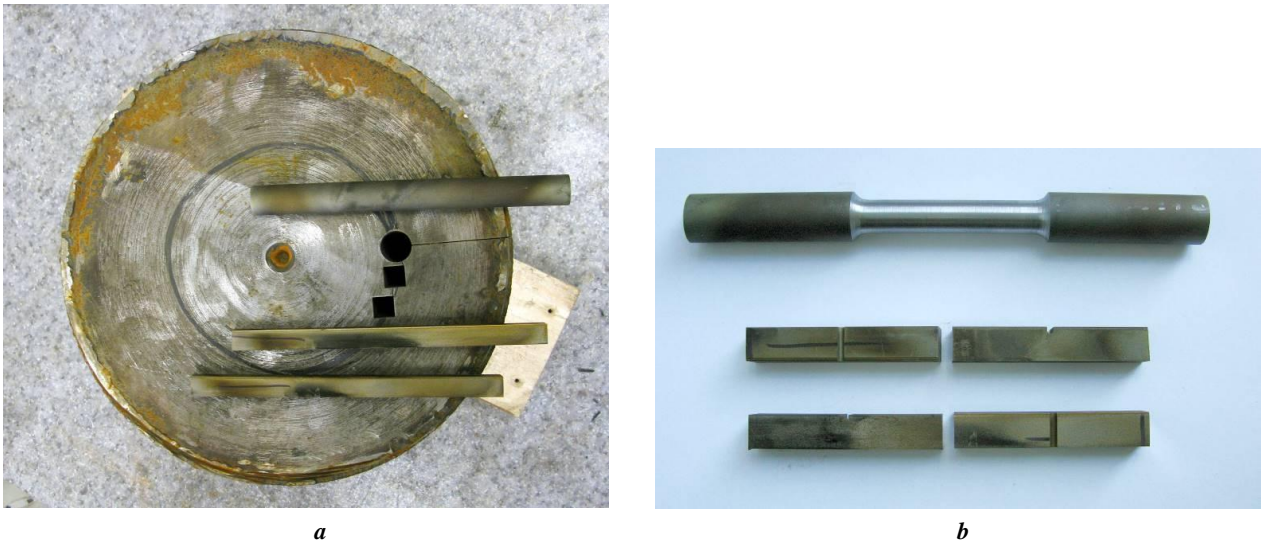


Рис. 3. Заготовки (а) и образцы (b) для механических испытаний
Fig. 3. Blanks (a) and specimens (b) for mechanical testing

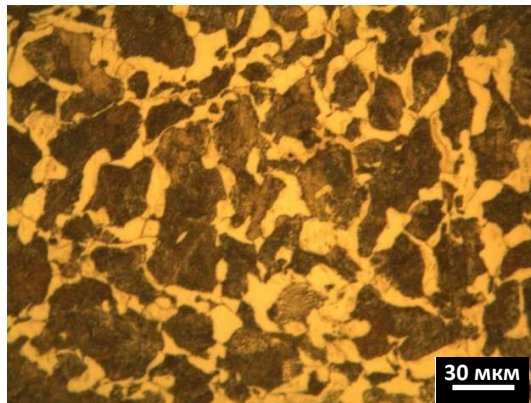


Рис. 4. Микроструктура оси
Fig. 4. Microstructure of the wheelset axis

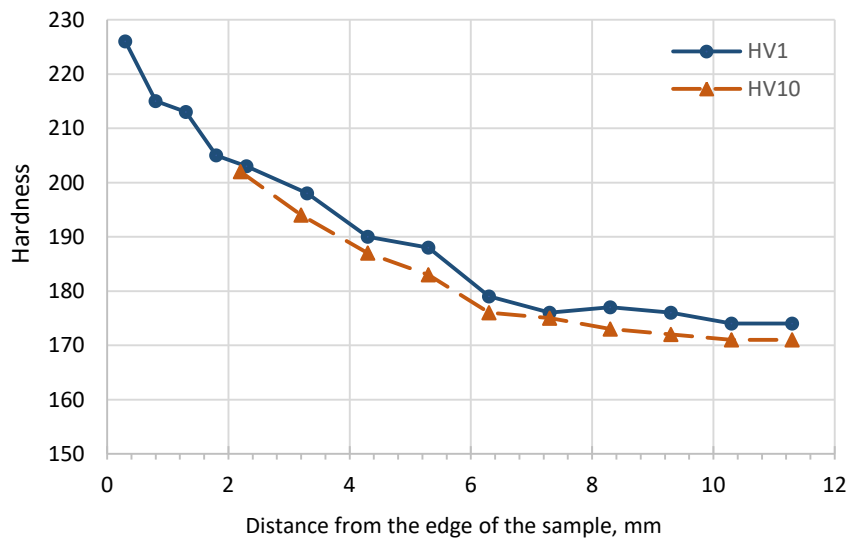


Рис. 5. График изменения твердости от поверхности оси в сторону сердцевины
Fig. 5. The graph of the microhardness change of the wheelset axis depending on the distance from the surface

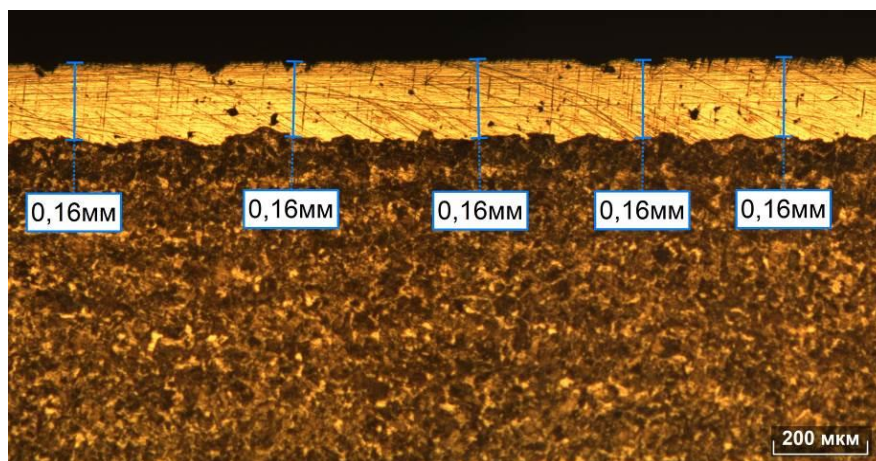


Рис. 6. Вид покрытия с результатами замера его толщины
Fig. 6. The coating view with its thickness measurements

Во многих случаях установить природу разрушения помогает исследование морфологии поверхности разрушения (метод фрактографии) [15; 16]. Как уже было отмечено выше при визуальном осмотре, на изломе присутствуют две характерные для усталостного разрушения зоны: зона с гладким рельефом – область роста усталостной трещины (поз. 1 на рис. 2 а) и зона с развитой бугристой поверхностью, так называемым ручьи-стым узором, – область долома, в данном случае искусственного (поз. 2 на рис. 2 а). Отмеченная на рис. 2 а кольцевая область 3 толщиной около 1 см, очевидно, связана с упрочнением поверхности обкаткой роликами на аналогичную глубину около 1 см (рис. 5).

Согласно детальному анализу поверхности излома, в его усталостной зоне наблюдается несколько далеко отстоящих друг от друга участков с террасами (наплывами металла), расположенными на разных уровнях (рис. 7), что служит прямым доказательством многоочагового характера зарождения усталостного разрушения [17].

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Сделанный на основании фрактографического исследования вывод о многоочаговом характере разрушения является принципиальным, так как является доказательством того, что в данном случае разрушение оси

произошло не из-за какого-то единичного дефекта, а по объективной причине, перечень которых ограничен: (1) недостаточное качество основного металла оси; (2) некачественно проведенная операция накатки оси; (3) отрицательное влияние плазменного напыления покрытия; (4) неправильно проведенная процедура стендовых испытаний оси.

Приведенные выше результаты испытаний и исследований исключают первые две из рассмотренных в качестве основных причин преждевременного разрушения оси. Поскольку при проведении стендовых испытаний с помощью наклеенных тензодатчиков (на рис. 1 а указаны стрелками) регистрировались реально действующие напряжения, а не расчетные, то вероятность ошибки чрезвычайно мала.

Для проверки роли покрытия в разрушении оси вблизи места визуально наблюдаемой трещины в продольном направлении был вырезан темплет. Изображение нетравленного шлифа темплета приведено на рис. 8. На правой стороне снимка присутствуют две макротрещины длиной 1,71 и 0,8 мм, расположенные под одинаковым углом к линии поверхности (рис. 8 а). Несколько левее расположены еще две зародышевые трещины под таким же углом (обозначены красными стрелками). Если в правой части снимка покрытие

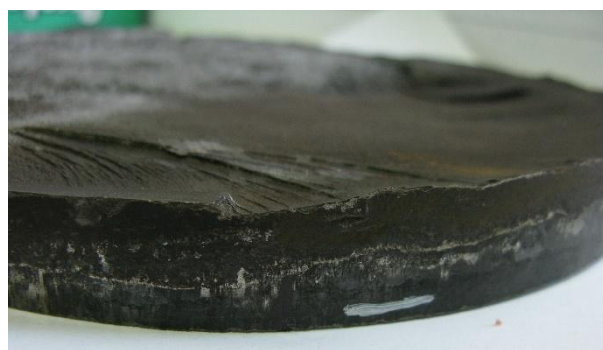
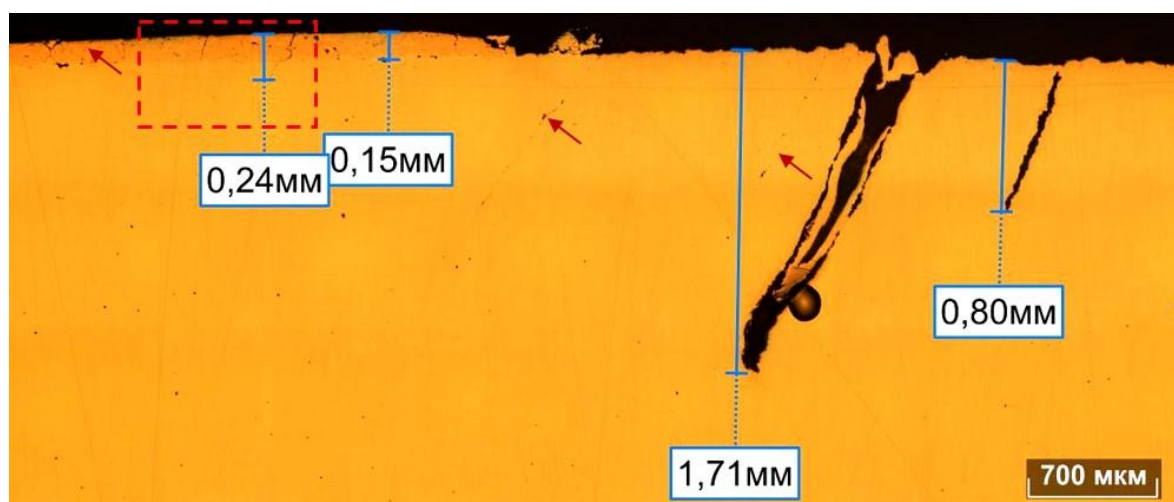
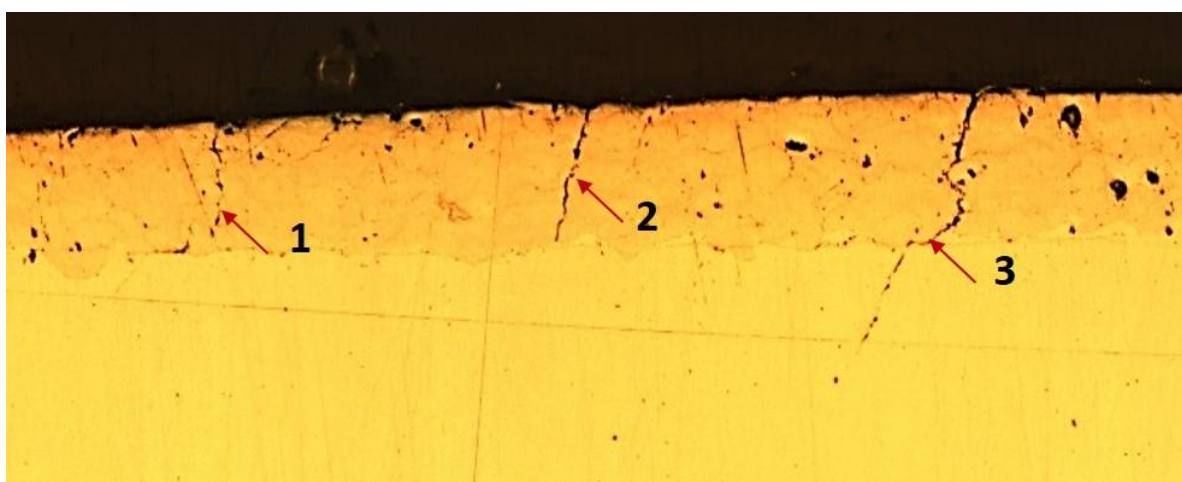


Рис. 7. Террасы, расположенные в различных местах усталостной части излома
Fig. 7. The multiple terraces along the fatigue part of the fracture surface



a



b

Рис. 8. Поверхностные трещины на продольном шлифе (а), последовательные этапы развития процесса разрушения (b)
Fig. 8. The side surface cracks in the longitudinal cross-section (a), the successive steps of the fracture process (b)

отсутствует (выкрошилось), то в левой части покрытие имеется и по всей его длине присутствуют микротрещины, ориентированные под тем же самым углом к поверхности.

На рис. 8 b в увеличенном виде показан фрагмент, выделенный на рис. 8 a пунктирным прямоугольником, содержащий покрытие с микротрещинами. На рис. 8 b можно хорошо проследить весь процесс развития трещины, начиная от стадии зарождения. Сначала непосредственно в покрытии зарождается микротрещина (поз. 1 на рис. 8 b), далее эта микротрещина прошивает насквозь все покрытие и останавливается перед подложкой (поз. 2 на рис. 8 b). Острый кончик микротрещины, являясь мощным концентратором напряжений, способствует ее дальнейшему прорастанию в основной металл (поз. 3 рис. 8 b). Под действием знакопеременных напряжений такая микротрещина перерождается в усталостную макротрещину, подобную приведенным на рис. 8 a справа, при этом ее дальнейшее продвижение становится необратимым процессом [18].

Образование многочисленных трещин в приповерхностной зоне оси под одинаковым углом к линии поверхности не может произойти случайно. Поскольку для трещины 3 (рис. 8 b) перед переходом от дна покрытия в матрицу обязательно должна была произойти пауза, то образование указанных микротрещин и тем более макротрещин (рис. 8 a) не является следствием ударного воздействия при динамической разгрузке в момент искусственного долома оси.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

На основании проведенных исследований и испытаний можно сделать следующие основные выводы.

1. Неудовлетворительные ресурсные испытания оси колесной пары не связаны с ненадлежащим качеством изготовления оси, так как ее химический состав, прочностные свойства, микроструктура, содержание неметаллических включений и параметры упрочненного накаткой поверхностного слоя полностью удовлетворяют требованиям нормативной документации.

2. Многочисленные усталостные микротрещины изначально зародились в покрытии. Их прорастание в основной металл привело к образованию усталостных макротрещин на разных уровнях. Последующее слияние усталостных макротрещин привело к формированию обширной многоочаговой поверхности усталостного разрушения.

3. Основной причиной усталостного разрушения оси колесной пары является недостаточная усталостная прочность покрытия NiCrBSi, нанесенного методом высокоскоростного плазменного напыления, в условиях работы оси колесной пары.

4. Прежде чем проводить дорогостоящие натурные стендовые испытания, следовало провести усталостные испытания образцов материала оси с покрытием.

5. Металлографическая экспертиза является эффективным инструментом для осуществления обратной связи между качеством изделий на выходе и всей цепочкой операций при их изготовлении.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Buechler T., Schumacher F., Reimann P., Zaeh M.F. Methodology for an automatic and early manufacturing technology selection on a component level // *Production Engineering*. 2022. Vol. 16. № 1. P. 23–41. DOI: [10.1007/s11740-021-01070-2](https://doi.org/10.1007/s11740-021-01070-2).
- Daniyan I., Mporfu K., Ramatsetse B., Zeferino E., Monzambe G., Sekano E. Design and simulation of a flexible manufacturing system for manufacturing operations of railcar subassemblies // *Procedia Manufacturing*. 2020. Vol. 54. P. 112–117. DOI: [10.1016/j.promfg.2021.07.018](https://doi.org/10.1016/j.promfg.2021.07.018).
- Trzepieciński T., Dell'isola F., Lemu H.G. Multiphysics modeling and numerical simulation in computer-aided manufacturing processes // *Metals*. 2021. Vol. 11. № 1. Article number 175. DOI: [10.3390/met11010175](https://doi.org/10.3390/met11010175).
- Böhme S., Merson D., Vinogradov F. On subsurface initiated failures in marine bevel gears // *Engineering Failure Analysis*. 2020. Vol. 110. Article number 104415. DOI: [10.1016/j.engfailanal.2020.104415](https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2020.104415).
- Esmaeeli N., Sattari F., Lefsrud L., Macciotta R. Critical Analysis of Train Derailments in Canada through Process Safety Techniques and Insights into Enhanced Safety Management Systems // *Transportation Research Record*. 2022. Vol. 2676. № 4. P. 603–625. DOI: [10.1177/03611981211062893](https://doi.org/10.1177/03611981211062893).
- Husaini L., Liza R.H., Nurdin A., Muammar S. Failure analysis of a fractured leaf spring as the suspension system applied on the dump truck // *Key Engineering Materials*. 2021. Vol. 892 KEM. P. 89–98. DOI: [10.4028/www.scientific.net/KEM.892.89](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.892.89).
- Boral S., Chakraborty S. Failure analysis of CNC machines due to human errors: An integrated IT2F-MCDM-based FMEA approach // *Engineering Failure Analysis*. 2021. Vol. 130. Article number 105768. DOI: [10.1016/j.engfailanal.2021.105768](https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2021.105768).
- Pan A.-X., Yang Z.-G. Cause analysis and countermeasure on premature failure of a driven gear for the high-speed train // *Engineering Failure Analysis*. 2022. Vol. 139. Article number 106487. DOI: [10.1016/j.engfailanal.2022.106487](https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2022.106487).
- Jimenez-Martinez M. Manufacturing effects on fatigue strength // *Engineering Failure Analysis*. 2020. Vol. 108. Article number 104339. DOI: [10.1016/j.engfailanal.2019.104339](https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2019.104339).
- McEvily A.J. Metal failures: mechanisms, analysis, prevention. New York: Wiley, 2013. 506 p.
- Voort G.F. Metallographic Techniques in Failure Analysis // Failure Analysis and Prevention: ASM handbook archive. 2002. Vol. 11. P. 498–515. DOI: [10.31399/asm.hb.v11.a0003532](https://doi.org/10.31399/asm.hb.v11.a0003532).
- Somervuori M., Varis T., Oksa M., Suhonen T., Vuoristo P. Comparative Study on the Corrosion Performance of APS-, HVOF-, and HVOF-Sprayed NiCr and NiCrBSi Coatings in NaCl Solutions // *Journal of Thermal Spray Technology*. 2022. Vol. 31. № 5. P. 1581–1597. DOI: [10.1007/s11666-022-01389-x](https://doi.org/10.1007/s11666-022-01389-x).
- Afsous M., Shafyei A., Soltani M., Eskandari A. Characterization and Evaluation of Tribological Properties of NiCrBSi-Gr Composite Coatings Deposited on Stainless Steel 420 by HVOF // *Journal of Thermal Spray Technology*. 2020. Vol. 29. № 4. P. 773–788. DOI: [10.1007/s11666-020-00998-8](https://doi.org/10.1007/s11666-020-00998-8).
- Valíček J., Harničárová M., Řehoř J., Kušnerová M., Fulemová J., Gombár M., Kučerová L., Filipenský J., Hnátík J. Milling of complex surfaces of EN 10060 steel after HVOF sprayed NiCrBSi coatings // *Coatings*. 2020. Vol. 10. № 8. Article number 744. DOI: [10.3390/COATINGS10080744](https://doi.org/10.3390/COATINGS10080744).
- Клевцов Г.В., Ботвина Л.Р., Клевцова Н.А., Лимарь Л.В. Фрактодиагностика разрушения металлических материалов и конструкций. М.: МИСиС, 2007. 264 с.
- Ameen M.S. Fractography: fracture topography as a tool in fracture mechanics and stress analysis. Vol. 92. London: Geological Society Special Publication, 1995. 240 p. DOI: [10.1144/GSL.SP.1995.092.01.01](https://doi.org/10.1144/GSL.SP.1995.092.01.01).
- Лукьянов В.Ф., Ассауленко С.С. Имитационное моделирование многоочагового разрушения с учетом неоднородного распределения номинальных напряжений // *Вестник Донского государственного технического университета*. 2015. Т. 15. № 4. С. 31–36. DOI: [10.12737/16071](https://doi.org/10.12737/16071).
- Bai Y., Xi Y., Gao K., Yang H., Pang X., Yang X., Volinsky A.A. Brittle coating effects on fatigue cracks behavior in Ti alloys // *International Journal of Fatigue*. 2019. Vol. 125. P. 432–439. DOI: [10.1016/j.ijfatigue.2019.04.017](https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2019.04.017).

REFERENCES

- Buechler T., Schumacher F., Reimann P., Zaeh M.F. Methodology for an automatic and early manufacturing technology selection on a component level. *Production Engineering*, 2022, vol. 16, no. 1, pp. 23–41. DOI: [10.1007/s11740-021-01070-2](https://doi.org/10.1007/s11740-021-01070-2).
- Daniyan I., Mporfu K., Ramatsetse B., Zeferino E., Monzambe G., Sekano E. Design and simulation of a flexible manufacturing system for manufacturing operations of railcar subassemblies. *Procedia Manufacturing*, 2020, vol. 54, pp. 112–117. DOI: [10.1016/j.promfg.2021.07.018](https://doi.org/10.1016/j.promfg.2021.07.018).
- Trzepieciński T., Dell'isola F., Lemu H.G. Multiphysics modeling and numerical simulation in computer-aided

- manufacturing processes. *Metals*, 2021, vol. 11, no. 1, article number 175. DOI: [10.3390/met11010175](https://doi.org/10.3390/met11010175).
4. Böhme S., Merson D., Vinogradov F. On subsurface initiated failures in marine bevel gears. *Engineering Failure Analysis*, 2020, vol. 110, article number 104415. DOI: [10.1016/j.engfailanal.2020.104415](https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2020.104415).
 5. Esmaeeli N., Sattari F., Lefsrud L., Macciotta R. Critical Analysis of Train Derailments in Canada through Process Safety Techniques and Insights into Enhanced Safety Management Systems. *Transportation Research Record*, 2022, vol. 2676, no. 4, pp. 603–625. DOI: [10.1177/03611981211062893](https://doi.org/10.1177/03611981211062893).
 6. Husaini L., Liza R.H., Nurdin A., Muammar S. Failure analysis of a fractured leaf spring as the suspension system applied on the dump truck. *Key Engineering Materials*, 2021, vol. 892 KEM, pp. 89–98. DOI: [10.4028/www.scientific.net/KEM.892.89](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.892.89).
 7. Boral S., Chakraborty S. Failure analysis of CNC machines due to human errors: An integrated IT2F-MCDM-based FMEA approach. *Engineering Failure Analysis*, 2021, vol. 130, article number 105768. DOI: [10.1016/j.engfailanal.2021.105768](https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2021.105768).
 8. Pan A.-X., Yang Z.-G. Cause analysis and countermeasure on premature failure of a driven gear for the high-speed train. *Engineering Failure Analysis*, 2022, vol. 139, article number 106487. DOI: [10.1016/j.engfailanal.2022.106487](https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2022.106487).
 9. Jimenez-Martinez M. Manufacturing effects on fatigue strength. *Engineering Failure Analysis*, 2020, vol. 108, article number 104339. DOI: [10.1016/j.engfailanal.2019.104339](https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2019.104339).
 10. McEvily A.J. *Metal failures: mechanisms, analysis, prevention*. New York, Wiley Publ., 2013. 506 p.
 11. Voort G.F. Metallographic Techniques in Failure Analysis. *Failure Analysis and Prevention: ASM handbook archive*, 2002, vol. 11, pp. 498–515. DOI: [10.31399/asm.hb.v11.a0003532](https://doi.org/10.31399/asm.hb.v11.a0003532).
 12. Somervuori M., Varis T., Oksa M., Suhonen T., Vuoristo P. Comparative Study on the Corrosion Performance of APS-, HVOF-, and HVOF-Sprayed NiCr and NiCrBSi Coatings in NaCl Solutions. *Journal of Thermal Spray Technology*, 2022, vol. 31, no. 5, pp. 1581–1597. DOI: [10.1007/s11666-022-01389-x](https://doi.org/10.1007/s11666-022-01389-x).
 13. Afsous M., Shafyei A., Soltani M., Eskandari A. Characterization and Evaluation of Tribological Properties of NiCrBSi-Gr Composite Coatings Deposited on Stainless Steel 420 by HVOF. *Journal of Thermal Spray Technology*, 2020, vol. 29, no. 4, pp. 773–788. DOI: [10.1007/s11666-020-00998-8](https://doi.org/10.1007/s11666-020-00998-8).
 14. Valíček J., Harničárová M., Řehoř J., Kušnerová M., Fulemová J., Gombár M., Kučerová L., Filipenský J., Hnátík J. Milling of complex surfaces of EN 10060 steel after HVOF sprayed NiCrBSi coatings. *Coatings*, 2020, vol. 10, no. 8, article number 744. DOI: [10.3390/COATINGS10080744](https://doi.org/10.3390/COATINGS10080744).
 15. Klevtsov G.V., Botvina L.R., Klevtsova N.A., Limar L.V. *Fraktodiagnostika razrusheniya metallicheskih materialov i konstruksiy* [Fractodiagnosics of destruction of metallic materials and structures]. Moscow, MISiS Publ., 2007. 264 p.
 16. Ameen M.S. *Fractography: fracture topography as a tool in fracture mechanics and stress analysis*. London, Geological Society Special Publ., 1995. Vol. 92, 240 p. DOI: [10.1144/GSL.SP.1995.092.01.01](https://doi.org/10.1144/GSL.SP.1995.092.01.01).
 17. Luk'yanov V.F., Assaulenko S.S. Simulation of multicentric destruction with regard for inhomogeneous distribution of rated voltage. *Vestnik Donskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta*, 2015, vol. 15, no. 4, pp. 31–36. DOI: [10.12737/16071](https://doi.org/10.12737/16071).
 18. Bai Y., Xi Y., Gao K., Yang H., Pang X., Yang X., Volinsky A.A. Brittle coating effects on fatigue cracks behavior in Ti alloys. *International Journal of Fatigue*, 2019, vol. 125, pp. 432–439 DOI: [10.1016/j.ijfatigue.2019.04.017](https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2019.04.017).

Metallographic examination as the feedback between product quality and manufacturing

© 2022

Dmitry L. Merson^{*1}, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor,
Director of the Research Institute of Advanced Technologies
Anastasiya A. Karavanova², PhD (Engineering),
Deputy Director of the Research Institute of Advanced Technologies
Aleksey V. Klimanov³, graduate student
of Chair “Nanotechnologies, Materials science and Mechanics”

Togliatti State University, Togliatti (Russia)

*E-mail: d.merson@tltu.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5006-4115>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9192-525X>

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3313-2398>

Received 20.02.2022

Accepted 21.05.2022

Abstract: Despite the increasing automation of the process of designing and manufacturing metal products, their failure remains a common phenomenon. The metallographic examination is appointed, which can only be carried out at a proper level by the specialized accredited organizations to identify the causes of such incidents. A metallographic examination is a tool that acts as feedback between the output quality of products and the entire chain of numerous operations during production. The purpose of this work is, using a practical example, to demonstrate the possibility and special significance of the conclusions of the metallographic examination for the development of the product manufacturing technology. Using the high-speed plasma spraying method, the authors applied the NiCrBSi coating to the surface of the locomotive wheel

pair axle to increase its wear resistance. The life bench tests of the axle revealed the main fatigue crack, the tests were stopped, and the axle was artificially broken completely. The analysis of metal quality, including chemical composition, mechanical properties (strength, ductility, and impact hardness), microstructure, metal purity according to the non-metallic inclusions, and parameters of a surface layer hardened by rolling, showed its full compliance with the regulatory documentation. The thickness and hardness parameters of the NiCrBSi coating also corresponded to the declared ones. According to the fractographic analysis, the fatigue fracture was initiated at multiple points, which was a characteristic sign of a common objective reason for the insufficient strength of a product not associated with some random factor. The metallographic examination identified that the main reason for the failure of a wheelset axle is the coating's insufficient fatigue strength. The numerous fatigue microcracks that originated in the coating grew into the base metal and led to the fatigue macrocracks formation at different height levels. The merging of these cracks led to widespread fatigue fracture surface formation.

Keywords: metallographic examination; testing; high-speed plasma spraying; structure; fatigue cracks.

For citation: Merson D.L., Karavanova A.A., Klimanov A.V. Metallographic examination as the feedback between product quality and manufacturing. *Frontier Materials & Technologies*, 2022, no. 2, pp. 54–62. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-2-54-62.

Влияние структуры на кинетику и стадийность процесса коррозии биорезорбируемых магниевых сплавов ZX10 и WZ31

© 2022

Мягких Павел Николаевич^{*1}, младший научный сотрудник НИИ прогрессивных технологий

*Мерсон Евгений Дмитриевич*², кандидат физико-математических наук,

старший научный сотрудник НИИ прогрессивных технологий

*Полуянов Виталий Александрович*³, кандидат технических наук,

младший научный сотрудник НИИ прогрессивных технологий

*Мерсон Дмитрий Львович*⁴, доктор физико-математических наук, профессор,

директор НИИ прогрессивных технологий

Тольяттинский государственный университет, Тольятти (Россия)

*E-mail: feanorhao@gmail.com

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7530-9518>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7063-088X>

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0570-2584>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5006-4115>

Поступила в редакцию 09.04.2022

Принята к публикации 17.06.2022

Аннотация: Биорезорбируемые магниевые сплавы представляют собой один из наиболее перспективных материалов для костных хирургических имплантатов за счет сочетания ряда уникальных характеристик: высокой прочности, небольшого веса, модуля Юнга, близкого к костному, и низкой цитотоксичности. Важнейшей характеристикой является скорость коррозии, которая определяет время эксплуатации имплантата. На данный момент основные усилия исследователей направлены на поиск материала с коррозионными свойствами, обеспечивающими сохранение эксплуатационных свойств имплантата в течение периода заживления кости. Большинство работ по данной теме посвящено исследованию влияния химического состава сплава. В то же время известно, что структура материала также способна оказывать большое влияние на коррозию, например, измельчение зерна в некоторых случаях способно изменить даже ее тип. Кроме того, материалы с одинаковыми количественными показателями коррозии могут существенно отличаться в плане стадийности их накопления. Исследованы биорезорбируемые магниевые сплавы WZ31 и ZX10 в двух состояниях: литом (крупнозернистом) и после всесторонней изотермической ковки и осадки (мелкозернистом), с применением современных in-situ методов, позволяющих отслеживать динамику изменения скорости коррозии, а также стадийность развития коррозионных повреждений на поверхности образца. К таким методам относятся определение скорости коррозии по выходу водорода и видеомониторинг поверхности образца во время коррозионного воздействия. Испытания проводились в условиях, аналогичных условиям человеческого тела, таким как температура, состав коррозионной среды и уровень pH. Полученные результаты показали, что тип коррозии сплава WZ31 изменяется с уменьшением размера зерна с относительно равномерной на сильно локализованную. Сплав ZX10, напротив, продемонстрировал снижение скорости коррозии с уменьшением размера зерна, но ее тип не изменился.

Ключевые слова: магниевые сплавы; WZ31; ZX10; биорезорбируемые материалы; коррозия; стадийность процесса коррозии.

Благодарности: Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 20-38-90073. Результаты исследования сплава ZX10 получены при финансовой поддержке РНФ в рамках научного проекта № 21-79-10378.

Для цитирования: Мягких П.Н., Мерсон Е.Д., Полуянов В.А., Мерсон Д.Л. Влияние структуры на кинетику и стадийность процесса коррозии биорезорбируемых магниевых сплавов ZX10 и WZ31 // Frontier Materials & Technologies. 2022. № 2. С. 63–73. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-2-63-73.

ВВЕДЕНИЕ

С середины XX века магний и его сплавы остаются одними из самых перспективных материалов, в том числе для изготовления деталей летательного и наземного транспорта, в ракетостроении и даже медицине. Изначально магний привлекал внимание исследователей и инженеров своей рекордной удельной прочностью: будучи в полтора раза легче алюминиевых сплавов, деформируемые магниевые сплавы лишь незначительно уступают им по прочностным характеристикам. Например, широко известный сплав МА14 имеет прочность, сравнимую с прочностью дюралюмина Д1. Более

того, недавние исследования показывают, что магниевые сплавы при специальной обработке становятся по прочности сопоставимыми с углеродистыми сталями [1; 2]. Это открывает новые широкие возможности, в первую очередь в авиастроении и космической отрасли, а также в двигателестроении и автомобильной индустрии.

Последние два десятка лет активно исследуется другое уникальное свойство этих материалов – способность растворяться в живом организме без вреда его здоровью. На данный момент это подтверждено многочисленными исследованиями как in vitro (на клеточных культурах) [2; 3], так и in vivo (на животных) [4; 5]. Кроме того, магниевые сплавы имеют модуль Юнга,

близкий к человеческой кости [6; 7]. Совокупность этих свойств делает магний и его сплавы наиболее перспективными материалами для создания саморастворяющихся хирургических имплантатов. На сегодняшний день в хирургии в качестве материалов для временных имплантатов применяются нерастворяющиеся изделия из титановых сплавов и сталей, а также саморастворяющиеся имплантаты из биорезорбируемых полимеров, таких как полилактид [8; 9]. Существенным недостатком этих материалов является то, что для первых требуется повторная операция по их извлечению, а вторые имеют слишком низкие механические характеристики, что значительно ограничивает возможности их применения. Магниево-цинковые сплавы этих недостатков лишены, а значит, активное их внедрение в качестве материала временных имплантатов для остеосинтеза может избавить от необходимости лишней раз травмировать организм пациента проведением повторной операции. Следует учитывать, что такое применение диктует необходимость сочетания в материале большого количества разнообразных характеристик. Помимо того, что он должен иметь высокую прочность и пластичность, эти характеристики должны сохраняться в присутствии коррозионной среды, поскольку жидкости человеческого тела насыщены различными ионами, в первую очередь Cl^- , что делает их достаточно агрессивными. Сплав также не должен содержать компонентов, которые могли бы нанести вред здоровью, например таких легирующих элементов, как кадмий, который способен угнетать активность ферментных систем и приводить к серьезным нарушениям работы организма. И наконец, сплав должен обладать оптимальными коррозионными характеристиками: скоростью коррозии и ее типом. Скорость коррозии должна быть такой, чтобы имплантат не терял эксплуатационных свойств в течение всего периода заживления. Если говорить о типе коррозии, то общая равномерная коррозия является самой благоприятной, а язвенная, питтинговая, напротив, наиболее нежелательной, поскольку сильные коррозионные повреждения, локализованные в наиболее ответственных частях изделия (например, в месте крепления к кости), могут привести к преждевременному выходу имплантата из строя и даже травмированию пациента, что категорически недопустимо.

Все перечисленные выше свойства могут быть заданы путем введения в магний легирующих элементов. Исходя из анализа литературных данных, наиболее распространенными в исследовательских работах являются системы легирования «магний – цинк – цирконий» (например, сплав ZK60), «магний – алюминий – цинк» (AZ31, AZ91) и «магний – иттрий – редкоземельные элементы» (WE43). Данные системы обрели популярность в первую очередь ввиду того, что уже давно применялись в качестве конструкционных материалов в других приложениях, например, марки ZK60 и AZ31 – это аналоги ответственных сплавов MA14 и MA2-1, используемых в промышленности. Тем не менее для применения в медицине данные системы легирования имеют ряд недостатков. Так, в работах [2; 10] показано, что сплав ZK60 имеет неприемлемо высокую скорость коррозии и цитотоксичность, кроме того, он склонен к образованию многочисленных сквозных язв. Сплавы с алюминием существенно более стойки к воздействию аг-

рессивных сред, например, скорость коррозии сплава AZ31 на порядок ниже, чем у сплава ZK60 [10]. В то же время многие исследователи скептически относятся к возможности практического применения сплавов с алюминием в реальных медицинских изделиях, поскольку известно, что ионы Al^{3+} способствуют развитию болезни Альцгеймера и рака молочной железы [11; 12]. Сплавы с редкоземельными металлами (РЗМ) пока не проявили негативных свойств в этом плане, однако влияние РЗМ на организм человека мало изучено, а многие исследователи относят некоторые из них к токсичным веществам [13]. Ситуация усугубляется тем, что вводятся РЗМ в магний комплексно, а значит, контролировать содержание конкретного элемента в материале проблематично. Это означает, что даже если будут известны безвредные концентрации конкретных РЗМ, обеспечивать их в готовом биорезорбируемом сплаве будет довольно сложно. С другой стороны, РЗМ, как и иттрий, совместно с цинком способны образовывать в магниевых сплавах так называемую LPSO-фазу, значительно повышающую механические свойства материала.

Все это заставляет исследователей по всему миру искать новые системы легирования с учетом недостатков уже имеющихся. По результатам многочисленных работ к наиболее перспективным можно отнести системы Mg–Zn–Ca и Mg–Y–Zn. Влияние всех химических элементов этих систем хорошо изучено, более того, Zn и Ca являются крайне важными элементами в обмене веществ, как и магний. В то же время в литом состоянии эти сплавы имеют сравнительно невысокие прочностные характеристики, для улучшения которых они часто подвергаются термической и термомеханической обработке. Коррозионные свойства при этом тоже меняются, например, по результатам нашей предыдущей работы [6] скорость коррозии сплава Mg–1%Zn–0,2%Ca в растворе Рингера при измельчении зерна снижается в несколько раз, кроме того, вместо неглубоких, но распространенных по всей поверхности язв образуются одиночные глубокие. Из этого можно заключить, что измельчение зерна может одновременно иметь как положительный, так и отрицательный эффект. Кроме того, согласно графикам, приведенным в той же работе, скорость коррозии крупнозернистого материала имеет склонность увеличиваться со временем, из чего становится очевидным, что при исследовании коррозионных свойств необходимо также давать оценку динамике их изменения со временем.

Цель исследования – определение влияния размера зерна и распределения частиц вторичных фаз на кинетику коррозионных процессов биорезорбируемых магниевых сплавов ZX10 и WZ31, в частности на стадийность появления коррозионных повреждений и динамику изменения скорости коррозии.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

Полученные в виде отливки (крупнозернистое состояние) сплавы ZX10 и WZ31 для измельчения структуры были подвергнуты всесторонней изотермической ковке с последующей осадкой в интервале температур 325–425 °C (ВИК+O). Термомеханическая обработка сплавов WZ31 и ZX10 выполнялась в ИПСМ РАН (г. Уфа). Общий химический состав, приведенный в таблице 1,

Таблица 1. Химический состав сплавов, вес. %
Table 1. Chemical composition of alloys, % wt.

Сплав	Mg	Zn	Zr	Ca	Y	Fe	Mn	Si	Al	Cu
ZX10	Осн.	0,844	0,032	0,167	–	0,004	0,007	0,008	0,014	0,001
WZ31		0,881	0,077	–	2,27	0,004	0,003	0,008	0,008	0,001

был определен при помощи оптико-эмиссионного спектрометра Thermo Fisher Scientific ARL 4460 OES.

Для исследования структуры применялся сканирующий электронный микроскоп (СЭМ) Zeiss Sigma Gemini с двумя аналитическими приставками Ametek EDAX: для прецизионного анализа химического состава методом энергодисперсионной спектроскопии (ЭДС, EDX) и для анализа дифракции обратно-отраженных электронов (EBSD). Исследование структуры включало в себя определение размера зерна, снятие карты кристаллографических ориентаций (IPF-map) и анализ химического состава включений примесей и вторичных фаз. Пробоподготовка образцов для изучения структуры включала механическую шлифовку, полировку на безводных алмазных суспензиях с размером абразивных частиц 3, 1 и 0,5 мкм и ионное травление в установке Hitachi IM4000 Plus.

Образцы для испытаний были вырезаны при помощи электроэрозионного станка с ЧПУ Sodick AG400L LN2W, имели плоскую прямоугольную форму и размеры 15×10×2 мм, в верхней части образцов на сверлильном станке были просверлены отверстия Ø1 мм, которые служили для подвешивания в коррозионной среде. В случае сплавов после ВИК+О вырезка осуществлялась поперек пластины, в случае литых сплавов – вдоль цилиндрической отливки на расстоянии полурадиуса от ее центра. Из каждого исследованного материала было вырезано по 2 образца для коррозионных испытаний и по 1 образцу для исследования микроструктуры. Образцы, предназначенные для испытаний, шлифовались на сухую на наждачной бумаге #2500, промывались в этаноле в ультразвуковой ванне, сушились потоком воздуха и взвешивались на лабораторных весах с точностью 0,0001 г.

Коррозионные испытания включали в себя выдержку в течение 7 дней в растворе Хэнкса следующего состава: 8 г/л NaCl; 0,185 г/л CaCl₂·2H₂O; 0,4 г/л KCl; 0,06 г/л KH₂PO₄; 0,1 г/л MgCl₂·6H₂O; 0,06 г/л MgSO₄·7H₂O; 0,48 г/л Na₂HPO₄·12H₂O; 0,35 г/л NaHCO₃; 1 г/л D-Глюкоза по аналогии с [14–16]; емкость коррозионной ячейки 5 л. Во время испытаний обеспечивалась температура 37 °С, циркуляция коррозионной среды и поддержание pH на уровне 7,2–7,8 путем автоматической замены части коррозионной среды. Скорость коррозии во время испытаний оценивалась по выходу водорода, образующегося в ходе растворения магния, по аналогии с работами [17; 18], регистрация уровня водорода в бюретке осуществлялась автоматически один раз в час. Состояние поверхности образца фиксировалось камерой с разрешением 38 МП, частота съемки – один раз в 120 с. По завершении испытаний образец извлекался

из коррозионной ячейки, после чего с его поверхности удалялись продукты коррозии в водном растворе 20% CrO₃+1% AgNO₃ по ГОСТ Р 9.907. Далее образец промывался в этаноле в ультразвуковой ванне, сушился потоком холодного воздуха и повторно взвешивался с целью определения разницы масс до и после испытания. Затем поверхность образца изучалась посредством конфокального лазерного сканирующего микроскопа (КЛСМ) Olympus LEXT OLS 4000, позволяющего построить 3D-модель объекта и прецизионно оценить глубину коррозионных повреждений.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Микроструктура и химический состав

На рис. 1 продемонстрированы результаты анализа микроструктуры сплава ZX10. Для литого состояния характерны большие разориентированные зерна со средним размером 400 мкм. После ВИК+О это значение уменьшилось на 2 порядка и составило ~4 мкм. Исследование посредством СЭМ и ЭДС выявило 2 вида включений, встречающихся в сплаве как с мелким, так и с крупным зерном: частицы формы, близкой к прямоугольнику, содержащие повышенную концентрацию Zr, а также некоторое количество таких элементов, как Al и Fe, и частицы неправильной формы размером 2–5 мкм, состоящие преимущественно из Ca и его оксида. Частицы, состоящие из Zr и небольшого количества Al и Fe, вероятнее всего, являются вредными включениями, связанными атомами Zr. Второй же вид включений представляет собой частицы не растворившегося в матрице Ca, аналогичные фазе, наблюдаемой на дифрактограмме в работе [19], где был использован сплав того же химического состава и обработки.

На рис. 2 показаны результаты анализа микроструктуры и включений литого сплава WZ31. По результатам EBSD-анализа было выявлено наличие недетектируемых областей (на рис. 2 а и 2 б показаны черным), более детальный анализ которых было решено провести посредством ЭДС и СЭМ (рис. 2 с). Согласно результатам ЭДС недетектируемые области имеют химический состав, соответствующий LPSO-фазе Mg₁₂YZn. Были выявлены прямоугольные частицы, вероятнее всего представляющие собой не растворившийся в магниевой матрице иттрий.

На рис. 3 приведены результаты анализа микроструктуры и включений сплава WZ31 после ВИК+О. Как и в литом состоянии, зерна не имеют преимущественной кристаллографической ориентации, однако наблюдаются области, где зерна вытянуты в одном направлении.

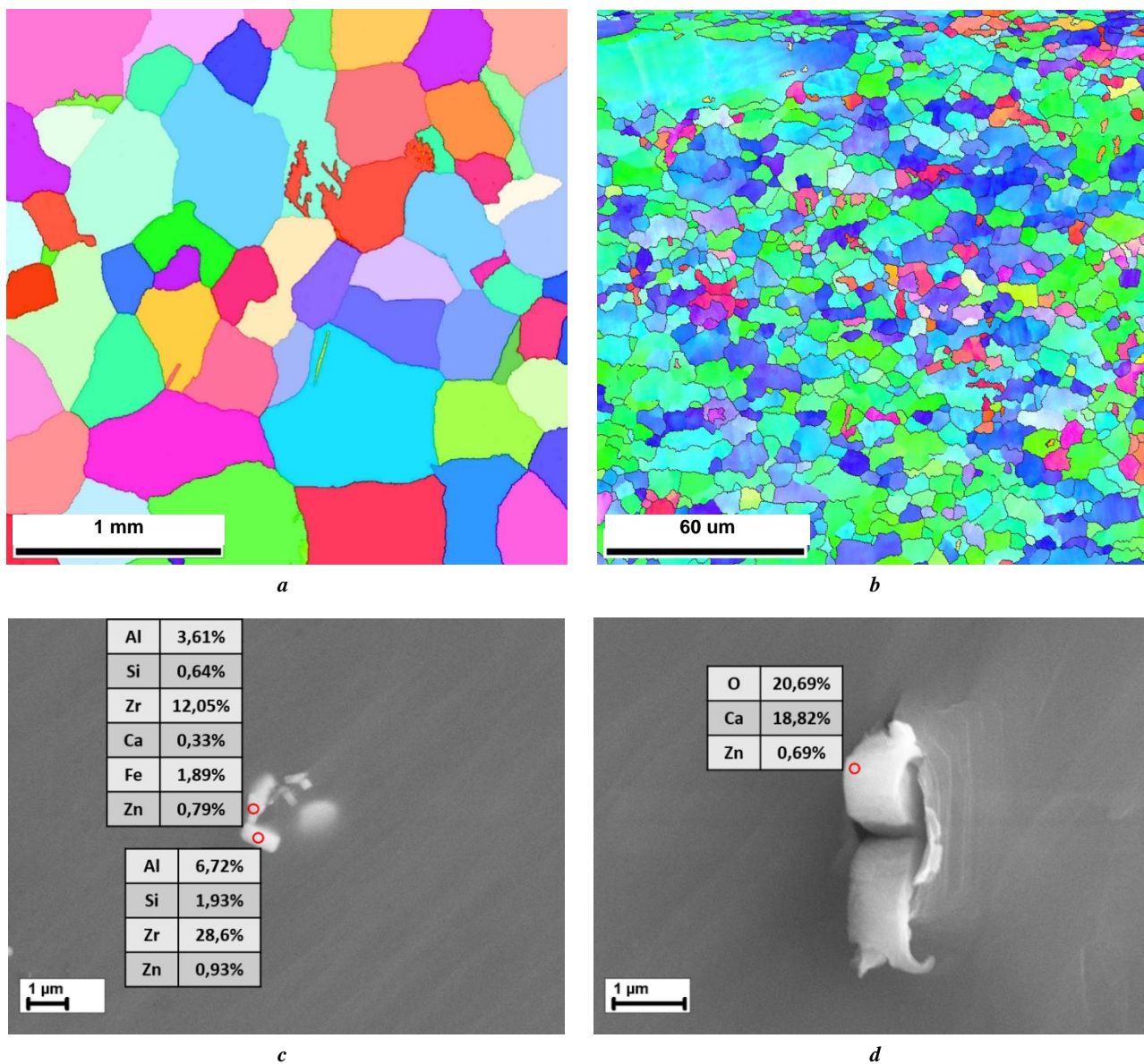


Рис. 1 Структура (карты кристаллографических ориентаций) сплава ZX10: *a* – в литом состоянии; *b* – после ВМК+О; *c, d* – морфология и химический состав включений
Fig. 1. The ZX10 alloy structure (IPF-maps): *a* – as-cast; *b* – after MIF+P; *c, d* – the morphology and chemical composition of inclusions

Химический состав частиц включений и вторичных фаз аналогичен литому сплаву, в то же время матрица стала более насыщенной мелкими включениями, содержащими Y и Zn, очевидно ввиду измельчения LPSO-фазы при термомеханической обработке.

Коррозионные испытания

Результаты видеомониторинга поверхности приведены на рис. 4. Можно заметить, что процессы коррозии сплава ZX10 в обоих состояниях довольно схожи, в то время как для WZ31 наблюдаемая картина сильно зависит от состояния материала.

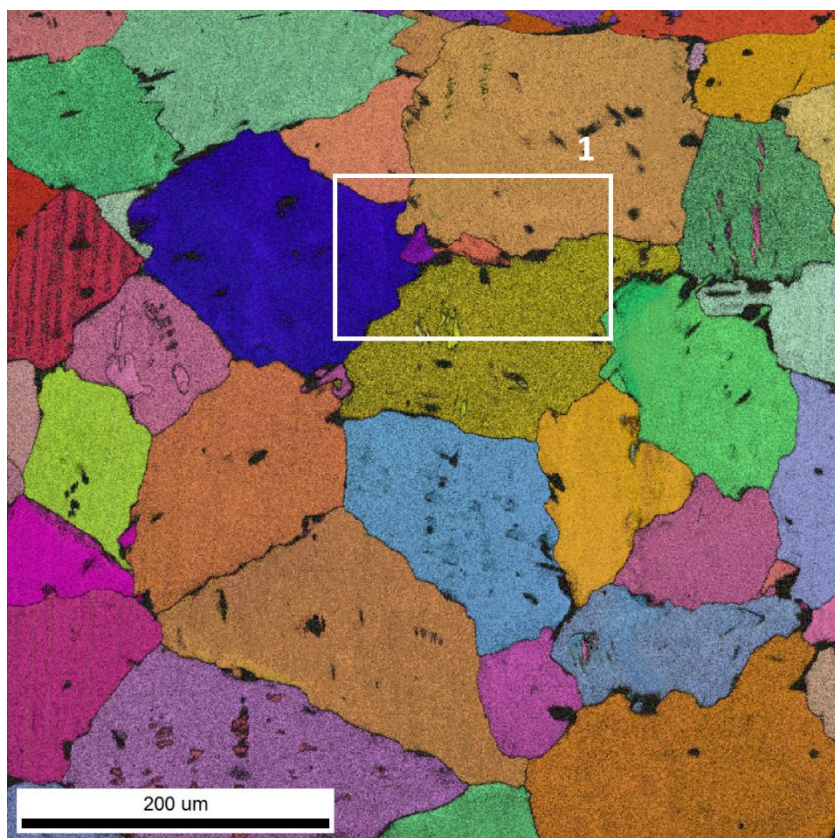
Кривые выхода водорода и скорость коррозии, рассчитанная по объему выделившегося водорода и по результатам гравиметрического анализа, приведены на рис. 5.

Карты высот, полученные при помощи КЛСМ, продемонстрированы на рис. 6, из которого видно, что для

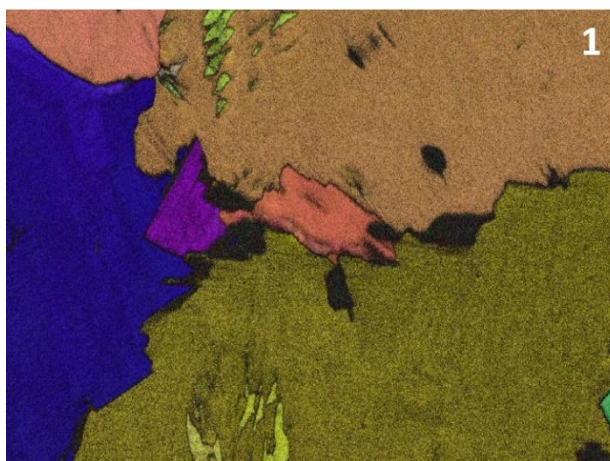
сплава ZX10, а также для мелкозернистого WZ31 характерны глубокие одиночные коррозионные повреждения, при этом основная часть поверхности образца остается практически нетронутой. В случае сплава WZ31 в литом состоянии язвы, напротив, многочисленны, но не глубоки.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

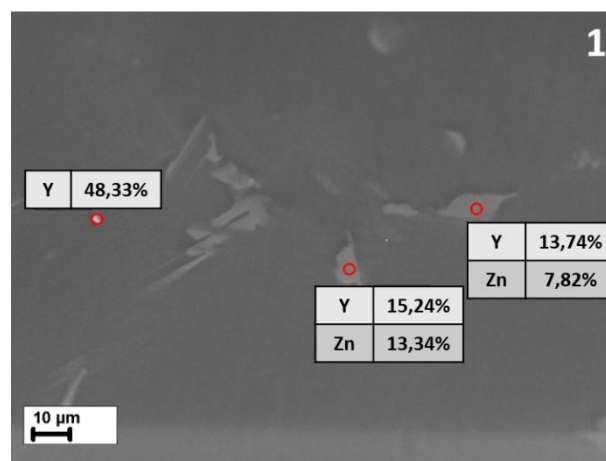
Для сплава ZX10 в обоих состояниях и мелкозернистого WZ31 соблюдается следующая стадийность процесса коррозии: первые 6–12 ч происходит бурная пассивация поверхности, сопровождающаяся интенсивным выделением водорода, затем следует стадия замедления коррозионных процессов – графики на рис. 5 в этот момент выходят на плато, и по прошествии двух суток для литого ZX10 и трех суток для сплавов после



a



b



c

Рис. 2. Структура сплава WZ31 в литом состоянии:

a – карта кристаллографических ориентаций зерен;

b – детализированный фрагмент 1 на рис. 2 *a*;

c – фрагмент 1 на рис. 2 *a* в контрасте вторичных электронов с химическим составом частиц вторичной фазы

Fig. 2. The structure of as-cast WZ31 alloy:

a – IPF-map; *b* – the detailed area outlined by the frame 1 in fig. 2 *a*;

c – the detailed area outlined by the frame 1 in fig. 2 *a* imaged in the contrast of secondary electrons with chemical composition of secondary phase particles

ВИК+О кривая выхода водорода устремляется вверх, сигнализируя об ускорении коррозионных процессов. Этому этапу соответствует стадия роста и углубления одиночных локальных очагов коррозии. В ряде работ [20] выдвигалось предположение, что продукты коррозии сами по себе могут являться катодом по отношению к магнию и способны образовывать гальванопару с мат-

ричным металлом, что ведет к его ускоренному коррозионному растворению в электролите. В таком случае увеличение скорости коррозии на стадии углубления язвы у сплава ZX10 и мелкозернистого WZ31 можно объяснить накоплением большого количества продуктов коррозии внутри язвы. Образующиеся таким образом повреждения, как видно из результатов КЛСМ, имеют очень

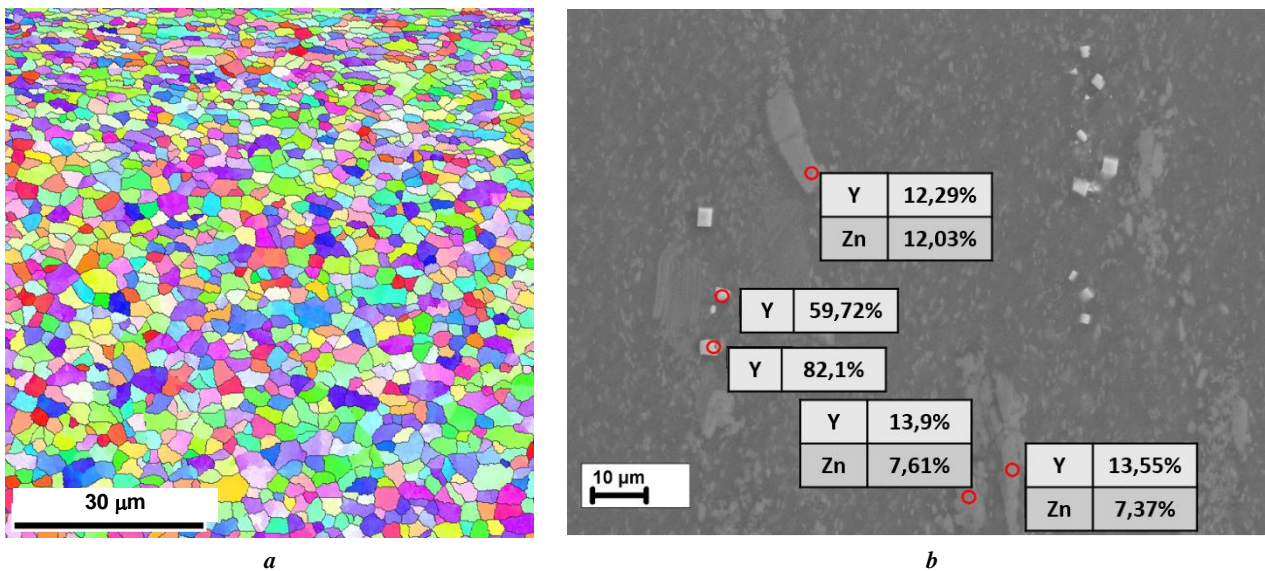


Рис. 3. Структура сплава WZ31 после ВИК+О:
a – карта кристаллографических ориентаций зерен;
b – химический состав включений

Fig. 3. The structure of the WZ31 alloy after MIF+P:
a – IPF-map; *b* – chemical composition of inclusions

большую глубину (до 900 мкм у мелкозернистых материалов, свыше 1,2 мм у литого ZX10), но при этом площадь поражения относительно невелика: большая часть поверхности образца остается практически нетронутой.

В случае литого сплава WZ31 язвы начинают образовываться с момента его погружения в раствор. Яркое выраженный у всех остальных материалов загиб кривой выхода водорода вверх у литого WZ31 отсутствует, как и глубокие язвы. Этот факт подтверждает, что резкое увеличение скорости коррозии ZX10 и мелкозернистого WZ31 соответствует процессу углубления одиночных язв. По окончании эксперимента площадь, покрытая язвами, у литого WZ31 значительно больше, чем у остальных материалов, и составляет около 50 % поверхности образца, однако глубина язв в этом случае существенно меньше – всего 100–200 мкм. Такое сильное различие между крупно- и мелкозернистым WZ31 может быть связано с расположением LPSO-фазы в структуре материала. Данные по влиянию этой фазы на коррозионные процессы противоречивы. Например, в работе [21], где исследовалось влияние этой фазы на коррозию сплава GZ51K, было выявлено, что при наличии LPSO-фазы сплав проявляет склонность к медленной общей коррозии, в то время как ее разрушение путем термической обработки делает материал подверженным интенсивной язвенной коррозии. С другой стороны, есть доказательства и отрицательного влияния LPSO-фазы на коррозионную стойкость магниевых сплавов [22], что объясняется ее более положительным электрохимическим потенциалом по отношению к матрице, и соответственно образованием между ними гальванопары. В обзорной работе [23] на основе анализа более 130 источников был сделан вывод, что эффект зависит от того, как именно расположена LPSO-фаза в структуре материала: при расположении по границам зерна

в виде тонкой объемной сетки она, будучи более коррозионно-стойкой, играет роль барьера на пути распространения коррозии, однако если LPSO-фаза представлена в виде хаотично расположенных частиц, то она способствует развитию локализованной коррозии и снижению стойкости материала к агрессивным средам, поскольку провоцирует электрохимическую коррозию матричного металла. Хорошо известно, что на ориентационных картах, получаемых при помощи метода EBSD, LPSO-фаза обычно наблюдается в виде недетектируемых областей [24]. Такие области присутствуют на рис. 2 в основном по границам зерен. Таким образом, можно предположить, что такое различие в коррозионных свойствах между двумя состояниями сплава WZ31 обусловлено в первую очередь расположением LPSO-фазы, которая, будучи расположенной по границам зерна, защищает матрицу от растворения, в то время как в виде хаотически расположенных мелких частиц, она, напротив, ускоряет данный процесс.

Еще одна особенность литого WZ31 заключается в том, что скорость коррозии, определенная гравиметрическим методом, в несколько раз выше, чем полученная по объему выделившегося водорода. Визуально изучив частицы продуктов коррозии, опавшие с образца в ходе испытаний, выявили, что у литого WZ31 помимо продуктов коррозии белого цвета присутствуют небольшие металлические частицы, практически не подвергшиеся коррозионному воздействию. Это указывает на то, что в процессе коррозии существенная часть материала разрушается без выделения водорода. Вероятнее всего этот феномен также связан с расположенной по границам LPSO-фазой: находясь в коррозионно-стойкой «оболочке» из LPSO-фазы, в процессе коррозии некоторые зерна выкрашиваются из образца, но не растворяются в среде.

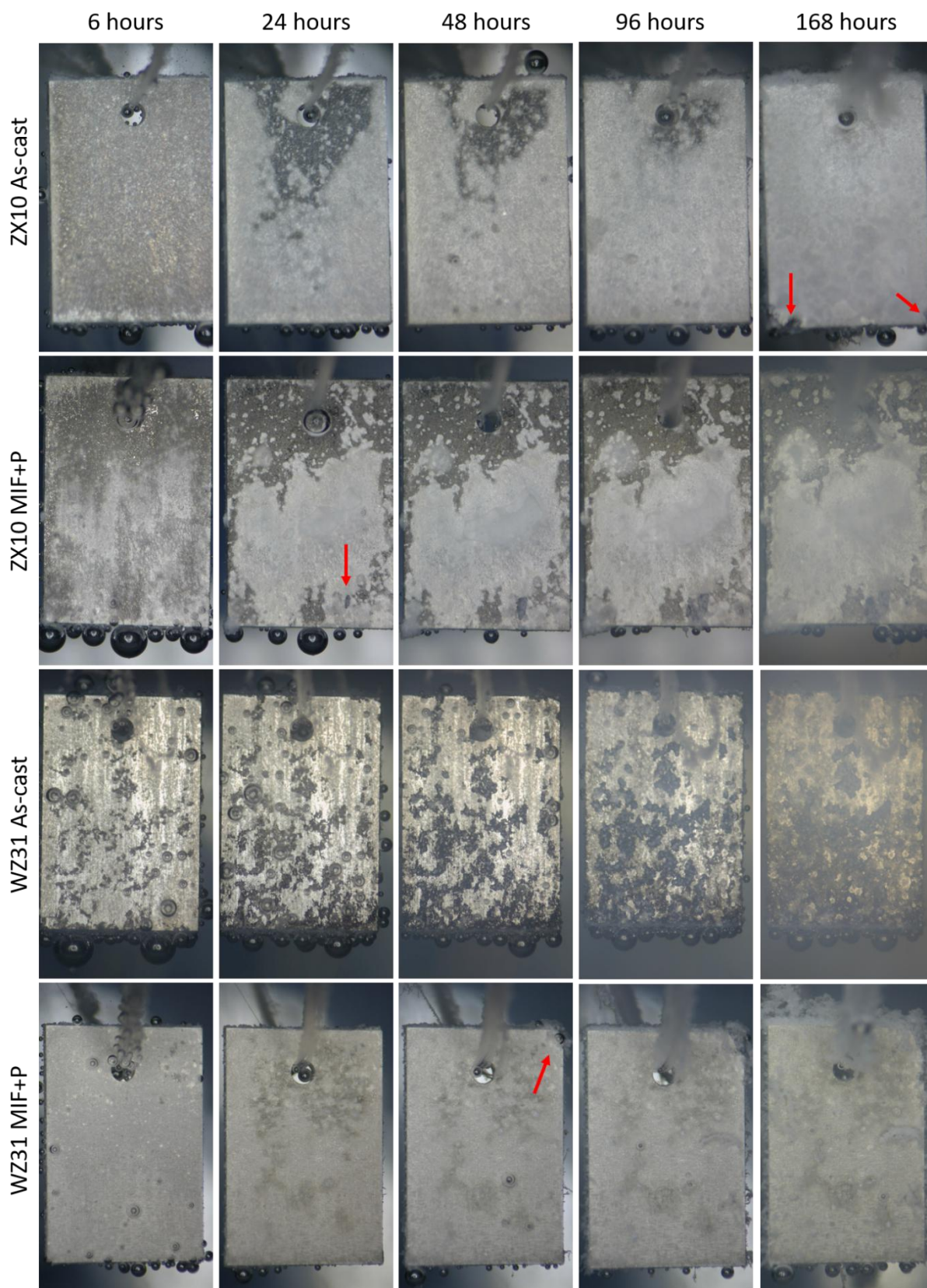


Рис. 4. Результаты видеомониторинга.
Красными стрелками показаны места зарождения глубоких коррозионных язв
Fig. 4. The results of video-monitoring.
Red arrows indicate the nucleation points of the deep corrosion pits

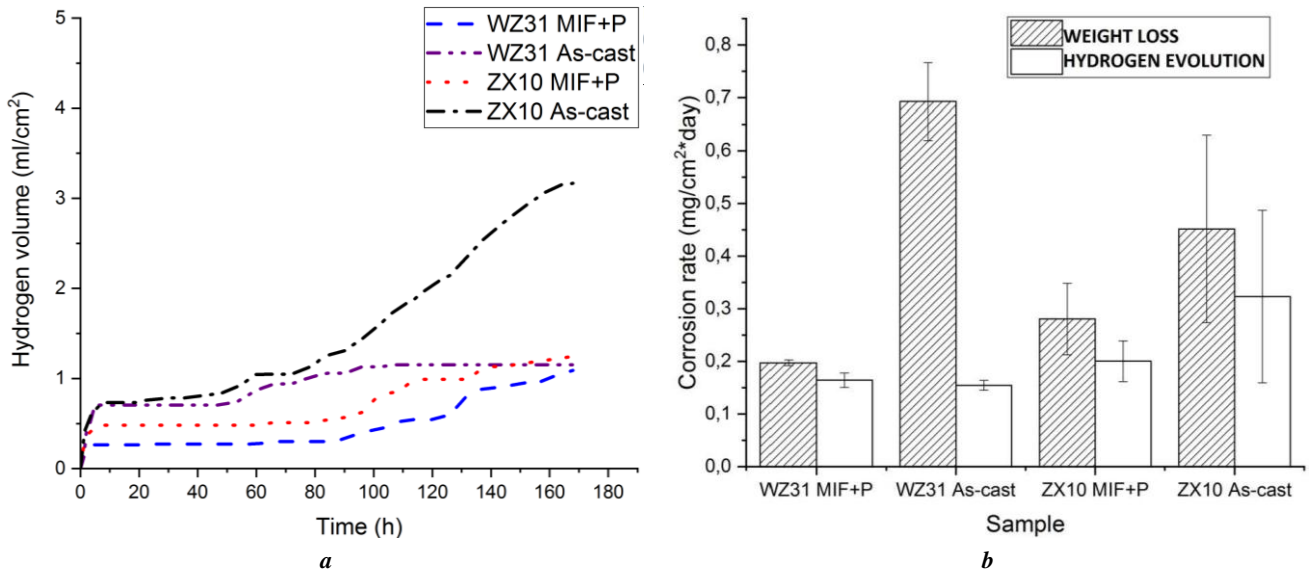


Рис. 5. Графики выхода водорода (а), а также скорости коррозии, рассчитанные по объему водорода и по убыли массы (б)
 Fig. 5. Hydrogen evolution graphs (a) and the corrosion rates calculated by the hydrogen volume and by weight loss method (b)

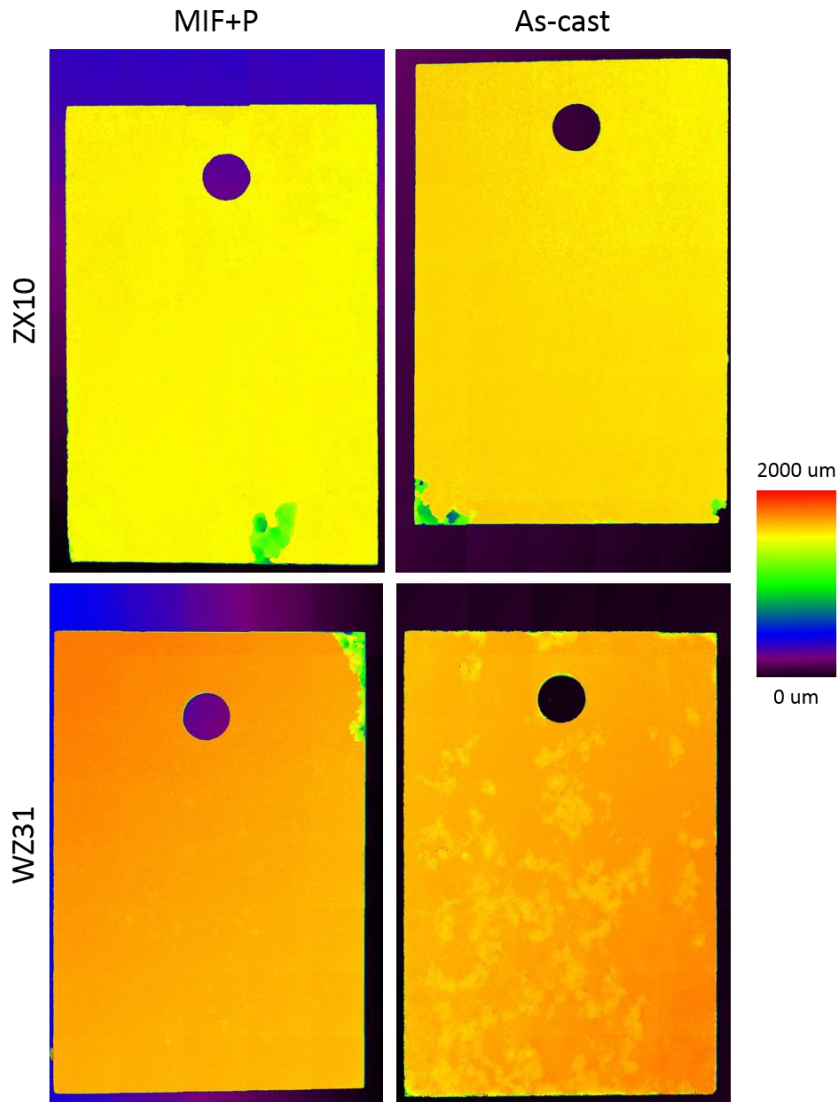


Рис. 6. Карты высот поверхности образцов после коррозионных испытаний
 Fig. 6. Height maps of the samples' surface after corrosion tests

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1. Для сплава ZX10 размер зерна не оказал влияние на тип коррозии и стадийность коррозионного процесса – в обоих материалах проявлялась ярко выраженная сильно локализованная коррозия, ускоряющаяся на стадии углубления одиночных коррозионных язв. Тем не менее прослеживается влияние размера зерна на количественные показатели коррозии: у литого сплава ее скорость оказалась в 1,5 раза выше, а глубина язв – в 1,5 раза больше.

2. Кардинально противоположную картину демонстрирует сплав WZ31: мелкозернистый материал проявляет приблизительно те же коррозионные свойства, что и ZX10, в то время как крупнозернистый склонен к относительно равномерной коррозии и образованию многочисленных, но неглубоких язв. Вероятнее всего это обусловлено особенностями расположения LPSO-фазы в структуре материала. При этом скорость коррозии, рассчитанная по выходу водорода, для сплава WZ31 в обоих состояниях почти одинакова.

3. Литой WZ31 – единственный материал, для которого показатели скорости коррозии, рассчитанные по выходу водорода и по убыли массы, отличаются в несколько раз. Это означает, что в процессе коррозии существенная часть материала разрушается без выделения водорода. Предположительно, это связано с тем, что крупные зерна, окруженные коррозионностойкой LPSO-фазой, в процессе коррозии отщепляются от образца, не растворяясь при этом в среде.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Zheng J., Chen Z., Yan Z., Zhang Z., Wang Q., Xue Y. Preparation of ultra-high strength Mg-Gd-Y-Zn-Zr alloy by pre-ageing treatment prior to extrusion // *Journal of Alloys and Compounds*. 2022. Vol. 894. Article number 162490. DOI: [10.1016/j.jallcom.2021.162490](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.162490).
- Merson D., Brilevsky A., Myagkikh P., Tarkova A., Prokhorikhin A., Kretov E., Frolova T., Vinogradov A. The functional properties of Mg-Zn-X biodegradable magnesium alloys // *Materials*. 2020. Vol. 13. № 3. Article number 544. DOI: [10.3390/ma13030544](https://doi.org/10.3390/ma13030544).
- Li Y., Li M., Hu W., Hodgson P., Wen C. Biodegradable Mg-Ca and Mg-Ca-Y alloys for regenerative medicine // *Materials Science Forum*. 2010. Vol. 654–656. P. 2192–2195. DOI: [10.4028/www.scientific.net/MSF.654-656.2192](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.654-656.2192).
- Gu X.N., Xie X.H., Li N., Zheng Y.F., Qin L. In vitro and in vivo studies on a Mg-Sr binary alloy system developed as a new kind of biodegradable metal // *Acta Biomaterialia*. 2012. Vol. 8. № 6. P. 2360–2374. DOI: [10.1016/j.actbio.2012.02.018](https://doi.org/10.1016/j.actbio.2012.02.018).
- Thormann U., Alt V., Heimann L., Gasquere C., Heiss C., Szalay G., Franke J., Schnettler R., Lips K.S. The biocompatibility of degradable magnesium interference screws: An experimental study with sheep // *BioMed Research International*. 2015. Vol. 2015. Article number 943603. DOI: [10.1155/2015/943603](https://doi.org/10.1155/2015/943603).
- Merson D.L., Brilevsky A.I., Myagkikh P.N., Markushev M.V., Vinogradov A. Effect of deformation processing of the dilute Mg-1Zn-0.2Ca alloy on the mechanical properties and corrosion rate in a simulated body fluid // *Letters on Materials*. 2020. Vol. 10. № 2. P. 217–222. DOI: [10.22226/2410-3535-2020-2-217-222](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2020-2-217-222).
- Asgari M., Hang R., Wang C., Yu Z., Li Z., Xiao Y. Biodegradable metallicwires in dental and orthopedic applications: A review // *Metals*. 2018. Vol. 8. № 4. Article number 212. DOI: [10.3390/met8040212](https://doi.org/10.3390/met8040212).
- Prakasam M., Locs J., Salma-Ancane K., Loca D., Largeteau A., Berzina-Cimdina L. Biodegradable materials and metallic implants-A review // *Journal of Functional Biomaterials*. 2017. Vol. 8. № 4. Article number 44. DOI: [10.3390/jfb8040044](https://doi.org/10.3390/jfb8040044).
- Antoniac I., Popescu D., Zapciu A., Antoniac A., Miculescu F., Moldovan H. Magnesium filled polylactic acid (PLA) material for filament based 3D printing // *Materials*. 2019. Vol. 12. № 5. Article number 719. DOI: [10.3390/ma12050719](https://doi.org/10.3390/ma12050719).
- Myagkikh P.N., Merson E.D., Poluyanov V.A., Merson D.L. In-situ study of the corrosion process of biodegradable magnesium alloys // *Science Vector of Togliatti State University*. 2021. № 2. P. 18–25. DOI: [10.18323/2073-5073-2021-2-18-25](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2021-2-18-25).
- Pogorielov M., Husak E., Solodivnik A., Zhdanov S. Magnesium-based biodegradable alloys: Degradation, application, and alloying elements // *Interventional Medicine and Applied Science*. 2017. Vol. 9. № 1. P. 27–38. DOI: [10.1556/1646.9.2017.1.04](https://doi.org/10.1556/1646.9.2017.1.04).
- Peron M., Torgersen J., Berto F. Mg and its alloys for biomedical applications: Exploring corrosion and its interplay with mechanical failure // *Metals*. 2017. Vol. 7. № 7. Article number 252. DOI: [10.3390/met7070252](https://doi.org/10.3390/met7070252).
- Ding Y., Wen C., Hodgson P., Li Y. Effects of alloying elements on the corrosion behavior and biocompatibility of biodegradable magnesium alloys: A review // *Journal of Materials Chemistry B*. 2014. Vol. 2. № 14. P. 1912–1933. DOI: [10.1039/c3tb21746a](https://doi.org/10.1039/c3tb21746a).
- Brar H.S., Wong J., Manuel M.V. Investigation of the mechanical and degradation properties of Mg-Sr and Mg-Zn-Sr alloys for use as potential biodegradable implant materials // *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. 2012. Vol. 7. P. 87–95. DOI: [10.1016/j.jmbbm.2011.07.018](https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2011.07.018).
- Wang C., Yang H.T., Li X., Zheng Y.F. In Vitro Evaluation of the Feasibility of Commercial Zn Alloys as Biodegradable Metals // *Journal of Materials Science and Technology*. 2016. Vol. 32. № 9. P. 909–918. DOI: [10.1016/j.jmst.2016.06.003](https://doi.org/10.1016/j.jmst.2016.06.003).
- Li K.K., Wang B., Yan B., Lu W. Preparing Ca-P coating on biodegradable magnesium alloy by hydrothermal method: In vitro degradation behavior // *Chinese Science Bulletin*. 2012. Vol. 57. № 18. P. 2319–2322. DOI: [10.1007/s11434-012-5067-5](https://doi.org/10.1007/s11434-012-5067-5).
- Song G. Control of biodegradation of biocompatible magnesium alloys // *Corrosion Science*. 2007. Vol. 49. № 4. P. 1696–1701. DOI: [10.1016/j.corsci.2007.01.001](https://doi.org/10.1016/j.corsci.2007.01.001).
- Xin Y., Liu C., Zhang X., Tang A., Tian X., Chu P.K. Corrosion behavior of biomedical AZ91 magnesium alloy in simulated body fluids // *Journal of Materials Research*. 2007. Vol. 22. № 7. P. 2004–2011. DOI: [10.1557/jmr.2007.0233](https://doi.org/10.1557/jmr.2007.0233).
- Merson D., Linderov M., Brilevsky A., Danyuk A., Vinogradov A. Monitoring Dynamic Recrystallisation in Bioresorbable Alloy Mg-1Zn-0.2Ca by Means of an In Situ Acoustic Emission Technique // *Materials*. 2022.

- Vol. 15. № 1. Article number 328. DOI: [10.3390/ma15010328](https://doi.org/10.3390/ma15010328).
20. Parfenov E.V., Kulyasova O.B., Mukaeva V.R., Mingo B., Farrakhov R.G., Cherneikina Ya.V., Yerokhin A., Zheng Y.F., Valiev R.Z. Influence of ultra-fine grain structure on corrosion behaviour of biodegradable Mg-1Ca alloy // *Corrosion Science*. 2020. Vol. 163. Article number 108303. DOI: [10.1016/j.corsci.2019.108303](https://doi.org/10.1016/j.corsci.2019.108303).
 21. Zhang X., Ba Z., Wang Q., Wu Y., Wang Z., Wang Q. Uniform corrosion behavior of GZ51K alloy with long period stacking ordered structure for biomedical application // *Corrosion Science*. 2014. Vol. 88. P. 1–5. DOI: [10.1016/j.corsci.2014.07.004](https://doi.org/10.1016/j.corsci.2014.07.004).
 22. Li C.Q., Xu D.K., Zeng Z.R., Wang B.J., Sheng L.Y., Chen X.-B., Han E.H. Effect of volume fraction of LPSO phases on corrosion and mechanical properties of Mg-Zn-Y alloys // *Materials and Design*. 2017. Vol. 121. P. 430–441. DOI: [10.1016/j.matdes.2017.02.078](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.02.078).
 23. Zong X., Zhang J., Liu W., Zhang Y., You Z., Xu C. Corrosion Behaviors of Long-Period Stacking Ordered Structure in Mg Alloys Used in Biomaterials: A Review // *Advanced Engineering Materials*. 2018. Vol. 20. № 7. Article number 1800017. DOI: [10.1002/adem.201800017](https://doi.org/10.1002/adem.201800017).
 24. Horváth K., Drozdenko D., Máthis K., Garcés G., Dobroň P. Characterization of active deformation mechanisms in Mg alloys with LPSO phase // *Acta Physica Polonica A*. 2018. Vol. 134. № 3. P. 815–819. DOI: [10.12693/APhysPolA.134.815](https://doi.org/10.12693/APhysPolA.134.815).
- REFERENCES**
1. Zheng J., Chen Z., Yan Z., Zhang Z., Wang Q., Xue Y. Preparation of ultra-high strength Mg-Gd-Y-Zn-Zr alloy by pre-ageing treatment prior to extrusion. *Journal of Alloys and Compounds*, 2022, vol. 894, article number 162490. DOI: [10.1016/j.jallcom.2021.162490](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.162490).
 2. Merson D., Brilevsky A., Myagkikh P., Tarkova A., Prokhorikhin A., Kretov E., Frolova T., Vinogradov A. The functional properties of Mg-Zn-X biodegradable magnesium alloys. *Materials*, 2020, vol. 13, no. 3, article number 544. DOI: [10.3390/ma13030544](https://doi.org/10.3390/ma13030544).
 3. Li Y., Li M., Hu W., Hodgson P., Wen C. Biodegradable Mg-Ca and Mg-Ca-Y alloys for regenerative medicine. *Materials Science Forum*, 2010, vol. 654–656, pp. 2192–2195. DOI: [10.4028/www.scientific.net/MSF.654-656.2192](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.654-656.2192).
 4. Gu X.N., Xie X.H., Li N., Zheng Y.F., Qin L. In vitro and in vivo studies on a Mg-Sr binary alloy system developed as a new kind of biodegradable metal. *Acta Biomaterialia*, 2012, vol. 8, no. 6, pp. 2360–2374. DOI: [10.1016/j.actbio.2012.02.018](https://doi.org/10.1016/j.actbio.2012.02.018).
 5. Thormann U., Alt V., Heimann L., Gasquere C., Heiss C., Szalay G., Franke J., Schnettler R., Lips K.S. The biocompatibility of degradable magnesium interference screws: An experimental study with sheep. *BioMed Research International*, 2015, vol. 2015, article number 943603. DOI: [10.1155/2015/943603](https://doi.org/10.1155/2015/943603).
 6. Merson D.L., Brilevsky A.I., Myagkikh P.N., Markushev M.V., Vinogradov A. Effect of deformation processing of the dilute Mg-1Zn-0.2Ca alloy on the mechanical properties and corrosion rate in a simulated body fluid. *Letters on Materials*, 2020, vol. 10, no. 2, pp. 217–222. DOI: [10.22226/2410-3535-2020-2-217-222](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2020-2-217-222).
 7. Asgari M., Hang R., Wang C., Yu Z., Li Z., Xiao Y. Biodegradable metallicwires in dental and orthopedic applications: A review. *Metals*, 2018, vol. 8, no. 4, article number 212. DOI: [10.3390/met8040212](https://doi.org/10.3390/met8040212).
 8. Prakasam M., Locs J., Salma-Ancane K., Loca D., Largeteau A., Berzina-Cimdina L. Biodegradable materials and metallic implants-A review. *Journal of Functional Biomaterials*, 2017, vol. 8, no. 4, article number 44. DOI: [10.3390/jfb8040044](https://doi.org/10.3390/jfb8040044).
 9. Antoniac I., Popescu D., Zapciu A., Antoniac A., Miculescu F., Moldovan H. Magnesium filled polylactic acid (PLA) material for filament based 3D printing. *Materials*, 2019, vol. 12, no. 5, article number 719. DOI: [10.3390/ma12050719](https://doi.org/10.3390/ma12050719).
 10. Myagkikh P.N., Merson E.D., Poluyanov V.A., Merson D.L. In-situ study of the corrosion process of biodegradable magnesium alloys. *Science Vector of Togliatti State University*, 2021, no. 2, pp. 18–25. DOI: [10.18323/2073-5073-2021-2-18-25](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2021-2-18-25).
 11. Pogorielov M., Husak E., Solodivnik A., Zhdanov S. Magnesium-based biodegradable alloys: Degradation, application, and alloying elements. *Interventional Medicine and Applied Science*, 2017, vol. 9, no. 1, pp. 27–38. DOI: [10.1556/1646.9.2017.1.04](https://doi.org/10.1556/1646.9.2017.1.04).
 12. Peron M., Torgersen J., Berto F. Mg and its alloys for biomedical applications: Exploring corrosion and its interplay with mechanical failure. *Metals*, 2017, vol. 7, no. 7, article number 252. DOI: [10.3390/met7070252](https://doi.org/10.3390/met7070252).
 13. Ding Y., Wen C., Hodgson P., Li Y. Effects of alloying elements on the corrosion behavior and biocompatibility of biodegradable magnesium alloys: A review. *Journal of Materials Chemistry B*, 2014, vol. 2, no. 14, pp. 1912–1933. DOI: [10.1039/c3tb21746a](https://doi.org/10.1039/c3tb21746a).
 14. Brar H.S., Wong J., Manuel M.V. Investigation of the mechanical and degradation properties of Mg-Sr and Mg-Zn-Sr alloys for use as potential biodegradable implant materials. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 2012, vol. 7, pp. 87–95. DOI: [10.1016/j.jmbbm.2011.07.018](https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2011.07.018).
 15. Wang C., Yang H.T., Li X., Zheng Y.F. In Vitro Evaluation of the Feasibility of Commercial Zn Alloys as Biodegradable Metals. *Journal of Materials Science and Technology*, 2016, vol. 32, no. 9, pp. 909–918. DOI: [10.1016/j.jmst.2016.06.003](https://doi.org/10.1016/j.jmst.2016.06.003).
 16. Li K.K., Wang B., Yan B., Lu W. Preparing Ca-P coating on biodegradable magnesium alloy by hydrothermal method: In vitro degradation behavior. *Chinese Science Bulletin*, 2012, vol. 57, no. 18, pp. 2319–2322. DOI: [10.1007/s11434-012-5067-5](https://doi.org/10.1007/s11434-012-5067-5).
 17. Song G. Control of biodegradation of biocompatible magnesium alloys. *Corrosion Science*, 2007, vol. 49, no. 4, pp. 1696–1701. DOI: [10.1016/j.corsci.2007.01.001](https://doi.org/10.1016/j.corsci.2007.01.001).
 18. Xin Y., Liu C., Zhang X., Tang G., Tian X., Chu P.K. Corrosion behavior of biomedical AZ91 magnesium alloy in simulated body fluids. *Journal of Materials Research*, 2007, vol. 22, no. 7, pp. 2004–2011. DOI: [10.1557/jmr.2007.0233](https://doi.org/10.1557/jmr.2007.0233).
 19. Merson D., Linderov M., Brilevsky A., Danyuk A., Vinogradov A. Monitoring Dynamic Recrystallisation in Bioresorbable Alloy Mg-1Zn-0.2Ca by Means of

- an In Situ Acoustic Emission Technique. *Materials*, 2022, vol. 15, no. 1, article number 328. DOI: [10.3390/ma15010328](https://doi.org/10.3390/ma15010328).
20. Parfenov E.V., Kulyasova O.B., Mukaeva V.R., Mingo B., Farrakhov R.G., Cherneikina Ya.V., Erokhin A., Zheng Y.F., Valiev R.Z. Influence of ultra-fine grain structure on corrosion behaviour of biodegradable Mg-1Ca alloy. *Corrosion Science*, 2020, vol. 163, article number 108303. DOI: [10.1016/j.corsci.2019.108303](https://doi.org/10.1016/j.corsci.2019.108303).
21. Zhang X., Ba Z., Wang Q., Wu Y., Wang Z., Wang Q. Uniform corrosion behavior of GZ51K alloy with long period stacking ordered structure for biomedical application. *Corrosion Science*, 2014, vol. 88, pp. 1–5. DOI: [10.1016/j.corsci.2014.07.004](https://doi.org/10.1016/j.corsci.2014.07.004).
22. Li C.Q., Xu D.K., Zeng Z.R., Wang B.J., Sheng L.Y., Chen X.-B., Han E.H. Effect of volume fraction of LPSO phases on corrosion and mechanical properties of Mg-Zn-Y alloys. *Materials and Design*, 2017, vol. 121, pp. 430–441. DOI: [10.1016/j.matdes.2017.02.078](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.02.078).
23. Zong X., Zhang J., Liu W., Zhang Y., You Z., Xu C. Corrosion Behaviors of Long-Period Stacking Ordered Structure in Mg Alloys Used in Biomaterials: A Review. *Advanced Engineering Materials*, 2018, vol. 20, no. 7, article number 1800017. DOI: [10.1002/adem.201800017](https://doi.org/10.1002/adem.201800017).
24. Horváth K., Drozdenko D., Máthis K., Garcés G., Dobroň P. Characterization of active deformation mechanisms in Mg alloys with LPSO phase. *Acta Physica Polonica A*, 2018, vol. 134, no. 3, pp. 815–819. DOI: [10.12693/APhysPolA.134.815](https://doi.org/10.12693/APhysPolA.134.815).

Structure effect on the kinetics and staging of the corrosion process of biodegradable ZX10 and WZ31 magnesium alloys

© 2022

Pavel N. Myagkikh^{*1}, junior researcher of the Research Institute of Advanced Technologies
Evgeniy D. Merson², PhD (Physics and Mathematics),
 senior researcher of the Research Institute of Advanced Technologies
Vitaliy A. Poluyanov³, PhD (Engineering),
 junior researcher of the Research Institute of Advanced Technologies
Dmitry L. Merson⁴, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor,
 Director of the Research Institute of Advanced Technologies

Togliatti State University, Togliatti (Russia)

*E-mail: feanorhao@gmail.com

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7530-9518>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7063-088X>

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0570-2584>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5006-4115>

Received 09.04.2022

Accepted 17.06.2022

Abstract: Biodegradable magnesium alloys are one of the most promising materials for osteosynthesis surgical implants due to the combination of unique properties: high strength, low weight, Young's modulus close to the bone's one, and low cytotoxicity. The most important performance characteristic is the corrosion rate, which determines the lifetime of an implant. At the moment, the main efforts of the researchers are aimed at finding a material with optimal corrosion properties ensuring the preservation of the operational properties of an implant during the bone healing period. Most of the works on this issue cover the study of the influence of the alloy chemical composition. At the same time, it is widely known that the structure of a material can also have a great effect on corrosion, for example, grain refinement can even change its type. Besides, it is important that the materials with the same quantitative parameters of corrosion can be substantially different in terms of the corrosion process staging. The authors studied the WZ31 and ZX10 magnesium alloys in two states: as-cast (coarse-grained) and after multi-axial isothermal forging and pressing (fine-grained), using the up-to-date in-situ methods that allow monitoring the dynamics of changes in the corrosion rate, as well as the staging of the corrosion damage development on the sample surface. Such methods are the corrosion rate measuring by hydrogen evolution and the sample's surface video-monitoring during the corrosion attack. The authors carried out tests within the conditions similar to the human body conditions, such as temperature, the corrosion environment composition, and pH level. The obtained results show that the type of corrosion of the WZ31 alloy changes with the decrease in the grain size from a relatively uniform to a highly localized corrosion. In contrast, the ZX10 alloy showed a decrease in the corrosion rate with the decreasing grain size, but the corrosion type did not change.

Keywords: magnesium alloys; WZ31; ZX10; biodegradable materials; corrosion; staging of corrosion process.

Acknowledgments: The study was financially supported by the Russian Foundation for Basic Research within the scientific project No. 20-38-90073. The results of the study of the ZX10 alloy are obtained with the financial support of the Russian Science Foundation within the scientific project No. 21-79-10378.

For citation: Myagkikh P.N., Merson E.D., Poluyanov V.A., Merson D.L. Structure effect on the kinetics and staging of the corrosion process of biodegradable ZX10 and WZ31 magnesium alloys. *Frontier Materials & Technologies*, 2022, no. 2, pp. 63–73. DOI: [10.18323/2782-4039-2022-2-63-73](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2022-2-63-73).

Определение деформаций цилиндрических образцов оптическим способом с использованием метода цифровой корреляции изображений

© 2022

Расторгуев Дмитрий Александрович^{*1}, кандидат технических наук,
доцент кафедры «Оборудование и технологии машиностроительного производства»
*Семенов Кирилл Олегович*², аспирант кафедры «Оборудование и технологии
машиностроительного производства»

Тольяттинский государственный университет, Тольятти (Россия)

*E-mail: rast_73@mail.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6298-1068>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0397-4009>

Поступила в редакцию 09.02.2022

Принята к публикации 06.05.2022

Аннотация: Обеспечение допусков расположения и их сохранение в послеоперационный период является одной из основных и труднодостижимых технологических задач при изготовлении длинномерных маложестких деталей типа вал. Одним из технологических методов, направленных на обеспечение данной группы геометрических показателей, включая прямолинейность оси, является комбинированная обработка – правка растяжением или термосиловая обработка. Повышение эффективности данной технологии невозможно без знания особенностей формирования распределения пластических деформаций по длине длинномерных заготовок. В статье рассмотрено применение оптического способа контроля деформации по поверхности с использованием метода корреляции цифровых изображений при осевом деформировании цилиндрических образцов. Приведено описание экспериментальной установки для оптического контроля деформаций при нагружении образца с использованием цифровых камер. Исследовано влияние различных режимов нанесения краски на образец (скорость нанесения, расстояние, характер нанесения – непрерывный или импульсный) на особенности полученного спекла в виде случайного распределения пятен краски различного размера по поверхности образца. Получены гистограммы распределения яркости различных спеклов. Проведены эксперименты по определению деформаций на основе метода локального градиентного способа корреляции цифровых изображений для образцов из полимерных трубок с различным характером спекла. Определены распределения деформаций по длине для образцов по выбранной для анализа деформируемой области с заданной степенью сглаживания, обеспечиваемой выбором размера окна корреляции и выбором шага его смещения для фиксации деформационных процессов с определенной погрешностью. Получены распределения осевых деформаций по длине образцов и ошибки определения деформаций в зависимости от вида спекла. Определены необходимые параметры спекла, обеспечивающие минимальную погрешность для длинномерных образцов до 200 мм длиной, и соответствующая технология нанесения краски. Это спекл с широким диапазоном размеров пятен, разреженным их расположением и сглаживанием изображения фильтром Гаусса перед началом анализа.

Ключевые слова: цифровое изображение; цифровая корреляция изображений; корреляционный анализ; спекл; продольная деформация; оптический контроль.

Благодарности: Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 20-38-90148.

Для цитирования: Расторгуев Д.А., Семенов К.О. Определение деформаций цилиндрических образцов оптическим способом с использованием метода цифровой корреляции изображений // Frontier Materials & Technologies. 2022. № 2. С. 74–83. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-2-74-83.

ВВЕДЕНИЕ

В сравнении с традиционными методами измерений деформаций (спекл-, голографическая или муаровая интерферометрия, тензометрия, краткий обзор которых приводится в [1]) резко увеличилось число работ, связанных с использованием бесконтактного оптического метода определения деформаций – метода цифровой корреляции изображений (ЦКИ), наиболее полное и систематическое изложение которого дано в [2]. Это связано с тем, что данный метод контроля можно использовать в производственных, а не только в лабораторных условиях, он менее требователен к метрологическому обеспечению, более простой в настройке и в использовании, относительно недорогой и при этом обеспечива-

ет необходимую точность измерения деформаций. Для выполнения измерений с использованием данного метода можно задействовать бюджетные аппаратные средства. В работе [3] приведен пример применения относительно недорогих аппаратных средств и некоммерческого программного обеспечения для анализа смещений и деформаций, а также рассмотрен пример применения бесконтактного анализа химических реакций при фотоизомеризации. Для анализа деформаций могут использоваться некоммерческие программы Ncorr [4], DICe [5], py2DIC [6].

Области применения оптического бесконтактного измерения деформации на основе метода ЦКИ – исследования деформации материалов для определения их характеристик и прочностных свойств [7], исследования

зарождения и распространения трещин, исследования повреждений в композитных материалах, определение деформации элементов конструкций [8], в том числе вибрационные, исследования высокотемпературных деформаций [9].

Использование метода ЦКИ для определения распределения деформаций обусловлено тем, что для исследования процессов деформирования с целью отработки технологии термосилового обработки, которая заключается в совместном температурном и силовом воздействии на заготовку, необходимы данные по пространственному распределению деформаций вдоль продольной оси заготовки, имеющей, как правило, значительную длину (более 200 мм), грубую неподготовленную поверхность и цилиндрическую форму. В большинстве научных исследований, проведенных с применением метода ЦКИ, анализу подвергается небольшая область плоских, специально подготовленных образцов. Таким примером могут служить результаты исследования по локализации деформаций для металлических образцов [7]. Применявшийся ранее дискретный метод оценки распределения пластических деформаций не удовлетворяет современным требованиям к точности [10].

В основе метода ЦКИ лежит сравнение пар цифровых изображений исходного и деформированного образца с вычислением полей векторов смещений отдельных областей, определяемых окном корреляции, с последующим расчетом компонент деформаций. Точность определения деформаций методом ЦКИ зависит от аппаратного, программного и алгоритмического обеспечения.

Основой алгоритма ЦКИ является вычисление взаимной корреляционной функции или определение разности задаваемого окна корреляции исходного изображения при его перемещении по полю изображения деформированного образца [11]. В первом случае находят максимум, во втором случае – минимум. Новое определенное положение окна корреляции показывает его смещение из начального положения $x(x_i, y_i)$ в новое $w(x, z)$ [12]. Если происходит смещение или движение всего окна, то используется функция формы нулевого порядка:

$$z_1(x_i, y_i) = u;$$

$$z_2(x_i, y_i) = v,$$

где x_i, y_i – координата точки на изображении; u и v – смещение по осям x и y .

Нормированная с нулевым средним сумма квадратов разностей (zero-normalized summa of squared differences – ZNSSD):

$$C_{ZNSSD} = \sum_{i=-M}^M \sum_{j=-M}^M \left[\frac{[f(x_i, y_i) - f_m]}{\Delta f} - \frac{[g(x_i, y_i) - g_m]}{\Delta g} \right]^2,$$

где f_m, g_m – средняя интенсивность тона в пределах ядра корреляции деформированного и исходного изображений;

$\Delta f, \Delta g$ – среднеквадратичное отклонение интенсивности тона;

M – размер ядра корреляции.

Для определения параметров смещения ищется вектор $w(x, z)$ через итерационное решение задачи оптимизации при минимизации параметра:

$$C_{ZNSSD, opt} = \arg \min \sum_{i=-M}^M \sum_{j=-M}^M \left[\frac{[f(w(x, z)) - f_m]}{\Delta f} - \frac{[g(x) - g_m]}{\Delta g} \right]^2.$$

Вычисление корреляционных функций, или в терминах оптимизационной задачи – минимизация разницы параметров этого окна в исходном изображении и изображении деформированного образца, дает значение вектора $w(x, z)$, которое показывает текущее смещение рассматриваемого окна по координатам, что дает нам компоненты горизонтального и вертикального смещения. Вычисление параметров вектора $w(x, z)$ при минимизации нормированной с нулевым средним суммы квадратов разностей в простейшем случае дает вектор $z = f(u, v)$, который формирует с заданным шагом поле перемещений в виде векторов определенной длины и направления. В случае функции формы z более высокого порядка получаем также поле сдвиговых смещений и поворотов. После этого, как в нашем случае, полученные значения смещений u и v интерполируются при помощи бикубического полинома, получая непрерывное поле смещений. Затем производят численное дифференцирование этого поля смещений, получая значения деформаций. Для осевой деформации эта формула выглядит следующим образом:

$$\varepsilon_{xx} = \frac{1}{2} \left(2 \frac{\partial v}{\partial x} + 2 \left(\frac{\partial u}{\partial x} \right)^2 + 2 \left(\frac{\partial v}{\partial x} \right)^2 \right).$$

Для этого изображение поверхности деформируемого образца должно соответствовать определенным требованиям [13]. Оно должно иметь покрытие рисунком, так называемым спеклом, в виде уникального распределения случайно расположенных пятен. При этом изображение должно иметь определенный уровень контраста и интенсивности освещения. Каких-либо особых требований к освещению объекта, как правило, не предъявляется, кроме равномерности освещения. В отдельных случаях поверхности с таким спеклом могут быть получены естественным путем. В работе [14] приведен обзор методов нанесения спекла и влияние его характеристик на точность измерения деформаций при ЦКИ.

При выборе способа нанесения спекла необходимо остановиться на наиболее подходящей из существующих технологий. Это могут быть разбрызгивание с использованием пульвезираторов, нанесение вручную, через трафарет, термопечать, лазерное нанесение спекла, обработка поверхности электронными пучками, литография, травление или царапанье поверхности. В работе [9] приведен пример применения маркера для нанесения спекла в виде точек с использованием оборудования с числовым программным управлением. Показана возможность комплексного анализа термодинамических процессов. Рассмотрен случай использования

термограммы для оценки методом граничных элементов тепловых деформаций совместно с деформациями от силового нагружения, полученного методом ЦКИ. Параметры и характер спекла должны соответствовать необходимому пространственному разрешению при определении деформации.

Покрытие состоит из двух слоев: фона и рисунка. При распылении краски, которая должна иметь определенные вязкостные свойства, характер картинки спекла будет зависеть от диаметра сопла pulverизатора, направления распыления, расстояния до образца, скорости нанесения и времени нанесения покрытия. Спекл должен иметь определенные качественные и количественные характеристики, которые характеризуют степень его приспособленности для точного определения смещений и деформаций. К качественным характеристикам относят отчетливость, стабильность фоновых характеристик, уникальность, связанную с отсутствием периодичности расположения пятен в рисунке и их случайным расположением. Количественные оценки могут проводиться с использованием гистограмм освещенности анализируемой области. Возможна оценка плотности пространственного распределения пятен спекла по их величине и равномерности. С одной стороны, есть требование к градиенту элементов изображения. Контрастность должна соответствовать высокому уровню градиента интенсивности, то есть на изображении границы пятен должны быть резкими, и их расположение должно иметь случайный непериодический характер. Но это приводит к зашумлению данных при вычислении смещений из-за операции дифференцирования. Требование к спеклу, что он должен быть изотропный – ненаправленный, то есть форма пятен и расстояния между ними в разных направлениях должны быть примерно одинаковыми, неоднозначно. Синтезированный рисунок спекла, нанесенный через трафарет и имеющий ячеистую пиксельную структуру, показал минимальную погрешность при его использовании [15].

Для обеспечения различимости пятен спекла необходимо, чтобы их размер составлял порядка 3–5 пикселей. Само покрытие должно иметь высокую адгезию к поверхности образца и не должно отслаиваться и трескаться при деформировании.

Цель работы – установление распределения деформаций по длине длинномерного цилиндрического образца при его осевом нагружении с использованием метода ЦКИ.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Для достижения заявленной цели были систематизированы виды спеклов по их характеристикам и определено влияние спекла, нанесенного на образец, на точность определения деформаций и их распределение при осевом нагружении цилиндрических образцов.

Для анализа использовался образец – трубка из полимерно-материала длиной 200 мм.

Вначале была выполнена подготовка образцов с нанесением фона из белой матовой краски, а затем – с нанесением пятен спекла с использованием разбрызгивания из pulverизатора с различными параметрами нанесения. Расстояние изменялось в пределах от 0,3

до 0,5 м. Время нанесения – 1 и 2 с. Характер нанесения – непрерывный или импульсный. Использовались шесть образцов. Параметры нанесения спекла для образца 1: 0,5 м, 2 с, непрерывно. Образец 2: 0,3 м, 1 с, импульсно. Образцы 3 и 4: 0,5 м, 1 с, непрерывно. Образец 5: нанесение спекла через трафарет. Образец 6: 0,3 м, 2 с, импульсно. Для данных образцов с различным характером нанесенного рисунка построены гистограммы их изображений спекла.

После этого была выполнена настройка системы съемки с установкой цифровых камер на расстоянии до объекта съемки, обеспечивающем максимальную резкость изображения (рис. 1). Данное расстояние определялось заранее с использованием настроечных таблиц мир [16]. Фокусное расстояние оценивалось предельным положением объекта съемки с точки зрения обеспечения резкости изображения полученного поля распределения деформаций. Использовалась камера Basler acA1440-73gm с интерфейсом GigE, CMOS-матрицей IMX273 от Sony при разрешении 1,6 Мпикс. Обработка изображений выполнялась с одной камеры. Вторая контролировала смещение плоскости съемки. Данную схему установки можно применять для стереосъемки. Калибровка камер выполнялась с использованием калибровочной таблицы в виде шахматной доски с известными размерами полей. Проводилась установка параметров съемки в виде определенной периодичности по времени – дискретности получения кадров, задание выдержки. Далее следовала установка и закрепление деформируемого образца на силовой установке с последующим растяжением образца до заданной величины с одной и той же скоростью с одновременным получением серии изображений. В данном случае рассматривается деформация вдоль всей длины образца в 200 мм. С учетом полученных калибровочных коэффициентов проводилась корректировка радиальной дисторсии изображений. После этого скорректированные изображения подвергались фильтрации с целью снижения шума на изображении и повышения резкости и контрастности.

Для исключения влияния паразитных смещений всей установки на изображении растянутого образца контролировалось смещение базовой неподвижной области. В нашем случае это сечение, где происходит закрепление образца на фиксирующем стержне. В данной области предполагается нулевое смещение, и, соответственно, если здесь происходило смещение, необходимо было вводить поправку на паразитные смещения всей нагружающей системы [17].

Дополнительно было выполнено наложение изображений исходного и деформированного образцов с измерением смещений контрольных точек в сечении с установленными реперными стержнями толщиной 0,5 мм с точностью до 0,5 пикселей (0,025 мм). Дополнительно контролировалось смещение нижнего фиксатора с индикатором, имеющего погрешность 0,01 мм.

Алгоритм определения параметров смещений и деформаций состоял из следующих этапов [18]. Набор изображений загружался в программу DICe, реализующую градиентный метод ЦКИ. В полученной серии выбиралось начальное изображение недеформированного образца. Остальные последовательно принимались как изображения деформированного образца для сравнения с исходным. В программе DICe при расчете

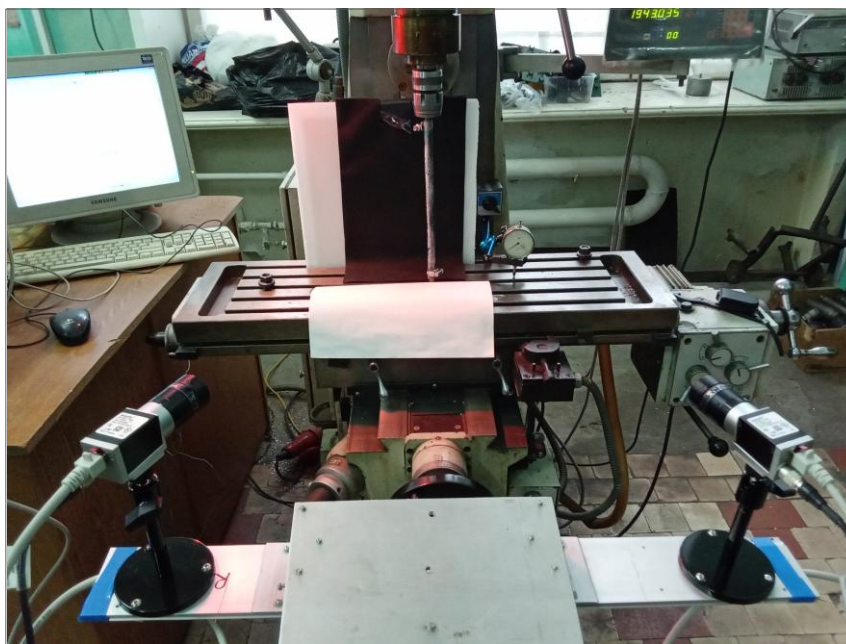


Рис. 1. Экспериментальная установка для измерения деформаций методом ЦКИ
Fig. 1. Experimental unit for measuring deformations using the digital image correlation method

смещений и деформаций варьировались следующие параметры: размер окна корреляции, шаг его смещений, использование и параметры ядра фильтра Гаусса, необходимого для сглаживания элементов изображения, что снижает ошибку интерполяции данных расчета [19]. Для выполнения расчета выбирались параметры алгоритма: размеры корреляционного окна, шаг его смещения, порог чувствительности, размеры сглаживающего фильтра, обеспечивающие минимальную ошибку определения деформации. Расчет проводился при следующих параметрах: размер окна корреляции – 31 пиксель; шаг смещения – 8 пикселей; анализ как без фильтрации, так и с фильтрацией сглаживающим фильтром Гаусса с размером ядра 5 пикселей.

Алгоритм расчета должен иметь нечувствительность к шуму изображения и недостатку контраста. Необходимо обеспечить сбалансированность между сглаживанием, которое усредняет значения деформаций, и высоким пространственным разрешением (в данном случае рассматривается как мельчайшая различимая деталь на изображении и определяется в пикселях на мм), которое приводит к появлению шума и случайной ошибке из-за невозможности различать сравниваемые участки из-за малой уникальной информации в ядре корреляции.

Спекл со значительным перепадом освещенности фона имел значительный фоновый градиент, и затемненные области исключались из расчета, так же как и бликовые, возникающие от засветки.

Результаты расчета визуализировались путем построения полей смещений и деформаций в программе ParaView. Для этого массив данных по результатам расчета в программе DICe, куда входят координаты расчетных точек, их смещения и деформации по осям, загружались в программу ParaView. Из-за цветовой градации расчетных параметров отображение их в по-

лутоновом формате не информативно, поэтому в статье показаны значения продольной деформации вдоль центральной оси образца.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

На рис. 2 приведены спеклы различного вида. Они получены при использовании техники разбрызгивания из пульверизатора с разной длительностью и скоростью нанесения. Образец 5 имеет спекл, нанесенный через трафарет.

Оценка размера нанесенных элементов различных видов спекла показала, что их значение для наиболее мелких пятен равно 0,04–0,15 мм (0,8–3 пикселя). Крупные пятна достигали размера 0,5 мм (10 пикселей). Деформация образца длиной порядка 200 мм обеспечивалась до 10 %. Это составляет возможное общее удлинение в 20 мм, при этом используемые камеры дают разрешение по высоте 1080 пикселей, что составляет 5 пикселей на 1 мм. Для образца это точность порядка 0,01 %.

Для различных видов спекла, показанных на рис. 2, соответствующие гистограммы распределения яркостей пикселей приведены на рис. 3.

Погрешность расчета деформаций показана на рис. 4, где шаг расчета, соответствующий номеру снимка, откладывается по оси x , а по y – ошибка определения деформации на каждом этапе расчета. Нумерация графиков соответствует номерам образцов с соответствующими спеклами (рис. 2).

Полученные при расчете значения продольной деформации по координате y вдоль оси образца представлены на рис. 5. При использовании различного спекла, а также параметров алгоритма ЦКИ получают различные результаты в оценке смещений и деформаций (рис. 4 и 5).

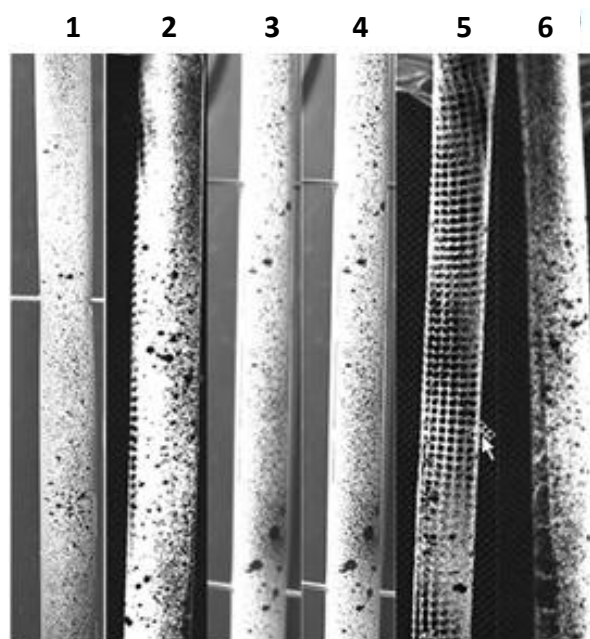


Рис. 2. Образцы со спеклом: с плотным заполнением (1), с разреженным с большой вариацией размеров пятен (2), со сглаженным разреженным (3), с контрастным разреженным (4), с метками в виде ячеек (5), с вариацией освещения фона с большим диапазоном размеров (6)

Fig. 2. Specimens with a speckle: with dense filling (1), with rarefied with great variation of spot sizes (2), with smoothed rarefied (3), with contrast rarefied (4), with cell-type marks (5), with background illumination variation with large range of sizes (6)

Для некоторых образцов (1–4) нагружение проводилось до максимума с последующей разгрузкой, для некоторых (5–6) – только до максимума (рис. 2).

Для одной и той же деформации образцов, которая достигалась на разном шаге при съемке, результаты приведены на рис. 5. Это график распределения продольной деформации вдоль осевой линии образца.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Источниками ошибок при двухмерном методе ЦКИ являются сам образец со своим спеклом, геометрией, способ нагружения и съемки. Источниками погрешностей могут быть характер рисунка спекла, не параллельность между плоскостью объекта и плоскостью съемки (компенсируется как наладкой нагружающей системы с контролем положения образца, так и коррекцией тангенциальной дисторсии), деформация вне первоначальной плоскости съемки (также необходима наладка и контроль нагружающей системы – в данном случае использование снимков второй камеры), искажения изображения, шум или помехи, возникающие во время съемки.

Ошибки могут происходить от алгоритма обработки изображения (нерациональный выбор размера окна [12], функции корреляции, алгоритма интерполяции [19], функции формы). Выход объекта из плоскости съемки ведет к изменению расстояния до объекта, что приводит к ошибкам из-за изменения увеличения изображения при меняющемся расположении камеры относительно объекта. В данном случае отдельное изме-

рение образца, с приближением его нижнего конца к камере, создает дополнительную составляющую осевой деформации 0,0015 %, что на порядок меньше значений, фиксируемых при осевом растяжении. Точность определения деформаций длинномерных образцов, в отличие от результатов исследования компонент деформации ограниченного объема при растяжении полимерных образцов, приведенных в [20], в данном случае определяется разрешающей способностью цифровой камеры и параметрами спекла.

Размеры частиц спекла, их распределение, диапазон их изменения влияют на ошибку измерения деформаций. Наиболее равномерное распределение спекла приводит к минимальной погрешности измерений. Для оценки спекла необходимо использовать комплексные показатели, как, например, в [15].

Для образцов с регулярным рисунком (рис. 1, образец 5) получить расчетные деформации при исходных параметрах расчета не получилось. Только для увеличенного до 15 пикселей шага смещения корреляционного ядра расчет был выполнен. Уменьшение шага смещения окна до 3 пикселей с увеличением размеров ядра фильтра Гаусса до 9 пикселей приводит к значительному зашумлению результата расчета.

Ошибка расчета минимальная для группы образцов спекла 2, 3 и 6 (рис. 1). Образцы 2 и 6 имеют схожие картины спеклов, но у образца 6 наблюдается значительная фоновая градиация по тону, а их гистограммы значительно отличаются. Из-за затененных областей у образца 6 на гистограмме наблюдается пик в области темных пикселей с постепенным снижением к области светлых тонов.

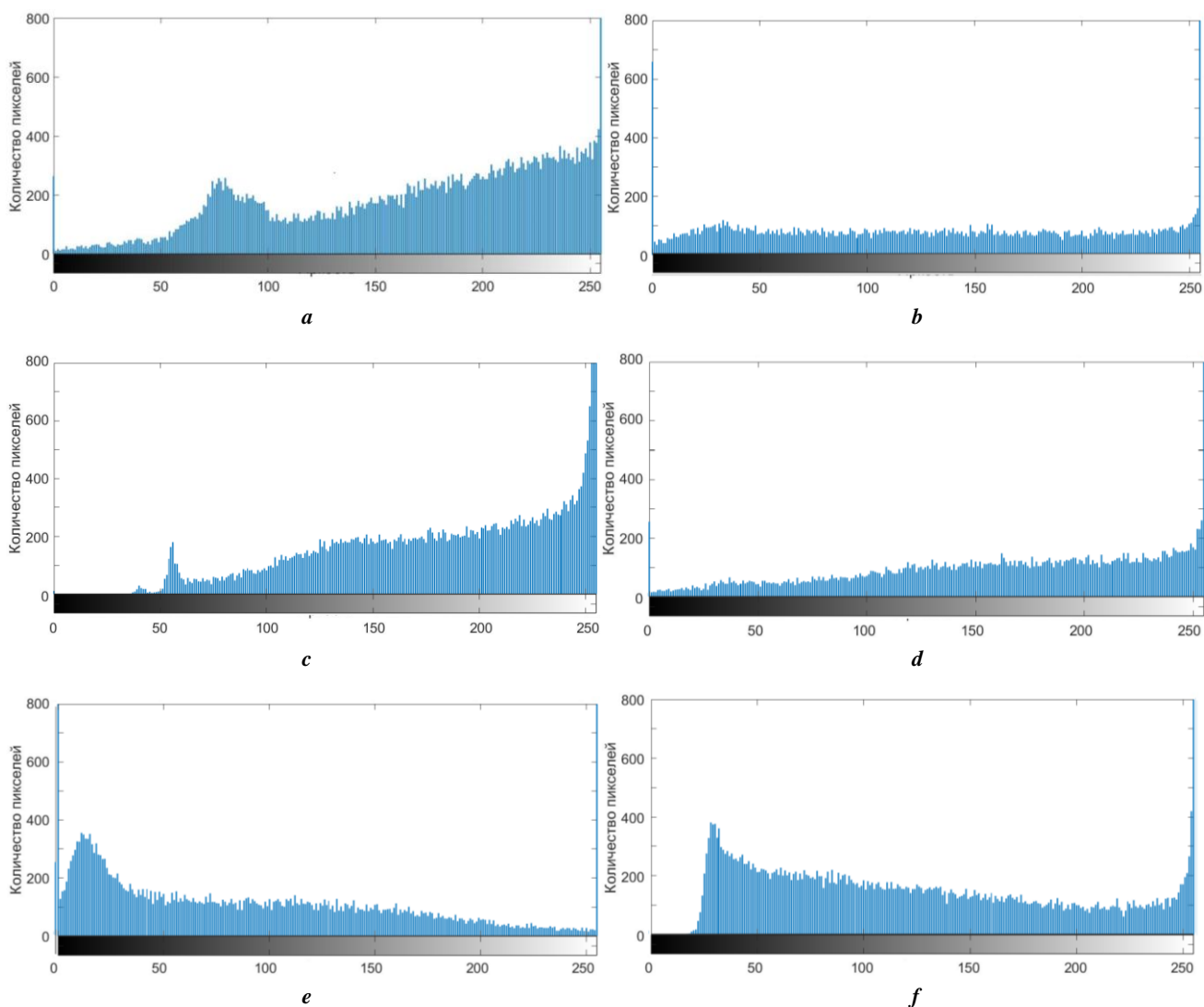


Рис. 3. Гистограммы спеклов: *a* – с плотным заполнением (образец 1 на рис. 2),
b – разреженным с большой вариацией размеров пятен (образец 2 на рис. 2),
c – сглаженным разреженным (образец 3 на рис. 2), *d* – контрастным разреженным (образец 4 на рис. 2),
e – с метками в виде ячеек (образец 5 на рис. 2),
f – с вариацией освещенности фона с большим диапазоном размеров (образец 6 на рис. 2)
Fig. 3. Speckles histograms: *a* – with dense filling (specimen 1 in fig. 2),
b – rarefied with great variation of spot sizes (specimen 2 in fig. 2), *c* – smoothed rarefied (specimen 3 in fig. 2),
d – contrast rarefied (specimen 4 in fig. 2), *e* – with cell-type marks (specimen 5 in fig. 2),
f – with background illumination variation with large range of sizes (specimen 6 in fig. 2)

У образца 3, который отличается от образца 4 сглаженным спектром, гистограмма имеет пик в темной области с постепенным возрастанием к светлым тонам. У образца 4, который имеет повышенный уровень контраста, гистограмма полностью сглажена. Распределение в явном унимодальном виде имеет только спекл, полученный через трафарет, у образца 5. Анализ гистограмм распределения яркостей пикселей показал неоднозначность их влияния на эффективность определения деформаций методом ЦКИ. Как видно из графиков на рис. 4 и 5, величина ошибки и характер распределения деформаций не определяется однозначно характером гистограммы.

Наиболее оптимальным спеклом по точности и сглаженности расчетных данных по деформации обладают образцы 2, 3 и 6. Спекл должен обеспечивать плотное

заполнение фона пятнами, имеющими значительную вариативность в размерах частиц.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Апробирована методика и система контроля деформаций оптическим способом для осевого нагружения цилиндрических образцов на примере использования трубок из полимерных материалов длиной до 200 мм. Для верификации определяемых оптическим методом деформаций в спроектированной установке дополнительно используются реперные точки и стержни, а также контроль индикаторным устройством. Подготовлена методика оценки оптическим способом деформаций с определением следующих параметров: осевых и поперечных смещений и деформаций, а также ошибки

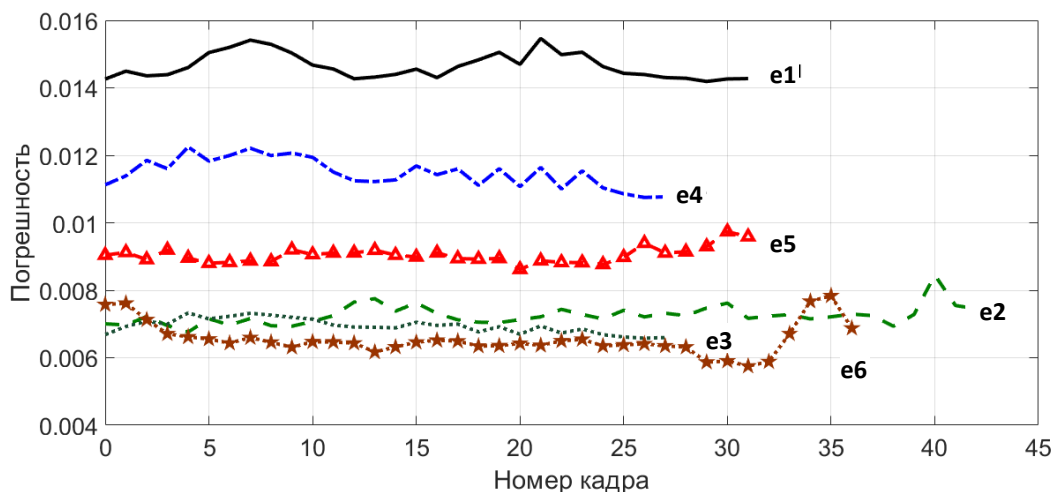


Рис. 4. Графики ошибки расчета деформации для контрольных точек при расчете деформаций образцов с различным спеклом и параметрами расчета (графики e1–e6 соответствуют образцам 1–6 на рис. 2)
Fig. 4. Diagrams of errors of deformation analysis for checkpoints when estimating deformations of specimens with various speckles and calculation parameters (diagrams e1–e6 correspond to specimens 1–6 in fig. 2)

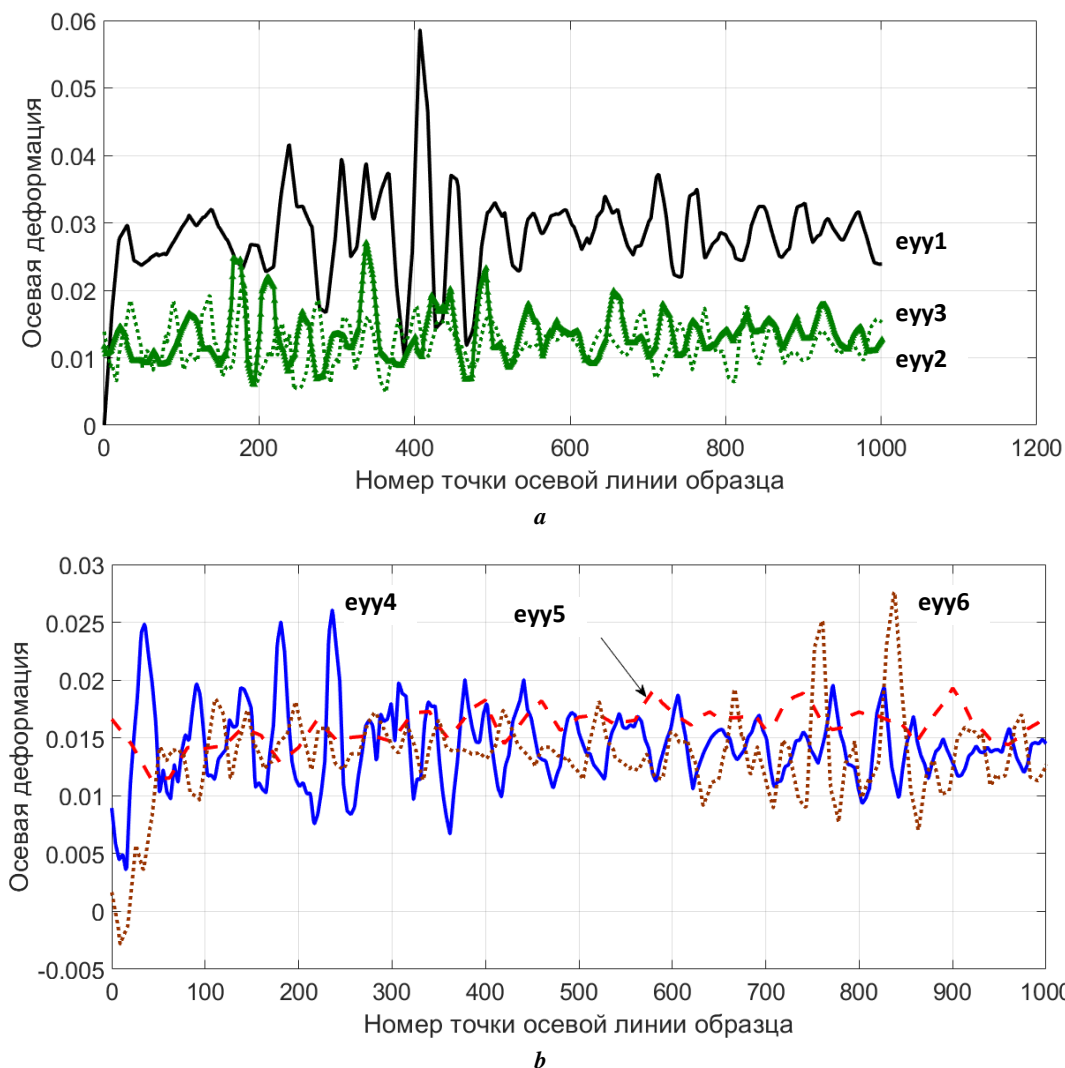


Рис. 5. Распределение продольной деформации e_{yy} вдоль центральной оси образцов для максимальной деформации:
a – образцы 1–3; **b** – образцы 4–6
Fig. 5. Distribution of axial deformation e_{yy} along the central axis of specimens for maximal deformation:
a – specimens 1–3; **b** – specimens 4–6

измерения. Выполнена оценка необходимого разрешения оптической системы по параметрам контролируемого образца.

Разработана, изготовлена и собрана установка для исследования распределения деформаций оптическим методом с использованием полимерных образцов цилиндрической формы с применением схемы оптического контроля цифровыми камерами. Постобработка полученных изображений заключалась в устранении дисторсии с учетом калибровочных коэффициентов.

Апробированы различные параметры нанесения спекла на образцы для съемки с учетом применяемого способа нанесения краски из пульверизатора, включая расстояние, время и характер разбрызгивания. Определены размеры пятен, нанесенных на заготовку, плотность их распределения.

Наиболее перспективным по точности определения деформаций является спекл, который характеризуется большой вариативностью размеров пятен. На большой длине образца это дает возможность обеспечить уникальность рисунка, попадающего в окно корреляции, что позволяет избежать ошибок в расчете.

Сглаживание изображения перед началом расчетов обеспечивает снижение влияния шума из-за резких перепадов на границе пятен.

Выбранные параметры спекла и соответствующая технология его нанесения позволяют обеспечить при использовании данной методики определение распределения деформаций по поверхности деформируемого образца с минимальной погрешностью. Это позволит при разработке технологий, связанных с осевым деформированием заготовок, определить параметры технологических операций, которые формируют максимально однородное распределение пластических деформаций по всей их длине.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Sciammarella C.A. A Review: Optical Methods That Evaluate Displacement // Conference Proceedings of the Society for Experimental Mechanics Series. 2019. Vol. 12. P. 23–52. DOI: [10.1007/978-3-319-97481-1_3](https://doi.org/10.1007/978-3-319-97481-1_3).
- Sutton M.A., Ortu J.-J., Schreier H. Image correlation for shape, motion and deformation measurements: basic concepts, theory and applications. USA: Springer Science, 2009. 321 p. DOI: [10.1007/978-0-387-78747-3](https://doi.org/10.1007/978-0-387-78747-3).
- Miikki K., Karakoc A., Rafiee M., Lee D.W., Vapaavuori J., Tersteegen J., Lemetti L., Jouni P. An open-source camera system for experimental measurements // SoftwareX. 2021. Vol. 14. Article number 100688. DOI: [10.1016/j.softx.2021.100688](https://doi.org/10.1016/j.softx.2021.100688).
- Blaber J., Adair B., Antoniou A. Ncorr: Open-Source 2D Digital Image Correlation Matlab Software // Experimental Mechanics. 2015. Vol. 55. № 6. P. 1105–1122. DOI: [10.1007/s11340-015-0009-1](https://doi.org/10.1007/s11340-015-0009-1).
- Turner D.Z. An overview of the gradient-based local DIC formulation for motion estimation in DICe. Sandia Report. 2016. DOI: [10.2172/1561808](https://doi.org/10.2172/1561808).
- Belloni V., Ravanelli R., Nascetti A., Rita M.Di., Mattei D., Crespi M. Py2DIC: A New Free and Open Source Software for Displacement and Strain Measurements in the Field of Experimental Mechanics // Sensors (Switzerland). 2019. Vol. 19. № 18. Article number 3832. DOI: [10.3390/s19183832](https://doi.org/10.3390/s19183832).
- Golasiński K., Pieczyńska E.A., Maj M., Staszczak M., Świec P., Furuta T., Kuramoto S. Investigation of strain rate sensitivity of Gum Metal under tension using digital image correlation // Archives of Civil and Mechanical Engineering. 2020. Vol. 20. № 2. Article number 53. DOI: [10.1007/s43452-020-00055-9](https://doi.org/10.1007/s43452-020-00055-9).
- Sutton M.A., Matta F., Rizzo D., Ghorbani R., Rajan S., Mollenhauer D.H., Schreier H.W., Lasprilla A.O. Recent Progress in Digital Image Correlation: Background and Developments since the 2013 W M Murray Lecture // Experimental Mechanics. 2017. Vol. 57. № 1. P. 1–30. DOI: [10.1007/s11340-016-0233-3](https://doi.org/10.1007/s11340-016-0233-3).
- Oberg M.B.A.M., de Oliveira D.F., Goulart J.N.V., Anflor C.T.M. A novel to perform a thermoelastic analysis using digital image correlation and the boundary element method // International Journal of Mechanical and Materials Engineering. 2020. Vol. 15. № 1. Article number 1. DOI: [10.1186/s40712-019-0115-4](https://doi.org/10.1186/s40712-019-0115-4).
- Расторгуев Д.А., Семенов К.О., Дёма Р.Р., Амиров Р.Н., Романенко Е.Ф., Латыпов О.Р., Матвеев П.А. Технологическое обеспечение равномерности пластической деформации при термосиловой обработке // Технология металлов. 2021. № 8. С. 24–32.
- Панин С.В., Любутин П.С. Верификация метода оценки деформации на мезоуровне, основанного на построении полей векторов перемещений участков поверхности // Физическая мезомеханика. 2005. Т. 8. № 2. С. 69–80.
- Панин С.В., Титков В.В., Любутин П.С. Автоматический выбор размера ядра корреляции в задаче оценки деформации материалов методом корреляции цифровых изображений // Вычислительные технологии. 2015. Т. 20. № 2. С. 65–78.
- Joseph S.H. Markings for Image-Based Deformation Measurement on a Torsion Test Machine // Strain. 2009. Vol. 45. № 2. P. 139–148. DOI: [10.1111/j.1475-1305.2008.00425.x](https://doi.org/10.1111/j.1475-1305.2008.00425.x).
- Dong Y.L., Pan B. A Review of Speckle Pattern Fabrication and Assessment for Digital Image Correlation // Experimental Mechanics. 2017. Vol. 57. № 8. P. 1161–1181. DOI: [10.1007/s11340-017-0283-1](https://doi.org/10.1007/s11340-017-0283-1).
- Bomarito G.F., Hochhalter J.D., Ruggles T.J., Cannon A.H. Increasing accuracy and precision of digital image correlation through pattern optimization // Optics and Lasers in Engineering. 2017. Vol. 91. P. 73–85. DOI: [10.1016/j.optlaseng.2016.11.005](https://doi.org/10.1016/j.optlaseng.2016.11.005).
- Креопалова Г.В., Лазарева Н.Л., Пуряев Д.Т. Оптические измерения. М.: Машиностроение, 1987. 264 с.
- Надеждин К.Д., Шарнин Л.М., Кирпичников А.П. Визуальные методы определения деформаций и напряжений на поверхности испытываемых конструкций // Вестник Технологического университета. 2016. Т. 19. № 12. С. 143–146.
- Любутин П.С., Панин С.В. Измерение деформации на мезоуровне путем анализа оптических изображений поверхности нагруженных твердых тел // Прикладная механика и техническая физика. 2006. Т. 47. № 6. С. 158–164.
- Schreier H.W., Braasch J.R., Sutton M.A. Systematic errors in digital image correlation caused by intensity

- interpolation // *Optical Engineering*. 2000. Vol. 39. № 11. P. 2915–2921. DOI: [10.1117/1.1314593](https://doi.org/10.1117/1.1314593).
20. G'sell C., Hiver J.M., Dahoun A. Experimental characterization of deformation damage in solid polymers under tension, and its interrelation with necking // *International Journal of Solids and Structures*. 2002. Vol. 39. № 13-14. P. 3857–3872. DOI: [10.1016/S0020-7683\(02\)00184-1](https://doi.org/10.1016/S0020-7683(02)00184-1).
- ### REFERENCES
- Sciammarella C.A. A Review: Optical Methods That Evaluate Displacement. *Conference Proceedings of the Society for Experimental Mechanics Series*, 2019, vol. 12, pp. 23–52. DOI: [10.1007/978-3-319-97481-1_3](https://doi.org/10.1007/978-3-319-97481-1_3).
 - Sutton M.A., Orteu J.-J., Schreier H. *Image correlation for shape, motion and deformation measurements: basic concepts, theory and applications*. USA, Springer Science Publ., 2009. 321 p. DOI: [10.1007/978-0-387-78747-3](https://doi.org/10.1007/978-0-387-78747-3).
 - Miikki K., Karakoc A., Rafiee M., Lee D.W., Vapaavuori J., Tersteegen J., Lemetti L., Jouni P. An open-source camera system for experimental measurements. *SoftwareX*, 2021, vol. 14, article number 100688. DOI: [10.1016/j.softx.2021.100688](https://doi.org/10.1016/j.softx.2021.100688).
 - Blaber J., Adair B., Antoniou A. Ncorr: Open-Source 2D Digital Image Correlation Matlab Software. *Experimental Mechanics*, 2015, vol. 55, no. 6, pp. 1105–1122. DOI: [10.1007/s11340-015-0009-1](https://doi.org/10.1007/s11340-015-0009-1).
 - Turner D.Z. *An overview of the gradient-based local DIC formulation for motion estimation in DICe*. Sandia Report. 2016. DOI: [10.2172/1561808](https://doi.org/10.2172/1561808).
 - Belloni V., Ravanelli R., Nascetti A., Rita M.Di., Mattei D., Crespi M. Py2DIC: A New Free and Open Source Software for Displacement and Strain Measurements in the Field of Experimental Mechanics. *Sensors (Switzerland)*, 2019, vol. 19, no. 18, article number 3832. DOI: [10.3390/s19183832](https://doi.org/10.3390/s19183832).
 - Golasiński K., Pieczyska E.A., Maj M., Staszczak M., Świec P., Furuta T., Kuramoto S. Investigation of strain rate sensitivity of Gum Metal under tension using digital image correlation. *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, 2020, vol. 20, no. 2, article number 53. DOI: [10.1007/s43452-020-00055-9](https://doi.org/10.1007/s43452-020-00055-9).
 - Sutton M.A., Matta F., Rizos D., Ghorbani R., Rajan S., Mollenhauer D.H., Schreier H.W., Lasprilla A.O. Recent Progress in Digital Image Correlation: Background and Developments since the 2013 W M Murray Lecture. *Experimental Mechanics*, 2017, vol. 57, no. 1, pp. 1–30. DOI: [10.1007/s11340-016-0233-3](https://doi.org/10.1007/s11340-016-0233-3).
 - Oberg M.B.A.M., de Oliveira D.F., Goulart J.N.V., Anflor C.T.M. A novel to perform a thermoelastic analysis using digital image correlation and the boundary element method. *International Journal of Mechanical and Materials Engineering*, 2020, vol. 15, no. 1, article number 1. DOI: [10.1186/s40712-019-0115-4](https://doi.org/10.1186/s40712-019-0115-4).
 - Rastorguev D.A., Semenov K.O., Dema R.R., Amirov R.N., Romanenko E.F., Latypov O.R., Matveev P.A. Process support for uniformity of plastic deformation during thermal force treatment. *Tekhnologiya metallov*, 2021, no. 8, pp. 24–32.
 - Panin S.V., Lyubutin P.S. Verification of a method of deformation estimation at the mesolevel on the basis of constructing displacement vector fields on the surface. *Fizicheskaya mezhmekhanika*, 2005, vol. 8, no. 2, pp. 69–80.
 - Panin S.V., Titkov V.V., Lyubutin P.S. Automatic determination of subset size in the problem of estimation of material strain by digital image correlation method. *Vychislitelnye tekhnologii*, 2015, vol. 20, no. 2, pp. 65–78.
 - Joseph S.H. Markings for Image-Based Deformation Measurement on a Torsion Test Machine. *Strain*, 2009, vol. 45, no. 2, pp. 139–148. DOI: [10.1111/j.1475-1305.2008.00425.x](https://doi.org/10.1111/j.1475-1305.2008.00425.x).
 - Dong Y.L., Pan B. A Review of Speckle Pattern Fabrication and Assessment for Digital Image Correlation. *Experimental Mechanics*, 2017, vol. 57, no. 8, pp. 1161–1181. DOI: [10.1007/s11340-017-0283-1](https://doi.org/10.1007/s11340-017-0283-1).
 - Bomarito G.F., Hochhalter J.D., Ruggles T.J., Cannon A.H. Increasing accuracy and precision of digital image correlation through pattern optimization. *Optics and Lasers in Engineering*, 2017, vol. 91, pp. 73–85. DOI: [10.1016/j.optlaseng.2016.11.005](https://doi.org/10.1016/j.optlaseng.2016.11.005).
 - Kreopalova G.V., Lazareva N.L., Puryaev D.T. *Opticheskie izmereniya* [Optical measurements]. Moscow, Mashinostroenie Publ., 1987. 264 p.
 - Nadezhdin K.D., Sharnin L.M., Kirpichnikov A.P. Visual methods of identifying deformations and stresses on the surfaces of tested structures. *Vestnik Tekhnologicheskogo universiteta*, 2016, vol. 19, no. 12, pp. 143–146.
 - Lyubutin P.S., Panin S.V. Mesoscale measurement of strains by analyzing optical images of the surface of loaded solids. *Journal of Applied Mechanics and Technical Physics*, 2006, vol. 47, no. 6, pp. 905–910.
 - Schreier H.W., Braasch J.R., Sutton M.A. Systematic errors in digital image correlation caused by intensity interpolation. *Optical Engineering*, 2000, vol. 39, no. 11, pp. 2915–2921. DOI: [10.1117/1.1314593](https://doi.org/10.1117/1.1314593).
 - G'sell C., Hiver J.M., Dahoun A. Experimental characterization of deformation damage in solid polymers under tension, and its interrelation with necking. *International Journal of Solids and Structures*, 2002, vol. 39, no. 13-14, pp. 3857–3872. DOI: [10.1016/S0020-7683\(02\)00184-1](https://doi.org/10.1016/S0020-7683(02)00184-1).

Identification of deformations of cylindrical specimens by optical method using the technique of digital image correlation

© 2022

*Dmitry A. Rastorguev**¹, PhD (Engineering),
assistant professor of Chair “Equipment and Technologies of Machine Building Production”
*Kirill O. Semenov*², postgraduate student of Chair “Equipment and Technologies
of Machine Building Production”

Togliatti State University, Togliatti (Russia)

*E-mail: rast_73@mail.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6298-1068>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0397-4009>

Received 09.02.2022

Accepted 06.05.2022

Abstract: A provision of location tolerances and their retention in the postoperative period is one of the main hard-hitting process tasks when producing long-length low-rigidity shaft-type parts. Mixed treatment – tensile straightening or thermal-power treatment is one of the technological methods intended to provide this group of geometrical indicators, including axle linearity. The efficiency improvement of this technology is impossible without knowing the features of the formation of plastic deformations distribution along the length of long-length blank parts. The paper considers the application of an optical method for controlling deformation on the surface using the method of digital image correlation at axial deformation of cylindrical parts. The work describes an experimental device for optic control of deformations when loading a specimen using digital cameras. The authors studied the influence of various modes of paint deposition to a sample (deposition rate, distance, deposition mode – continuous or pulsed) on the features of a produced speckle in the form of random distribution of mixed-size paint spots over the specimen surface; obtained histograms of the intensity distribution of various speckles. The authors carried out the experiments to identify deformations based on the technology of the local gradient digital image correlation method for the specimens of polymer tubes with different speckle types. The study identified the distribution of the deformation over the length of samples within the deformable area selected for analysis with the specified degree of smoothing provided by choice of correlation kernel size and the choice of its displacement step for fixing deformation processes with a precise error. The authors obtained distributions of axial deformations along the length of specimens and errors of deformations determination depending on a speckle nature. The study specifies necessary speckle parameters ensuring minimal error for long-length samples up to 200 mm in length and appropriate technology for paint depositing. It is a speckle with a wide range of spot sizes rarefied with their locations and the Gaussian filter image smoothing before the analysis.

Keywords: digital image; digital image correlation; correlation analysis; speckle; axial deformation; optical control.

Acknowledgements: The study was financially supported by the Russian Foundation for basic Research within the scientific project No. 20-38-90148.

For citation: Rastorguev D.A., Semenov K.O. Identification of deformations of cylindrical specimens by optical method using the technique of digital image correlation. *Frontier Materials & Technologies*, 2022, no. 2, pp. 74–83. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-2-74-83.

Методика расчета на прочность глобоидной червячной передачи

© 2022

Суслин Алексей Васильевич¹, кандидат технических наук, доцент,
доцент кафедры основ конструирования машин
Барманов Ильдар Сергеевич^{*2}, кандидат технических наук,
доцент кафедры основ конструирования машин

Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева
(Самарский университет), Самара (Россия)

*E-mail: isbarmanov@mail.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7746-7640>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6373-0815>

Поступила в редакцию 26.04.2022

Принята к публикации 14.06.2022

Аннотация: Червячные передачи находят широкое применение в машиностроении. В последнее время наблюдается заметный интерес к червячным передачам с глобоидным червяком. Для повышения качественных характеристик глобоидных передач совершенствуются их геометрические размеры и параметры, а также технологии производства. Важно также иметь методику расчета на прочность, однако на данный момент она отсутствует, а государственные стандарты охватывают вопрос определения и расчета только геометрии передачи. В связи с этим разработка методики расчета на контактную и изгибную прочность глобоидной червячной передачи остается актуальной. Основными направлениями исследований являются модификация передачи, совершенствование технологий изготовления, исследование картины зацепления, математическое моделирование рабочих поверхностей, трехмерное моделирование и расчет передачи. Расчет на контактную прочность основан на формуле Герца с учетом геометрических особенностей глобоидных червячных передач. Расчет на изгибную прочность зубьев червячного колеса разработан на основе методики расчета косозубых зубчатых колес. Приведены данные о влиянии механических свойств материалов червяка и червячного колеса на контактную прочность передачи. Даны ориентировочные значения расчетных коэффициентов. Отмечено, что коэффициент динамической нагрузки может существенно увеличиться по мере изнашивания рабочих поверхностей передачи. Результаты исследования могут быть использованы для разработки методики проекторочного расчета, а также ее усовершенствования с целью учета влияния износа и рабочей температуры передачи на продолжительность работы.

Ключевые слова: глобоидная червячная передача; прочность; методика расчета; контактные напряжения; изгибные напряжения.

Для цитирования: Суслин А.В., Барманов И.С. Методика расчета на прочность глобоидной червячной передачи // Frontier Materials & Technologies. 2022. № 2. С. 84–91. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-2-84-91.

ВВЕДЕНИЕ

Достоинства червячной передачи заключаются в плавности работы и возможности обеспечить большую величину передаточного отношения. Механизм передачи может обеспечивать более высокую кинематическую точность в сравнении с другими зубчатыми передачами. Конструктивно такие передачи могут быть самотормозящими. Недостатком червячных передач можно назвать низкий коэффициент полезного действия из-за высокой скорости скольжения и, как следствие, повышенное тепловыделение.

В зависимости от формы червяки подразделяются на цилиндрические и глобоидные. Наибольшее распространение в машиностроении получили передачи с цилиндрическим червяком. Методики их расчета хорошо изложены в учебной литературе, а также в разработанных стандартах ГОСТ 19650-74, ГОСТ 19642-74 и ГОСТ 2144-76.

В последнее время наблюдается заметный интерес к червячным передачам с глобоидным червяком. Глобоидная червячная передача имеет ряд преимуществ по сравнению с цилиндрической червячной передачей. Во-первых, за счет большего числа витков червяка в зацеплении с колесом глобоидная передача способна выдер-

живать в 3–5 раз большую нагрузку. Во-вторых, она может иметь более высокий коэффициент полезного действия. Контактные линии располагаются под большим углом к направлению скорости скольжения. В цилиндрической червячной передаче площадь контакта мала, напряжение велико, смазка из зоны зацепления выдавливается. В глобоидной червячной передаче витки червяка охватывают зубья колеса, что способствует образованию клиновидных зазоров, в которые вовлекается смазка. Это способствует подаче смазки на контактирующие поверхности, приводит к увеличению коэффициента полезного действия, повышению износостойкости и долговечности передачи. В учебной литературе отмечают и недостатки глобоидной передачи: сложность изготовления, требование к точности сборки, высокая теплонапряженность.

В настоящее время находят широкое применение классические и модифицированные глобоидные червячные передачи, однако их зацепление и технология изготовления несовершенны. Это вынуждает проводить исследования и разрабатывать конструкторские и технологические решения для улучшения характеристик червячных передач. В [1; 2] проводятся исследования глобоидной червячной передачи, в которой рабочая поверхность витков червяка шлифуется пло-

ским инструментом. Рассматривается картина контакта и проводится анализ взаимодействия рабочих поверхностей передачи с расширенной зоной контакта.

В [3–5] актуализируется вопрос повышения эффективности технологии обработки. Предлагаются конструктивно-технологические решения – ротационное точение многолезвийным инструментом с принудительным вращением и схема движения инструмента для формирования винтовой поверхности червяка. Оба подхода способствуют более эффективной механической обработке зубьев и витков глобоидной передачи. Технология позволяет повысить производительность черновой обработки и устранить недостатки обработки рабочей поверхности червяка при применении существующих технологий. Разработана математическая модель процесса нарезания витков червяка и приведены результаты численного эксперимента, подтверждающие эффективность данной технологии.

В работе [6] представлены результаты исследования влияния угла режущего инструмента на качество винтовой поверхности. Отмечено, что образование нароста на рабочей поверхности предотвращается при увеличении переднего угла до 45° . В [7] рассматривается влияние режимов изготовления на характеристики и качество рабочей поверхности червяка, а также оценивается производительность технологической операции. Результаты экспериментального исследования позволили оптимизировать параметры режима изготовления. В [8] проводится проверка на точность изготовления винтовой поверхности глобоидного червяка.

В [9] представлены результаты математического моделирования и экспериментов по формированию винтовой поверхности червяка с вогнутым профилем. Отмечена высокая эффективность и производительность данного процесса формообразования. В [10] рассмотрены вопросы технологии изготовления и контроля точности обеспечения размеров при модернизации конструкции редуктора посредством применения глобоидного червяка, образующего с поверхностью колеса выпукло-вогнутую пару. Данный подход способствует повышению несущей способности червячной передачи. В [11; 12] рассматривается формообразование выпукло-вогнутых рабочих поверхностей червяка и колеса с разной твердостью. Представленные конструктивно-технологические решения позволяют изготавливать глобоидные передачи с более высокой несущей способностью.

В [13] предлагается способ, позволяющий усовершенствовать технологию изготовления модифицированной червячной передачи. В [14] показано, что решение проблемы заклинивания поверхностей червяка и колеса может заключаться в искривлении профиля вдоль линии контакта. Отмечено, что для обеспечения качества изготовления и снижения влияния неточностей изготовления и сборки передачи необходимо модифицировать рабочие поверхности витков червяка и зубьев колеса. В [15] предлагаются такие способы модификации геометрии червячных приводов, которые обеспечивают правильный контакт подшипников. Представлены методы и способы компьютерного моделирования зацепления и контакта модифицированных червячных передач.

Актуальны исследования конструкции передачи и профилирования рабочих поверхностей, позволяющие оце-

нить картину зацепления, сопряжение и контакт поверхностей. В [16] предложен способ хонингования рабочей поверхности с помощью глобоидных хонинговальных червяков. Выполнен анализ зацепления и контакта зубьев и получено уравнение поверхности зубьев.

В [17; 18] предлагаются усовершенствованные компьютерные программы для имитации зацепления, моделирования наложения сетки и моделирования контакта, а также модифицированная конструкция привода червячной передачи, разработанная с помощью способа локализации контакта подшипника и снижения ошибок передачи. В [19] приведены алгоритмы создания трехмерных моделей передачи. Оценена точность построения – погрешность не превышала 1 мкм. С помощью моделей можно анализировать геометрические свойства передачи.

В работе [20] показана важность моделирования рабочих поверхностей червяка и колеса с применением современных средств автоматизированного проектирования. Особенную значимость данный подход приобретает в случае модифицированных передач. Такие подходы позволяют проанализировать сопряжение поверхностей, выполнить прочностные расчеты методом конечных элементов, изготовить экспериментальные передачи с применением аддитивных технологий быстрого прототипирования.

В [21] приводится математическое описание боковой поверхности витков червяка и зубьев колеса. Получены уравнения глобоидальной спирали, осевого профиля витков червяка и уравнение зацепления, на основании которых можно оценивать в зацеплении контактные линии, сопряжение поверхностей, распределение нагрузки между витками и зубьями. Это позволит совершенствовать методики расчета на прочность и износостойкость передачи.

В [22] предлагается способ модификации зуба на основе анализа контакта в зацеплении с применением трехмерных моделей. В [23] рассмотрены способы твердотельного моделирования цилиндрических одно-, двух- и трехзаходных червяков и глобоидных однозаходных червяков. Полученные модели червяков используются для создания моделей червячных колес.

Наряду с совершенствованием конструкции и технологий совершенствуются и автоматизируются методики расчета и проектирования червячных передач. Рассмотрены особенности и области применения червячных редукторов, выявлены их достоинства и недостатки, приведена классификация существующих редукторов. В [24] представлена достаточно обширная классификация различных передач, позволяющая выбрать тип передачи, форму рабочей поверхности и прочие параметры при проектировании.

В [25] приводится система автоматизированного проектирования одноступенчатого червячного редуктора. Программа содержит поля ввода исходных данных, выбора справочных параметров и вывода результатов расчета. При этом реализуется проверка условия по критерию термостойкости и прочности, а также расчет характеристик надежности.

В [26] представлен расчетный модуль с пошаговым расчетом по авторской методике, позволяющий выбирать материалы, термообработку, задавать режим нагружения. В программу заложены ограничения по величине

отклонения расчетного и стандартного межосевого расстояния, отклонения расчетных и допускаемых напряжений и другие ограничения. Это позволяет проводить оптимизацию параметров червячных передач.

В [27] рассмотрены расчетные зависимости, определяющие потери мощности при преодолении сил трения. Потери могут составлять достаточно большую долю от передаваемой мощности, поэтому при проектировании важно уделять внимание трибохарактеристикам передачи. В [28] предлагается метод расчета продолжительности работы червячной передачи, основанный на определении величины предельного износа рабочих поверхностей. Учитывается кинематика в контакте и напряженно-деформированное состояние, определяемое по формуле Герца. В [29] рассмотрены контактные разрушения активных поверхностей звеньев, износ, задиры по боковым поверхностям зубьев и излом. Обосновывается необходимость разработки методик расчета по износу передач зацеплением червячного типа с учетом переменного режима работы. Это позволит более точно рассчитывать продолжительность работы передачи. Приведенная методика позволит прогнозировать сроки службы червячных передач с учетом переменного режима нагружения и условий эксплуатации машин и механизмов различных отраслей машиностроения.

На основании анализа результатов существующих исследований можно отметить, что наряду с совершенствованием геометрических параметров (модификацией) передачи и разработкой высокотехнологичных способов изготовления необходимо также прорабатывать методики выполнения расчетов на контактную и изгибную прочность с высокой точностью, которая должна обеспечиваться адекватностью выбранной математической модели.

Рассмотренные методики расчета параметров неприменимы к глобоидным передачам, особенно к модифицированным, что существенно ограничивает их применение. В настоящее время остается актуальным вопрос разработки методики расчета на прочность червячной передачи с глобоидным червяком. Данная методика может стать основой для разработки методик расчета глобоидных червячных передач по критериям термостойкости, износостойкости, в том числе и для модифицированных вариантов.

Расчет на прочность червячной передачи проводится по контактным и изгибным напряжениям. Расчет на контактную прочность обеспечивает износостойкость передачи, поскольку интенсивность изнашивания зависит от величины контактных напряжений. Расчет на изгибную прочность выполняется только для червячных колес, которые изготавливаются, как правило, из менее прочных материалов, чем червяки. Основные параметры глобоидной передачи с углом скрещивания осей вращения червяка и колеса, равным 90° , установлены ГОСТ 9369-77. Расчет геометрии выполняется по ГОСТ 17696-89. Исходный червяк и исходный производящий червяк глобоидной передачи принимается по ГОСТ 24438-80.

Цель исследования – повышение достоверности выполнения расчетов геометрических размеров и параметров глобоидной червячной передачи при проектировании за счет разработки аналитической научно

обоснованной методики расчета на контактную и изгибную прочность.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Прочность червячной передачи оценивается по контактным и изгибным напряжениям. За основу взяты методики расчета червячных передач с цилиндрическим червяком.

Расчет на контактную прочность базируется на формуле Герца. Расчет изгибной прочности глобоидной передачи основан на расчете косозубой цилиндрической передачи – червячное колесо заменяется эквивалентным цилиндрическим колесом.

Расчетные зависимости по определению контактных и изгибных напряжений получены с учетом особенностей конструкции и геометрии глобоидной червячной передачи. При этом сделан ряд допущений: нормальная нагрузка равномерно распределяется по длине зуба; нагрузка между зубьями распределяется равномерно вследствие приработки; не учитывается влияние факторов трения на работу передачи.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Контактные напряжения зубьев колеса с витками червяка определяются по формуле Герца:

$$\sigma_H = Z_M \sqrt{\frac{q_n K_H}{\pi \rho_e}},$$

где Z_M – коэффициент, учитывающий механические свойства материалов;

q_n – удельная нормальная нагрузка;

K_H – коэффициент нагрузки по контактным напряжениям;

ρ_e – приведенный радиус кривизны контактируемых поверхностей.

Коэффициент, учитывающий механические свойства материалов, имеет вид

$$Z_M = \sqrt{\frac{E_1 E_2}{E_1 (1 - \mu_1^2) + E_2 (1 - \mu_2^2)}},$$

где E_1, μ_1 – модуль упругости и коэффициент Пуассона материала червяка соответственно;

E_2, μ_2 – модуль упругости и коэффициент Пуассона материала червячного колеса соответственно.

Удельная нормальная нагрузка на единицу длины зуба, исходя из предположения о равномерном ее распределении по длине зуба:

$$q_n = \frac{F_n}{l_s} = \frac{F_{t2}}{l_s \cos \alpha \cos \gamma} = \frac{2T_2}{d_2 l_s \cos \alpha \cos \gamma},$$

где F_n – нормальное усилие в зацеплении;

l_s – суммарная длина контактных линий;

F_{t2} – окружное усилие на червячном колесе;

α – угол профиля;

γ – угол подъема винтовой линии червяка.

Суммарная длина контактных линий:

$$l_S = \frac{\xi b'_2 \varepsilon_\alpha}{\cos \gamma},$$

где ξ – коэффициент, учитывающий уменьшение длины контактных линий;

b'_2 – проекция геометрической длины линии контакта;

ε_α – коэффициент торцевого перекрытия.

Проекция геометрической длины линии контакта, равная проекции ширины колеса:

$$b'_2 = 2\delta \frac{d_1}{2} = \delta d_1,$$

где 2δ – угол охвата колесом червяка;

d_1 – делительный диаметр червяка.

Коэффициент торцевого перекрытия для передач с глобоидным червяком, равный числу зубьев колеса в обхвате червяком:

$$\varepsilon_\alpha = z' = \frac{(2\nu) z_2}{360} - 0,5,$$

где 2ν – угол охвата червяком колеса;

z_2 – число зубьев колеса.

Угол охвата червяком колеса:

$$2\nu = 2 \arcsin \frac{b_{f1}}{d_2},$$

где b_{f1} – длина нарезанной части червяка по впадинам;

d_2 – делительный диаметр колеса.

После подстановки получаем коэффициент торцевого

перекрытия:

$$\varepsilon_\alpha = \frac{2 \arcsin \left(\frac{b_{f1}}{d_2} \right) z_2}{360} - 0,5.$$

Коэффициент нагрузки по контактным напряжениям:

$$K_H = K_{H\beta} K_{HV},$$

где $K_{H\beta}$ – коэффициент концентрации нагрузки по контактным напряжениям;

K_{HV} – коэффициент динамической нагрузки по контактным напряжениям.

Приведенный радиус кривизны контактируемых поверхностей:

$$\rho_e = \frac{\rho_1 \rho_2}{\rho_1 + \rho_2},$$

где ρ_1 – радиус кривизны поверхности витка червяка;

ρ_2 – радиус кривизны поверхности зуба червячного колеса.

Червячное колесо заменяется эквивалентным косо-зубым цилиндрическим колесом. Тогда выражение для приведенного радиуса кривизны¹ имеет вид

$$\rho_e = \frac{d_2 \sin \alpha}{2 \cos^2 \gamma}.$$

После подстановки и преобразования получаем выражение для определения расчетных контактных напряжений глобоидной червячной передачи:

$$\sigma_H = Z_M \sqrt{\frac{4T_2 K_{H\beta} K_{HV} \cos^2 \gamma}{\pi d_1 d_2^2 \xi \delta \varepsilon_\alpha \sin \alpha \cos \alpha}}.$$

Изгибные напряжения зубьев червячного колеса определяются по зависимости

$$\sigma_F = \frac{F_{t2} K_F Y_F}{m_n l_S} = \frac{2T_2 K_{F\beta} K_{FV} Y_F}{d_2 m_n l_S},$$

где K_F – коэффициент нагрузки при изгибе;

$K_{F\beta}$ – коэффициент концентрации нагрузки при изгибе;

K_{FV} – коэффициент динамической нагрузки при изгибе;

m_n – нормальный модуль;

Y_F – коэффициент формы зуба.

После преобразования окончательно получим

$$\sigma_F = \frac{2T_2 K_{F\beta} K_{FV} Y_F \cos \gamma}{d_1 d_2 m_n \xi \delta \varepsilon_\alpha}.$$

Коэффициент формы зуба определяется в зависимости от приведенного (эквивалентного) числа зубьев²:

$$z_V = \frac{z_2}{\cos^3 \gamma}.$$

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Значения механических характеристик наиболее применяемых материалов для изготовления деталей червячной передачи даны в таблице 1. Там же приведены средние значения коэффициента, учитывающего механические свойства материалов, при этом для всех материалов принимается коэффициент Пуассона $\mu=0,3$.

Учитывая, что в начальный момент контактируют не все пары зубьев, предварительно можно принять коэффициент, учитывающий уменьшение длины контактных линий, равным $\xi=0,5 \dots 0,75$. Для более точного расчета необходимо провести дополнительные исследования по влиянию жесткости зубьев и степени точности изготовления деталей передачи на распределение нагрузки между зубьями. Применение трехмерного твердотельного

¹ Иосилевич Г.Б. Детали машин. М.: Машиностроение, 1988. 368 с.

² См. 1.

Шелюфаст В.В. Основы проектирования машин. М.: АПМ, 2005. 472 с.

Таблица 1. Свойства материалов
Table 1. The material properties

Материал	Модуль упругости, МПа	Коэффициент Пуассона	Антифрикционная пара	Коэффициент Z_M , МПа ^{0,5}
Сталь	$2 \dots 2,2 \cdot 10^5$	0,25...0,3	Сталь – бронза Сталь – латунь	270
Чугун	$1,2 \dots 1,6 \cdot 10^5$	0,23...0,27	Сталь – чугун	300
Бронза, латунь	$0,9 \dots 1,2 \cdot 10^5$	0,32...0,4	Сталь – сталь	330

моделирования деталей червячной передачи позволит получить картину распределения контактных линий и уточнить значение данного коэффициента, что, в свою очередь, повысит достоверность методики расчета на прочность.

Средние значения коэффициентов концентрации можно принять равными $K_{H\beta} = K_{F\beta} = 1,05 \dots 1,15$. В червячных передачах имеет место приработка, которая представляет собой способность материалов, находящихся в контакте, изнашиваться пропорционально контактной нагрузке, что приводит к равномерному распределению усилий между парами зубьев и в конечном итоге уменьшает $K_{H\beta}$ и $K_{F\beta}$. Коэффициенты динамической нагрузки, учитывая приработку, можно принять равными 1: $K_{HV} = K_{FV} = 1$. Более точное определение данных коэффициентов будет зависеть от особенностей конструкции передачи и условий работы. В этих случаях могут потребоваться дополнительные исследования по оценке динамической нагруженности передачи. Например, в [30] предложен метод оценки изменения динамических нагрузок в червячной передаче по мере изнашивания зубьев червячного колеса. Метод является косвенным, но позволяет установить связь между вибросигналом, получаемым от датчика угловых перемещений вала, и коэффициентом динамичности. При этом учитывается геометрия и податливость деталей передачи. Отмечено, что в период приработки коэффициент динамической нагрузки уменьшался до значений 1,1–1,3. По мере изнашивания поверхности зубьев коэффициент динамичности постепенно увеличивался и достиг двукратного значения при величине линейного износа, равного модулю зацепления.

По условию прочности расчетные контактные и изгибные напряжения не должны превышать допускаемые значения, т. е. $\sigma_H \leq [\sigma_H]$, $\sigma_F \leq [\sigma_F]$. Допускаемые контактные и изгибные напряжения $[\sigma_H]$, $[\sigma_F]$ для глобоидной передачи можно рассчитывать как для червячной передачи с цилиндрическим червяком. Для повышения достоверности расчетов на прочность необходимо провести дополнительные исследования, поскольку величина допускаемых напряжений может ограничиваться не только прочностью, но и износостойкостью и термостойкостью.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Разработана методика расчета на контактную и изгибную прочность глобоидной червячной передачи.

Оценено влияние механических свойств материалов на контактную прочность передачи.

Приведенная методика позволит совершенствовать червячные передачи, разработать методики проекторночного расчета глобоидных классических и модифицированных червячных передач, а также методики расчета и проектирования червячных передач по критериям термостойкости и износостойкости.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Виноградов А.Б. Глобоидная передача с повышенной нагрузочной способностью. Новосибирск: Сибирский государственный университет путей сообщения, 2004. 263 с.
2. Виноградов А.Б. Технологическое проектирование глобоидной передачи с высокой нагрузочной способностью // Вестник развития науки и образования. 2009. № 5. С. 16–21.
3. Сутягин А.В., Малько Л.С., Трифанов И.В. Модель формирования винтовой поверхности глобоидного червяка ротационным точением принудительно вращаемым многолезвийным инструментом // Фундаментальные исследования. 2014. № 8–4. С. 823–828.
4. Сутягин А.В., Малько Л.С., Трифанов И.В. Повышение эффективности зубообработки глобоидной передачи на основе разработки прогрессивных конструкторско-технологических решений // СТИН. 2015. № 2. С. 20–25.
5. Sutyagin A.V., Mal'ko L.S., Trifanov I.V. More Efficient Machining of Globoid Worm Gears // Russian Engineering Research. 2015. Vol. 35. № 8. P. 623–627. DOI: [10.3103/S1068798X1508016X](https://doi.org/10.3103/S1068798X1508016X).
6. Сергеева Е.В., Сутягин А.В., Малько Л.С. Результаты апробации методики экспериментального исследования шероховатости винтовой поверхности при ротационном точении многолезвийным инструментом // Актуальные проблемы авиации и космонавтики. 2015. Т. 2. № 11. С. 127–129.
7. Сутягин А.В., Малько Л.С., Трифанов И.В. Влияние технологических режимов на выходные параметры процесса ротационного точения винтовой поверхности глобоидного червяка // Фундаментальные исследования. 2016. № 2-1. С. 99–103.
8. Яценко А.Ю., Сутягин А.В. Испытание на точность станка 5K328A для нарезания глобоидной винтовой поверхности // Актуальные проблемы авиации и космонавтики. 2018. Т. 2. № 4. С. 639–641.

9. Sutyagin A.V., Mal'ko L.S., Trifanov I.V. Experience and Outlook for the Development of a Technology for Generation of the Profile of the Meshed Links of a Global Gear Pair by Rotational Turning // *Chemical and Petroleum Engineering*. 2016. Vol. 51. № 11-12. P. 854–860. DOI: [10.1007/s10556-016-0135-3](https://doi.org/10.1007/s10556-016-0135-3).
10. Сибириякова Д.П., Малько Л.С. Метрологическое и технологическое обеспечение процесса модернизации червячного редуктора на основе глобoidного червяка типа G1 // Актуальные проблемы авиации и космонавтики. 2018. Т. 2. № 4. С. 617–619.
11. Mal'ko L.S., Sutyagin A.V., Trifanov I.V., Zakharova N.V., Sukhanova O.A. Gear Cutting in a Globoid Pair with an Initial Cylindrical Involute Gear // *Russian Engineering Research*. 2020. Vol. 40. № 12. P. 1087–1090. DOI: [10.3103/S1068798X20120400](https://doi.org/10.3103/S1068798X20120400).
12. Малько Л.С., Сулягин А.В., Трифанов И.В., Захарова Н.В., Суханова О.А. Экспериментальная оценка конструкторско-технологических решений при зубообработке сопряженных звеньев глобoidной передачи с исходным цилиндрическим эвольвентным колесом // СТИН. 2020. № 10. С. 16–21.
13. Федотов Б.Ф., Думилин С.В., Щегольков Н.Н., Беляков В.Н. Совершенствование технологии нарезания модифицированных глобoidных передач с локализованным пятном контакта // *Известия МГТУ МАМИ*. 2014. Т. 2. № 1. С. 96–99.
14. Рязанов С.А., Решетников М.К. Расчет координат модифицированного профиля производящей поверхности зуборезного инструмента // *Геометрия и графика*. 2020. Т. 8. № 4. С. 35–46. DOI: [10.12737/2308-4898-2021-8-4-35-46](https://doi.org/10.12737/2308-4898-2021-8-4-35-46).
15. Seol I.H., Litvin F.L. Computerized Design, Generation and Simulation of Meshing and Contact of Worm-Gear Drives with Improved Geometry // *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*. 1996. Vol. 138. № 1-4. P. 73–103.
16. Yu T., Dong K., Wang S., Qian Y. Mesh Analysis and Realization of Gear Honing with Globoid Honing Worms on Gear Hobbing Machine // *Applied Mechanics and Materials*. 2010. № 37-38. P. 643–647. DOI: [10.4028/www.scientific.net/AMM.37-38.643](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMM.37-38.643).
17. Argyris J., De Donno M., Litvin F.L. Computer Program in Visual Basic Language for Simulation of Meshing and Contact of Gear Drives and Its Application for Design of Worm Gear Drive // *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*. 2000. Vol. 189. № 2. P. 595–612.
18. Litvin F.L., Argentieri G., De Donno M., Hawkins M. Computerized Design, Generation and Simulation of Meshing and Contact of Face Worm-Gear Drives // *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*. 2000. Vol. 189. № 3. P. 785–801.
19. Kheifetz A.L. Geometrically Accurate Computer 3D Models of Gear Drives and Hob Cutters // *Procedia Engineering*. 2016. Vol. 150. P. 1098–1106. DOI: [10.1016/j.proeng.2016.07.220](https://doi.org/10.1016/j.proeng.2016.07.220).
20. Sobolak M., Jagielowicz P.E. The Methods of Globoid Surface Modeling in CAD // *Archives of Materials Science and Engineering*. 2016. Vol. 81. № 2. P. 76–84. DOI: [10.5604/01.3001.0009.7102](https://doi.org/10.5604/01.3001.0009.7102).
21. Polowniak P., Sobolak M. Mathematical Description of Tooth Flank Surface of Globoidal Worm Gear with Straight Axial Tooth Profile // *Open Engineering*. 2017. Vol. 7. № 1. P. 407–415. DOI: [10.1515/eng-2017-0047](https://doi.org/10.1515/eng-2017-0047).
22. Polowniak P., Sobolak M., Marciniak A. Double Enveloping Worm Gear Modelling Using CAD Environment // *Bulletin of the Polish Academy of Sciences: Technical Sciences*. 2021. Vol. 69. № 2. Article number e136736. DOI: [10.24425/bpasts.2021.136736](https://doi.org/10.24425/bpasts.2021.136736).
23. Popa D., Popa C.M. The Generation of the Worm and Wheel Gears in a CAD Soft // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2019. Vol. 564. № 1. Article number 012064. DOI: [10.1088/1757-899X/564/1/012064](https://doi.org/10.1088/1757-899X/564/1/012064).
24. Starzhinsky V.E., Shil'ko S.V., Shalobaev E.V., Kapelevich A.L., Algin V.B., Petrokovets E.M. Classification of Gear Pairs with Fixed Axes. Review // *Mechanisms and Machine Science*. 2021. Vol. 101. P. 85–106. DOI: [10.1007/978-3-030-73022-2_4](https://doi.org/10.1007/978-3-030-73022-2_4).
25. Мушкин О.В., Николаева Н.Д., Труханов В.М. Исследование существующих методов автоматизированного расчета червячных редукторов и разработка САПР червячного редуктора // *Научное обозрение. Технические науки*. 2016. № 3. С. 72–74.
26. Матушкин О.П. Оптимизация параметров проектируемой червячной передачи // *Хроники объединенного фонда электронных ресурсов наука и образование*. 2014. Т. 1. № 12. С. 114–115.
27. Васильков Д.В., Александров А.С., Голикова В.В. Потери на трение в элементах механических систем привода металлорежущих станков // *Системный анализ и аналитика*. 2020. № 1. С. 25–35.
28. Павлов В.Г., Попов П.К., Селиверстов Е.Ю., Семидоцкий Н.В. Ресурс работы червячной передачи по условию предельно допустимого износа // *Трение и смазка в машинах и механизмах*. 2007. № 5. С. 21–25.
29. Анферов В.Н., Зайцев А.В. К расчету зубчатых и червячных передач при переменных режимах нагружения // *Вестник сибирского государственного университета путей сообщения*. 2016. № 4. С. 40–46.
30. Андриенко Л.А., Вязников В.А. Влияние изнашивания на динамические нагрузки в червячной передаче // *Известия высших учебных заведений. Машиностроение*. 2011. № 9. С. 18–22.

REFERENCES

1. Vinogradov A.B. *Globoidnaya peredacha s povyshennoy nagruzochnoy sposobnostyu* [Globoid gear with the enhanced loading capacity]. Novosibirsk, Sibirskiy gosudarstvennyy universitet putey soobshcheniya Publ., 2004. 263 p.
2. Vinogradov A.B. Technological design of globoid gear with high-loading capacity. *Vestnik razvitiya nauki i obrazovaniya*, 2009, no. 5, pp. 16–21.
3. Sutyagin A.V., Malko L.S., Trifanov I.V. Model formation screw surface hour-glass worm rotational sharpen forcibly rotated multifluted tool. *Fundamentalnye issledovaniya*, 2014, no. 8-4, pp. 823–828.
4. Sutyagin A.V., Malko L.S., Trifanov I.V. Improving the efficiency of globoid gear gear treatment based on progressive design and technology solutions. *STIN*, 2015, no. 2, pp. 20–25.
5. Sutyagin A.V., Mal'ko L.S., Trifanov I.V. More Efficient Machining of Globoid Worm Gears. *Russian Engi-*

- neering Research, 2015, vol. 35, no. 8, pp. 623–627. DOI: [10.3103/S1068798X1508016X](https://doi.org/10.3103/S1068798X1508016X).
6. Sergeeva E.V., Sutyagin A.V., Malko L.S. Results of approbation of the technique of the pilot study of the roughness of the screw surface at rotational turning by the mnogolezviynny tool. *Aktualnye problemy aviatsii i kosmonavtiki*, 2015, vol. 2, no. 11, pp. 127–129.
 7. Sutyagin A.V., Malko L.S., Trifanov I.V. The impact of technological regimes on the output parameters of the process of rotational turning of the helical surface globoid worm. *Fundamentalnye issledovaniya*, 2016, no. 2-1, pp. 99–103.
 8. Yatsenko A.Yu., Sutyagin A.V. Test for the accuracy of the machine 5K328A for cutting globe screw surface. *Aktualnye problemy aviatsii i kosmonavtiki*, 2018, vol. 2, no. 4, pp. 639–641.
 9. Sutyagin A.V., Mal'ko L.S., Trifanov I.V. Experience and Outlook for the Development of a Technology for Generation of the Profile of the Meshed Links of a Global Gear Pair by Rotational Turning. *Chemical and Petroleum Engineering*, 2016, vol. 51, no. 11-12, pp. 854–860. DOI: [10.1007/s10556-016-0135-3](https://doi.org/10.1007/s10556-016-0135-3).
 10. Sibiryakova D.P., Malko L.S. Metrological and technological support of the modernization process of the worm gearbox is based on the globoid worm of type G1. *Aktualnye problemy aviatsii i kosmonavtiki*, 2018, vol. 2, no. 4, pp. 617–619.
 11. Mal'ko L.S., Sutyagin A.V., Trifanov I.V., Zakharova N.V., Sukhanova O.A. Gear Cutting in a Globoid Pair with an Initial Cylindrical Involute Gear. *Russian Engineering Research*, 2020, vol. 40, no. 12, pp. 1087–1090. DOI: [10.3103/S1068798X20120400](https://doi.org/10.3103/S1068798X20120400).
 12. Malko L.S., Sutyagin A.V., Trifanov I.V., Zakharova N.V., Sukhanova O.A. Experimental evaluation of design and engineering solutions when gear processing of the adjacent links of globoid gear with the initial cylindrical involute wheel. *STIN*, 2020, no. 10, pp. 16–21.
 13. Fedotov B.F., Dumilin S.V., Shchegolkov N.N., Belyakov V.N. Improvement of the technology of cutting modified globoidal gears with localized contact patch. *Izvestiya MGTU MAMI*, 2014, vol. 2, no. 1, pp. 96–99.
 14. Ryazanov S.A., Reshetnikov M.K. Calculation of the coordinates of the modified profile of the generating surface of the gear cutting tool. *Geometriya i grafika*, 2020, vol. 8, no. 4, pp. 35–46. DOI: [10.12737/2308-4898-2021-8-4-35-46](https://doi.org/10.12737/2308-4898-2021-8-4-35-46).
 15. Seol I.H., Litvin F.L. Computerized Design, Generation and Simulation of Meshing and Contact of Worm-Gear Drives with Improved Geometry. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 1996, vol. 138, no. 1-4, pp. 73–103.
 16. Yu T., Dong K., Wang S., Qian Y. Mesh Analysis and Realization of Gear Honing with Globoid Honing Worms on Gear Hobbing Machine. *Applied Mechanics and Materials*, 2010, no. 37-38, pp. 643–647. DOI: [10.4028/www.scientific.net/AMM.37-38.643](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMM.37-38.643).
 17. Argyris J., De Donno M., Litvin F.L. Computer Program in Visual Basic Language for Simulation of Meshing and Contact of Gear Drives and Its Application for Design of Worm Gear Drive. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 2000, vol. 189, no. 2, pp. 595–612.
 18. Litvin F.L., Argentieri G., De Donno M., Hawkins M. Computerized Design, Generation and Simulation of Meshing and Contact of Face Worm-Gear Drives. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 2000, vol. 189, no. 3, pp. 785–801.
 19. Kheifets A.L. Geometrically Accurate Computer 3D Models of Gear Drives and Hob Cutters. *Procedia Engineering*, 2016, vol. 150, pp. 1098–1106. DOI: [10.1016/j.proeng.2016.07.220](https://doi.org/10.1016/j.proeng.2016.07.220).
 20. Sobolak M., Jagielowicz P.E. The Methods of Globoid Surface Modeling in CAD. *Archives of Materials Science and Engineering*, 2016, vol. 81, no. 2, pp. 76–84. DOI: [10.5604/01.3001.0009.7102](https://doi.org/10.5604/01.3001.0009.7102).
 21. Polowniak P., Sobolak M. Mathematical Description of Tooth Flank Surface of Globoidal Worm Gear with Straight Axial Tooth Profile. *Open Engineering*, 2017, vol. 7, no. 1, pp. 407–415. DOI: [10.1515/eng-2017-0047](https://doi.org/10.1515/eng-2017-0047).
 22. Polowniak P., Sobolak M., Marciniak A. Double Enveloping Worm Gear Modelling Using CAD Environment. *Bulletin of the Polish Academy of Sciences: Technical Sciences*, 2021, vol. 69, no. 2, article number e136736. DOI: [10.24425/bpasts.2021.136736](https://doi.org/10.24425/bpasts.2021.136736).
 23. Popa D., Popa C.M. The Generation of the Worm and Wheel Gears in a CAD Soft. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2019, vol. 564, no. 1, article number 012064. DOI: [10.1088/1757-899X/564/1/012064](https://doi.org/10.1088/1757-899X/564/1/012064).
 24. Starzhinsky V.E., Shil'ko S.V., Shalobaev E.V., Kapelevich A.L., Algin V.B., Petrokovets E.M. Classification of Gear Pairs with Fixed Axes. Review. *Mechanisms and Machine Science*, 2021, vol. 101, pp. 85–106. DOI: [10.1007/978-3-030-73022-2_4](https://doi.org/10.1007/978-3-030-73022-2_4).
 25. Mushkin O.V., Nikolaeva N.D., Trukhanov V.M. Research methods of automated calculation worm reducers and development cad of worm reducer. *Nauchnoe obozrenie. Tekhnicheskie nauki*, 2016, no. 3, pp. 72–74.
 26. Matushkin O.P. Optimization of parameters of the designed worm gear. *Khroniki obedinennogo fonda elektronnykh resursov nauka i obrazovanie*, 2014, vol. 1, no. 12, pp. 114–115.
 27. Vasilkov D.V., Aleksandrov A.S., Golikova V.V. Friction losses in the elements of mechanical systems of the cutting machine drive. *Sistemnyy analiz i analitika*, 2020, no. 1, pp. 25–35.
 28. Pavlov V.G., Popov P.K., Seliverstov E.Yu., Semidotskiy N.V. Worm-gear life from deposition of maximum admissible wear. *Trenie i smazka v mashinakh i mekhanizmakh*, 2007, no. 5, pp. 21–25.
 29. Anferov V.N., Zaytsev A.V. Calculation of Gear and Worm Gears Operating in Variable Loading Mode. *Vestnik sibirskogo gosudarstvennogo universiteta putey soobshcheniya*, 2016, no. 4, pp. 40–46.
 30. Andrienko L.A., Vyaznikov V.A. Influence of wear on dynamic loads in the worm gear. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Mashinostroenie*, 2011, no. 9, pp. 18–22.

The technique for calculating the strength of a globoid worm gear

© 2022

*Aleksey V. Suslin*¹, PhD (Engineering), Associate Professor,
assistant professor of Chair of Machine Design Principles

Ildar S. Barmanov^{*2}, PhD (Engineering),

assistant professor of Chair of Machine Design Principles

Samara University, Samara (Russia)

*E-mail: isbarmanov@mail.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7746-7640>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6373-0815>

Received 26.04.2022

Accepted 14.06.2022

Abstract: Worm gears are widely used in mechanical engineering. Recently, worm gears with a globoid worm attract a considerable interest. To improve the quality characteristics of globoid gears, their geometric dimensions and parameters, as well as the production technologies are being improved. It is also important to have a methodology for calculating the strength, which is, however, currently unavailable, and the state standards cover the issue of determining and calculating only the transmission geometry. In this regard, the development of the technique for calculating the contact and bending strength of a globoid worm gear appears relevant. The basic areas of the research are gear enhancement, production technology improvement, the gearing pattern study, working surfaces mathematical simulation, 3-D modeling, and the transmission calculation. The contact strength calculation is based on the Hertz's formula taking into account the geometric features of globoid worm gears. The authors developed the calculation of the bending strength of the worm gear teeth based on the helical gear calculation method. The paper presents data on the influence of the mechanical properties of the materials of a worm and a worm gear wheel on the gear contact strength, gives the computed coefficients estimated values. The authors note that the dynamic load factor can increase significantly with the wear of the gear working surfaces. The research findings can be used to develop the design calculation technique, as well as to improve it to take into account the effect of transmission wear and working temperature on the operation duration.

Keywords: globoid worm gear; strength; calculation method; contact stresses; bending stresses.

For citation: Suslin A.V., Barmanov I.S. The technique for calculating the strength of a globoid worm gear. *Frontier Materials & Technologies*, 2022, no. 2, pp. 84–91. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-2-84-91.

Аддитивное производство изделий с пространственным армированием непрерывным волокном

© 2022

Торубаров Иван Сергеевич^{*1}, аспирант кафедры «Автоматизация производственных процессов»
Дроботов Алексей Владимирович¹, кандидат технических наук,
доцент кафедры «Автоматизация производственных процессов»
Гущин Илья Александрович¹, аспирант кафедры «Автоматизация производственных процессов»
Вдовин Денис Сергеевич², кандидат технических наук,
доцент кафедры «Многоцелевые гусеничные машины и мобильные роботы»
Плотников Александр Леонтьевич¹, доктор технических наук,
профессор кафедры «Автоматизация производственных процессов»
Яковлев Алексей Андреевич¹, доктор технических наук,
профессор кафедры «Автоматизация производственных процессов»

¹Волгоградский государственный технический университет, Волгоград (Россия)

²Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана (национальный исследовательский университет), Москва (Россия)

*E-mail: is.torubarov@gmail.com

Поступила в редакцию 19.04.2022

Принята к публикации 10.06.2022

Аннотация: Одной из ключевых задач в аддитивном производстве изделий из пластика по технологии послойного наплавления материала (*Fused Filament Fabrication, FFF*) является обеспечение их прочности. Малая прочность самих полимерных материалов и ярко выраженная анизотропия их механических свойств ограничивают применение объемной печати как альтернативы традиционным технологиям мелкосерийного производства. Самым перспективным решением задачи повышения прочности печатных изделий остается применение армирования непрерывным волокном. Известен ряд установок для аддитивного производства и программных продуктов, позволяющих подготовить управляющую программу для объемной печати с армированием, однако при всех достоинствах им, так же как и обычным печатным изделиям, присущ большой разброс прочности в различных направлениях (в плоскости слоя и перпендикулярно ему, в направлении выращивания). Сгладить анизотропию свойств изделий в технологии *FFF* и обеспечить им более широкие возможности применения в производстве конечных изделий в настоящей работе предлагается за счет армирования непрерывным волокном по пространственным траекториям. В ходе работы 3D-принтер с возможностью печати с применением пяти степеней свободы и программное обеспечение по подготовке управляющих программ модернизированы под процесс печати с укладкой непрерывного волокна, выработаны режимы печати с армированием, изготовлены образцы для стандартных испытаний на статический изгиб. Установлено, что армирование повышает прочность печатного образца, при этом предложенный способ объемного армирования обеспечивает меньшую прочность на изгиб по сравнению со стандартным плоским армированием с однонаправленной укладкой волокон, однако разрушение объемно армированных образцов происходило без ярко выраженного расслоения.

Ключевые слова: аддитивные технологии; *FFF*; 3D-печать; 5D-печать; армирование; непрерывное углеволокно.

Благодарности: Работа выполнена при финансовой поддержке гранта фонда «Сколково» № МГ18/20 и гранта РФФИ № 20-37-90133.

Для цитирования: Торубаров И.С., Дроботов А.В., Гущин И.А., Вдовин Д.С., Плотников А.Л., Яковлев А.А. Аддитивное производство изделий с пространственным армированием непрерывным волокном // *Frontier Materials & Technologies*. 2022. № 2. С. 92–104. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-2-92-104.

ВВЕДЕНИЕ

Текущий этап развития аддитивных технологий характеризуется активным проникновением в различные отрасли производства и определением номенклатуры изделий, для изготовления которых целесообразно применить аддитивный способ вместо традиционных литья или обработки резанием. Этот процесс имеет ряд ограничений, связанных с принципиально неустранимыми особенностями аддитивного производства: температурной усадкой расплава материала после его укладки, слоистой структурой получаемых изделий, невысокой производительностью. Кроме того, в техноло-

гии послойного направления материала (*Fused Filament Fabrication, FFF*) очень существенным остается такой недостаток, как низкая прочность на границах раздела последовательно наложенных слоев.

В статье [1] кратко описаны некоторые известные способы борьбы с этой проблемой: оптимизация режимов печати, применение высокотемпературных и наполненных короткими армирующими волокнами материалов, создание объектов не из плоских, а из изогнутых слоев, в том числе с применением методов многокоординатной печати.

Использование пластика, наполненного короткими волокнами, остается самым простым и экономичным

подходом, что объясняет огромное количество соответствующих филаментов на рынке материалов для FFF-печати. Однако независимо от степени наполнения полимера максимум прочности, который оказался доступен для печатных изделий, – это показатели изделий, изготовленных традиционными методами, такими как литье под давлением или пултрузия [2].

При этом остается актуальной проблема разной прочности в зависимости от ориентации слоев. Существует большое количество исследований, показывающих сильный разброс прочности печатных образцов в зависимости от их ориентации на столе 3D-принтера. Наиболее ярко проблему анизотропии можно проследить по результатам стандартных испытаний на растяжение и изгиб, в которых одна группа образцов располагается на столе плашмя (и разрушающая нагрузка работает на деформацию всех слоев одновременно), а другая группа – вертикально (и разрушающая нагрузка вызывает быстрый разлом образца по слоям). Так, в обзорной работе [3] указывается разность прочности в этих двух направлениях от 30 до 77 % для разных пластиков (в первую очередь полиамидов и ABS-пластика) при испытаниях на растяжение.

В то же время анизотропия характерна и для «наполненных» филаментов – ABS с короткими волокнами до 82 % при растяжении [3] и от 45 до 207 % при изгибе [4]. В исследовании [5] показана анизотропия образцов из чистого полиамида (PA) и полиамида с короткими волокнами (PA/CF), которая составила 175 и 244 % соответственно при испытаниях на растяжение, а при испытаниях на изгиб разность прочности в двух направлениях составила 205 % для PA и 317 % для образцов из PA/CF. Кроме того, в данной работе отмечается рост прочности плоско ориентированного образца на изгиб при добавлении коротких волокон с 110 до 142 МПа, однако при литье под давлением образцы из PA показывают 122 МПа (на 11 % больше печатного образца), а из PA/CF – 173 МПа (на 22 % больше).

Аналогичные результаты демонстрируют и испытания образцов из высокотемпературных пластиков: для ULTEM 9085 разница в прочности 84–86 % при растяжении и 68 % при изгибе, по экспериментальным данным работ [6; 7]; для PEEK – 395–730 % при растяжении и 787 % при изгибе, по данным обзора [8]. Согласно [9], добавление коротких углеродных волокон позволило увеличить межслойную прочность PEEK при разрыве с 6,96 до 36,28 МПа, но получить больший прирост возможно только за счет дополнительной термообработки в печи.

Другие, более сложные в реализации, подходы обеспечивают в отдельных случаях существенный прирост прочности, а применение многоосевой печати даже позволяет сгладить анизотропию прочностных свойств объекта. В публикациях [1; 10] были рассмотрены некоторые из таких способов и предложен новый способ пятиосевой печати с использованием наклонно-поворотного модуля вместо плоского стола, а также показано, что за счет изменения формы и ориентации слоев печатного изделия можно добиться двукратного повышения прочности на том же материале. Впрочем, зачастую многоосевая печать реализуется как выращивание изделия не плоскими, а изогнутыми слоями с помощью многоосевого манипулятора, как в работе [11]. На при-

мере изделия в виде изогнутой полосы авторами также демонстрируется двух- и трехкратное повышение прочности на разрыв (в зависимости от ориентации) за счет непрерывного вытягивания линий материала вдоль линии нагружения образца [11].

Тем не менее полимер есть полимер: если оригинальное металлическое изделие серьезно нагружено, эффективным «печатным» аналогом для него может быть лишь модель, спеченная из металлического порошка. Самым перспективным способом дальнейшего повышения прочности изделий из пластика остается их армирование с помощью непрерывного волокна. Наиболее полный обзор разработанных методов укладки термопластика с непрерывным волокном приведен в [12], а в [13] рассмотрены некоторые важные патенты в этой области.

Для уменьшения количества пор в жгуте волокон и для того, чтобы волокно как можно лучше соединилось с основным (полимерным) материалом, чаще всего применяется армирующий материал в виде препрега, т. е. жгута или ленты из волокон, предварительно пропитанных связующим материалом (чаще всего применяют PA и PEEK). Известны способы экструзии препрега (например, технология *Markforged*), коэкструзии препрега с пластиком (*Anisoprint*), «консолидации на месте» (технология *Arevo*, препрег нагревается лазером и соединяется с платформой прижимным роликом).

Согласно официальным данным *Markforged*, прочность образцов, армированных непрерывным углеволокном, составляет около 800 МПа при растяжении и 540 МПа при изгибе, а для непрерывного стекловолокна – 590 и 200 МПа соответственно. Материалом пропитки волокна и внешних контуров образца выступал *Onyx* (PA6 с рубленым углеволокном). Следует отметить, что эти данные получены для образцов, заполненных волокном сплошную, причем волокно ориентировалось в одном направлении (по длине образца). В исследовании [14], основанном на технологии *Markforged*, для образцов с 20 % заполнения угле- и стекловолокном (также в одном направлении) был получен предел прочности при растяжении, равный 104 и 83 МПа. При этом образцы, армированные стекловолокном в других направлениях (45 и 90° к направлению разрывающей нагрузки) показали 37 и 22 МПа, т. е. 44 и 27 % от прочности продольно армированных образцов.

В другом исследовании по технологии *Markforged* [15] приводятся экспериментальные значения прочности при растяжении сплошную заполненных образцов – 598 МПа для однонаправленного армирования (по длине образца) и от 294 до 211 МПа для вариантов армирования, где продольные армирующие волокна чередовались с волокнами, расположенными под углом, т. е. от 49 до 35 % от прочности продольно армированных образцов.

В работе [16] по технологии *Arevo* использовался принципиально иной метод сплавления слоев образца, сплошную заполненного филаментом из 50 % непрерывного углеволокна и 50 % высокопрочного PEEK-пластика. Волокна ориентировались только двумя способами: однонаправленным и «квазиизотропным» (чередование слоев, в которых волокно ориентировалось под углами –45/90/45/0°). Однонаправленные образцы показали прочность 1420 МПа при растяжении и 1173 МПа

при изгибе, квазиизотропные – 479 и 492 МПа соответственно, т. е. 34 и 42 % от прочности продольно армированных образцов.

При сопоставлении последнего исследования с данными обзора [8] видно, что использование армирования вкупе с новым способом сплавления позволило примерно в 14 раз повысить прочность при растяжении и в 8 раз при изгибе, однако ценой такого достижения становится значительное усложнение оборудования. По существу, аддитивная установка *Arevo* по принципу работы, производительности и цене ближе к оборудованию для автоматизированной выкладки препрегов [17], нежели к «композитным» 3D-принтерам.

Кроме того, описанные выше методы не предлагают решения первичной проблемы: низкой прочности печатных изделий в направлении, перпендикулярном плоскости построения. Все данные об анизотропии армированных образцов в приведенных публикациях отражают ориентацию волокон в плоскости слоя, но не разницу прочности в горизонтальном и вертикальном направлениях.

Сглаживание анизотропии механических свойств печатного объекта требует принципиального изменения его структуры, и это можно сделать только за счет его выращивания неплоскими слоями на основе процесса печати, использующего дополнительные степени свободы (наклон и вращение) изделия в процессе производства [18]. Этот подход уже показал свою действенность для изделий из чистого *ABS*-пластика [1].

Аналогичный способ укладки армирующих волокон описан в работе [19], авторы которой использовали филламент *Markforged* с непрерывным волокном для армирования образцов из *PLA*. На первом этапе печати образца из плоских слоев основного материала (*PLA*) строился сердечник прямоугольного сечения, затем сердечник наклонялся на 90° , и по длине образца на сердечник «навивался» основной материал и армирующие волокна. В работе испытывались на растяжение и изгиб 4 вида образцов: с «объемным» расположением волокон, навитых на сердечник в 2 слоях под углом в 0 (однонаправленное армирование) и $\pm 45^\circ$, без армирования с «объемным» расположением основного материала (с ориентацией нитей *PLA* под углом $-45/0/45^\circ$), а также контрольные образцы, построенные по стандартной технологии печати плоскими слоями с однонаправленным расположением армирующих волокон. Представленные данные показывают некоторый прирост прочности как за счет добавления волокон в образец, состоящий из объемных слоев, так и за счет объемного расположения волокон по сравнению с плоским расположением. Однако из-за отсутствия «плоскослойных» образцов с различной ориентацией армирующего слоя

нельзя в полной мере соотнести показатели объемно армированных образцов с плоско-армированными.

В исследовании [20], в отличие от предыдущей публикации, не только изложен подход к объемному армированию полимерного изделия, но и описан способ автоматической подготовки управляющей программы 3D-принтера, основанный на конечно-элементном моделировании напряжений в теле объекта. На примере нескольких моделей сложной формы авторами показано однозначное преимущество объемного армирования. Тем не менее описанный способ подготовки программы и печати самого изделия малопроизводителен, требует печати подушки из вспомогательного (растворимого) материала для правильной ориентации модели на наклонно-поворотном столе. Все это ограничивает область применения данного подхода преимущественно изготовлением сложных форм наподобие представленных в работе.

Цель работы – исследование влияния армирования печатного изделия непрерывным волокном (в частности, волокна, уложенного по пространственным координатам) на его прочность при статическом изгибе.

ОБРАЗЦЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Для изготовления образцов, армированных непрерывным волокном, с выкладкой материала по пространственным траекториям использовался *FFF*-принтер *Stereotech* модели *520 Fiber*. Базовая модель принтера *520* предусматривает возможность замены плоского стола на наклонно-поворотный модуль для печати с применением суммарно пяти степеней свободы печатающей головки и изделия. В данной модификации принтер дополнительно оснащен печатающей головкой для подачи и укладки непрерывного волокна при печати в стандартном 3D-режиме и при использовании пятиосевого режима. Стандартная трехосевая печать на столе осуществляется так же, как на любом другом *FFF*-принтере.

Для оценки точности печати и прочностных свойств полученных изделий на опытном образце принтера была изготовлена серия образцов методами стандартной *FDM/FFF*-печати и многоосевой печати. Форма тестового образца, порядок прочностных испытаний и методика обработки результатов определены ГОСТ 4648-2014 «Пластмассы. Метод испытания на статический изгиб». Образец изображен на рис. 1, его номинальные размеры: длина $l=95\pm 2$ мм, ширина $b=15\pm 0,2$ мм, высота $h=8\pm 0,2$ мм.

На рис. 2 показана структура армирования тестовых образцов трех видов: группа 1 – образцы, изготовленные

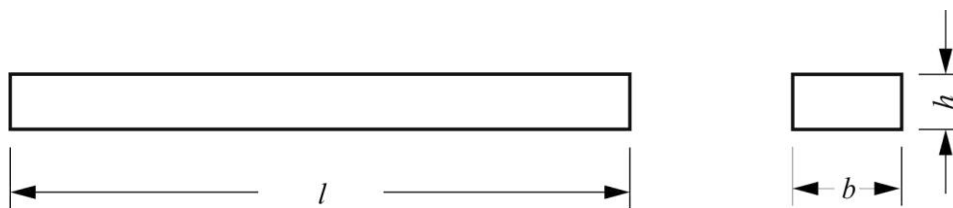


Рис. 1. Образец для испытаний на статический изгиб
Fig. 1. A specimen for static bending tests

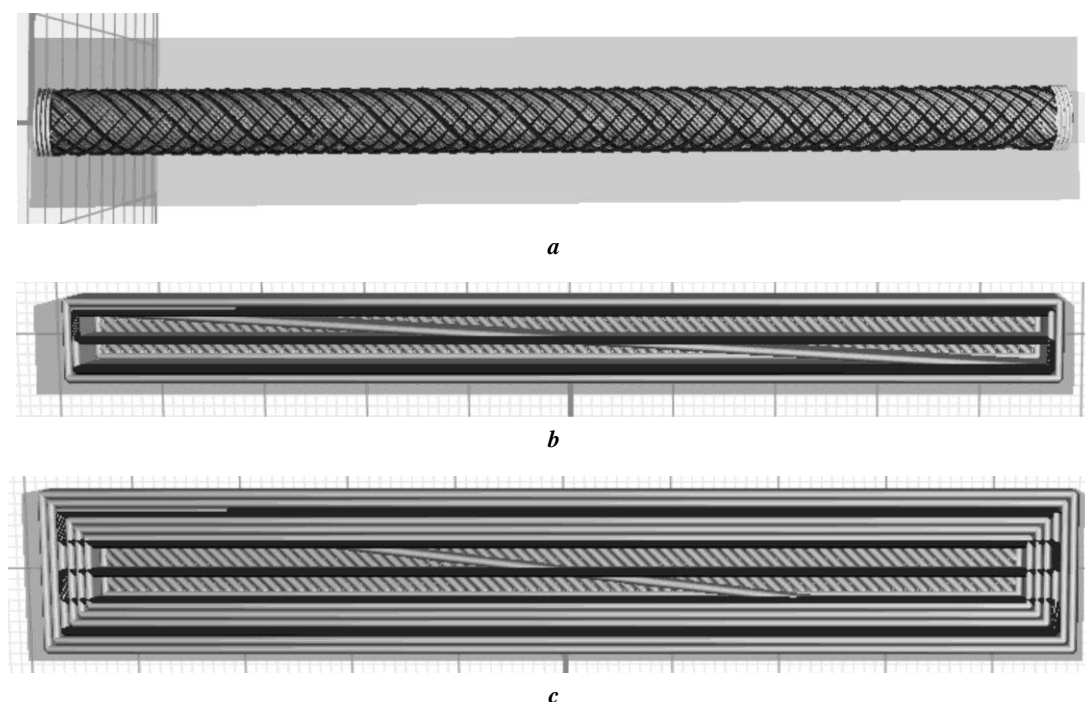


Рис. 2. Структура армирования образцов разных групп: **a** – группа 1; **b** – группа 2; **c** – группа 3
 Fig. 2. The reinforcement structure for specimens of various groups: **a** – group 1; **b** – group 2; **c** – group 3

по технологии 5D-печати со спиралевидной укладкой непрерывного волокна; группы 2 и 3 – стандартные 3D-печатные образцы с плоской укладкой волокна поперек направления приложения нагрузки (группа 2, рис. 2 b) и вдоль этого направления (группа 3, рис. 2 c). Промежуток между линиями волокна примерно равнялся ширине линии; таким образом, волокном заполнено 50 % площади каждого слоя.

На рис. 3 а обозначены геометрические параметры цилиндрической армирующей структуры, а на рис. 3 b указано расположение армирующих волокон в кольцевом сечении каждого армирующего слоя. Толщина каждого слоя составила 0,125 мм (всего 7 цилиндрических армирующих слоев).

На рис. 4 изображены плоские армирующие структуры и соответствующие им схемы плоского армирующего слоя с расположением отдельных волокон: рис. 4 а – образец группы 2 (с поперечным армированием), рис. 4 b – образец группы 3 (с продольным армированием). Толщина каждого слоя составила 0,2 мм (всего 20 и 14 плоских армирующих слоев соответственно в образцах групп 2 и 3).

Для изготовления всех образцов использовались следующие материалы: полимерная основа – стеклонаполненный полиамид PA12, армирование – непрерывное углеволокно, пропитанное термопластичным связующим на основе полиамида.

Процесс 3D-печати изделия по пяти координатам схематично изображен на рис. 5. В общем виде процесс состоит из трех этапов: производство поддерживающей оснастки на цилиндрической приемной поверхности, создание на нем первой части изделия (сердечника цилиндрической или любой другой формы), послыное наложение материала на первую часть по пространственным траекториям.

Для подготовки управляющих программ (*g-code*) по 3D-моделям практически произвольной формы разработано собственное программное обеспечение *STE Slicer*.

Всего было изготовлено 15 тестовых образцов: 5 – по технологии пятиосевой печати с укладкой (навивкой) непрерывного волокна, 10 – по технологии стандартной трехосевой печати с укладкой непрерывного волокна в одной из двух продольных плоскостей образца (по 5 образцов для каждого направления укладки). Образцы рассортированы на 3 группы и маркированы следующим образом: 1.*n* – пятиосевые образцы, 2.*n*, 3.*n* – трехосевые образцы с укладкой волокна в плоскостях *YZ*, *XY* соответственно; *n*=1...5. Плотность заполнения слоев пластиком и волокном для всех образцов составила 30 % от объема. Заполнение образцов группы 1 пластиком и волокном производилось крест-накрест прямыми линиями под углом $\pm 45^\circ$ от продольной оси образца. Заполнение образцов групп 2 и 3 пластиком производилось аналогично, волокно укладывалось только в направлении продольной оси образца в связи с технологическими ограничениями.

Отсчет объема использованного волокна производился с помощью счетчика экструдера (по количеству оборотов двигателя подачи). Суммарная длина волокна в каждом образце группы 1: 9593 мм; группы 2: 9242 мм (на 3,66 % меньше); группы 3: 9414 мм (на 1,86 % меньше). На рис. 6 представлены фотографии полученных образцов.

Контроль тестовых образцов производился путем измерения линейных размеров и их сверки с приведенным в ГОСТ допуском, а также оценки внешнего вида (отсутствие значительных дефектов, трещин, пор, заметных отклонений от номинальной формы).

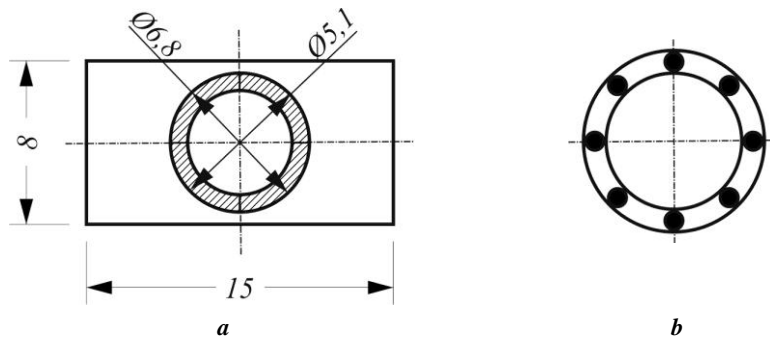


Рис. 3. Геометрические параметры цилиндрического армирования образца группы 1:
a – расположение и размеры зоны армирования относительно полимерной матрицы;
b – расположение отдельных армирующих волокон в кольцевой зоне армирования
Fig. 3. Geometric parameters of cylindrical reinforcement of the 1st group specimen:
a – the location and sizes of a reinforcement area regarding a polymer matrix;
b – the location of separate fibers in a circular reinforcement area

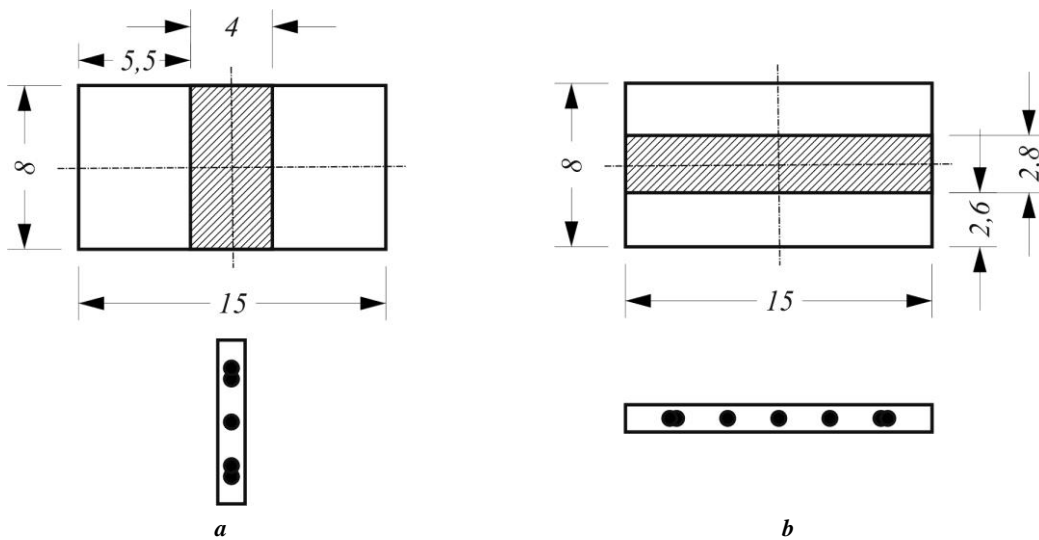


Рис. 4. Геометрические параметры плоского армирования: **a** – образец группы 2; **b** – образец группы 3
Fig. 4. Geometric parameters of flat reinforcement: **a** – a specimen of group 2; **b** – a specimen of group 3

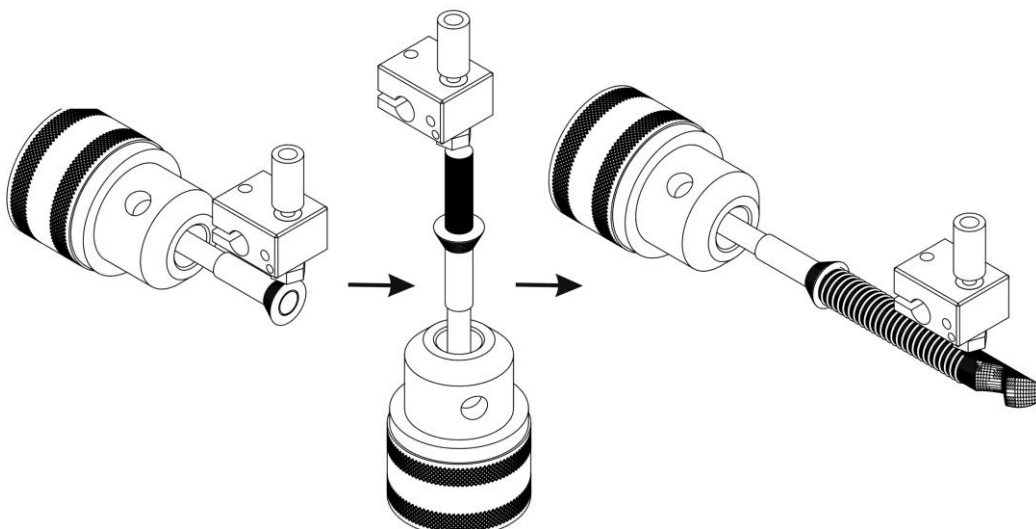
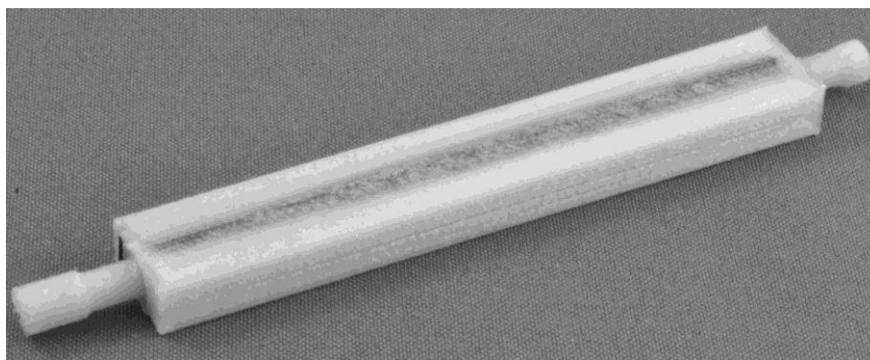
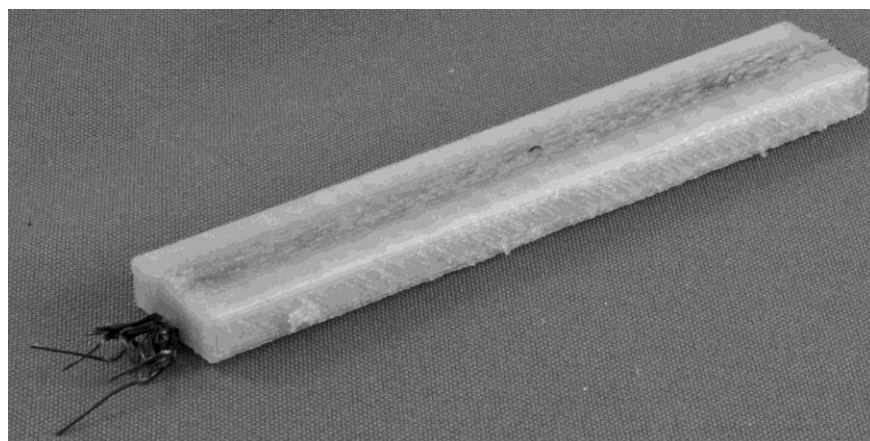


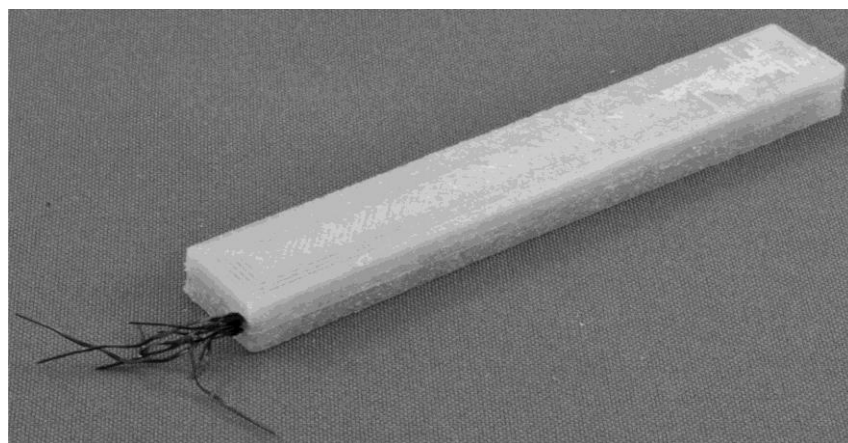
Рис. 5. Схема процесса 3D-печати по 5 координатам
Fig. 5. The process scheme of 3D printing according to five axis



a



b



c

Рис. 6. Печатные образцы для испытаний на статический изгиб:
a, b, c – первые образцы из групп 1, 2 и 3 соответственно
Fig. 6. Printed specimens for static bending tests:
a, b, c – first specimens of groups 1, 2, and 3 respectively

Измерения длины произведены с помощью штангенциркуля с электронным отсчетом с погрешностью измерения $\pm 0,01$ мм, измерения ширины и высоты образцов – с помощью микрометра с электронным отсчетом с погрешностью измерения $\pm 0,001$ мм. Обработка результатов произведена в соответствии с ГОСТ Р 8.736-2011 «Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные положения».

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Результаты испытаний образцов получены в лаборатории автономной некоммерческой образовательной организации высшего образования «Сколковский институт науки и технологий». Испытания проводились с параметрами, указанными в таблице 1.

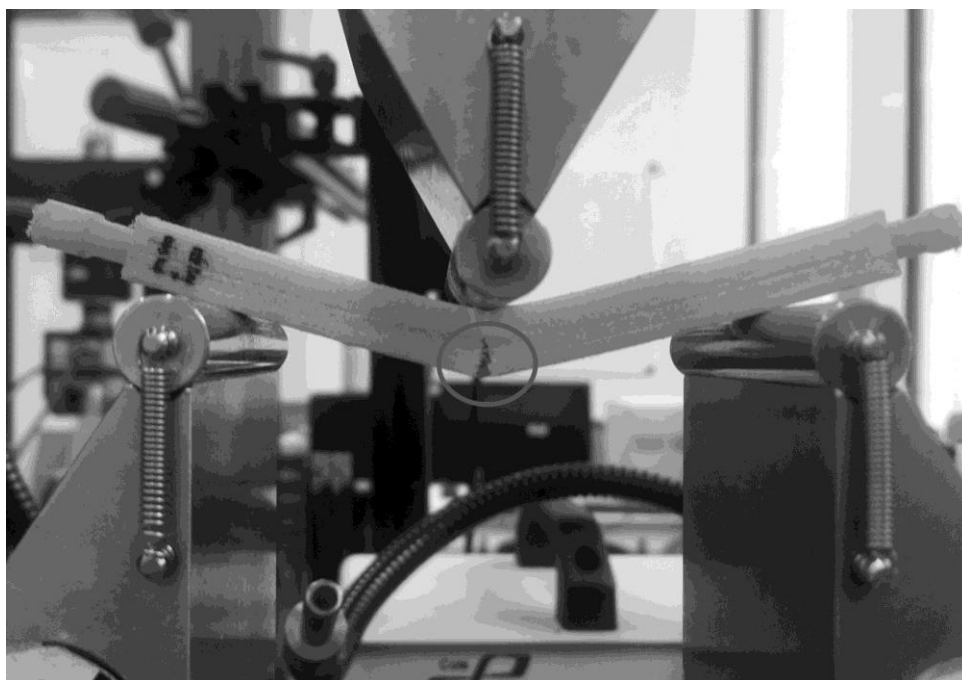
Образцы в процессе испытания показаны на рис. 7. В случае образцов, изготовленных по пятиосевой технологии (с цилиндрическим армированием, рис. 7 а), разрушение (разрыв нижних слоев) происходило равномерно,

Таблица 1. Параметры испытаний печатных образцов
Table 1. Test parameters of printed specimens

Скорость испытаний	1 мм/мин
Испытательная машина	Instron 5969 (датчик силы на 1 кН)
Оснастка	Оснастка на трехточечный изгиб WTF-FL-173. Расстояние между опорами 71 мм (соотношение $L:h=8:1$), диаметры роликов 10 мм
Измерение прогиба	На основании данных о перемещении траверсы. Учитывается поправка на податливость машины, равная 0,2746 мм/кН
Определение модуля	Путем аппроксимации зависимости изгибающего напряжения от относительной деформации методом наименьших квадратов между точками с относительной деформацией, равной 0,05 и 0,25 %



a



b

Рис. 7. Печатные образцы в процессе испытаний:

a – образец группы 1; ***b*** – образец группы 3

Fig. 7. Printed specimens in the process of testing:
a – a specimen from group 1; ***b*** – a specimen from group 3

без потери цельности всего образца. Напротив, для плоскоармированных образцов (рис. 7 б) характерным оказалось почти мгновенное расслоение образца по границе раздела «пластик/волокно».

В ходе испытания образцы последовательно прошли четыре стадии разрушения, как показано на рис. 8:

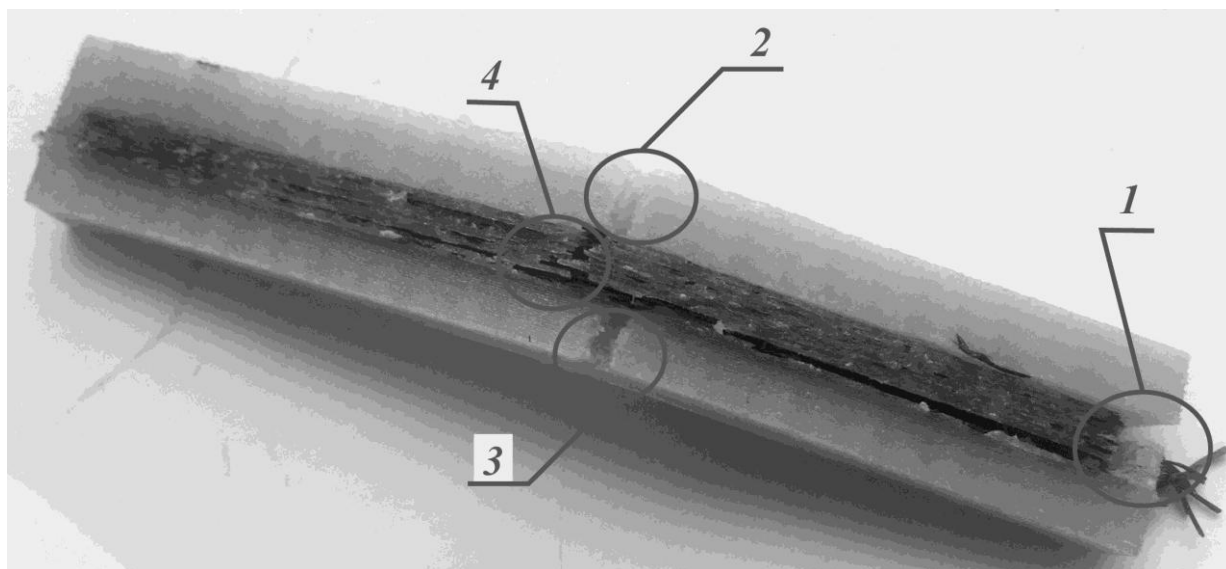
1) отслоение пластика от области, содержащей волокно, и разрушение части волокон внутри армированной зоны;

2) разрушение пластика со стороны растяжения;

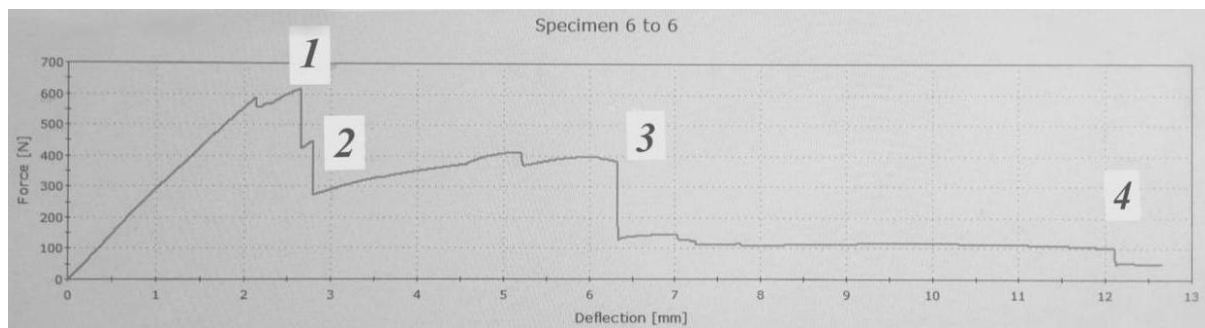
3) разрушение второй пластиковой части со стороны растяжения;

4) разрушение содержащей волокно части со стороны растяжения.

На рис. 8 б изображен качественный вид кривой нагружения. Четыре пика на ней соответствуют описанным выше стадиям. За критическое значение нагрузки для каждого образца выбрано значение силы в точке 1, данные величины занесены в таблицу 2 с результатами испытаний.



a



b

Рис. 8. Характер разрушения печатных образцов:

a – образец группы 2 с обозначением последовательности разрушений;

b – соответствующая ему кривая нагружения

Fig. 8. The destruction nature of printed specimens:

a – a specimen of group 1 with designation of break-ups' sequence; *b* – corresponding load curve

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Согласно методике расчета, изложенной в стандарте, предел прочности при изгибе определяется по формуле

$$\sigma = \frac{3FL}{2bh^2},$$

где $L=71$ мм – расстояние между опорами;

F – максимальная сила;

b – ширина образца;

h – толщина образца.

Для волокнистых и ортотропных материалов при поперечном изгибе важно оценить не только критическое значение нормальных напряжений, распределенных по линейному закону поперек толщины образца, но и величину касательных напряжений, которые распределяются параболически. Их максимум приходится на нейтральный слой посередине толщины образца, оценить его можно с помощью формулы Журавского:

Таблица 2. Результаты контроля и испытаний образцов
Table 2. The results of control and tests of specimens

Группа 1 – образцы с объемным армированием							
Образец	Длина <i>l</i> , мм	Толщина <i>h</i> , мм	Ширина <i>b</i> , мм	Максимальная сила <i>F</i> , Н	Предел прочности по изгибу σ , МПа	Предел прочности по расслоению τ , МПа	Модуль <i>E</i> , ГПа
1.1	95,28	8,25	15,13	398,8	41,24	2,40	1,10
1.2	95,35	8,23	14,79	432,5	45,98	2,66	1,22
1.3	95,40	8,19	14,63	439,3	47,68	2,75	1,12
1.4	95,28	8,37	14,81	422,0	43,32	2,55	1,06
1.5	95,47	8,37	14,76	427,8	44,06	2,60	0,784
Среднее				424,1	44,455	2,59	1,056
Стандартное отклонение среднего				15,5	2,473	0,13	0,16
Группа 2 – образцы с плоским «вертикальным» армированием							
2.1	95,04	8,78	15,41	560,1	50,21	3,10	1,52
2.2	95,10	9,16	15,53	560,1	45,78	2,95	1,05
2.3	95,16	8,61	15,41	616,6	57,48	3,49	2,85
2.4	95,11	8,95	15,61	523,0	44,55	2,81	0,86
2.5	95,06	8,93	15,40	537,8	46,64	2,93	0,99
Среднее				559,5	48,932	3,06	1,46
Стандартное отклонение среднего				35,6	5,226	0,26	0,82
Группа 3 – образцы с плоским «горизонтальным» армированием							
3.1	95,19	8,35	14,76	792,7	82,04	4,82	1,44
3.2	95,12	8,14	15,18	745,7	78,96	4,53	1,36
3.3	95,12	8,47	14,74	785,5	79,11	4,72	1,72
3.4	95,07	8,43	14,76	752,7	76,42	4,54	1,63
3.5	95,15	8,68	14,83	797,6	76,03	4,65	1,32
Среднее				774,9	78,510	4,65	1,49
Стандартное отклонение среднего				23,9	2,426	0,13	0,17

$$\tau = \frac{Q_y S_x}{J_x b},$$

где Q_y – перерезывающая сила в образце, $Q_y = \frac{F}{2}$ для трехточечного изгиба;

$S_x = \frac{h}{2} \cdot b \cdot \frac{h}{4}$ – статический момент поперечного сечения образца;

$J_x = \frac{bh^3}{12}$ – изгибный (осевой) момент инерции сечения;

b – ширина образца;
 h – толщина образца.

Вычисляя по данным таблицы 2, получим следующие средние значения прочности для образцов каждой группы: $\sigma_1=44,46$ МПа, $\sigma_2=48,93$ МПа, $\sigma_3=78,51$ МПа, $\tau_1=2,59$ МПа, $\tau_2=3,06$ МПа, $\tau_3=2,59$ МПа.

В результате дополнительных испытаний образцов из PA12 без волокна установлено, что неармированный образец, имеющий прямоугольное сечение 8×15 мм, изготовленный на пятиосевом 3D-принтере, при трехточечном изгибе с расстоянием между опорами 64 мм выдерживает нагрузку $F_{HA}=292$ Н, показывая прочность на изгиб:

$$\sigma_{HA} = \frac{3F_{HA}L}{2bh^2} = \frac{3 \cdot 292 \text{ Н} \cdot 64 \text{ мм}}{2 \cdot 15 \text{ мм} \cdot (8 \text{ мм})^2} = 29,2 \text{ МПа},$$

где $L=64$ мм – расстояние между опорами;
 $b=15$ мм – ширина образца;
 $h=8$ мм – высота образца.

Эксперимент согласуется со справочными данными¹, согласно которым экструзионный PA12 имеет прочность в диапазоне 50...65 МПа, а также соответствует сравнительным данным для 3D-печатного PA12 порядка 35 МПа, согласно [21]. Максимальное касательное напряжение, в зависимости от различных теорий прочности, можно принять в соотношении

$$\tau_{max} = (0,5...0,6)\sigma_{max}.$$

В таком случае максимальное касательное напряжение для PA12 составит не менее 14,6 МПа. Однако по результатам испытаний образцов группы 3, где разрушение произошло по расслоению в нейтральном слое по неармированному пластику, можно сделать вывод, что при 3D-печати межслоевая прочность значительно ниже, чем прочность сплошного PA12, полученного литьем или экструзией.

Таким образом, прирост прочности на изгиб за счет армирования составил от 50 до 150 % (увеличение в 1,5 и 2,5 раза) в зависимости от схемы армирования. Плоско армированные образцы показали разброс значений прочности в 1,5 раза. Наибольший показатель (78,51 МПа), достигнутый в случае «горизонтального» армирования, соответствует наиболее рациональной схеме армирования для нагрузки в виде трехточечного изгиба, причем для плоско армированных образцов волокна располагались не в виде сетки, а в виде прямых линий по длине образца (однонаправленный композит).

Армированные образцы из групп 2 и 3, изготовленные методом стандартной 3D-печати, с укладкой материала (пластика и волокна) в плоских слоях, показывают разницу прочности в 1,6 раза – от 48,93 МПа при «вертикальном» армировании (образцы группы 2) до 78,51 МПа при «горизонтальном» армировании (образцы группы 3). Стоит отметить, что «вертикальное» армирование при данном направлении приложения нагрузки – нерациональный вариант. «Горизонтальная» схема армирования среди трех рассмотренных является более подходящей с точки зрения повышения прочности.

Следует отметить, что полученное при указанных условиях значение уступает результатам *Markforged* (540 МПа), полученным для образцов с габаритами около 114×3×10 мм. Такая разница обусловлена тем, что у изготовленных образцов была армирована совсем небольшая часть от их объема (рис. 3 и 4), да и та часть заполнена армирующими волокнами лишь на 50 %, в то время как образцы *Markforged* имеют сплошное армирование.

В образцах, изготовленных по технологии 5D-печати, благодаря симметричному расположению армирующего слоя прочность при изгибе будет одинаковой, независимо от поворота образца вокруг своей оси. В то

же время абсолютное значение прочности для них уступает числам, полученным для образцов с «горизонтальным» армированием.

Вполне ожидаемо, что при сглаживании анизотропии механических свойств (симметричном 5D-армировании) результирующий показатель прочности будет находиться на среднем уровне, а не на уровне наилучшего результата для однонаправленных образцов, что и подтверждено экспериментально. Тем не менее при испытаниях 5D-образцов были отмечены следующие факторы, отрицательно влияющие на величину предела их прочности: неоптимальная для данного вида нагружения ориентация волокон в армирующем слое (сетка вместо прямых линий); несплошное армирование.

Кроме того, из-за особенностей технологии 5D-печати давление, оказываемое соплом на предыдущий слой при спиральной выкладке волокна, было меньше, чем при прямолинейной выкладке в плоских слоях. Это обстоятельство ухудшило соединение волокон между собой и слоями пластика, что также уменьшило прочность.

ВЫВОДЫ

1. Применение непрерывного углеволокна для армирования полимерного изделия, полученного методом объемной печати по технологии *FFF*, обеспечивает увеличение прочности в 1,5...2,5 раза в зависимости от используемой схемы армирования.

2. Предложенный способ армирования печатного изделия по пятиосевой технологии (спиральная укладка армирующих волокон с образованием цилиндрических армирующих слоев) менее эффективна по сравнению с обычным плоским армированием при однонаправленном расположении волокон в плоских армирующих слоях.

3. В технологии объемной печати по технологии *FFF* с применением армирования из непрерывного волокна ключевое значение для прочности изделия имеет обеспечение надежного соединения армирующих волокон с основой (матрицей) из термопластика.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Характер разрушения образцов в проводившихся испытаниях показывает, что в дальнейшей работе первоочередной следует считать задачу обеспечения наилучшей консолидации армирующих волокон с пластиковой матрицей. В частности, алгоритмы для генерации траекторий выкладки волокна и полимера должны быть модифицированы таким образом, чтобы в зоне армирования отсутствовали какие-либо пустоты.

Другой актуальной задачей остается исследование схем армирования изделий, производимых методом пятиосевой печати по технологии *FFF*. В большинстве случаев при изготовлении деталей машин и элементов конструкций требуется обеспечить более сложный вид нагрузки, чем это предполагают стандартные испытания на растяжение или изгиб. Чтобы оценить эффективность такой меры повышения прочности печатных изделий, следует изучить поведение армирующих структур под действием усилий, имитирующих рабочие нагрузки.

¹ Кацнельсон М.Ю., Балаев Г.А. *Пластические массы: Свойства и применение*. Л.: Химия, 1978. 384 с.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Avdeev A., Shvets A., Gushchin I., Torubarov I., Drobotov A., Makarov A., Plotnikov A., Serdobintsev Y. Strength Increasing Additive Manufacturing Fused Filament Fabrication Technology, Based on Spiral Toolpath Material Deposition // *Machines*. 2019. Vol. 7. № 3. Article number 57. DOI: [10.3390/machines7030057](https://doi.org/10.3390/machines7030057).
2. Goh G.D., Yap Y.L., Agarwala S., Yeong W.Y. Recent progress in Additive Manufacturing of Fiber Reinforced Polymer Composite // *Advanced Materials Technologies*. 2018. Vol. 4. № 1. Article number 1800271. DOI: [10.1002/admt.201800271](https://doi.org/10.1002/admt.201800271).
3. Zohdi N., Yang R.C. Material Anisotropy in Additively Manufactured Polymers and Polymer Composites: A Review // *Polymers*. 2021. Vol. 13. № 19. Article number 3368. DOI: [10.3390/polym13193368](https://doi.org/10.3390/polym13193368).
4. Somireddy M., Czekanski A. Anisotropic material behavior of 3D printed composite structures – Material extrusion additive manufacturing // *Materials and Design*. 2020. Vol. 195. Article number 108953. DOI: [10.1016/j.matdes.2020.108953](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.108953).
5. Dul S., Fambri L., Pegoretti A. High-Performance Polyamide/Carbon Fiber Composites for Fused Filament Fabrication: Mechanical and Functional Performances // *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2021. Vol. 30. № 7. P. 5066–5085. DOI: [10.1007/s11665-021-05635-1](https://doi.org/10.1007/s11665-021-05635-1).
6. Padovano E., Galfione M., Concialdi P., Lucco G., Badini C. Mechanical and Thermal Behavior of Ultem® 9085 Fabricated by Fused-Deposition Modeling // *Applied Science (Switzerland)*. 2020. Vol. 10. № 9. Article number 3170. DOI: [10.3390/app10093170](https://doi.org/10.3390/app10093170).
7. Zaldivar R.J., Witkin D.B., McLouth T., Patel D.N., Schmitt K., Nokes J.P. Influence of processing and orientation print effects on the mechanical and thermal behavior of 3D-Printed ULTEM Material // *Additive Manufacturing*. 2017. Vol. 13. P. 71–80. DOI: [10.1016/j.addma.2016.11.007](https://doi.org/10.1016/j.addma.2016.11.007).
8. Zanjanijam A.R., Major I., Lyons J.G., Lafont U., Devine D.M. Fused Filament Fabrication of PEEK: A Review of Process-Structure-Property Relationships // *Polymers*. 2020. Vol. 12. № 8. Article number 1665. DOI: [10.3390/polym12081665](https://doi.org/10.3390/polym12081665).
9. Rodzen K., Harkin-Jones E., Wegrzyn M., Sharma P.K., Zhigunov A. Improvement of the layer-layer adhesion in FFF 3D printed PEEK/carbon fibre composites // *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 2021. Vol. 149. Article number 106532. DOI: [10.1016/j.compositesa.2021.106532](https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2021.106532).
10. Торубаров И.С., Дроботов А.В., Плотников А.Л., Гушин И.А. Развитие технологии 3D печати с армированием непрерывным волокном // *Известия Волгоградского государственного технического университета*. 2021. № 8. С. 81–86. DOI: [10.35211/1990-5297-2021-8-255-81-86](https://doi.org/10.35211/1990-5297-2021-8-255-81-86).
11. Yao Y., Zhang Y., Aburaia M., Lackner M. 3D Printing of Objects with Continuous Spatial Paths by a Multi-Axis Robotic FFF Platform // *Applied Science (Switzerland)*. 2021. Vol. 11. № 11. Article number 4825. DOI: [10.3390/app11114825](https://doi.org/10.3390/app11114825).
12. Safari F., Kami A., Abedini V. 3D printing of Continuous Fiber Reinforced Composites: A Review of the Processing, Pre- and Post-Processing Effects on Mechanical Properties // *Polymers and Polymer Composites*. 2022. Vol. 30. P. 1–26. DOI: [10.1177/09673911221098734](https://doi.org/10.1177/09673911221098734).
13. Hu C., Sun Z., Xiao Y., Qin Q. Recent Patents in Additive Manufacturing of Continuous Fiber Reinforced Composites // *Recent Patents on Mechanical Engineering*. 2019. Vol. 12. № 1. P. 25–36. DOI: [10.2174/2212797612666190117131659](https://doi.org/10.2174/2212797612666190117131659).
14. González-Estrada O.A., Pertuz A., Quiroga J. Evaluation of Tensile Properties and Damage of Continuous Fibre Reinforced 3D-Printed Parts // *Key Engineering Materials*. 2018. Vol. 774 KEM. P. 161–166. DOI: [10.4028/www.scientific.net/KEM.774.161](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.774.161).
15. Lupone F., Padovano E., Venezia C., Badini C. Experimental Characterization and Modeling of 3D Printed Continuous Carbon Fibers Composites with Different Fiber Orientation Produced by FFF Process // *Polymers*. 2022. Vol. 14. № 3. Article number 426. DOI: [10.3390/polym14030426](https://doi.org/10.3390/polym14030426).
16. Zhang D., Rudolph N., Woytowicz P. Reliable Optimized Structures with High Performance Continuous Fiber Thermoplastic Composites From Additive Manufacturing (AM) // *International SAMPE Technical Conference*. 2019. Vol. 2019-May. Article number 148951. DOI: [10.33599/nasampe/s.19.1396](https://doi.org/10.33599/nasampe/s.19.1396).
17. Гусев Ю.А., Борщев А.В., Хрульков А.В. Особенности препрегов для автоматизированной выкладки методами ATL и AFP // *Труды ВИАМ*. 2015. № 3. С. 38–44.
18. Пушкарев В.В., Дроботов А.В. Компоновка устройств для объемной печати экструдруемым расплавом деталей сложной формы // *Известия Волгоградского государственного технического университета*. 2013. № 20. С. 121–123.
19. Zhang K., Zhang W., Ding X. Multi-axis additive manufacturing process for continuous fibre reinforced composite parts // *Procedia CIRP*. 2019. Vol. 85. P. 113–117. DOI: [10.1016/j.procir.2019.09.022](https://doi.org/10.1016/j.procir.2019.09.022).
20. Fang G., Zhang T., Zhong S., Chen X., Zhong Z., Wang C.C.L. Reinforced FDM: multi-axis filament alignment with controlled anisotropic strength // *ACM Transaction on Graphics*. 2020. Vol. 39. № 6. Article number 204. DOI: [10.1145/3414685.3417834](https://doi.org/10.1145/3414685.3417834).
21. Zhang X., Fan W., Liu T. Fused deposition modeling 3D printing of polyamide-based composites and its applications // *Composites Communications*. 2020. Vol. 21. Article number 100413. DOI: [10.1016/j.coco.2020.100413](https://doi.org/10.1016/j.coco.2020.100413).

REFERENCES

1. Avdeev A., Shvets A., Gushchin I., Torubarov I., Drobotov A., Makarov A., Plotnikov A., Serdobintsev Y. Strength Increasing Additive Manufacturing Fused Filament Fabrication Technology, Based on Spiral Toolpath Material Deposition. *Machines*, 2019, vol. 7, no. 3, article number 57. DOI: [10.3390/machines7030057](https://doi.org/10.3390/machines7030057).
2. Goh G.D., Yap Y.L., Agarwala S., Yeong W.Y. Recent progress in Additive Manufacturing of Fiber Reinforced Polymer Composite. *Advanced Materials Technologies*, 2018, vol. 4, no. 1, article number 1800271. DOI: [10.1002/admt.201800271](https://doi.org/10.1002/admt.201800271).

3. Zohdi N., Yang R.C. Material Anisotropy in Additively Manufactured Polymers and Polymer Composites: A Review. *Polymers*, 2021, vol. 13, no. 19, article number 3368. DOI: [10.3390/polym13193368](https://doi.org/10.3390/polym13193368).
4. Somireddy M., Czekanski A. Anisotropic material behavior of 3D printed composite structures – Material extrusion additive manufacturing. *Materials and Design*, 2020, vol. 195, article number 108953. DOI: [10.1016/j.matdes.2020.108953](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.108953).
5. Dul S., Fambri L., Pegoretti A. High-Performance Polyamide/Carbon Fiber Composites for Fused Filament Fabrication: Mechanical and Functional Performances. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2021, vol. 30, no. 7, pp. 5066–5085. DOI: [10.1007/s11665-021-05635-1](https://doi.org/10.1007/s11665-021-05635-1).
6. Padovano E., Galfione M., Concialdi P., Lucco G., Badini C. Mechanical and Thermal Behavior of Ultem® 9085 Fabricated by Fused-Deposition Modeling. *Applied Science (Switzerland)*, 2020, vol. 10, no. 9, article number 3170. DOI: [10.3390/app10093170](https://doi.org/10.3390/app10093170).
7. Zaldivar R.J., Witkin D.B., McLouth T., Patel D.N., Schmitt K., Nokes J.P. Influence of processing and orientation print effects on the mechanical and thermal behavior of 3D-Printed ULTEM Material. *Additive Manufacturing*, 2017, vol. 13, pp. 71–80. DOI: [10.1016/j.addma.2016.11.007](https://doi.org/10.1016/j.addma.2016.11.007).
8. Zanjanijam A.R., Major I., Lyons J.G., Lafont U., Devine D.M. Fused Filament Fabrication of PEEK: A Review of Process-Structure-Property Relationships. *Polymers*, 2020, vol. 12, no. 8, article number 1665. DOI: [10.3390/polym12081665](https://doi.org/10.3390/polym12081665).
9. Rodzen K., Harkin-Jones E., Wegrzyn M., Sharma P.K., Zhigunov A. Improvement of the layer-layer adhesion in FFF 3D printed PEEK/carbon fibre composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2021, vol. 149, article number 106532. DOI: [10.1016/j.compositesa.2021.106532](https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2021.106532).
10. Torubarov I.S., Drobotov A.V., Plotnikov A.L., Gushchin I.A. Evolvement of the 3d printing with reinforcement by continuous fiber' technology. *Izvestiya Volgogradskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta*, 2021, no. 8, pp. 81–86. DOI: [10.35211/1990-5297-2021-8-255-81-86](https://doi.org/10.35211/1990-5297-2021-8-255-81-86).
11. Yao Y., Zhang Y., Aburaia M., Lackner M. 3D Printing of Objects with Continuous Spatial Paths by a Multi-Axis Robotic FFF Platform. *Applied Science (Switzerland)*, 2021, vol. 11, no. 11, article number 4825. DOI: [10.3390/app11114825](https://doi.org/10.3390/app11114825).
12. Safari F., Kami A., Abedini V. 3D printing of Continuous Fiber Reinforced Composites: A Review of the Processing, Pre- and Post-Processing Effects on Mechanical Properties. *Polymers and Polymer Composites*, 2022, vol. 30, pp. 1–26. DOI: [10.1177/0967391122-1098734](https://doi.org/10.1177/0967391122-1098734).
13. Hu C., Sun Z., Xiao Y., Qin Q. Recent Patents in Additive Manufacturing of Continuous Fiber Reinforced Composites. *Recent Patents on Mechanical Engineering*, 2019, vol. 12, no. 1, pp. 25–36. DOI: [10.2174/2212797612666190117131659](https://doi.org/10.2174/2212797612666190117131659).
14. González-Estrada O.A., Pertuz A., Quiroga J. Evaluation of Tensile Properties and Damage of Continuous Fibre Reinforced 3D-Printed Parts. *Key Engineering Materials*, 2018, vol. 774 KEM, pp. 161–166. DOI: [10.4028/www.scientific.net/KEM.774.161](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.774.161).
15. Lupone F., Padovano E., Venezia C., Badini C. Experimental Characterization and Modeling of 3D Printed Continuous Carbon Fibers Composites with Different Fiber Orientation Produced by FFF Process. *Polymers*, 2022, vol. 14, no. 3, article number 426. DOI: [10.3390/polym14030426](https://doi.org/10.3390/polym14030426).
16. Zhang D., Rudolph N., Woytowicz P. Reliable Optimized Structures with High Performance Continuous Fiber Thermoplastic Composites From Additive Manufacturing (AM). *International SAMPE Technical Conference*, 2019, vol. 2019-May, article number 148951. DOI: [10.33599/nasampe/s.19.1396](https://doi.org/10.33599/nasampe/s.19.1396).
17. Gusev Yu.A., Borshchev A.V., Khrulkov A.V. Features of prepregs intended for automated laying by ATL and AFP technologies. *Trudy VIAM*, 2015, no. 3, pp. 38–44.
18. Pushkarev V.V., Drobotov A.V. Machine arrangement for 3d printing using extrudable fusion of complex parts. *Izvestiya Volgogradskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta*, 2013, no. 20, pp. 121–123.
19. Zhang K., Zhang W., Ding X. Multi-axis additive manufacturing process for continuous fibre reinforced composite parts. *Procedia CIRP*, 2019, vol. 85, pp. 113–117. DOI: [10.1016/j.procir.2019.09.022](https://doi.org/10.1016/j.procir.2019.09.022).
20. Fang G., Zhang T., Zhong S., Chen X., Zhong Z., Wang C.C.L. Reinforced FDM: multi-axis filament alignment with controlled anisotropic strength. *ACM Transaction on Graphics*, 2020, vol. 39, no. 6, article number 204. DOI: [10.1145/3414685.3417834](https://doi.org/10.1145/3414685.3417834).
21. Zhang X., Fan W., Liu T. Fused deposition modeling 3D printing of polyamide-based composites and its applications. *Composites Communications*, 2020, vol. 21, article number 100413. DOI: [10.1016/j.coco.2020.100413](https://doi.org/10.1016/j.coco.2020.100413).

Additive manufacturing of parts with three-dimensional continuous fiber reinforcement

© 2022

Ivan S. Torubarov*¹, postgraduate student of Chair “Production Process Automation”

Aleksey V. Drobotov¹, PhD (Engineering),

assistant professor of Chair “Production Process Automation”

Ilya A. Gushchin¹, postgraduate student of Chair “Production Process Automation”

Denis S. Vdovin², PhD (Engineering),

assistant professor of Chair “Multi-Purpose Tracked Vehicles and Mobile Robots”

Aleksandr L. Plotnikov¹, Doctor of Sciences (Engineering), professor of Chair “Production Process Automation”

Aleksey A. Yakovlev¹, Doctor of Sciences (Engineering), professor of Chair “Production Process Automation”

¹Volgograd State Technical University, Volgograd (Russia)

²Bauman Moscow State Technical University (national research university), Moscow (Russia)

*E-mail: is.torubarov@gmail.com

Received 19.04.2022

Accepted 10.06.2022

Abstract: One of the key challenges in additive manufacturing of plastic goods using the Fused Filament Fabrication (FFF) technology is to ensure their strength. The low strength of polymer materials and the distinct anisotropy of their mechanical properties limit the use of 3D printing as an alternative to the traditional small-scale production technologies. The most promising solution to the goal of increasing the strength of printed goods is the application of continuous fiber reinforcement. Several additive manufacturing devices and software products that allow preparing a control program for 3D printing with reinforcement are known, however, having all their advantages, they, like conventional printed products, have a wide spread in strength in various directions (in the plane of a layer and perpendicularly to it, in the direction of growing). In this paper, the authors propose using the continuous fiber reinforcement along the three-dimensional trajectories to smooth out the anisotropy of the products' properties in the FFF technology and ensure wider possibilities for using them in the production of final goods. In the course of work, a 3D printer with the ability to print using five degrees of freedom and software for preparation of control programs were upgraded for the printing process with laying continuous fiber; printing modes with reinforcement were developed; samples were produced for standard static bending tests. The experiments show that reinforcement improves the printed specimen's strength, and the proposed three-dimensional reinforcement technique ensures the lower flexing strength compared to standard flat reinforcement with uniaxial laying of fibers, though, the destruction of 3D reinforced specimens occurred without evident delamination.

Keywords: additive technologies; FFF; 3D printing; 5D printing; reinforcement; continuous carbon fiber.

Acknowledgements: The work was financially supported by the Skolkovo Foundation grant No. MG18/20 and the RFBR grant No. 20-37-90133.

For citation: Torubarov I.S., Drobotov A.V., Gushchin I.A., Vdovin D.S., Plotnikov A.L., Yakovlev A.A. Additive manufacturing of parts with three-dimensional continuous fiber reinforcement. *Frontier Materials & Technologies*, 2022, no. 2, pp. 92–104. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-2-92-104.

Структура и механические свойства биомедицинского магниевого сплава Mg–1%Zn–0,2%Ca

© 2022

Худододова Ганджина Дастамбуевна^{*1,3}, инженер Научно-исследовательского института физики перспективных материалов

Кулясова Ольга Борисовна^{2,4}, кандидат технических наук,

старший научный сотрудник лаборатории многофункциональных материалов

Нафиков Руслан Камирович^{1,5}, инженер Молодежной научно-исследовательской лаборатории НОЦ «Металлы и сплавы при экстремальных воздействиях»

Исламгалиев Ринат Кадыханович^{1,6}, доктор физико-математических наук, профессор, профессор кафедры материаловедения и физики металлов

¹Уфимский государственный авиационный технический университет, Уфа (Россия)

²Башкирский государственный университет, Уфа (Россия)

*E-mail: khudododova.gd@gmail.com

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1273-8518>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1761-336X>

⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1280-6258>

⁶ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6234-7363>

Поступила в редакцию 14.04.2022

Принята к публикации 10.06.2022

Аннотация: Известно, что сплавы на основе магния являются подходящими материалами для использования в качестве биоразлагаемых металлов для изготовления медицинских имплантатов нового поколения. Магний может растворяться в человеческом организме в процессе заживления. Если растворение контролируется, то после завершения заживления не требуется дополнительная операция по удалению имплантата. В частности, сплавы системы Mg–Zn–Ca считаются наиболее подходящими для биоразлагаемых металлических имплантатов вследствие их биосовместимости. В сплавах Mg–Zn–Ca добавление Zn и Ca в качестве легирующих элементов может улучшить механические свойства и повысить коррозионную стойкость по сравнению с чистым Mg без ущерба для биосовместимости. Работа посвящена исследованию структуры и механических свойств магниевого сплава Mg–1%Zn–0,2%Ca, подвергнутого интенсивной пластической деформации (ИПД). Исследования структуры проведены с применением растровой и просвечивающей электронной микроскопии. Исследования механических свойств выполнены методами измерения микротвердости и испытаний на растяжение. Показано, что применение метода равноканального углового прессования (РКУП) и дополнительной обработки методом интенсивной пластической деформации (ИПДК) к сплаву Mg–1%Zn–0,2%Ca ведет к формированию ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры со средним размером зерна менее 1 мкм. Обнаружено, что в результате сильного измельчения зеренной структуры магниевого сплава происходит значительное повышение предела прочности более чем в 2 раза до 283 МПа по сравнению с гомогенизированным состоянием, в котором наблюдался предел прочности 125 МПа. При этом одновременно в УМЗ состоянии наблюдается существенное снижение пластичности до 3 %.

Ключевые слова: Mg–1%Zn–0,2%Ca; РКУП; ИПДК; УМЗ структура; механические свойства.

Благодарности: Работа выполнена при поддержке РФФ № 20-63-47027. Экспериментальная часть работы выполнена с использованием оборудования ЦКП «Нанотех» ФГБОУ ВО «УГАТУ».

Р.К. Нафиков благодарит за финансовую поддержку Министерство науки и высшего образования РФ в рамках государственного задания ФГБОУ ВО «УГАТУ» (соглашение № 075-03-2021-014/4).

Статья подготовлена по материалам докладов участников X Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2021), Тольятти, 13–17 сентября 2021 года.

Для цитирования: Худододова Г.Д., Кулясова О.Б., Нафиков Р.К., Исламгалиев Р.К. Структура и механические свойства биомедицинского магниевого сплава Mg–1%Zn–0,2%Ca // Frontier Materials & Technologies. 2022. № 2. С. 105–112. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-2-105-112.

ВВЕДЕНИЕ

Магниево-цинковые сплавы привлекают повышенное внимание в области исследования биомедицинских материалов вследствие своих уникальных преимуществ: чрезвычайно низкого модуля Юнга, превосходной биосовместимости и привлекательной биорезорбируемости. При этом чистый магний имеет невысокие прочностные свойства. Чтобы повысить прочность магния, часто применяют легирование различными элементами для использования потенциала твердорастворного и дис-

персионного механизмов упрочнения. Вместе с тем дополнительно к легированию есть другая возможность повышения прочности магния, а именно формирование ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры методом интенсивной пластической деформации (ИПД) [1]. Как известно, применение к металлическим материалам методов интенсивной пластической деформации (ИПД), таких как кручение под высоким давлением или равноканальное угловое прессование (РКУП), приводит к образованию ультрамелкозернистых или нанокристаллических структур с высокой плотностью

дефектов кристаллической решетки [2; 3]. Поскольку магний имеет гексагональную плотноупакованную решетку (ГПУ), основным механизмом деформации является базальное скольжение. Из-за большой разницы в критическом скалывающем напряжении сдвига между первичным и вторичным скольжением пластическая деформация магния ограничена, особенно при низких температурах [4], поэтому ИПД-обработка магния обычно проводится при повышенных температурах. Другим следствием наличия ГПУ решетки является зависимость прочности и пластичности от текстуры [5]. Из-за довольно низкой температуры плавления ($T_{пл}=650\text{ }^{\circ}\text{C}$) значительную роль при ИПД-обработке магния играет динамическая рекристаллизация [6; 7].

Обработку методом РКУП для магниевых сплавов обычно проводят при температуре выше $200\text{ }^{\circ}\text{C}$, чтобы избежать образования трещин [6]. В этих условиях измельчение зерна довольно ограничено из-за сильного динамического возврата и рекристаллизации [8], а размеры зерна ниже $1\text{ }\mu\text{м}$ обычно не достигаются. Меньшие по размеру зерна могут быть сформированы только с использованием последовательной деформации РКУП, где температура снижается пошагово для каждого прохода [9].

Сплавы Mg–Zn–Ca, исследуемые в настоящей работе, были разработаны для использования в качестве биоразлагаемых материалов, поскольку добавление Zn и Ca в качестве легирующих элементов может улучшить механические свойства по сравнению с чистым Mg [10]. Известно также, что добавление Zn до 1,7 % способствует улучшению коррозионных свойств сплава Mg–xZn–0,8Ca по сравнению со сплавом Mg–0,8%Ca [11], тогда как добавление Ca до 0,2 % в сплав Mg–2Zn–xCa ведет к небольшому росту скорости растворения с 0,14 до 0,17 мг/см² в день в растворе Хэнкса [10]. Кроме того, Zn и Ca не токсичны для человеческого организма, поэтому сохраняется важное условие биосовместимости материала.

Известно, что легирующие элементы определяют микроструктуру и, следовательно, влияют на механические и коррозионные свойства сплавов. В частности, добавки легирующих элементов обычно приводят к образованию вторых фаз, которые вызывают локальную гальваническую коррозию [12]. Пластическая деформация может уменьшить размер зерна и изменить распределение вторых фаз для одновременного улучшения механических и коррозионных свойств [13]. Однако деформационная способность магниевых сплавов низка при обычных методах обработки из-за малого количества плоскостей скольжения в ГПУ решетке.

Для получения материалов с УМЗ структурой могут быть использованы методы ИПД, такие как интенсивная пластическая деформация кручением и равноканальное угловое прессование. При этом металлургические материалы после деформации методом РКУП способны демонстрировать улучшенные механические свойства за счет измельчения зеренной структуры [14].

К настоящему времени известны публикации, в которых рассмотрены структура и свойства магниевых сплавов системы Mg–Zn–Ca с различным содержанием Zn и Ca, но они выполнены на образцах с крупнозернистой структурой [11; 15; 16]. При этом есть только единичные работы, посвященные исследованию структуры

и свойств магниевых сплавов системы Mg–Zn–Ca, подвергнутых РКУП для формирования ультрамелкозернистого состояния [17; 18]. Но применение метода РКУП не позволяло измельчить зеренную структуру до размеров менее нескольких микрон.

Цель работы – исследование влияния равноканального углового прессования и интенсивной пластической деформации кручением на формирование ультрамелкозернистой структуры и механические свойства сплава Mg–1%Zn–0,2%Ca.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

В качестве материала для анализа и исследования был выбран магниевый сплав Mg–1%Zn–0,2%Ca. Литые исходные образцы были подвергнуты гомогенизационному отжигу при температуре $430\text{ }^{\circ}\text{C}$ и времени выдержки 22 ч. Термическая обработка образцов проводилась в муфельной печи Nabertherm. К образцам было применено два метода интенсивной пластической деформации: РКУП и ИПДК. Процесс РКУП проводился на образцах диаметром 20 мм в оснастке с углом пересечения каналов 120° . РКУП выполнялось с постепенным понижением температуры от 400 до $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ (с общим количеством проходов, равным 6). Далее проводилась деформация методом ИПДК при комнатной температуре. Для этого от РКУП-прутка были отрезаны диски диаметром 20 мм и толщиной 2 мм, которые подвергали кручению под высоким давлением 6 ГПа с количеством оборотов, равным 0,5 и 1. После деформации были получены образцы диаметром 20 мм и высотой 1,1 мм.

Для измерения микротвердости (HV) был выбран метод Виккерса, измерение проводили по диаметру образца на микротвердомере Micromet 5101 с нагрузкой 0,49 Н и временем выдержки 10 с.

Плоские образцы с размерами рабочей части $4\times 1\times 0,5\text{ мм}^3$ были испытаны на одноосное растяжение на испытательной машине Instron 5982 при комнатной температуре со скоростью нагружения 10^{-3} с^{-1} . На каждое состояние было испытано минимум по 3 образца.

Исследование и анализ микроструктуры проводили на растровом электронном микроскопе (РЭМ) JEM-6390 и просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) JEM-2100 с ускоряющими напряжениями 10 и 200 кВ соответственно. Тонкие фольги готовили методом двухсторонней струйной электрополировки на установке «Тенупол-5» с использованием электролита следующего состава: азотная кислота – 30 %, метанол – 70 %. Полировку проводили при температуре $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ и напряжении 8–14 В.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Исходная структура сплава Mg–1%Zn–0,2%Ca (рис. 1) представляет собой крупные зерна твердого раствора со средним размером 250 мкм (рис. 1 а). В структуре также присутствуют частицы размером 4 мкм. По результатам рентгеноструктурного анализа на дифрактограмме были обнаружены пики от фаз Mg₂Ca и Ca₂Mg₆Zn₃ (рис. 2), эти частицы наблюдались также ранее в [15; 16]. Методом РКУП была сформирована однородная структура со средним размером 3,7 мкм

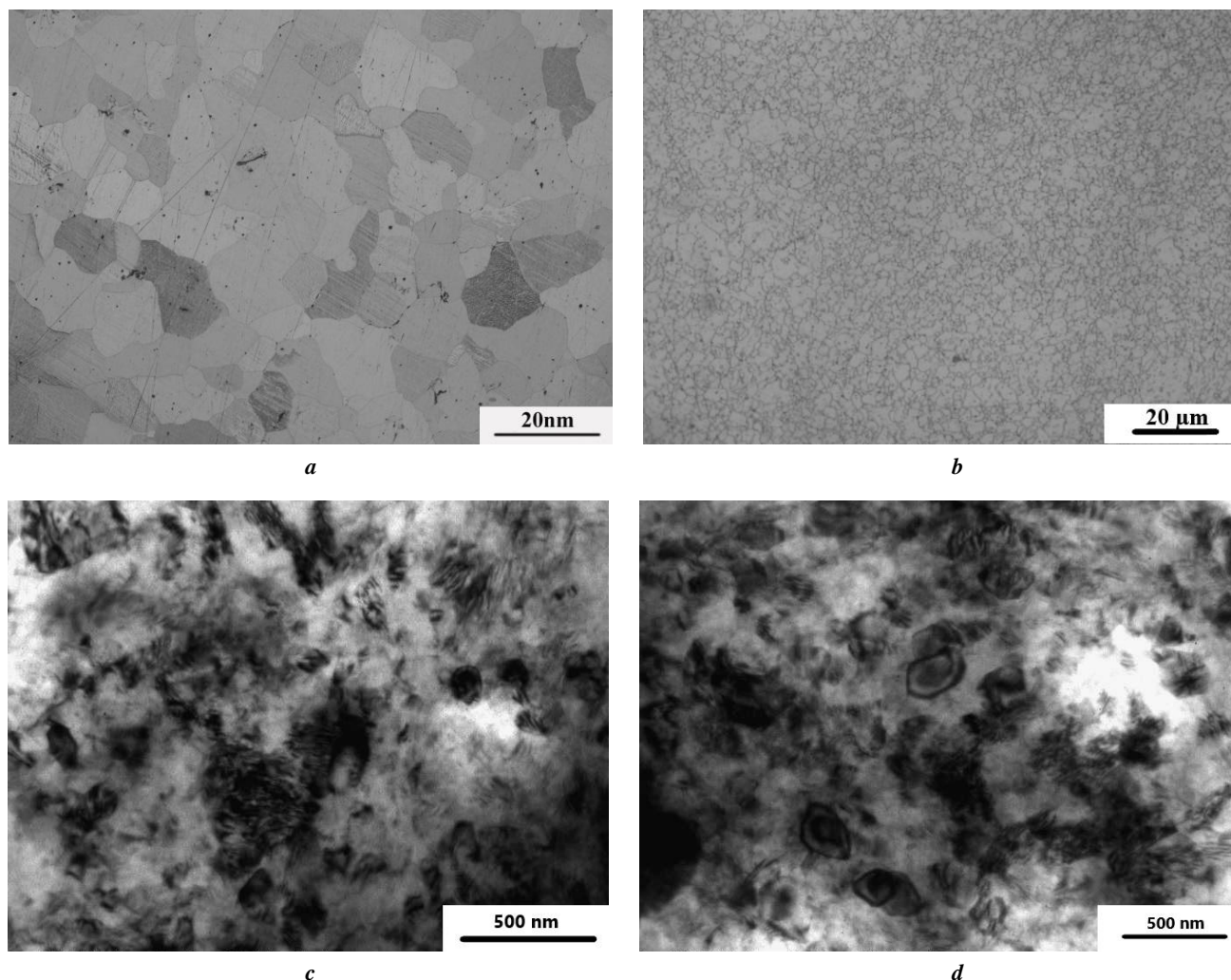


Рис. 1. Структура сплава $Mg-1\%Zn-0,2\%Ca$:
a – после гомогенизации; *b* – после РКУП; *c* – после РКУП+ИПДК, 0,5 оборота;
d – после РКУП+ИПДК, 1 оборот
Fig. 1. The structure of $Mg-1\%Zn-0.2\%Ca$ alloy:
a – after homogenization; *b* – after ECAP; *c* – after ECAP+SPD, 0.5 revolutions;
d – after ECAP+SPD, 1 revolution

(рис. 1 b). В результате деформации сдвигом в процессе РКУП произошло значительное уменьшение среднего размера частиц. С целью дальнейшего измельчения структуры к РКУП-образцам дополнительно была приложена обработка методом ИПДК с числом оборотов, равным 0,5 и 1. Структура после ИПДК трансформировалась в УМЗ со средним размером зерен около 1 мкм при 0,5 оборотах (рис. 1 c) и менее 500 нм после 1 оборота ИПДК (рис. 1 d).

В исходном гомогенизированном состоянии микротвердость образцов составляла 405 МПа. В результате пластической деформации методом РКУП микротвердость выросла до 618 МПа (рис. 3 a). Дальнейшее измельчение структуры методом ИПДК на 0,5 и 1 оборот привело к увеличению значений микротвердости до 732 и 785 МПа соответственно. Следует отметить, что после деформации методом РКУП и дополнительной обработки ИПДК (1 оборот) значение микротвердости (рис. 3 a) было повышено почти в 2 раза по сравнению

с исходным состоянием за счет сильного измельчения зеренной структуры (рис. 1 d).

Механические испытания на растяжение исследуемого сплава $Mg-1\%Zn-0,2\%Ca$ в гомогенизированном состоянии показали, что образцы продемонстрировали предел прочности 125 МПа и относительное удлинение 8 % (рис. 3 b). Деформация методом РКУП привела к повышению предела прочности до 225 МПа и повышению пластичности до 16 %. В результате дальнейшего измельчения структуры при дополнительной деформации в 0,5 и 1 оборота ИПДК предел прочности был увеличен и составил 263,7 и 283,3 МПа соответственно вследствие дальнейшего измельчения среднего размера зерна.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Известно, что прочностные свойства сплавов системы $Mg-Zn-Ca$ в крупнозернистом состоянии существенно зависят от содержания Zn и Ca. Например,

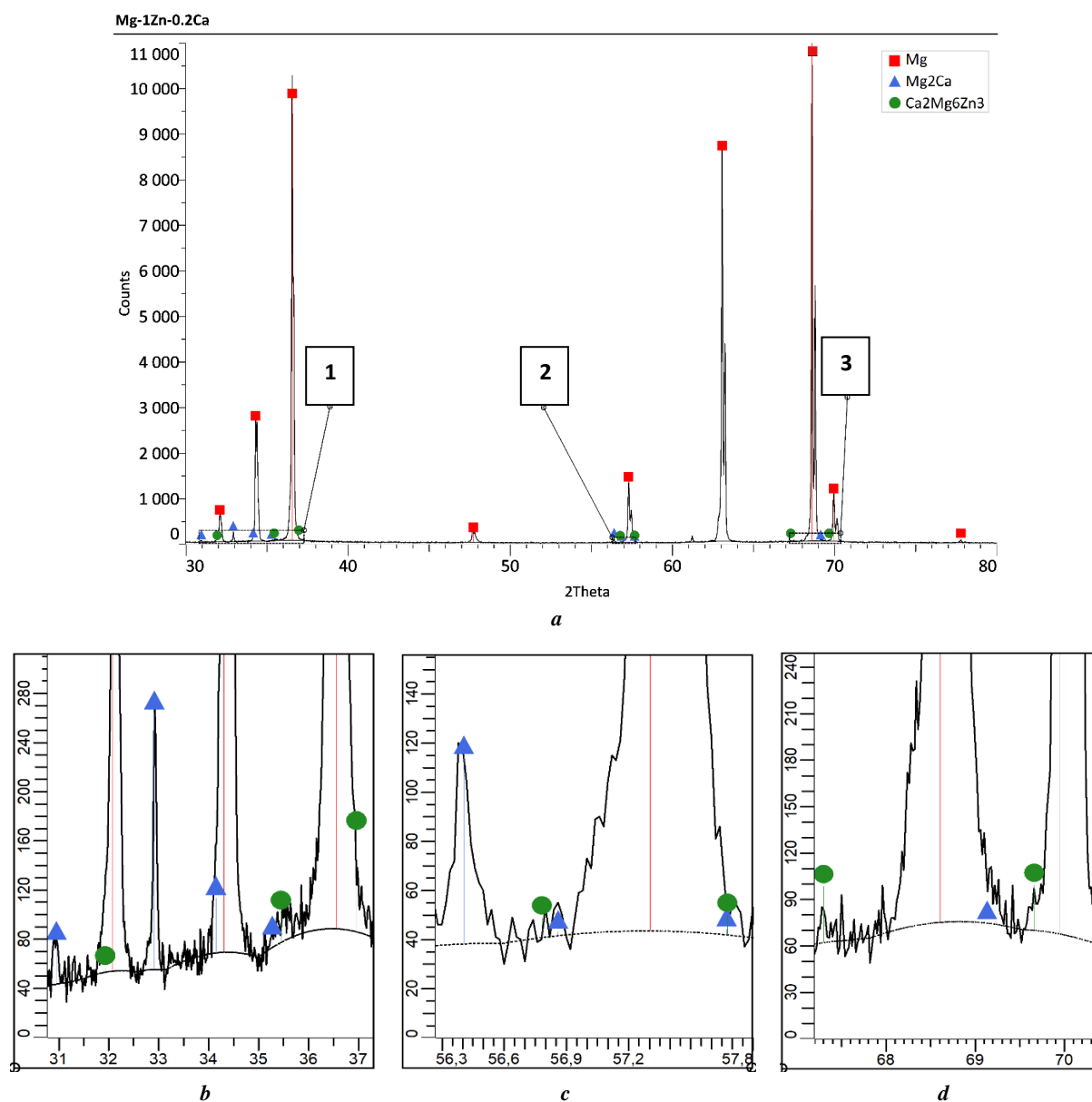


Рис. 2. Рентгеноструктурный анализ сплава Mg-1%Zn-0,2%Ca после гомогенизации:
a – дифрактограмма сплава Mg-1%Zn-0,2%Ca после гомогенизации; *b* – увеличенный фрагмент области 1;
c – увеличенный фрагмент области 2; *d* – увеличенный фрагмент области 3
Fig. 2. X-ray diffraction analysis of Mg-1%Zn-0.2%Ca alloy after homogenization:
a – X-ray diffraction pattern of Mg-1%Zn-0.2%Ca alloy after homogenization; *b* – the enlarged part of area 1;
c – the enlarged part of area 2; *d* – the enlarged part of area 3

в работе [19] с увеличением содержания Zn с 0 до 6 % предел прочности сплава Mg-xZn-1Ca меняется от 105 до 182 МПа, а относительное удлинение до разрушения демонстрирует значения от 4 до 9 %.

Применение традиционных методов деформационно-термической обработки также позволяет повысить прочностные свойства сплавов системы Mg-Zn-Ca. В частности, горячая экструзия сплава Mg-4,0Zn-0,2Ca уменьшает средний размер зерна до 3–7 мкм и, соответственно, увеличивает предел прочности до 297 МПа при сохранении пластичности 21 % [20].

Дальнейшее измельчение зеренной структуры в сплавах системы Mg-Zn-Ca методом РКУП и формирование бимодальной структуры в сплаве Mg-4Zn-0,56Ca

привело к повышению предела прочности до 276 МПа и пластичности до $\delta=30\%$, что в 1,5–2 раза больше по сравнению с исходным состоянием [17].

В работе [20] методом РКУП была сформирована УМЗ структура в сплаве Mg-5,12%Zn-0,32%Ca со средним размером 0,7 мкм и получена более однородная структура в сравнении с работой [17]. Тем самым удалось повысить предел прочности до 290 МПа при удлинении до разрушения 17 %.

В настоящей работе в сплаве Mg-1%Zn-0,2%Ca, содержащем меньшее количество легирующих элементов по сравнению с работами [18; 20], также удалось повысить предел прочности до уровня 280–290 МПа (рис. 3 б). Вместе с тем следует отметить, что

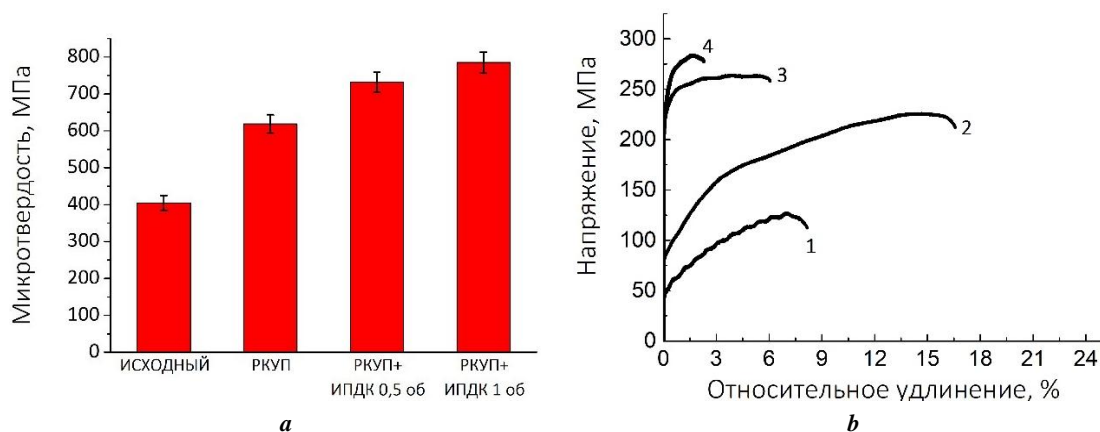


Рис. 3. Механические свойства сплава Mg-1%Zn-0,2%Ca:

a – микротвердость при разных обработках;

b – механические испытания на растяжение при разных обработках:

1 – исходный; 2 – РКУП; 3 – РКУП +ИПДК, 0,5 оборота; 4 – РКУП+ИПДК, 1 оборот

Fig. 3. Mechanical properties of Mg-1%Zn-0.2%Ca alloy:

a – microhardness at different types of treatment; **b** – mechanical tensile tests at different types of treatment:

1 – initial; 2 – ECAP; 3 – ECAP+SPD, 0.5 revolutions; 4 – ECAP+SPD, 1 revolution

уменьшение размера зерна до значений менее 1 мкм не привело к существенному повышению прочности, которое можно было бы ожидать в соответствии с соотношением Холла – Петча.

В исследуемом сплаве, имеющем ГПУ решетку, пластическая деформация может быть обеспечена небольшим количеством благоприятно ориентированных плоскостей скольжения. Поскольку испытания на растяжение были проведены на малых образцах, имевших площадь поперечного сечения $1 \times 0,5 \text{ мм}^2$, то в гомогенизированном образце со средним размером зерен 250 мкм имелось небольшое количество зерен, в которых плоскости скольжения были бы благоприятно ориентированы относительно оси растяжения. Поэтому в гомогенизированных образцах наблюдалась малая пластичность. В РКУП-образцах со средним размером зерен 3,7 мкм количество зерен с благоприятно ориентированными плоскостями было намного больше, что обеспечило большую пластичность по сравнению с гомогенизированным образцом.

Вместе с тем, чем больше степень деформации в процессе дополнительной обработки методом ИПДК, тем меньше пластичность сплава из-за наличия сильнодеформированной структуры, содержащей большую плотность дефектов, препятствующих дополнительно зарождению и движению дислокаций в процессе растяжения.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Исследования показали, что применение метода РКУП и дополнительной обработки методом ИПДК к сплаву Mg-1%Zn-0,2%Ca ведет к формированию УМЗ структуры, в результате чего микротвердость и прочность образцов увеличились до 785 и 283 МПа соответственно, что более чем в 2 раза превышает значения в гомогенизированном состоянии. Вместе с тем значительное повышение прочности сопровождалось умень-

шением пластичности до 3 % вследствие формирования сильнодеформированной УМЗ структуры, содержащей большую плотность дефектов, препятствующих дополнительному зарождению и движению дислокаций.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Валиев Р.З., Жилиев А.П., Лэнгдон Т.Дж. Объемные наноструктурные материалы: фундаментальные основы и применения. СПб.: Эко-Вектор, 2017. 479 с.
2. Shi X., Li W., Hu W., Tan Y., Zhang Zh., Tian L. Effect of ECAP on the Microstructure and Mechanical Properties of a Rolled Mg-2Y-0.6Nd-0.6Zr. Magnesium Alloy // Crystals. 2019. Vol. 9. № 11. Article number 586. DOI: [10.3390/cryst9110586](https://doi.org/10.3390/cryst9110586).
3. Valiev R.Z., Estrin Y., Horita Z., Langdon T.G., Zehetbauer M.J., Zhu Y.T. Producing bulk ultrafine-grained materials by severe plastic deformation: Ten years later // JOM. 2016. Vol. 68. № 4. P. 33–39. DOI: [10.1007/S11837-006-0213-7](https://doi.org/10.1007/S11837-006-0213-7).
4. Agnew S.R., Duygulu O. A mechanistic understanding of the formability of magnesium: Examining the role of temperature on the deformation mechanisms // Materials Science Forum. 2003. Vol. 419-422. № 1. P. 177–188. DOI: [10.4028/www.scientific.net/MSF.419-422.177](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.419-422.177).
5. Lin J., Ren W., Wang Q., Ma L., Chen Y. Influence of grain size and texture on the yield strength of Mg alloys processed by severe plastic deformation // Advances in Materials Science and Engineering. 2014. Vol. 2014. P. 356–572. DOI: [10.1155/2014/356572](https://doi.org/10.1155/2014/356572).
6. Figueiredo R.B., Langdon T.G. Grain refinement and mechanical behavior of a magnesium alloy processed by ECAP // Journal of Materials Science. 2010. Vol. 45. № 17. P. 4827–4836. DOI: [10.1007/s10853-010-4589-y](https://doi.org/10.1007/s10853-010-4589-y).
7. Ding S.X., Chang C.P., Kao P.W. Effects of processing parameters on the grain refinement of magnesium alloy by equal-channel angular extrusion // Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and

- Materials Science. 2009. Vol. 40. № 2. P. 415–425. DOI: [10.1007/s11661-008-9747-3](https://doi.org/10.1007/s11661-008-9747-3).
8. Yamashita A., Horita Z., Langdon T.G. Improving the mechanical properties of magnesium and a magnesium alloy through severe plastic deformation // *Materials Science and Engineering A*. 2001. Vol. 300. № 1-2. P. 142–147. DOI: [10.1016/S0921-5093\(00\)01660-9](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(00)01660-9).
 9. Kulyasova O., Islamgaliev R., Mingler B., Zehetbauer M. Microstructure and fatigue properties of the ultrafine-grained AM60 magnesium alloy processed by equal-channel angular pressing // *Materials Science and Engineering A*. 2009. Vol. 503. № 1-2. P. 176–180. DOI: [10.1016/j.msea.2008.03.057](https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.03.057).
 10. Li W., Guan S., Chen J., Hu J., Chen S., Wang L., Zhu S. Preparation and in vitro degradation of the composite coating with high adhesion strength on biodegradation Mg–Zn–Ca alloy // *Materials Characterization*. 2011. Vol. 62. № 12. P. 1158–1165. DOI: [10.1016/j.matchar.2011.07.005](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2011.07.005).
 11. Gong Ch., He X., Yan X. Corrosion behavior of Mg–Ca–Zn alloys with high Zn content // *Journal of Physics and Chemistry of Solids*. 2021. Vol. 152. Article number 109952. DOI: [10.1016/j.jpcs.2021.109952](https://doi.org/10.1016/j.jpcs.2021.109952).
 12. Kim W.C., Kim J.G., Lee J.Y., Seol H.K. Influence of Ca on the corrosion properties of magnesium for biomaterials // *Materials Letters*. 2008. Vol. 62. № 25. P. 4146–4148. DOI: [10.1016/j.matlet.2008.06.028](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2008.06.028).
 13. Parfenov E.V., Kulyasova O.B., Mukaeva V.R., Mingo B., Farrakhov R.G., Cherneikina Ya.V., Yerokhin A., Zheng Y.F., Valiev R.Z. Influence of ultra-fine grain structure on corrosion behaviour of biodegradable Mg–1Ca alloy // *Corrosion Science*. 2020. Vol. 163. Article number 108303. DOI: [10.1016/j.corsci.2019.108303](https://doi.org/10.1016/j.corsci.2019.108303).
 14. Akash G., Chandrasekhar B., Saxena K.K. Effect of equal-channel angular pressing on mechanical properties: An overview // *Materials Today: Proceedings*. 2021. Vol. 45. P. 5602–5607. DOI: [10.1016/J.MATPR.2021.02.317](https://doi.org/10.1016/J.MATPR.2021.02.317).
 15. Cihova M., Martinelli E., Schmutz P., Myrissa A., Schäublin R., Weinberg A.M., Uggowitzer P.J., Löffler J.F. The role of zinc in the biocorrosion behavior of resorbable Mg–Zn–Ca alloys // *Acta Biomaterialia*. 2019. Vol. 100. P. 398–414. DOI: [10.1016/j.actbio.2019.09.021](https://doi.org/10.1016/j.actbio.2019.09.021).
 16. Ma Y.Z., Yang C.L., Liu Y.J., Yuan F.-S., Liang S.S., Li H.X., Zhang J.S. Microstructure, mechanical, and corrosion properties of extruded low-alloyed Mg-xZn-0.2Ca alloys // *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*. 2019. Vol. 26. № 10. P. 1274–1284. DOI: [10.1007/s12613-019-1860-3](https://doi.org/10.1007/s12613-019-1860-3).
 17. Виноградов А.Ю., Васильев Е.В., Линдеров М.Л., Мерсон Д.Л., Ржевская Е.О. Влияние равноканального углового прессования на структуру и механические свойства магниевых сплавов Mg-Zn-Ca // *Вектор науки Тольяттинского государственного университета*. 2015. № 4. С. 18–24. DOI: [10.18323/2073-5073-2015-4-18-24](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2015-4-18-24).
 18. Tong L.B., Zheng M.Y., Chang H., Hu X.C., Wu K., Xu S.W., Kamado S., Kojima Y. Microstructure and mechanical properties of Mg-Zn-Ca alloy processed by equal channel angular pressing // *Materials and Engineering A*. 2009. Vol. 523. № 1-2. P. 289–294. DOI: [10.1016/j.msea.2009.06.021](https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.06.021).
 19. Zhang B., Hou Y., Wang X., Wang Y., Geng L. Mechanical properties, degradation performance and cytotoxicity of Mg-Zn-Ca biomedical alloys with different compositions // *Materials Science and Engineering C*. 2011. Vol. 31. № 8. P. 1667–1673. DOI: [10.1016/j.msec.2011.07.015](https://doi.org/10.1016/j.msec.2011.07.015).
 20. Sun Y., Zhang B., Wang Y., Geng L., Jiao X. Preparation and characterization of a new biomedical Mg-Zn-Ca alloy // *Materials and Design*. 2012. Vol. 34. P. 58–64. DOI: [10.1016/j.matdes.2011.07.058](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.07.058).

REFERENCES

1. Valiev R.Z., Zhilyaev A.P., Lengdon T.Dzh. *Ob'emnye nanostrukturnye materialy: fundamentalnye osnovy i primeneniya* [Multidimensional nanostructured materials: fundamental principles and applications]. Sankt Petersburg, Eko-Vektor Publ., 2017. 479 p.
2. Shi X., Li W., Hu W., Tan Y., Zhang Zh., Tian L. Effect of ECAP on the Microstructure and Mechanical Properties of a Rolled Mg-2Y-0.6Nd-0.6Zr. Magnesium Alloy. *Crystals*, 2019, vol. 9, no. 11, article number 586. DOI: [10.3390/cryst9110586](https://doi.org/10.3390/cryst9110586).
3. Valiev R.Z., Estrin Y., Horita Z., Langdon T.G., Zehetbauer M.J., Zhu Y.T. Producing bulk ultrafine-grained materials by severe plastic deformation: Ten years later. *JOM*, 2016, vol. 68, no. 4, pp. 33–39. DOI: [10.1007/S11837-006-0213-7](https://doi.org/10.1007/S11837-006-0213-7).
4. Agnew S.R., Duygulu O. A mechanistic understanding of the formability of magnesium: Examining the role of temperature on the deformation mechanisms. *Materials Science Forum*, 2003, vol. 419-422, no. 1, pp. 177–188. DOI: [10.4028/www.scientific.net/MSF.419-422.177](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.419-422.177).
5. Lin J., Ren W., Wang Q., Ma L., Chen Y. Influence of grain size and texture on the yield strength of Mg alloys processed by severe plastic deformation. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2014, vol. 2014, pp. 356–572. DOI: [10.1155/2014/356572](https://doi.org/10.1155/2014/356572).
6. Figueiredo R.B., Langdon T.G. Grain refinement and mechanical behavior of a magnesium alloy processed by ECAP. *Journal of Materials Science*, 2010, vol. 45, no. 17, pp. 4827–4836. DOI: [10.1007/s10853-010-4589-y](https://doi.org/10.1007/s10853-010-4589-y).
7. Ding S.X., Chang C.P., Kao P.W. Effects of processing parameters on the grain refinement of magnesium alloy by equal-channel angular extrusion. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 2009, vol. 40, no. 2, pp. 415–425. DOI: [10.1007/s11661-008-9747-3](https://doi.org/10.1007/s11661-008-9747-3).
8. Yamashita A., Horita Z., Langdon T.G. Improving the mechanical properties of magnesium and a magnesium alloy through severe plastic deformation. *Materials Science and Engineering A*, 2001, vol. 300, no. 1-2, pp. 142–147. DOI: [10.1016/S0921-5093\(00\)01660-9](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(00)01660-9).
9. Kulyasova O., Islamgaliev R., Mingler B., Zehetbauer M. Microstructure and fatigue properties of the ultrafine-grained AM60 magnesium alloy processed by equal-channel angular pressing. *Materials Science and Engineering A*, 2009, vol. 503, no. 1-2, pp. 176–180. DOI: [10.1016/j.msea.2008.03.057](https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.03.057).
10. Li W., Guan S., Chen J., Hu J., Chen S., Wang L., Zhu S. Preparation and in vitro degradation of the composite coating with high adhesion strength on biodegradation Mg–Zn–Ca alloy. *Materials Characterization*, 2011,

- vol. 62, no. 12, pp. 1158–1165. DOI: [10.1016/j.matchar.2011.07.005](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2011.07.005).
11. Gong Ch., He X., Yan X. Corrosion behavior of Mg–Ca–Zn alloys with high Zn content. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 2021, vol. 152, article number 109952. DOI: [10.1016/j.jpcs.2021.109952](https://doi.org/10.1016/j.jpcs.2021.109952).
 12. Kim W.C., Kim J.G., Lee J.Y., Seol H.K. Influence of Ca on the corrosion properties of magnesium for biomaterials. *Materials Letters*, 2008, vol. 62, no. 25, pp. 4146–4148. DOI: [10.1016/j.matlet.2008.06.028](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2008.06.028).
 13. Parfenov E.V., Kulyasova O.B., Mukaeva V.R., Mingo B., Farrakhov R.G., Cherneikina Ya.V., Yerokhin A., Zheng Y.F., Valiev R.Z. Influence of ultra-fine grain structure on corrosion behaviour of biodegradable Mg–1Ca alloy. *Corrosion Science*, 2020, vol. 163, article number 108303. DOI: [10.1016/j.corsci.2019.108303](https://doi.org/10.1016/j.corsci.2019.108303).
 14. Akash G., Chandrasekhar B., Saxena K.K. Effect of equal-channel angular pressing on mechanical properties: An overview. *Materials Today: Proceedings*, 2021, vol. 45, pp. 5602–5607. DOI: [10.1016/J.MATPR.2021.02.317](https://doi.org/10.1016/J.MATPR.2021.02.317).
 15. Cihova M., Martinelli E., Schmutz P., Myrissa A., Schäublin R., Weinberg A.M., Uggowitz P.J., Löf- fler J.F. The role of zinc in the biocorrosion behavior of resorbable Mg–Zn–Ca alloys. *Acta Biomaterialia*, 2019, vol. 100, pp. 398–414. DOI: [10.1016/j.actbio.2019.09.021](https://doi.org/10.1016/j.actbio.2019.09.021).
 16. Ma Y.Z., Yang C.L., Liu Y.J., Yuan F.-S., Liang S.S., Li H.X., Zhang J.S. Microstructure, mechanical, and corrosion properties of extruded low-alloyed Mg–xZn–0.2Ca alloys. *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*, 2019, vol. 26, no. 10, pp. 1274–1284 DOI: [10.1007/s12613-019-1860-3](https://doi.org/10.1007/s12613-019-1860-3).
 17. Vinogradov A.Yu., Vasilev E.V., Linderov M.L., Merson D.L., Rzhhevskaya E.O. He influence of equal channel angular pressing on the structure and mechanical properties of magnesium Mg–Zn–Ca alloys. *Vektor nauki Tolyattinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2015, no. 4, pp. 18–24. DOI: [10.18323/2073-5073-2015-4-18-24](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2015-4-18-24).
 18. Tong L.B., Zheng M.Y., Chang H., Hu X.C., Wu K., Xu S.W., Kamado S., Kojima Y. Microstructure and mechanical properties of Mg–Zn–Ca alloy processed by equal channel angular pressing. *Materials and Engineering A*, 2009, vol. 523, no. 1–2, pp. 289–294. DOI: [10.1016/j.msea.2009.06.021](https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.06.021).
 19. Zhang B., Hou Y., Wang X., Wang Y., Geng L. Mechanical properties, degradation performance and cytotoxicity of Mg–Zn–Ca biomedical alloys with different compositions. *Materials Science and Engineering C*, 2011, vol. 31, no. 8, pp. 1667–1673. DOI: [10.1016/j.msec.2011.07.015](https://doi.org/10.1016/j.msec.2011.07.015).
 20. Sun Y., Zhang B., Wang Y., Geng L., Jiao X. Preparation and characterization of a new biomedical Mg–Zn–Ca alloy. *Materials and Design*, 2012, vol. 34, pp. 58–64. DOI: [10.1016/j.matdes.2011.07.058](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.07.058).

The structure and mechanical properties of biomedical magnesium alloy Mg–1%Zn–0.2%Ca

© 2022

Gandzhina D. Khudododova^{*1,3}, engineer of the Science Research
Institute of Innovative Technologies and Materials

Olga B. Kulyasova^{2,4}, PhD (Engineering),

senior researcher of the Laboratory of Multifunctional Materials

Ruslan K. Nafikov^{1,5}, engineer of the Youth Research Laboratory
of the REC “Metals and Alloys under Extreme Impacts”

Rinat K. Islamgaliev^{1,6}, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics),
Professor, professor of Chair of Materials Science and Physics of Metals

¹Ufa State Aviation Technical University, Ufa (Russia)²Bashkir State University, Ufa (Russia)*E-mail: khudododova.gd@gmail.com³ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1273-8518>⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1761-336X>⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1280-6258>⁶ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6234-7363>

Received 14.04.2022

Accepted 10.06.2022

Abstract: It is known, that magnesium-based alloys are the appropriate materials to be used as biodegradable metals to produce new-generation medical implants. Magnesium can decompose in the human body during the healing process. If dissolution is controlled, there is no need in additional operation for implant removal after healing completion. Particularly, Mg–Zn–Ca alloys are considered the most appropriate biodegradable metal implants due to their biocompatibility. In the Mg–Zn–Ca alloys, the addition of Zn and Ca as alloying elements can improve the mechanical properties and increase the corrosion resistance compared to pure Mg without affecting biocompatibility. The work covers the study of the structure and mechanical properties of the magnesium Mg–1%Zn–0.2%Ca alloy after severe plastic deformation (SPD). The research of the structure was carried out using scanning and transmission electron microscopy. The study of mechanical properties was carried out by measuring microhardness and tension tests. The study shows that applying the equal channel angular pressing (ECAP) method and additional treatment with the severe plastic deformation (SPD) method to the Mg–1%Zn–0.2%Ca alloy leads to the formation of the ultra-fine grain (UFG) structure with the average grain size of less than 1 micron. The authors identified that, as a result of strong refinement of the magnesium alloy grain structure,

the ultimate strength increases twice up to 283 MPa compared to the homogenized state, when the ultimate strength is 125 MPa. At the same time, in the UFG state, the plasticity significantly decreases up to 3 %.

Keywords: Mg–1%Zn–0.2%Ca; ECAP; SPD; UFG structure; mechanical properties.

Acknowledgments: The work was supported by the Russian Science Foundation No. 20-63-47027. The experimental part was carried out with the use of the equipment of the “Nanotech” Core Facility Center of the FSBI HE “USATU”.

R.K. Nafikov expresses his gratitude to the Ministry of Science and Higher Education of the RF for financial support within the state assignment of the FSBI HE “USATU” (Agreement No. 075-03-2021-014/4).

The paper was written on the reports of the participants of the X International School of Physical Materials Science (SPM-2021), Togliatti, September 13–17, 2021.

For citation: Khudododova G.D., Kulyasova O.B., Nafikov R.K., Islamgaliev R.K. The structure and mechanical properties of biomedical magnesium alloy Mg–1%Zn–0.2%Ca. *Frontier Materials & Technologies*, 2022, no. 2, pp. 105–112. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-2-105-112.

Сравнительный анализ изменения структуры и свойств сплавов системы Al–Si, подвергнутых электровзрывному легированию

© 2022

Шлярова Юлия Андреевна^{*1}, аспирант кафедры естественнонаучных дисциплин им. проф. В.М. Финкеля
*Загуляев Дмитрий Валерьевич*², кандидат технических наук, доцент,
доцент кафедры естественнонаучных дисциплин им. проф. В.М. Финкеля
*Громов Виктор Евгеньевич*³, доктор физико-математических наук, профессор,
заведующий кафедрой естественнонаучных дисциплин им. В.М. Финкеля
Сибирский государственный индустриальный университет, Новокузнецк (Россия)

*E-mail: rubannikova96@mail.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5677-1427>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9859-8949>

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5147-5343>

Поступила в редакцию 17.08.2021

Принята к публикации 09.06.2022

Аннотация: В работе выполнен сравнительный анализ структуры и механических свойств (микротвердости) поверхностных слоев доэвтектического сплава Al–11Si и заэвтектического сплава Al–20Si, подвергнутых электровзрывному легированию (режим обработки: масса алюминиевой фольги – 58,9 мг; масса порошка Y_2O_3 – 88,3 мг; напряжение разряда – 2,6 кВ). В ходе исследований установлено, что исходная структура сплава Al–11Si преимущественно состоит из зерен твердого раствора Al. Вдоль границ и в стыках границ зерен алюминия располагаются зерна эвтектики. В сплаве Al–11Si размер зерен алюминия варьируется в пределах 25–100 мкм, а размер зерен эвтектики Al–Si изменяется в пределах 10–30 мкм. Сплав Al–20Si заэвтектического состава в исходном состоянии характеризуется наличием включений первичного кремния преимущественно пластинчатой формы. Размеры включений достигают 120 мкм. После электровзрывного легирования в сплаве Al–11Si выявлено формирование многослойной структуры, состоящей из высокопористого покрытия, неоднородного по толщине, слоя жидкофазного легирования и слоя термического влияния. Толщина модифицированного слоя для сплава Al–11Si изменяется в пределах 33–60 мкм, для сплава Al–20Si – в пределах 20–100 мкм. Значение микротвердости исходного доэвтектического сплава Al–11Si составило 64 HV_{0,05}, для заэвтектического сплава Al–20Si – 71 HV_{0,05}. Можно отметить, что микротвердость поверхностного слоя сплава Al–11Si превышает микротвердость исходного материала более чем в 2,5 раза. Для сплава Al–20Si аналогичная разница составляет более чем 2 раза. По мере увеличения расстояния от поверхности модифицирования микротвердость снижается и на глубине ≈90 мкм достигает значения исходного сплава.

Ключевые слова: заэвтектический сплав Al–20Si; доэвтектический сплав Al–11Si; Al–11Si; Al–20Si; оксид иттрия; электровзрывное легирование; микротвердость; силумины; кремний.

Благодарности: Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда (проект № 19-79-10059).

Статья подготовлена по материалам докладов участников X Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2021), Тольятти, 13–17 сентября 2021 года.

Для цитирования: Шлярова Ю.А., Загуляев Д.В., Громов В.Е. Сравнительный анализ изменения структуры и свойств сплавов системы Al–Si, подвергнутых электровзрывному легированию // *Frontier Materials and Technologies*. 2022. № 2. С. 113–120. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-2-113-120.

ВВЕДЕНИЕ

Конструкционные материалы с уникальными функциональными и физико-механическими свойствами (такими как легкость, пластичность, электропроводность, коррозионная стойкость, теплопроводность и др.) имеют множество промышленных применений, особенно в автомобильной, авиационной и аэрокосмической промышленности. К подобным материалам относятся сплавы системы Al–Si. Распространенность сплавов Al–Si диктуется в первую очередь требованиями различных производств, поскольку эти сплавы используются в качестве современных конструкционных материалов в автомобильной промышленности, авиа- и судостроении, в различных деталях и узлах железнодорожного транспорта, в нефтяной промышленности, строительстве и других отраслях [1; 2].

В настоящее время многие научные коллективы ведут работы по улучшению физических и механических характеристик сплавов. Добавление элементов Cr, Mo, V и W в заэвтектический сплав Al–Si приводит к изменению микроструктуры и механических свойств [3]. Добавление относительно небольшого количества тугоплавких добавок в сплав, например 0,1 % Cr, принципиально не изменяет процесс кристаллизации и микроструктуру. Большее количество тугоплавких добавок, например 0,2 % Cr, изменяет процесс кристаллизации. Он начинается с перитектической кристаллизации интерметаллических фаз, содержащих тугоплавкие добавки. После кристаллизации интерметаллических фаз α -(Al) дендриты выпадают в осадок. Затем жидкий металл кристаллизуется в виде пластинчатой тройной эвтектики (α +AlFeSi+ β). Из остаточной жидкости образуется четвертичная эвтектика (α +Al₂Cu+AlSiCuFeMnMgNiX+ β).

Дальнейшее увеличение количества тугоплавких добавок принципиально не меняет процесс кристаллизации сплава. Максимальные размеры интерметаллидов не превышают 10 мкм. Таким образом, кристаллизация сплавов Al-Si сопровождается уменьшением размера зерен, что вызывает значительное повышение их прочностных свойств.

Эффект модификации эвтектического кремния и механические свойства сплава Al-Si в работе [4] исследованы добавлением в него лигатур 0,5%Al-15La и 0,5%Mg-15La. Авторами установлено, что после добавления лигатуры 0,5%Al-15La морфология и размер эвтектического Si несколько изменились, но эффект неочевиден. Средняя длина эвтектического Si равнялась 6,04 мкм. При добавлении лигатуры 0,5%Mg-La морфология и размер эвтектического кремния значительно изменились. Длина эвтектического кремния составила 1,04 мкм. Механические свойства в литом состоянии: предел текучести (YS) – 205 МПа, предел прочности при растяжении (UTS) – 281 МПа, относительное удлинение (El) – 3,6 % соответственно. После добавления лигатуры 0,5%Mg-La механические свойства значительно улучшились: YS=262 МПа, UTS=350 МПа и El=5,5 %.

В исследовании [5] покрытие Al-Si/Al₂O₃ наносилось на подложку из магниевых сплавов AZ91D с помощью новой технологии лазерно-плазменного гибридного напыления. В работе изучено влияние мощности лазера на структуру и свойства покрытия. Показано, что переходный слой Al-Si значительно улучшил адгезию между покрытием и подложкой. С увеличением мощности лазера несплавленные частицы в покрытии уменьшались, и покрытие становилось более компактным. Прочность сцепления покрытия составила 25,62 МПа, максимальная твердость – 4,61 ГПа. Коррозионная стойкость покрытия может превышать 900 ч при нейтральном солевом напылении.

В исследовании [6] представлено подробное исследование микроструктуры сплава Al-11,28Si, нанесенного методом лазерного напыления. Процесс лазерного прямого осаждения металла использовался для создания твердых тонкостенных образцов с использованием предварительно легированного порошка Al4047. Наблюдение за микроструктурой показало, что морфология и размер микроструктур в разных участках образца различаются. На каждом слое наблюдался периодический переход морфологии микроструктуры от столбчатого дендрита к микроклеточной структуре.

В [7] установлено, что при постоянном градиенте температуры и различных скоростях роста (8,3–166,0 мкм/с) микроструктура, микротвердость и предел прочности затвердевших образцов Al-Si-X изменяются в зависимости от легирующих элементов (Cu, Co, Ni, Sb и Vi).

Авторы [8] исследовали влияние легирования (Cr и Zr) на микроструктуру сплава Al-Zn-Mg-Cu. Среди микроструктурных изменений отмечены изменения размера, структуры зерна и распределения частиц второй фазы. Были исследованы частицы второй фазы в трех размерных диапазонах: (1) крупные нерастворимые частицы с участием Fe на различных уровнях; (2) более мелкие промежуточные частицы с участием Cr или Zr; (3) мелкие частицы Cr или Zr, различающиеся по размеру. Использование высокотемпературных

длительных методов гомогенизации для получения грубых промежуточных частиц также привело к перекристаллизации и росту зерен, особенно в сплаве Al-Zn-Mg-Cu, содержащем Zr.

В работе [9] методом микродугового оксидирования (МДО) на алюминиевые сплавы 5056 и 7075 были нанесены керамические покрытия. Покрытие на сплаве 5056 имело однофазную структуру γ -Al₂O₃, покрытие на сплаве 7075 – двухфазную структуру γ -Al₂O₃+ α -Al₂O₃. Было установлено, что стойкость МДО-покрытий к кавитационной эрозии зависит от степени сплошности микроструктуры, выражающейся в меньшей вариации коэффициента трения. МДО-покрытие с двухфазной структурой имеет более высокую кавитационно-эрозионную стойкость, чем покрытие с однофазной структурой, несмотря на более высокие остаточные напряжения. Рентгенофазовые исследования показали, что под действием кавитационной нагрузки в МДО-покрытии с двухфазной структурой возможно превращение γ -Al₂O₃→ α -Al₂O₃, что может способствовать повышению кавитационной эрозионной стойкости покрытия за счет того, что часть энергии взрывающихся кавитационных пузырьков расходуется на фазовое превращение.

Покрытия на поверхности материалов получают различными методами. Электронно-лучевая обработка сплава Ti₃Al₄V приводит к увеличению шероховатости поверхности [10]. Твердость подложек Ti₃Al₄V после процесса электронно-лучевой обработки возрастает из-за трансформации α + β эвтектики в α' -мартенситную микроструктуру, что происходит за счет высокой скорости охлаждения после процесса плавления. Лазерная наплавка приводит к уменьшению размера зерна [11; 12]. Между подложкой и покрытиями образуются металлургическая связь, а твердость и электрохимическая коррозионная стойкость покрытий значительно улучшаются. Для нанесения покрытий используют также плазменное напыление [13], контактное плавление [14; 15] и комбинированные методы – электролитическое осаждение с термообработкой и электроискровое осаждение с лазерной обработкой [16; 17].

В настоящее время для нанесения композиционных покрытий используется перспективный метод – электровзрывное легирование, позволяющее формировать композитные покрытия с разной структурой. Авторы [18; 19] сформировали композиционные покрытия, состоящие из несмешивающихся компонентов систем TiB₂-Cu, W-Cu и Mo-Cu с максимально возможным содержанием тугоплавкого компонента для применения этих покрытий в силовых электрических контактах. Толщина покрытий системы TiB₂-Cu составляет 90–100 мкм, в случае Mo-Cu – 20–25 мкм, в случае W-Cu – 10–30 мкм. Установлено, что структура всех композиционных покрытий на медной основе дисперсно-упрочненная. При нанесении покрытий из всех трех порошковых систем в приграничном слое подложки с покрытием развиваются термические и деформационные процессы, сопровождающиеся образованием пор и следов скольжения. Наименьшее тепловое воздействие на подложку оказывается при образовании покрытия Cu-Mo, максимальное – при образовании покрытия Cu-W.

Исследования в области модифицирования поверхности показывают, что различные способы ее обработки оказывают значительный эффект на физико-механические

свойства и формирование рельефа поверхности. Электровзрывное легирование позволяет осуществлять легирование как простыми металлами, так и сложными соединениями – карбидами, оксидами, боридами и т. д., обеспечивая высокий уровень эксплуатационных свойств поверхности. Кроме того, данный способ модификации дает возможность контролировать и регулировать количество подводимой энергии к обрабатываемой поверхности, проводить обработку локально (только в тех местах, которые непосредственно подвергаются разрушению в процессе эксплуатации), обладает малыми коэффициентами отражения энергии, сверхвысокими скоростями нагрева и охлаждения поверхностного слоя.

Цель исследования – анализ изменения структуры и механических свойств (микротвердости) поверхностного слоя сплавов доэвтектического (Al–11Si) и заэвтектического (Al–20Si) составов, подвергнутых электровзрывному легированию.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве материала исследований были использованы следующие образцы: поршневой доэвтектический сплав Al–11Si производства ОАО «РУСАЛ» (поставлялся в чушках) и заэвтектический сплав Al–20Si, выплавлявшийся в закрытой лабораторной печи сопротивления СШОЛ в Сибирском государственном индустриальном университете. Образцы имели размеры $20 \times 20 \times 10$ мм³. По результатам рентгеноспектрального анализа (прибором Shimadzu XRF-01800) был определен химический состав материалов (таблица 1).

На подложки из доэвтектического сплава Al–11Si и заэвтектического сплава Al–20Si электровзрывным легированием было нанесено покрытие. Использовалась лабораторная разрядно-импульсная электровзрывная установка ЭВУ 60/10 [20].

В качестве материала взрываемых проводников были использованы алюминиевые фольги, в качестве порошковой навески выступал Y_2O_3 . Обработка производилась по следующему оптимальному режиму: масса алюминиевой фольги – 58,9 мг; масса порошка Y_2O_3 – 88,3 мг; напряжение разряда – 2,6 кВ.

Напыление проводили в вакууме по следующей технологии: на алюминиевую фольгу, зажатую между двумя коаксиальными электродами, помещали навеску порошка Y_2O_3 . Далее через вакуумный разрядник на нее подавалось напряжение. Под воздействием электрического тока большой плотности происходил взрыв проводника. Продукты взрыва, которые состояли из плазменного компонента, включающего частицы Al и Y_2O_3 различной дисперсности, устремлялись по технологической камере к образцу и осаждались на нем с проплавлением поверхностных слоев материала. Таким образом на поверхности обрабатываемых образцов формировалось многофазное и многокомпонентное покрытие.

С помощью оптического микроскопа Olympus GX51 исследовалась микроструктура сплавов в исходном состоянии и после модификации поверхности. Для исследования материала с помощью металлографии образцы подготавливались следующим образом: образец вырезался, шлифовался, полировался, протравливался. Для создания оптического контраста образцы химически

травлились раствором, содержащим 72 % H_2O , 21 % HF и 7 % HCl. Для оценки механических свойств поверхностных слоев в работе использовали один из наиболее точных и чувствительных методов – измерение микротвердости. Исследования осуществлялись на микротвердомере HVS-1000, оснащенном автоматическим устройством приложения нагрузки и вводом изображений полученных отпечатков в компьютер. Масса нагрузки, действующая на пирамиду, составляла HV0,05 (50 г). Продолжительность выдержки под нагрузкой равнялась 10 с. Измерение микротвердости проводили на поперечном шлифе образца, подвергнутого модификации, и на разных расстояниях от него.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Перед проведением электровзрывного легирования была исследована структура материалов в исходном состоянии. Металлографический анализ структуры доэвтектического сплава Al–11Si показал, что материал преимущественно состоит из зерен твердого раствора Al (рис. 1, область 1). Вдоль границ зерен и в стыках границ зерен алюминия располагаются зерна эвтектики (рис. 1, область 2). Размер зерен алюминия варьируется в пределах 25–100 мкм, размер зерен эвтектики Al–Si изменяется в пределах 10–30 мкм.

Согласно диаграмме состояния системы Al–Si сплавы, содержащие более 13 % Si и состоящие из первичных кристаллов кремния, интерметаллидов и эвтектики, относятся к заэвтектическим¹. Такие сплавы имеют грубую игольчатую структуру, состоящую из эвтектики (α -Si) и первичных кристаллов кремния. Методом оптической микроскопии было обнаружено, что структура сплава Al–20Si заэвтектического состава в исходном состоянии характеризуется наличием включений первичного кремния (размером до 120 мкм) преимущественно пластинчатой формы (рис. 2, область 1). Наряду с пластинами кремния выявляется эвтектика (рис. 2, область 2). Недостатком заэвтектического сплава системы Al–Si в литом состоянии является наличие пор микронных и субмикронных размеров (рис. 2, область 3).

Изображение структуры сплавов после электровзрывного легирования представлено на рис. 3. При анализе структуры сплава Al–11Si методом оптической микроскопии выявлено формирование многослойной структуры, состоящей из высокопористого покрытия, неоднородного по толщине (1), слоя жидкофазного легирования (2) и слоя термического влияния (3) (рис. 3 а). В структуре сплава Al–20Si обнаружено отсутствие слоя жидкофазного легирования (2) и слоя термического влияния (3). Для доэвтектического сплава Al–11Si толщина модифицированного слоя изменяется в пределах 33–60 мкм, а для сплава заэвтектического состава Al–20Si она составляет 20–100 мкм.

В таблице 2 представлены результаты испытаний на микротвердость образцов, подвергнутых электровзрывному легированию как в напыленном слое, так и в подложке на различных расстояниях от поверхности обработки.

¹ Диаграммы состояния двойных металлических систем: в 3 т. Т. 1 / под общ. ред. Н.П. Лякишева. М.: Машиностроение, 1996. 992 с.

Таблица 1. Химический состав сплавов Al-11Si и Al-20Si
Table 1. Chemical composition of Al-11Si and Al-20Si alloys

Сплав	Al	Si	Fe	Cu	Mg	Mn	Ni	Ti	Cr
Al-11Si	84,88	11,10	0,25	2,19	0,58	0,02	0,92	0,05	0,01
Al-20Si	78,52	20,28	1,14	0,072	–	0,015	0,06	0,06	0,001

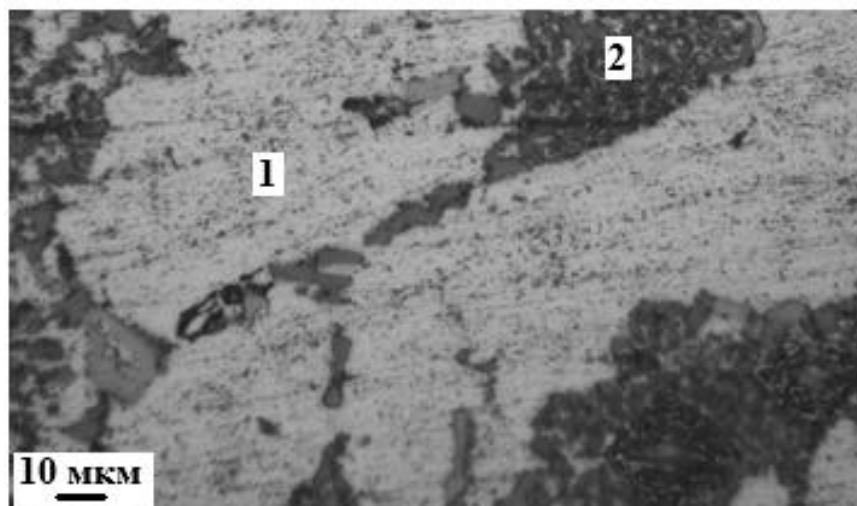


Рис. 1. Структура сплава Al-11Si, выявленная методами оптической микроскопии
Fig. 1. The structure of Al-11Si alloy identified by the optical microscopy methods

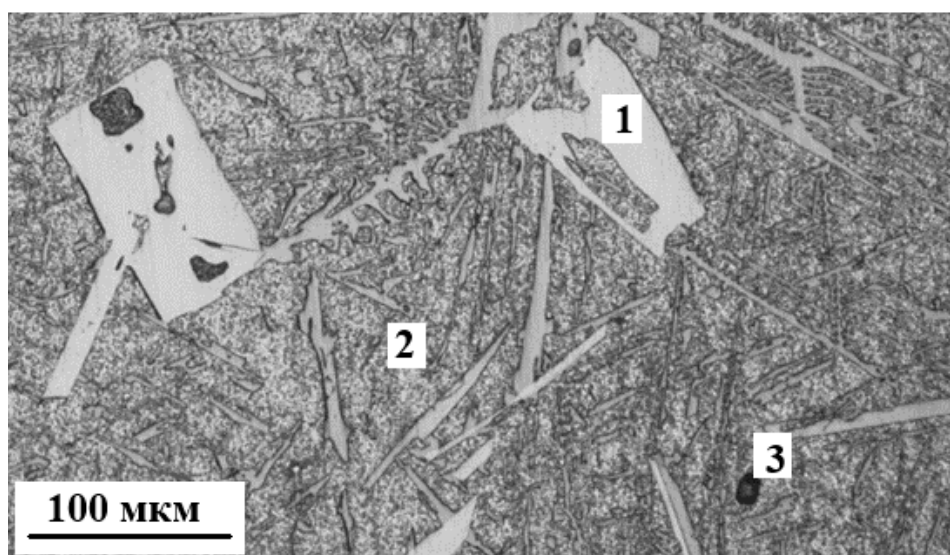


Рис. 2. Структура сплава Al-20Si в исходном состоянии
Fig. 2. The structure of Al-20Si alloy in the initial state

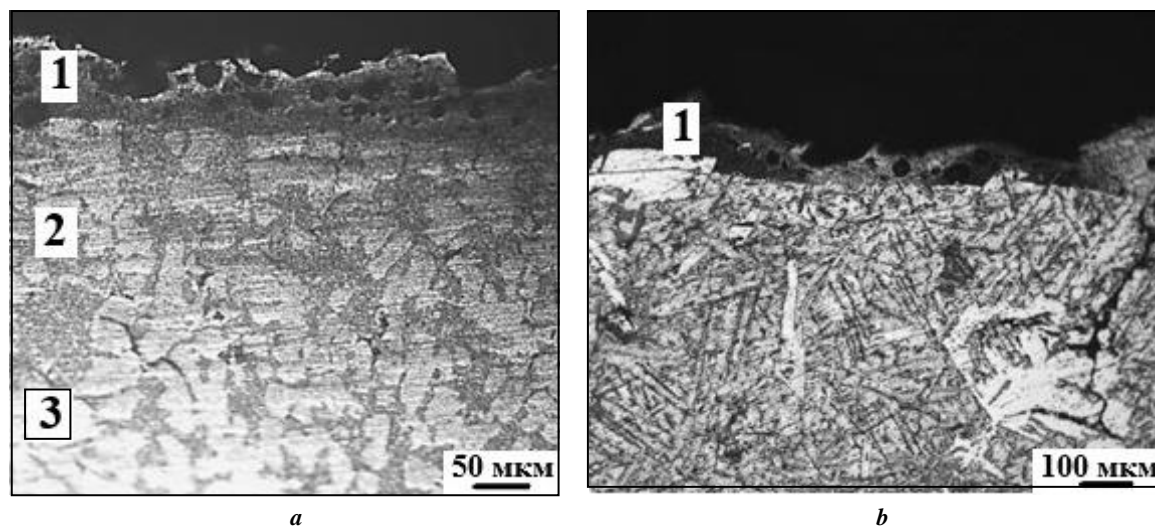


Рис. 3. Оптическая микроскопия профиля поверхности образцов сплавов Al–11Si (а) и Al–20Si (b)
 Fig. 3. Optical microscopy of a surface profile of specimens of Al–11Si (a) and Al–20Si (b) alloys

Таблица 2. Микротвердость образцов, подвергнутых электровзрывному легированию, в исходном состоянии, в покрытии и на различных расстояниях от покрытия, HV
 Table 2. Microhardness of specimens exposed to electroexplosive alloying, in the initial state, in a coating, and at different distances from the coating, HV

Сплав	Исходное состояние	Покрытие	Расстояние от покрытия, мкм		
			50	70	90
Al–11Si	64	161	67	68	66
Al–20Si	71	143	78	75	72

Анализ данных таблицы 2 показал, что значения микротвердости модифицированных образцов увеличиваются по мере приближения к напыленному слою. Установлено, что в зоне легирования микротвердость модифицированных образцов больше, чем на расстоянии в 90 и 70 мкм от края подложки.

Анализ рис. 4 показал, что микротвердость поверхностного слоя сплава Al–11Si превышает микротвердость исходного материала более чем в 2,5 раза, а для Al–20Si аналогичная разница составляет более чем 2 раза. По мере увеличения расстояния от поверхности модифицирования микротвердость снижается и на глубине ≈ 90 мкм достигает микротвердости исходного силумина.

Таким образом, электровзрывное легирование оксидом иттрия на поверхность сплавов как доэвтектического, так и заэвтектического состава приводит к формированию многослойной структуры, состоящей из высокопористого покрытия, отличающегося повышенной микротвердостью.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

На основании представленных результатов исследования структуры силуминов после электровзрывного легирования можно сделать вывод, что в сплаве Al–20Si

отсутствуют слои жидкофазного легирования и термического влияния. Это связано с наличием первичных частиц кремния, присутствующих в сплаве Al–20Si, которые полностью не проплавляются во время электровзрывного легирования. Можно констатировать, что изменения структуры поверхностного слоя, происходящие в результате электровзрывного легирования сплавов Al–11Si и Al–20Si, и являются факторами, приводящими к значительному увеличению микротвердости поверхности. Увеличение микротвердости может быть обусловлено концентрацией порошка оксида иттрия, внесенного в поверхностный слой силуминов при электровзрывном легировании.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

1. Установлено, что исходная структура сплава Al–20Si в исходном состоянии характеризуется наличием включений (размером до 120 мкм) первичного кремния преимущественно пластинчатой формы, эвтектикой, также присутствуют поры микронных и субмикронных размеров.

2. Установлено, что в сплаве Al–20Si присутствуют включения (размером до 120 мкм) первичного кремния

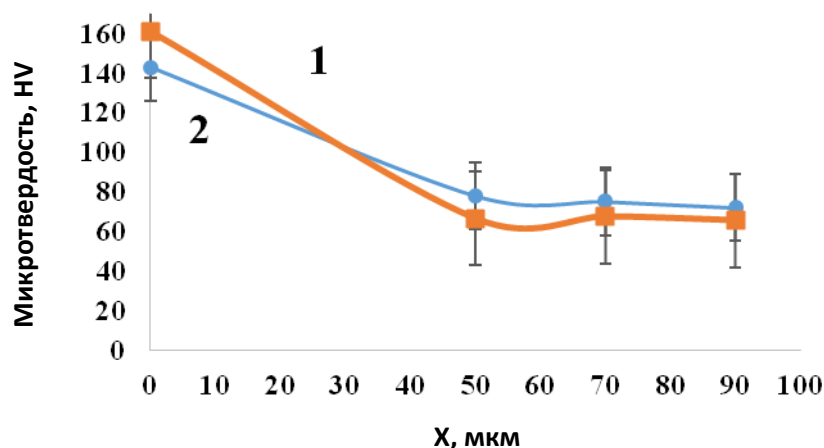


Рис. 4. Профиль микротвердости силумина после электровзрывного легирования.

Кривая 1 – Al-11Si; кривая 2 – Al-20Si

Fig. 4. Silumin microhardness profile after electroexplosive alloying.

Curve 1 – Al-11Si; curve 2 – Al-20Si

преимущественно пластинчатой формы, и выявляется эвтектика.

3. Установлено, что электровзрывное легирование системой Al-Y₂O₃ приводит к повышению микротвердости поверхностного слоя сплава Al-11Si более чем в 2,5 раза, а в случае сплава Al-20Si – более чем в 2 раза.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Sigworth G.K., Campbell J., Jorstad J. The modification of Al-Si casting alloys: important practical and theoretical aspects // International Journal of Metalcasting. 2009. Vol. 3. № 1. P. 65–78. DOI: [10.1007/BF03355442](https://doi.org/10.1007/BF03355442).
2. Kaufman J.G., Rooy E.L. Aluminum Alloy Castings: Properties, Processes, and Applications. 2004. 340 p.
3. Regulski K., Wilk-Kołodziejczyk D., Szymczak T., Gumienny G., Pirowski Z., Jaśkowicz K., Kluska-Nawarecka S. Data Mining Methods for Prediction of Multi-Component Al-Si Alloy Properties Based on Cooling Curves // Journal of Materials Engineering and Performance. 2019. Vol. 28. № 12. P. 7431–7444. DOI: [10.1007/s11665-019-04442-z](https://doi.org/10.1007/s11665-019-04442-z).
4. Jiang B., Ji Z., Hu M., Xu H., Xu S. A novel modifier on eutectic Si and mechanical properties of Al-Si alloy // Materials Letters. 2019. Vol. 239. P. 13–16. DOI: [10.1016/j.matlet.2018.12.045](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2018.12.045).
5. Qian J., Yin Y., Li T., Hu X., Wang C., Li S. Structure, micro-hardness and corrosion behavior of the Al-Si/Al₂O₃ coatings prepared by laser plasma hybrid spraying on magnesium alloy // Vacuum. 2015. Vol. 117. P. 55–59. DOI: [10.1016/j.vacuum.2015.04.005](https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2015.04.005).
6. Dinda G.P., Dasgupta A.K., Mazumder J. Evolution of microstructure in laser deposited Al-11.28%Si alloy // Surface and Coatings Technology. 2012. Vol. 206. № 8-9. P. 2152–2160. DOI: [10.1016/j.surfcoat.2011.09.051](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2011.09.051).
7. Kaya H., Aker A. Effect of alloying elements and growth rates on microstructure and mechanical properties in the directionally solidified Al-Si-X alloys // Journal of Alloys and Compounds. 2017. Vol. 694. P. 145–154. DOI: [10.1016/j.jallcom.2016.09.199](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.09.199).
8. Thompson D.S., Zinkham R.E. The effects of alloying and processing on the fracture characteristics of aluminum sheet // Engineering Fracture Mechanics. 1975. Vol. 7. № 3. P. 389–409. DOI: [10.1016/0013-7944\(75\)90040-5](https://doi.org/10.1016/0013-7944(75)90040-5).
9. Szkodo M., Stanisławska A., Komarov A., Bolewski Ł. Effect of MAO coatings on cavitation erosion and tribological properties of 5056 and 7075 aluminum alloys // Wear. 2021. Vol. 474–475. Article number 203709. DOI: [10.1016/j.wear.2021.203709](https://doi.org/10.1016/j.wear.2021.203709).
10. Petrov P., Dechev D., Ivanov N., Hikov T., Valkov S., Nikolova M., Yankov E., Parshorov S., Bezdushnyi R., Andreeva A. Study of the influence of electron beam treatment of Ti5Al4V substrate on the mechanical properties and surface topography of multilayer TiN/TiO₂ coatings // Vacuum. 2018. Vol. 154. P. 264–271. DOI: [10.1016/j.vacuum.2018.05.026](https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2018.05.026).
11. Yang J., Bai B., Ke H., Cui Z., Liu Z., Zhou Z., Xu H., Xiao J., Liu Q., Li H. Effect of metallurgical behavior on microstructure and properties of FeCrMoMn coatings prepared by high-speed laser cladding // Optics and Laser Technology. 2021. Vol. 144. Article number 107431. DOI: [10.1016/j.optlastec.2021.107431](https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2021.107431).
12. Park C.W., Adomako N.K., Lee M.G., Kim J.H., Kim J.H. Interfacial structure and pore formation mechanism during laser cladding of pure vanadium on Ti-6Al-4V alloy // International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. 2021. Vol. 101. Article number 105671. DOI: [10.1016/j.IJRMHM.2021.105671](https://doi.org/10.1016/j.IJRMHM.2021.105671).
13. Cui Y.-H., Guo M.-Y., Shao Y.-H., Yang Y., Ma Y.-D., Sun W.-W., Dong Y.-C., Yan D.-R. Effects of SiC on microstructure and properties of plasma sprayed ZrB₂-ZrC composite coating // Ceramics International. 2021. Vol. 47. № 9. P. 12753–12761. DOI: [10.1016/j.ceramint.2021.01.135](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.01.135).
14. Шморгунов В.Г., Гуревич Л.М., Слаутин О.В., Арисова В.Н., Евстропов Д.А. Формирование покрытий

- на основе купридов титана на поверхности меди при контактном плавлении // *Металлург.* 2015. № 10. С. 88–92.
15. Шморгун В.Г., Слаутин О.В., Евстропов Д.А. Влияние режимов контактного плавления на структуру и свойства покрытий системы медь - титан // *Металлург.* 2016. № 6. С. 83–86.
 16. Радюк А.Г., Титлянов А.Е., Украинцев А.Е. Формирование диффузионных слоев на поверхности меди и ее сплавов // *Цветные металлы.* 2007. № 5. С. 95–97.
 17. Radek N. Experimental investigations of the Cu-Mo and Cu-Ti electro-spark coatings modified by laser beam // *Advances in Manufacturing Science and Technology.* 2008. Vol. 32. P. 53–68.
 18. Romanov D.A., Gromov V.E., Glezer A.M., Panin S.V., Semin A.P. Structure of electro-explosion resistant coatings consisting of immiscible components // *Materials Letters.* 2017. Vol. 188. P. 25–28. DOI: [10.1016/j.matlet.2016.10.076](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2016.10.076).
 19. Панин В.Е., Громов В.Е., Романов Д.А., Будовских Е.А., Панин С.В. Физические основы структурообразования в электровзрывных покрытиях // *Доклады Академии наук.* 2017. Т. 472. № 6. С. 650–653. DOI: [10.7868/S086956521706010X](https://doi.org/10.7868/S086956521706010X).
 20. Романов Д.А., Будовских Е.А., Жмакин Ю.Д., Громов В.Е. Опыт и перспективы использования электровзрывной установки ЭВУ 60/10 для модификации поверхности материалов // *Известия высших учебных заведений. Черная металлургия.* 2011. № 6. С. 20–23.
- REFERENCES**
1. Sigworth G.K., Campbell J., Jorstad J. The modification of Al-Si casting alloys: important practical and theoretical aspects. *International Journal of Metalcasting*, 2009, vol. 3, no. 1, pp. 65–78. DOI: [10.1007/BF03355442](https://doi.org/10.1007/BF03355442).
 2. Kaufman J.G., Rooy E.L. *Aluminum Alloy Castings: Properties, Processes, and Applications.* 2004. 340 p.
 3. Regulski K., Wilk-Kołodziejczyk D., Szymczak T., Gumienny G., Pirowski Z., Jaśkowiec K., Kluska-Nawarecka S. Data Mining Methods for Prediction of Multi-Component Al–Si Alloy Properties Based on Cooling Curves. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2019, vol. 28, no. 12, pp. 7431–7444. DOI: [10.1007/s11665-019-04442-z](https://doi.org/10.1007/s11665-019-04442-z).
 4. Jiang B., Ji Z., Hu M., Xu H., Xu S. A novel modifier on eutectic Si and mechanical properties of Al–Si alloy. *Materials Letters*, 2019, vol. 239, pp. 13–16. DOI: [10.1016/j.matlet.2018.12.045](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2018.12.045).
 5. Qian J., Yin Y., Li T., Hu X., Wang C., Li S. Structure, micro-hardness and corrosion behavior of the Al–Si/Al₂O₃ coatings prepared by laser plasma hybrid spraying on magnesium alloy. *Vacuum*, 2015, vol. 117, pp. 55–59. DOI: [10.1016/j.vacuum.2015.04.005](https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2015.04.005).
 6. Dinda G.P., Dasgupta A.K., Mazumder J. Evolution of microstructure in laser deposited Al–11.28%Si alloy. *Surface and Coatings Technology*, 2012, vol. 206, no. 8–9, pp. 2152–2160. DOI: [10.1016/j.surfcoat.2011.09.051](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2011.09.051).
 7. Kaya H., Aker A. Effect of alloying elements and growth rates on microstructure and mechanical properties in the directionally solidified Al–Si–X alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 2017, vol. 694, pp. 145–154. DOI: [10.1016/j.jallcom.2016.09.199](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.09.199).
 8. Thompson D.S., Zinkham R.E. The effects of alloying and processing on the fracture characteristics of aluminum sheet. *Engineering Fracture Mechanics*, 1975, vol. 7, no. 3, pp. 389–409. DOI: [10.1016/0013-7944\(75\)90040-5](https://doi.org/10.1016/0013-7944(75)90040-5).
 9. Szkodo M., Stanisławska A., Komarov A., Bolewski Ł. Effect of MAO coatings on cavitation erosion and tribological properties of 5056 and 7075 aluminum alloys. *Wear*, 2021, vol. 474–475, article number 203709. DOI: [10.1016/j.wear.2021.203709](https://doi.org/10.1016/j.wear.2021.203709).
 10. Petrov P., Dechev D., Ivanov N., Hikov T., Valkov S., Nikolova M., Yankov E., Parshorov S., Bezdushnyi R., Andreeva A. Study of the influence of electron beam treatment of Ti5Al4V substrate on the mechanical properties and surface topography of multilayer TiN/TiO₂ coatings. *Vacuum*, 2018, vol. 154, pp. 264–271. DOI: [10.1016/j.vacuum.2018.05.026](https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2018.05.026).
 11. Yang J., Bai B., Ke H., Cui Z., Liu Z., Zhou Z., Xu H., Xiao J., Liu Q., Li H. Effect of metallurgical behavior on microstructure and properties of FeCrMoMn coatings prepared by high-speed laser cladding. *Optics and Laser Technology*, 2021, vol. 144, article number 107431. DOI: [10.1016/j.optlastec.2021.107431](https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2021.107431).
 12. Park C.W., Adomako N.K., Lee M.G., Kim J.H., Kim J.H. Interfacial structure and pore formation mechanism during laser cladding of pure vanadium on Ti-6Al-4V alloy. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 2021, vol. 101, article number 105671. DOI: [10.1016/J.IJRMHM.2021.105671](https://doi.org/10.1016/J.IJRMHM.2021.105671).
 13. Cui Y.-H., Guo M.-Y., Shao Y.-H., Yang Y., Ma Y.-D., Sun W.-W., Dong Y.-C., Yan D.-R. Effects of SiC on microstructure and properties of plasma sprayed ZrB₂–ZrC composite coating. *Ceramics International*, 2021, vol. 47, no. 9, pp. 12753–12761. DOI: [10.1016/j.ceramint.2021.01.135](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.01.135).
 14. Shmorgun V.G., Gurevich L.M., Slautin O.V., Arisova V.N., Evstropov D.A. Formation of Ti-Cu-Based Intermetallic Coatings on the Surface of Copper During Contact Melting. *Metallurg*, 2015, no. 10, pp. 88–92.
 15. Shmorgun V.G., Slautin O.V., Evstropov D.A. Influence of contact melting modes on structure and properties of coatings of copper - titanium system. *Metallurg*, 2016, no. 6, pp. 83–86.
 16. Radyuk A.G., Titlyanov A.E., Ukraintsev A.E. Forming of diffusion layers on the surface of copper and its alloys. *Tsvetnye metally*, 2007, no. 5, pp. 95–97.
 17. Radek N. Experimental investigations of the Cu-Mo and Cu-Ti electro-spark coatings modified by laser beam. *Advances in Manufacturing Science and Technology*, 2008, vol. 32, pp. 53–68.
 18. Romanov D.A., Gromov V.E., Glezer A.M., Panin S.V., Semin A.P. Structure of electro-explosion resistant coatings consisting of immiscible components. *Materials Letters*, 2017, vol. 188, pp. 25–28. DOI: [10.1016/j.matlet.2016.10.076](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2016.10.076).

19. Panin V.E., Gromov V.E., Romanov D.A., Budovskikh E.A., Panin S.V. The physical basics of structure formation in electroexplosive coatings. *Doklady Akademii nauk*, 2017, vol. 472, no. 6, pp. 650–653. DOI: [10.7868/S086956521706010X](https://doi.org/10.7868/S086956521706010X).
20. Romanov D.A., Budovskikh E.A., Zhmakin Y.D., Gromov V.E. Surface modification by the EVU 60/10 electroexplosive system. *Steel in Translation*, 2011, vol. 41, no. 6, pp. 464–468.

The comparative analysis of change in the structure and properties of Al–Si system alloys exposed to electroexplosive alloying

© 2022

*Yuliya A. Shlyarova**¹, postgraduate student of Professor V.M. Finkel Chair of Natural Sciences
*Dmitry V. Zagulyaev*², PhD (Engineering), Associate Professor,
assistant professor of Professor V.M. Finkel Chair of Natural Sciences
*Viktor E. Gromov*³, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor,
Head of Professor V.M. Finkel Chair of Natural Sciences

Siberian State Industrial University, Novokuznetsk (Russia)

*E-mail: rubannikova96@mail.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5677-1427>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9859-8949>

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5147-5343>

Received 17.08.2021

Accepted 09.06.2022

Abstract: The paper presents the comparative analysis of the structure and mechanical properties (microhardness) of the surface layers of the hypoeutectic Al–11Si alloy and hypereutectic Al–20Si alloy exposed to electroexplosive alloying (treatment mode: aluminum foil mass is 58.9 mg; Y₂O₃ powder mass is 88.3 mg; the discharge voltage is 2.6 kV). During the research, the authors identified that the Al–11Si alloy initial structure mainly consists of the Al solid solution grains. Eutectic grains are located along the grain boundaries and at the joints of aluminum grain boundaries. In the Al–11Si alloy, the aluminum grain size varies from 25 μm to 100 μm, and the Al–Si eutectic grain size varies within 10–30 μm. The hypereutectic composition Al–20Si alloy in the initial state is characterized by the presence of primary silicon inclusions predominantly of a plate-like shape. The sizes of these inclusions reach 120 μm. After electroexplosive alloying, in the Al–11Si alloy, the author identified the formation of a multilayer structure consisting of a highly-porous coating irregular in thickness, a liquid-phase alloying layer, and a heat-affected layer. The modified layer thickness for the Al–11Si alloy varies in the range of 33–60 μm, and for the Al–20Si alloy, the modified layer thickness varies within 20–100 μm. The microhardness value of the initial hypoeutectic Al–11Si alloy was 64 HV0.05, for the hypereutectic Al–20Si alloy – 71 HV0.05. It can be noted that the microhardness of the Al–11Si alloy surface layer exceeds the initial material microhardness more than 2.5 times. In the Al–20Si alloy, the surface layer microhardness exceeds the one of the initial material more than twice. With the increase of the distance from the modification surface, the microhardness decreases and reaches the initial alloy value at the depth of ≈90 μm.

Keywords: hypereutectic Al–20Si alloy; hypoeutectic Al–11Si alloy; Al–11Si; Al–20Si; yttrium oxide; electroexplosive alloying; microhardness; silumins; silicon.

Acknowledgments: The work was supported by the Russian Science Foundation (project No. 19-79-10059).

The paper was written on the reports of the participants of the X International School of Physical Materials Science (SPM-2021), Togliatti, September 13–17, 2021.

For citation: Shlyarova Yu.A., Zagulyaev D.V., Gromov V.E. The comparative analysis of change in the structure and properties of Al–Si system alloys exposed to electroexplosive alloying. *Frontier Materials & Technologies*, 2022, no. 2, pp. 113–120. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-2-113-120.

Исследование тепловыделений в наномодифицированных эластомерах при растяжении и кручении под действием электрического напряжения

© 2022

Щегольков Александр Викторович^{*1}, кандидат технических наук, доцент,
доцент кафедры «Техника и технологии производства нанопроductов»

*Щегольков Алексей Викторович*², аспирант кафедры «Техника и технологии производства нанопроductов»

*Земцова Наталия Викторовна*³, аспирант кафедры «Техника и технологии производства нанопроductов»
Тамбовский государственный технический университет, Тамбов (Россия)

*E-mail: Energynano@yandex.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4317-0689>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1838-3842>

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5274-6133>

Поступила в редакцию 08.11.2021

Принята к публикации 06.06.2022

Аннотация: Проведено исследование эластомеров, модифицированных углеродными нанотрубками (МУНТ) с массовой концентрацией от 1 до 8 масс. %. Исследованы режимы тепловыделений наномодифицированных эластомеров в диапазоне от 30 до 260 В (переменного электрического тока) при различном уровне растяжения и кручения. Для образцов эластомеров с концентрацией МУНТ от 1 до 5 масс. % в диапазоне питающего напряжения до 260 В не было процесса тепловыделения. Установлено, что тепловыделения при питании композитов эластомеров с МУНТ наблюдаются при массовой концентрации, равной 6 масс. % МУНТ, и напряжении питания 70 В. Максимальное значение напряжения для образца эластомера с 6 масс. % МУНТ доходит до 260 В. Увеличение концентрации до 7 масс. % приводит к повышению мощности тепловыделений и снижению предельного уровня питающего напряжения до 180 В, при этом начальное напряжение тепловыделений составляет 40 В. При концентрации, равной 8 масс. %, мощность увеличивается и предельное напряжение падает до 100 В, а начальное напряжение устанавливается на уровне 36 В. Выявлено, что при кручении эластомера на 360° формируются участки с повышенной температурой справа и в центральной зоне образца (49,5 °С). При кручении на 540° происходит увеличение температуры в месте сгиба до 50,2 °С. Увеличение угла скручивания до 1080° приводит к формированию участков с повышенной температурой около правого токоподводящего зажима. Стоит отметить возможность применения полученных образцов эластомеров с МУНТ в качестве чувствительных элементов датчиков деформации, что позволит получать информацию о физических и химических параметрах в соответствии с принципами измерения изменения электрического сопротивления, которое возникает при растягивании и кручении.

Ключевые слова: многослойные углеродные нанотрубки (МУНТ); эластомер; кремнийорганический компаунд; наномодифицированные эластомеры.

Благодарности: Работа выполнена при финансовой поддержке в рамках Соглашения № 10-МУ-20 о поддержке победившего проекта № 23-МУ-20 (02) областного конкурса «Гранты для поддержки прикладных исследований молодых ученых 2020 года».

Для цитирования: Щегольков А.В., Щегольков А.В., Земцова Н.В. Исследование тепловыделений в наномодифицированных эластомерах при растяжении и кручении под действием электрического напряжения // *Frontier Materials & Technologies*. 2022. № 2. С. 121–132. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-2-121-132.

ВВЕДЕНИЕ

Расширение функциональных возможностей электронных устройств в современной микроэлектронике связано с применением электропроводящих гибких материалов. Такие материалы могут использоваться в биомедицинской инженерии, а именно в мониторинге параметров сердцебиения и человеко-машинных интерфейсах. Новые наноматериалы и технологии nanoиндустрии улучшили возможности устройств гибкой электроники. Гибкая электроника базируется на устройствах, которые включают в себя электронные материалы, интегрированные на гибкой подложке. По сравнению с печатными платами на жесткой основе, гибкие электронные схемы обладают способностью механически изгибаться, скручиваться, сжиматься и растягиваться в результате использования эластичных материалов (подложки).

В качестве эластичных материалов могут быть использованы полимеры, относящиеся к классу эластомеров.

Эластомеры находят разнообразное применение, так как в них реализуются принципиально новые возможности, связанные с обратимым преобразованием внешнего механического воздействия – растяжения, сжатия и кручения в электрические сигналы, или импульсы [1; 2].

Датчики деформации (тензодатчики), основанные на использовании эластичных проводящих полимеров, позволяют получать информацию о физических и химических параметрах как объектов, так и окружающей среды. Тензодатчики работают на принципах измерения изменения электрического сопротивления или емкости, которое возникает при растяжении, сжатии и кручении. Примером тензодатчика является эластомер AgNWs [2], для которого растяжение вызывает проскальзывание наполнителей и разъединения между соседними проводящими наполнителями и приводит к потере перколяционной сети, влияющей на увеличение удельного сопротивления.

Электротермическое преобразование, присущее гибким электропроводящим полимерам [3; 4], может быть использовано для обогрева поверхностей со сложным рельефом. Электропроводящие сети в эластичных полимерных матрицах могут быть получены с использованием углеродных нанотрубок (УНТ) [5], графена [6] или оксида олова, легированного фтором ($\text{SnO}_2\text{:F}$ или FTO), с металлическими наноточками (Cr-nd, NiCr-nd и Ni-nd) [7]. В работе [8] было установлено, что свойства эпоксидной смолы, модифицированной УНТ, зависят от природы наполнителя УНТ, морфологии, распределения и взаимосвязей. С целью получения электрического нагревателя в работе [9] использовали графен и ПВС (поливиниловый спирт). Температура нагрева для ПВС с графеном достигала 60°C при напряжении 10 В за 180 с. Для получения гибкого нагревателя в работе [10] использовали полиуретановую матрицу. Однако большинство этих гибких нагревателей не растягивались [7], а полиуретановая матрица [10] демонстрировала снижение мощности нагрева при растяжении из-за разрушения проводящей сети. Фактически выбор проводящих наполнителей и полимерной матрицы имеет большое значение для обеспечения тензометрических свойств.

Графен является эффективным дисперсным электропроводящим материалом [11], способным улучшить электропроводность и теплопроводность полимеров [12], а также придать дополнительные функциональные свойства [13]. Главное преимущество графеновых материалов – их универсальность и многофункциональность. Устройства, основанные на графене или графеновых композитах, могут использоваться для многомерных измерений (например, деформации, температуры, давления и магнитного поля) [12]. В [14] были разработаны нанокомпозиты на основе оксида графита и натурального каучука по технологии предварительного смешивания, приводящей к коагуляции каучука, с ультразвуковым контролем и последующим применением двухвалковой прокатной мельницы, что существенно улучшило свойства проводящего композита.

Следует учитывать, что различные концентрации МУНТ (многослойных углеродных нанотрубок) также оказывают влияние на термическую стабильность нагревателей на основе наномодифицированных полимеров [15]. При растяжении полимеров, содержащих МУНТ, последние подвергаются механическому растяжению, что влияет на различные параметры наномодифицированных материалов [16].

Электронагреватели на основе кремнийорганических эластомеров, представленные в работах [17–19], обладают свойствами, обеспечивающими устойчивое тепловыделение при питании от источника постоянного тока с реализацией эффекта саморегулирования температуры. Влияние кручения с разными углами закручивания (от 0 до 900°) для наномодифицированного эластомера на значение его электропроводности исследовано в [20], где установлен скачкообразный характер изменения электропроводности. В работе [19] установлено, что использование МУНТ, синтезированных по CVD-технологии с применением катализатора $\text{Co-Mo/Al}_2\text{O}_3\text{-MgO}$, приводит как к повышению объемной электропроводности, так и к улучшению равномерности распределения температурного поля композита.

Практика использования гибких электронагревателей на основе полимеров, модифицированных УНТ, показана в работе [21]. В качестве объекта электронагрева была использована аккумуляторная батарея. Стоит учесть, что низкий уровень питающего напряжения (2 В) [21] делает применение таких нагревателей неэффективными из-за высокого значения тока, который потребует для увеличения мощности (в частности, для мощности, равной 100 Вт, значение силы тока составит 50 А), что может привести к выходу из строя как самого нагревателя, так и элементов токоподвода, а также к усиленному старению изоляции питающих проводов.

Цель работы – исследование тепловыделений в наномодифицированных эластомерах с концентрацией МУНТ от 1 до 8 масс. % при их питании от источника переменного электрического тока в диапазоне от 6 до 250 В при растяжении и кручении под действием электрического напряжения.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Порядок исследования

Исследование включало 4 этапа:

- 1) изготовление образцов электропроводящих наномодифицированных эластомеров с массовой концентрацией 1 до 8 масс. % (геометрические параметры: длина 100 мм, ширина 12 мм, толщина 1,5 мм);
- 2) исследование морфологии МУНТ с помощью СЭМ- и ПЭМ-методов и наномодифицированных эластомеров на рамановском микроскопе;
- 3) исследование электрофизических свойств наномодифицированных эластомеров с применением источников питания с возможностью регулировать напряжение;
- 4) исследование тепловыделений с помощью бесконтактного метода измерения температуры в электропроводящих наномодифицированных эластомерах при растяжении и кручении под действием электрического напряжения в диапазоне от 6 до 250 В.

Изготовление электропроводящих наномодифицированных эластомеров

В качестве полимерной матрицы эластомера использовали кремнийорганический компаунд «Силагерм 8030» (ООО «ЭЛЕМЕНТ 14», Москва, Россия). В качестве электропроводящей добавки в матрицу эластомера применялись МУНТ, синтезированные по CVD-технологии с применением катализатора $\text{Co-Mo/Al}_2\text{O}_3\text{-MgO}$.

Для удаления влаги из МУНТ перед введением в эластомер использовали вакуумный термощкаф «ВТШ-К52-250» при температуре 110°C .

Компонент (А) – кремнийорганический компаунд и МУНТ смешивали на верхнеприводной механической мешалке WiseStir HT 120DX (Корея) при 200 об/мин в течение 20 мин. Далее в смесь вводили второй компонент на основе платины (Pt), обеспечивающий полимеризацию (В), с последующим перемешиванием в течение 10 мин при температуре 22°C . Концентрация МУНТ в эластомере изменялась от 1 до 8 масс. % с шагом в 1 %. Длина образца эластомера с МУНТ 100 мм, ширина 12 мм, толщина 1,5 мм (рис. 1).



a



b

Рис. 1. Лабораторная установка для исследования растяжения и кручения наномодифицированного эластомера:

a – подвижные зажимы с электропроводящим наномодифицированным эластомером;

b – скрученные между собой три полоски эластомера с разъемным питанием

Fig. 1. Laboratory unit for the study of tension and torsion of nanomodified elastomer:

a – movable clamps with electrically conductive nanomodified elastomer;

b – three strips of elastomer with a split power supply twisted together

Обозначения эластомеров, модифицированных МУНТ, приведены в таблице 1.

Таблица 1. Обозначения эластомеров, модифицированных МУНТ

Table 1. Designations of MWCNT-modified elastomers

Массовое содержание МУНТ в эластомере, %	Обозначение эластомера на основе кремнийорганического компаунда
1	НКОК 1
2	НКОК 2
3	НКОК 3
4	НКОК 4
5	НКОК 5
6	НКОК 6
7	НКОК 7
8	НКОК 8

Методика исследования морфологии МУНТ и наномодифицированных эластомеров

Морфологию МУНТ исследовали с помощью микроскопа Hitachi H-800 (Hitachi, Япония) (СЭМ, ПЭМ). Картирование поверхности наномодифицированных эластомеров проводилось на рамановском микроскопе

DXR (Raman Microscope Thermo Scientific). Длина волны возбуждающего лазера составляла 532 нм.

Методика исследования электрофизических свойств образцов наномодифицированных эластомеров

В качестве источника питания использовался лабораторный автотрансформатор (ЛАТР) («Ресанта ЛАТР TDGC2-3», Москва, Россия), с помощью которого возможно изменять питающее напряжение в диапазоне от 0 до 260 В. Для измерения напряжения и значения силы тока использовался анализатор качества электрической энергии Fluke 43В (Fluke, Германия). Измерение удельной объемной электропроводности проводили по методике ГОСТ Р 50499-93 (МЭК 93-80) с помощью термометра Е6-3 с диапазоном измерения электрического сопротивления от 10 кОм до 10 ГОм. Для других диапазонов измерения электрического сопротивления использовали мультиметр UNIT 71E (UNIT, Китай).

Методика исследования температурного поля на поверхности образцов наномодифицированных эластомеров

Для исследования температурного поля был использован бесконтактный метод измерения с помощью тепловизора Testo-875-1 с оптическим объективом 32×23° (Testo, Германия) с выдержкой расстояния 10 см от образцов наномодифицированных эластомеров в затемненном помещении без доступа солнечных лучей. Температура наномодифицированных эластомеров измерялась двухканальным термометром Testo 992 (Testo, Германия), при этом определялась температура поверхности, и на основании полученных данных производилось

сравнение с температурой, фиксируемой тепловизором, после чего подбирался коэффициент излучения, используемый при дальнейших измерениях. Полученные тепловизионные снимки эластомеров анализировались с помощью программного обеспечения IRSoft v4.9 SP1.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Полученные для МУНТ с помощью СЭМ-снимки представлены на рис. 2.

На рис. 3 представлена осциллограмма тока и напряжения для наномодифицированного эластомера.

Сравнительный анализ результатов рамановского картирования поверхности наномодифицированных эластомеров представлен на рис. 4 а–f для концентраций МУНТ от 3 до 8 %.

На рис. 5 представлены термограммы поверхности наномодифицированных эластомеров с массовой кон-

центрацией МУНТ, равной 6 (рис. 5 а), 7 (рис. 5 б) и 8 % (рис. 5 с).

На рис. 6 и рис. 7 а, 7 б представлены тепловизионные снимки распределения температурного поля в эластомере в исходном состоянии (максимальная температура 50 °С), а также при растяжении и кручении. На рис. 6 а показан эластомер с МУНТ (6 масс. %) в свободном состоянии при подаче на него переменного напряжения, равного 180 В, с температурой 50 °С. При растяжении образца эластомера с МУНТ на 20 % от исходной длины (рис. 6 б) наблюдается снижение максимальной температуры на 3 °С (47 °С).

На рис. 8 показано, как изменяется температура у скрученных между собой трех полосок эластомера при растяжении. Растяжение эластомера с МУНТ на 20 % приводит к снижению температуры с 54,4 (рис. 8 а) до 44,7 °С (рис. 8 б).

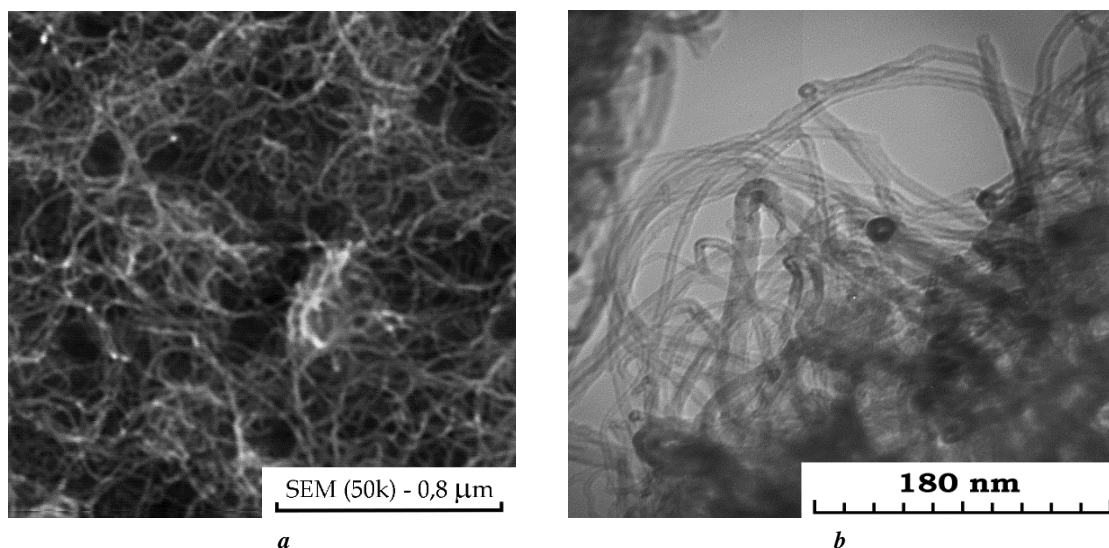


Рис. 2. СЭМ-изображения МУНТ:

а – МУНТ при разрешении 0,8 μm; б – МУНТ при разрешении 1,8 μm

Fig. 2. SEM images of MWCNT:

а – MWCNT at resolution of 0.8 μm; б – MWCNT at resolution of 1.8 μm

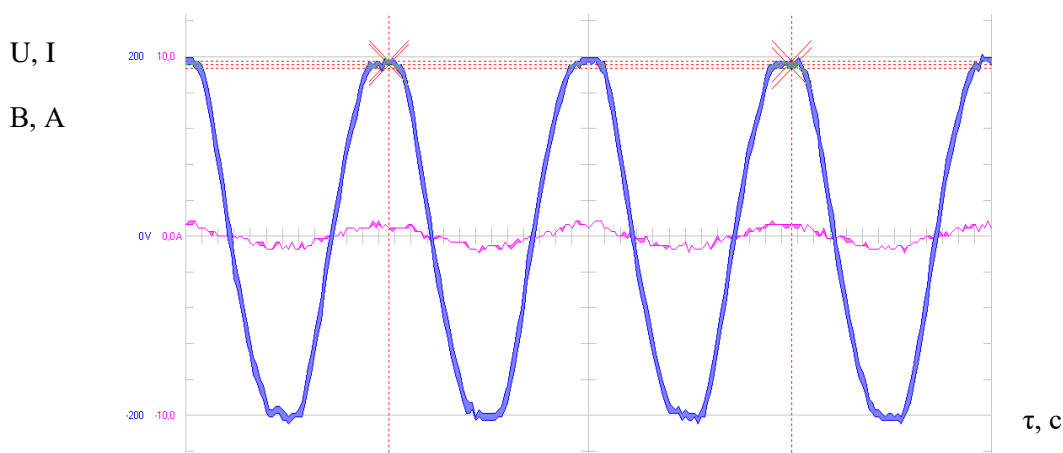


Рис. 3. Осциллограмма тока и напряжения для наномодифицированного эластомера
Fig. 3. Current and voltage oscillogram for a nanomodified elastomer

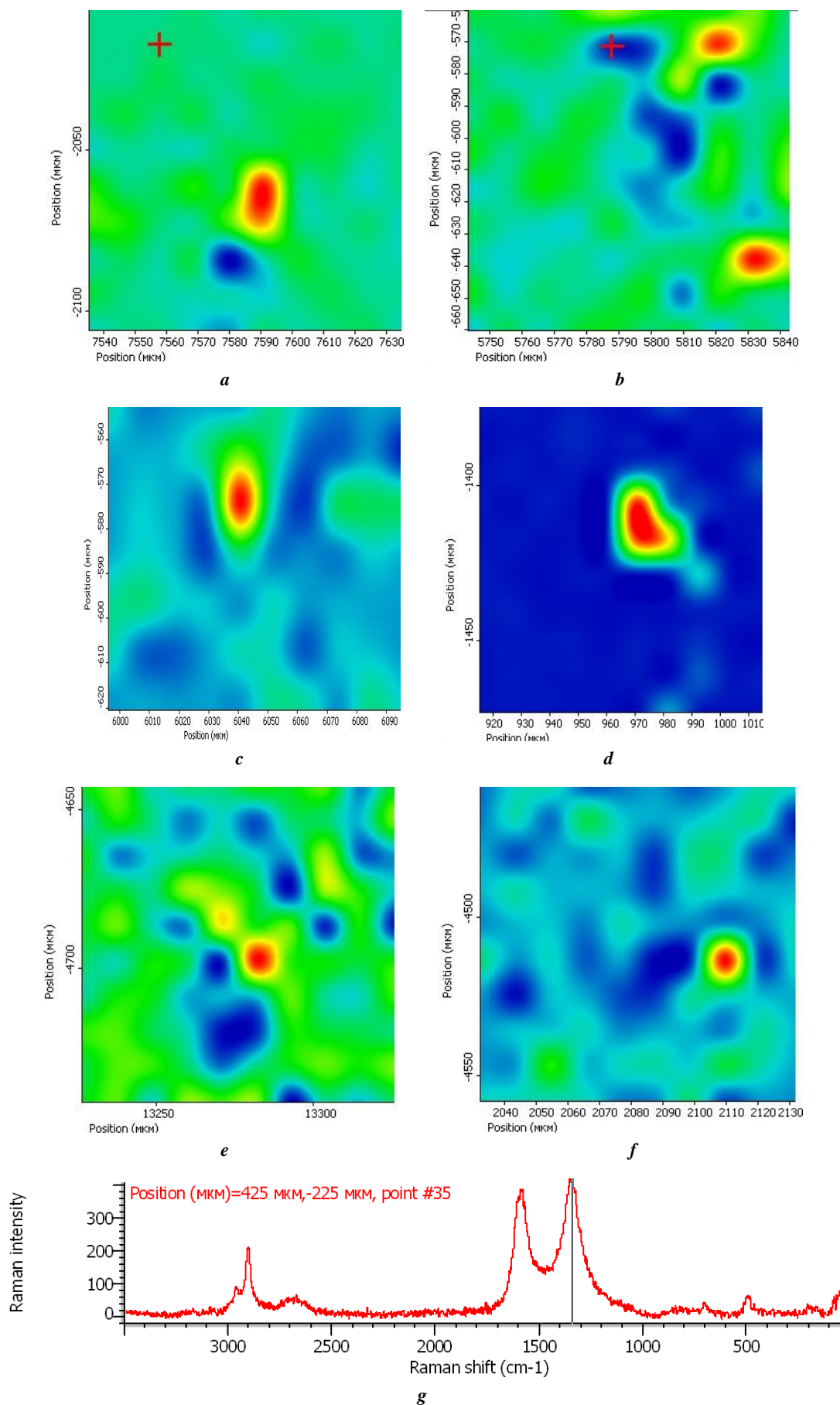


Рис. 4. Рамановское картирование поверхности наномодифицированных эластомеров: **a** – 3 %; **b** – 4 %; **c** – 5 %; **d** – 6 %; **e** – 7 %; **f** – 8 %; **g** – рамановские спектры полимера и МУНТ
Fig. 4. Raman mapping of the surface of nanomodified elastomers:
a – 3 %; **b** – 4 %; **c** – 5 %; **d** – 6 %; **e** – 7 %; **f** – 8 %; **g** – Raman spectra of a polymer and a MWCNT

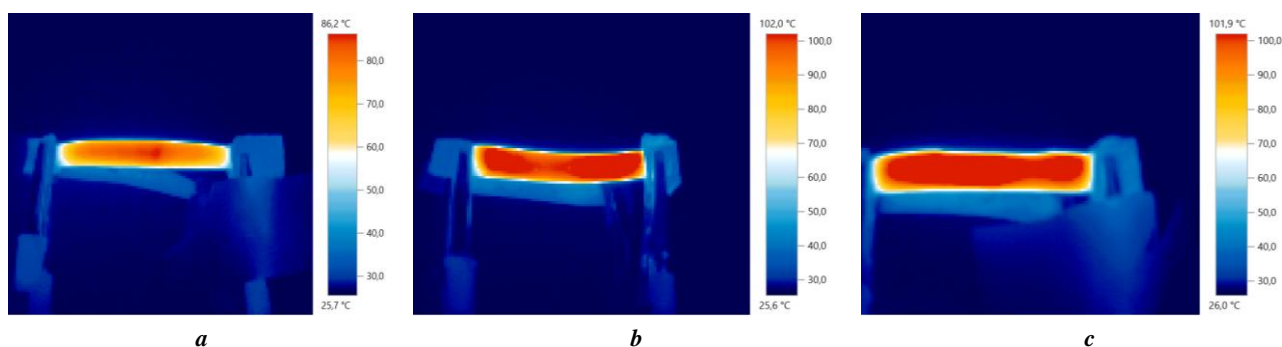


Рис. 5. Термограммы поверхности наномодифицированных эластомеров:

- a* – образец наномодифицированного эластомера (6 масс. %);
- b* – образец наномодифицированного эластомера (7 масс. %);
- c* – образец наномодифицированного эластомера (8 масс. %)

Fig. 5. Thermograms of the nanomodified elastomers' surface:

- a* – a nanomodified elastomer sample (6 % wt.);
- b* – a nanomodified elastomer sample (7 % wt.);
- c* – a nanomodified elastomer sample (8 % wt.)

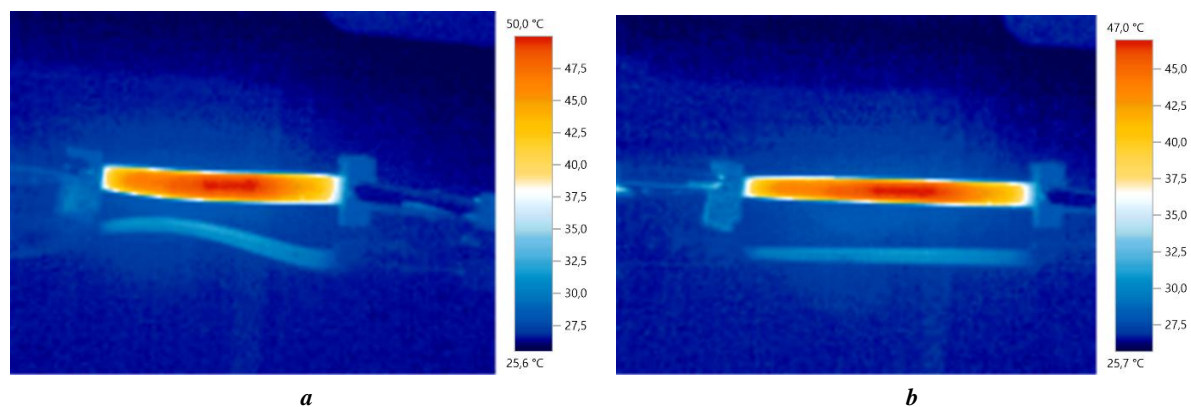


Рис. 6. Термограмма поверхности наномодифицированного эластомера:

- a* – исходный образец наномодифицированного эластомера (6 масс. %);
- b* – образец наномодифицированного эластомера (6 масс. %) после растяжения на 20 %

Fig. 6. A thermogram of the nanomodified elastomer surface:

- a* – an initial sample of nanomodified elastomer (6 % wt.);
- b* – a nanomodified elastomer sample (6 % wt.) after stretching by 20 %

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Анализ рис. 2 а и 2 б (разрешение от 0,8 до 1,8 μm) показывает наличие спутанных МУНТ в виде отдельных пучков, что характерно как для макро-, так и для наноуровня. У отдельных МУНТ наблюдается разброс по диаметру, который укладывается в диапазон от 40 до 70 нм. МУНТ имеют разнообразные места излома, перегиба с различными углами перегиба (рис. 2 б). МУНТ переплетаются между собой, формируя развитую электропроводящую сеть (рис. 2 а).

Анализ осциллограммы тока и напряжения для наномодифицированного эластомера позволяет охарактеризовать поведение тока в зависимости от напряжения без угла фазового сдвига, что говорит об активном характере нагрузки.

Проведенное рамановское картирование поверхностей эластомеров с МУНТ показывает, что даже для концентрации в 8 масс. % МУНТ (рис. 4 ф) имеется поверхностное сочетание как диэлектрической фазы,

связанной с эластомером, так и проводящей фазы, связанной с МУНТ. Наиболее равномерное распределение МУНТ в структуре эластомеров характерно для массовых концентраций 7 масс. % НКОК 7 (рис. 4 е) и 8 масс. % НКОК 8 (рис. 4 ф). Изменение массовой концентрации МУНТ в эластомере на 1 %, начиная со значения 7 %, приводит к увеличению электропроводности с 1,8 (НКОК 7) до 2 $\text{См}\times\text{см}^{-1}$ (НКОК 8). Микро-размерное агломерирование, которое присутствует на поверхности эластомера, позволяет сделать вывод о том, что контактное взаимодействие отдельных агломератов МУНТ влияет на перколяционный переход проводимости.

Образцы с концентрацией от 1 до 5 % в диапазоне питающего напряжения от 0 до 260 не тепловыделяли при протекании электрического тока, при этом композиты обладали следующими значениями электропроводности: НКОК 1 – $2,8\times 10^{-8} \text{См}\times\text{см}^{-1}$; НКОК 2 – $4,5\times 10^{-7} \text{См}\times\text{см}^{-1}$; НКОК 3 – $3,7\times 10^{-6} \text{См}\times\text{см}^{-1}$; НКОК 4 – $5\times 10^{-5} \text{См}\times\text{см}^{-1}$; НКОК 5 – $0,08 \text{См}\times\text{см}^{-1}$. Установлено, что тепловыделения

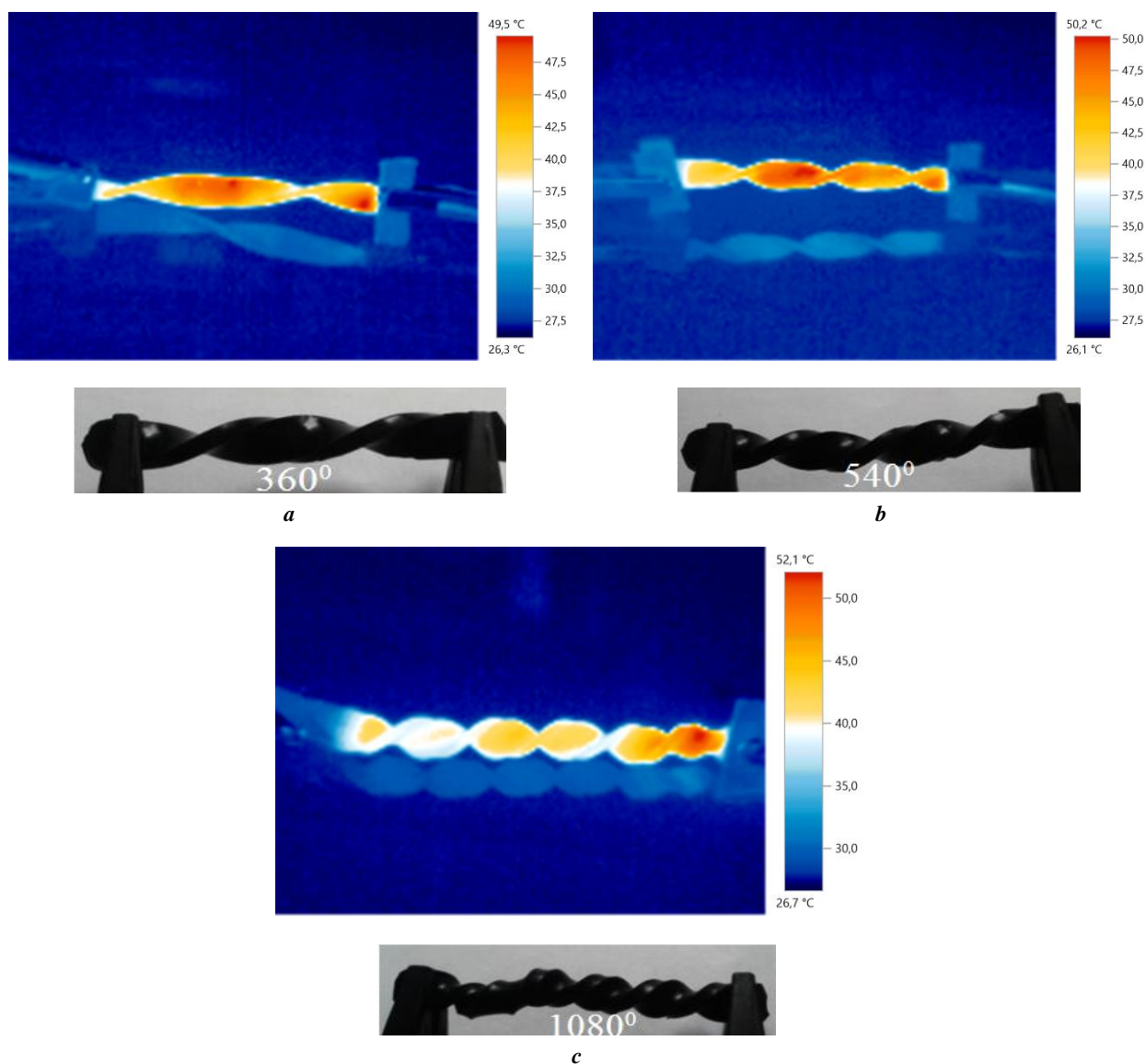


Рис. 7. Термограммы поверхности образца эластомера с МУНТ при кручении:
a – образец, скрученный на 360° ; **b** – образец, скрученный на 720° ; **c** – образец, скрученный на 1080°
Fig. 7. Thermograms of the surface of an elastomer specimen with MWCNTs under torsion:
a – a sample twisted by 360° ; **b** – a sample twisted by 720° ; **c** – a sample twisted by 1080°

при подаче напряжения на эластомеры с МУНТ наблюдаются при массовой концентрации МУНТ, равной 6 масс. %, и напряжении, равном 70 В, у НКОК $6 - 0,9 \text{ См} \times \text{см}^{-1}$. Максимальное значение напряжения составляет 260 В (рис. 5 а), при этом температура доходит до $86,2^\circ\text{C}$. Увеличение концентрации до 7 масс. % приводит к повышению мощности тепловыделений и температуры (102°C), а также снижению предельного уровня питающего напряжения до 180 В (рис. 5 а), при этом начальное напряжение тепловыделений – 40 В. При концентрации, равной 8 %, мощность увеличивается и предельное напряжение падает до 100 В, а начальное напряжение падает до 36 В. Для напряжения, равного 100 В, температура устанавливается на значении $101,9^\circ\text{C}$.

При кручении на 360° формируются участки эластомера с повышенной температурой справа и в центральной зоне ($49,5^\circ\text{C}$). При кручении на 540° происходит увеличение температуры в месте сгиба до $50,2^\circ\text{C}$

(рис 7 а, 7 б). Увеличение угла скручивания до 1080° приводит к формированию локации повышенной температуры около правого токоподводящего зажима.

Различия в распределении температурного поля на поверхности исследуемого эластомера с МУНТ при растяжении и кручении связаны с изменением локального электрического сопротивления на участках, подвергаемых механическим деформациям, что, с одной стороны, вызвано геометрическим искажением диэлектрической матрицы, а с другой стороны, деформацией МУНТ [16]. При этом растяжение эластомера вызывает снижение температуры тепловыделений, так как происходит внутреннее смещение в проводящей сетке, образованной как отдельными МУНТ, так и их агломератами. Это обстоятельство согласуется с аналогичными исследованиями [22], из которых также следует, что кручение полимерной матрицы с МУНТ приводит к снижению значения температуры тепловыделений (рис. 9).

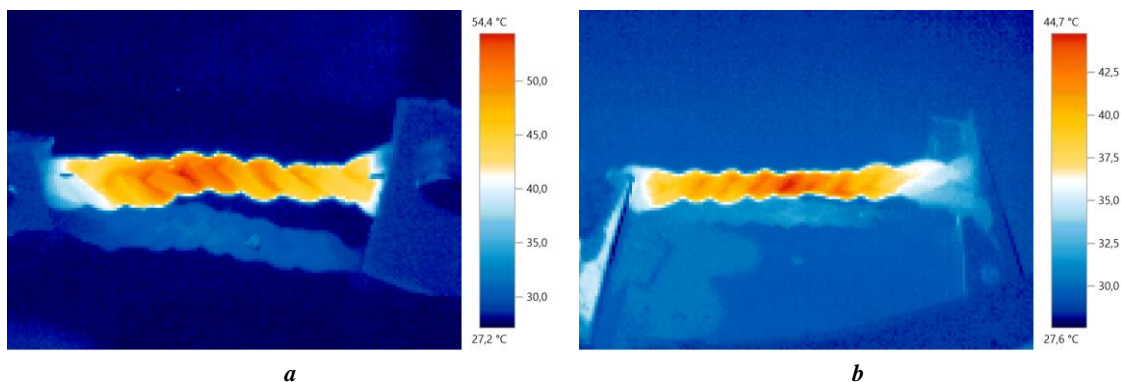


Рис. 8. Термограммы поверхности наномодифицированных эластомеров:
a – образец до растяжения; **b** – после растяжения
Fig. 8. Thermograms of the nanomodified elastomers' surface:
a – a sample before stretching; **b** – a sample after stretching

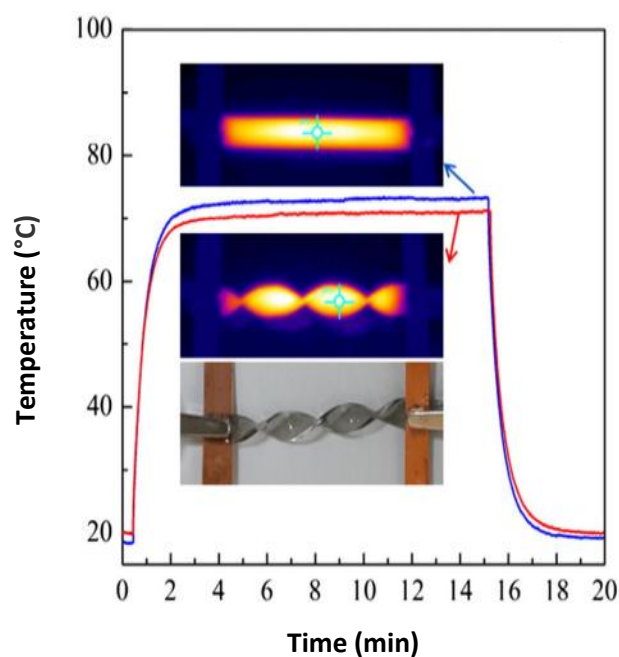


Рис. 9. Термограммы поверхности образца эластомера с МУНТ при кручении
(MУНТ/PDMS при питающем напряжении 30 В) [22]
Fig. 9. Thermograms of the surface of an MWCNT elastomer sample during torsion
(MWCNT/PDMS at 30 V supply voltage) [22]

В таблице 2 представлено сравнение различных типов нагревателей на основе МУНТ. На характеристики изготавливаемых нагревателей влияет тип полимерной матрицы, который определяет основные свойства, а также значение питающего напряжения и метод получения образца нагревателя. Разработанный нагреватель на основе эластомера с МУНТ может быть использован при более высоком значении питающего напряжения (до 260 В), чем у аналогов: к примеру, для арамидного волокна [23] и полиуретана [24] с МУНТ питающее напряжение находится на уровне 10 В, для целлюлозы с МУНТ значение питающего напряжения повышается до 25 В [25], полидиметилсилоксан (PDMS) с МУНТ работает на напряжении 35 В [26], такой же материал

PDMS в работе [27] используется на напряжении 100 В, а в работе [28] PDMS с МУНТ – на напряжении до 110 В. Питающее напряжение на уровне 260 В может применяться в тех случаях, когда имеется ограничение на величину питающего тока.

Применение гибкого нагревателя позволяет создавать эффективные системы электронагрева, которые могут быть использованы в тепловентиляционном оборудовании, где для повышения эффективности теплообмена необходимо оптимизировать расположение нагревателей в соответствии с движением воздушных потоков. Стоит отметить возможность применения полученных образцов эластомеров с МУНТ в качестве чувствительных элементов датчиков деформации, что позволит

Таблица 2. Сравнительные характеристики нагревателей
Table 2. Comparative characteristics of heaters

Материалы	Метод получения	Размер, мм	Напряжение, В	Сопротивление при растяжении	Литературный источник
Пленка УНТ/PDMS	Покрытие	120×18	2	Изменяется	[21]
МУНТ/PDMS	Литье раствора	20×5	100	Изменяется	[22]
МУНТ/М-Aramid	Литье раствора	40×5	10	Нерастягиваемый	[23]
МУНТ/TPU	Литье раствора	30×10	10	Изменяется	[24]
МУНТ/Целлюлоза	Погружение	20×20	25	Изменяется	[25]
МУНТ/PDMS	Литье раствора и электронно-лучевое излучение	20×5	35	Изменяется	[26]
МУНТ/PDMS	Литье раствора	20×5	100	Изменяется	[27]
МУНТ/PDMS	Распыляемое покрытие	20×0,5	110	Изменяется	[28]
МУНТ/НККОК 1–8	Литье в формы	100×10	36–260	Изменяется	Данное исследование

получать информацию о физических и химических параметрах в соответствии с принципами измерения изменения электрического сопротивления, которое возникает при растяжении, сжатии и кручении.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Изготовлены и исследованы эластомеры с концентрацией МУНТ от 1 до 8 масс. % при их питании от источника переменного электрического тока в диапазоне от 6 до 250 В. Образцы с концентрацией от 1 до 5 масс. % в диапазоне питающего напряжения от 0 до 260 В не обеспечивали тепловыделений при протекании электрического тока. Установлено, что тепловыделения при подаче напряжения на эластомеры с МУНТ наблюдаются при массовой концентрации МУНТ равной 6 %, и напряжении, равном 70 В. Максимальное значение напряжения составляет 260 В, при этом температура доходит до 86,2 °С.

Увеличение концентрации МУНТ в эластомере до 7 масс. % приводит к повышению мощности тепловыделений и температуры (102 °С), а также снижению предельного уровня питающего напряжения до 180 В, при этом начальное напряжение тепловыделений – 40 В. При концентрации, равной 8 масс. %, мощность увеличивается и предельное напряжение падает до 100 В, а начальное напряжение падает до 36 В. Для напряжения, равного 100 В, температура устанавливается на значении 101,9 °С.

Установлено, что при кручении на 360° формируются участки эластомера с повышенной температурой справа и в центральной зоне (49,5 °С). При кручении на 540° происходит увеличение температуры в месте сгиба до 50,2 °С. Увеличение угла скручивания до 1080° приводит к формированию локализации повышенной температуры около правого токоподводящего зажима. Об-

разцы эластомеров обладают гибкостью, эластичностью и высокой эффективностью электротермического преобразования.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Jeong C.K., Lee J., Han S., Ryu J., Hwang G.T., Park D.Y., Park J.H., Lee S.S., Byun M., Ko S.H., Lee K.J. A hyper-stretchable elastic-composite energy harvester // *Advanced Materials*. 2015. Vol. 27. № 18. P. 2866–2875. DOI: [10.1002/adma.201500367](https://doi.org/10.1002/adma.201500367).
- Liang L., Gao C., Chen G., Guo C.Y. Large-area, stretchable, super flexible and mechanically stable thermoelectric films of polymer/carbon nanotube composites // *Journal of Materials Chemistry C*. 2016. Vol. 4. № 3. P. 526–532. DOI: [10.1039/C5TC03768A](https://doi.org/10.1039/C5TC03768A).
- Cacucciolo V., Shintake J., Kuwajima Y., Maeda S., Floreano D., Shea H. Stretchable pumps for soft machines // *Nature*. 2019. Vol. 572. № 7770. P. 516–519. DOI: [10.1038/s41586-019-1479-6](https://doi.org/10.1038/s41586-019-1479-6).
- Qu C., Wang S., Liu L., Bai Y., Li L., Sun F.Q., Hao M.M., Li T., Lu Q.F., Li L.L., Qin S.J., Zhang T. Bioinspired Flexible Volatile Organic Compounds Sensor Based on Dynamic Surface Wrinkling with Dual-Signal Response // *Small*. 2019. Vol. 15. № 17. Article number 1900216. DOI: [10.1002/smll.201900216](https://doi.org/10.1002/smll.201900216).
- Aouraghe M.A., Xu F., Liu X., Qiu Y. Flexible, quickly responsive and highly efficient E-heating carbon nanotube film // *Composites Science Technology*. 2019. Vol. 183. Article number 107824. DOI: [10.1016/j.compscitech.2019.107824](https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2019.107824).
- Xu P., Kang J., Suhr J., Smith J.P., Booksh K.S., Wei B., Yu J., Li F., Byun J., Oh Y., Chou T. Spatial strain variation of graphene films for stretchable electrodes // *Carbon*. 2015. Vol. 93. P. 620–624. DOI: [10.1016/j.carbon.2015.05.096](https://doi.org/10.1016/j.carbon.2015.05.096).

7. Hudaya C., Jeon B.J., Lee J.K. High thermal performance of SnO₂:F thin transparent heaters with scattered metal nanodots // *ACS Applied Materials and Interfaces*. 2015. Vol. 7. № 1. P. 57–61. DOI: [10.1021/am507497u](https://doi.org/10.1021/am507497u).
8. Spinelli G., Lamberti P., Tucci V., Guadagno L., Vertuccio L. Damage Monitoring of Structural Resins Loaded with Carbon Fillers: Experimental and Theoretical Study // *Nanomaterials*. 2020. Vol. 10. № 3. Article number 434. DOI: [10.3390/nano10030434](https://doi.org/10.3390/nano10030434).
9. Guadagno L., Foglia F., Pantani R., Romero-Sanchez M.D., Calderon B., Vertuccio L. Low-Voltage Icing Protection Film for Automotive and Aeronautical Industries // *Nanomaterials*. 2020. Vol. 10. № 7. P. 1–16. DOI: [10.3390/nano10071343](https://doi.org/10.3390/nano10071343).
10. Luo J., Lu H., Zhang Q., Yao Y., Chen M., Li Q. Flexible carbon nanotube/polyurethane electrothermal films // *Carbon*. 2016. Vol. 110. P. 343–349. DOI: [10.1016/j.carbon.2016.09.016](https://doi.org/10.1016/j.carbon.2016.09.016).
11. Novoselov K.S., Geim A.K., Morozov S.V., Jiang D., Katsnelson M.I., Grigorieva I.V., Dubonos S.V., Firsov A.A. Two-dimensional gas of massless Dirac fermions in graphene // *Nature*. 2005. Vol. 438. № 7065. P. 197–200. DOI: [10.1038/nature04233](https://doi.org/10.1038/nature04233).
12. Stankovich S., Dikin D.A., Dommett G.H., Kohlhaas K.M., Zimney E.J., Stach E.A., Piner R.D., Nguyen S.T., Ruoff R.S. Graphene-based composite materials // *Nature*. 2006. Vol. 442. № 7100. P. 282–286. DOI: [10.1038/nature04969](https://doi.org/10.1038/nature04969).
13. Novoselov K.S., Fal'ko V.I., Colombo L., Gellert P.R., Schwab M.G., Kim K. A roadmap for graphene // *Nature*. 2012. Vol. 490. P. 192–200. DOI: [10.1038/nature11458](https://doi.org/10.1038/nature11458).
14. Potts J.R., Shankar O., Murali S., Du L., Ruoff R.S. Latex and two-roll mill processing of thermally-exfoliated graphite oxide/natural rubber nanocomposites // *Composites Science and Technology*. 2013. Vol. 74. P. 166–172. DOI: [10.1016/j.compscitech.2012.11.008](https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2012.11.008).
15. Chu K., Yun D.-J., Kim D., Park H., Park S.-H. Study of electric heating effects on carbon nanotube polymer composites // *Organic Electronics*. 2014. Vol. 15. № 11. P. 2734–2741. DOI: [10.1016/j.orgel.2014.07.043](https://doi.org/10.1016/j.orgel.2014.07.043).
16. Ning N., Ji L., Zhang L., Liu J., Lu Y., Wu S., Zou H., Tian M., Chan T.W. High elasticity and conductivity of elastomer composites with arrayed carbon nanotubes as nanosprings // *Composites Science and Technology*. 2015. Vol. 118. P. 78–84. DOI: [10.1016/j.compscitech.2015.08.012](https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2015.08.012).
17. Ali I., AlGarni T.S., Shchegolkov A., Shchegolkov A., Jang S.-H., Galunin E., Komarov F., Borovskikh P., Imanova G.T. Temperature self-regulating flat electric heaters based on MWCNTs-modified polymers // *Polymer Bulletin*. 2021. Vol. 78. № 11. P. 6689–6703. DOI: [10.1007/s00289-020-03483-y](https://doi.org/10.1007/s00289-020-03483-y).
18. Щегольков А.В., Щегольков А.В., Комаров Ф.Ф., Парфимович И.Д. Применение эластомеров, модифицированных углеродными нанотрубками при создании саморегулируемых электронагревателей и материалов для защиты от электромагнитного излучения // *Российский химический журнал*. 2020. Т. 64. № 4. С. 39–45. DOI: [10.6060/rcj.2020644.4](https://doi.org/10.6060/rcj.2020644.4).
19. Щегольков А.В. Сравнительный анализ тепловых эффектов в эластомерах, модифицированных МУНТ при постоянном электрическом напряжении // *Вектор науки Тольяттинского государственного университета*. 2021. № 1. С. 63–73. DOI: [10.18323/2073-5073-2021-1-63-73](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2021-1-63-73).
20. Щегольков А.В., Комаров Ф.Ф., Парфимович И.Д., Мильчанин О.В., Щегольков А.В., Хробак А.В., Семенкова А.В. Влияние углеродных нанотрубок на электропроводность реактопластов и эластомеров // *Вектор науки Тольяттинского государственного университета*. 2020. № 3. С. 65–72. DOI: [10.18323/2073-5073-2020-3-65-72](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2020-3-65-72).
21. Xu F., Aouraghe M.A., Xie X., Zheng L., Zhang K., Fu K.K. Highly stretchable, fast thermal response carbon nanotube composite heater // *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 2021. Vol. 147. Article number 106471. DOI: [10.1016/j.compositesa.2021.106471](https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2021.106471).
22. Yan J., Kim B., Jeong Y.G. Thermomechanical and electrical properties of PDMS/MWCNT composite films crosslinked by electron beam irradiation // *Journal of Materials Science*. 2015. Vol. 50. № 16. P. 5599–5608. DOI: [10.1007/s10853-015-9110-1](https://doi.org/10.1007/s10853-015-9110-1).
23. Jeong Y.G., Jeon G.W. Microstructure and performance of multiwalled carbon nanotube/m-aramid composite films as electric heating elements // *ACS Applied Materials and Interfaces*. 2013. Vol. 5. № 14. P. 6527–6534. DOI: [10.1021/am400892k](https://doi.org/10.1021/am400892k).
24. Yan J., Jeong Y.G. Multiwalled carbon nanotube/polydimethylsiloxane composite films as high performance flexible electric heating elements // *Applied Physics Letters*. 2014. Vol. 105. № 5. Article number 051907. DOI: [10.1063/1.4892545](https://doi.org/10.1063/1.4892545).
25. Yan J., Kim B., Jeong Y.G. Thermomechanical and electrical properties of PDMS/MWCNT composite films crosslinked by electron beam irradiation // *Journal of Materials Science*. 2015. Vol. 50. № 16. P. 5599–5608. DOI: [10.1007/s10853-015-9110-1](https://doi.org/10.1007/s10853-015-9110-1).
26. Yan J., Jeong Y.G. Highly elastic and transparent multiwalled carbon nanotube/polydimethylsiloxane bilayer films as electric heating materials // *Materials & Design*. 2015. Vol. 86. P. 72–79. DOI: [10.1016/j.matdes.2015.07.089](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.07.089).
27. Luo J., Lu H., Zhang Q., Yao Y., Chen M., Li Q. Flexible carbon nanotube/polyurethane electrothermal films // *Carbon*. 2016. Vol. 110. P. 343–349. DOI: [10.1016/j.carbon.2016.09.016](https://doi.org/10.1016/j.carbon.2016.09.016).
28. Lee T.-W., Lee S.-E., Jeong Y.-G. Carbon nanotube/cellulose papers with high performance in electric heating and electromagnetic interference shielding // *Composites Science and Technology*. 2016. Vol. 131. P. 77–87. DOI: [10.1016/j.compscitech.2016.06.003](https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2016.06.003).

REFERENCES

1. Jeong C.K., Lee J., Han S., Ryu J., Hwang G.T., Park D.Y., Park J.H., Lee S.S., Byun M., Ko S.H., Lee K.J. A hyper-stretchable elastic-composite energy harvester. *Advanced Materials*, 2015, vol. 27, no. 18, pp. 2866–2875. DOI: [10.1002/adma.201500367](https://doi.org/10.1002/adma.201500367).
2. Liang L., Gao C., Chen G., Guo C.Y. Large-area, stretchable, super flexible and mechanically stable thermoelectric films of polymer/carbon nanotube composites. *Journal of Materials Chemistry C*, 2016, vol. 4, no. 3, pp. 526–532. DOI: [10.1039/C5TC03768A](https://doi.org/10.1039/C5TC03768A).

3. Cacucciolo V., Shintake J., Kuwajima Y., Maeda S., Floreano D., Shea H. Stretchable pumps for soft machines. *Nature*, 2019, vol. 572, no. 7770, pp. 516–519. DOI: [10.1038/s41586-019-1479-6](https://doi.org/10.1038/s41586-019-1479-6).
4. Qu C., Wang S., Liu L., Bai Y., Li L., Sun F.Q., Hao M.M., Li T., Lu Q.F., Li L.L., Qin S.J., Zhang T. Bioinspired Flexible Volatile Organic Compounds Sensor Based on Dynamic Surface Wrinkling with Dual-Signal Response. *Small*, 2019, vol. 15, no. 17, article number 1900216. DOI: [10.1002/smll.201900216](https://doi.org/10.1002/smll.201900216).
5. Aouraghe M.A., Xu F., Liu X., Qiu Y. Flexible, quickly responsive and highly efficient E-heating carbon nanotube film. *Composites Science Technology*, 2019, vol. 183, article number 107824. DOI: [10.1016/j.compscitech.2019.107824](https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2019.107824).
6. Xu P., Kang J., Suhr J., Smith J.P., Booksh K.S., Wei B., Yu J., Li F., Byun J., Oh Y., Chou T. Spatial strain variation of graphene films for stretchable electrodes. *Carbon*, 2015, vol. 93, pp. 620–624. DOI: [10.1016/j.carbon.2015.05.096](https://doi.org/10.1016/j.carbon.2015.05.096).
7. Hudaya C., Jeon B.J., Lee J.K. High thermal performance of SnO₂:F thin transparent heaters with scattered metal nanodots. *ACS Applied Materials and Interfaces*, 2015, vol. 7, no. 1, pp. 57–61. DOI: [10.1021/am507497u](https://doi.org/10.1021/am507497u).
8. Spinelli G., Lamberti P., Tucci V., Guadagno L., Vertuccio L. Damage Monitoring of Structural Resins Loaded with Carbon Fillers: Experimental and Theoretical Study. *Nanomaterials*, 2020, vol. 10, no. 3, article number 434. DOI: [10.3390/nano10030434](https://doi.org/10.3390/nano10030434).
9. Guadagno L., Foglia F., Pantani R., Romero-Sanchez M.D., Calderon B., Vertuccio L. Low-Voltage Icing Protection Film for Automotive and Aeronautical Industries. *Nanomaterials*, 2020, vol. 10, no. 7, pp. 1–16. DOI: [10.3390/nano10071343](https://doi.org/10.3390/nano10071343).
10. Luo J., Lu H., Zhang Q., Yao Y., Chen M., Li Q. Flexible carbon nanotube/polyurethane electrothermal films. *Carbon*, 2016, vol. 110, pp. 343–349. DOI: [10.1016/j.carbon.2016.09.016](https://doi.org/10.1016/j.carbon.2016.09.016).
11. Novoselov K.S., Geim A.K., Morozov S.V., Jiang D., Katsnelson M.I., Grigorieva I.V., Dubonos S.V., Firsov A.A. Two-dimensional gas of massless Dirac fermions in grapheme. *Nature*, 2005, vol. 438, no. 7065, pp. 197–200. DOI: [10.1038/nature04233](https://doi.org/10.1038/nature04233).
12. Stankovich S., Dikin D.A., Dommett G.H., Kohlhaas K.M., Zimney E.J., Stach E.A., Piner R.D., Nguyen S.T., Ruoff R.S. Graphene-based composite materials. *Nature*, 2006, vol. 442, no. 7100, pp. 282–286. DOI: [10.1038/nature04969](https://doi.org/10.1038/nature04969).
13. Novoselov K.S., Fal'ko V.I., Colombo L., Gellert P.R., Schwab M.G., Kim K. A roadmap for grapheme. *Nature*, 2012, vol. 490, pp. 192–200. DOI: [10.1038/nature11458](https://doi.org/10.1038/nature11458).
14. Potts J.R., Shankar O., Murali S., Du L., Ruoff R.S. Latex and two-roll mill processing of thermally-exfoliated graphite oxide/natural rubber nanocomposites. *Composites Science and Technology*, 2013, vol. 74, pp. 166–172. DOI: [10.1016/j.compscitech.2012.11.008](https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2012.11.008).
15. Chu K., Yun D.-J., Kim D., Park H., Park S.-H. Study of electric heating effects on carbon nanotube polymer composites. *Organic Electronics*, 2014, vol. 15, no. 11, pp. 2734–2741. DOI: [10.1016/j.orgel.2014.07.043](https://doi.org/10.1016/j.orgel.2014.07.043).
16. Ning N., Ji L., Zhang L., Liu J., Lu Y., Wu S., Zou H., Tian M., Chan T.W. High elasticity and conductivity of elastomer composites with arrayed carbon nanotubes as nanosprings. *Composites Science and Technology*, 2015, vol. 118, pp. 78–84. DOI: [10.1016/j.compscitech.2015.08.012](https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2015.08.012).
17. Ali I., AlGarni T.S., Shchegolkov A., Shchegolkov A., Jang S.-H., Galunin E., Komarov F., Borovskikh P., Imanova G.T. Temperature self-regulating flat electric heaters based on MWCNTs-modified polymers. *Polymer Bulletin*, 2021, vol. 78, no. 11, pp. 6689–6703. DOI: [10.1007/s00289-020-03483-y](https://doi.org/10.1007/s00289-020-03483-y).
18. Shchegolkov A.V., Shchegolkov A.V., Komarov F.F., Parfimovich I.D. The use of elastomers modified with carbon nanotubes when creating self-regulating electric heaters and materials for protection against electromagnetic radiation. *Rossiyskiy khimicheskiy zhurnal*, 2020, vol. 64, no. 4, pp. 39–45. DOI: [10.6060/rcj.2020644.4](https://doi.org/10.6060/rcj.2020644.4).
19. Shchegolkov A.V. The comparative analysis of thermal effects in elastomers modified with MCNT at constant DC voltage. *Vektor nauki Tolyattinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2021, no. 1, pp. 63–73. DOI: [10.18323/2073-5073-2021-1-63-73](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2021-1-63-73).
20. Shchegolkov A.V., Komarov F.F., Parfimovich I.D., Milchanin O.V., Shchegolkov A.V., Khrobak A.V., Semenkova A.V. The influence of carbon nanotubes on the electric conductivity of thermosetting plastics and elastomers. *Vektor nauki Tolyattinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2020, no. 3, pp. 65–72. DOI: [10.18323/2073-5073-2020-3-65-72](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2020-3-65-72).
21. Xu F., Aouraghe M.A., Xie X., Zheng L., Zhang K., Fu K.K. Highly stretchable, fast thermal response carbon nanotube composite heater. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2021, vol. 147, article number 106471. DOI: [10.1016/j.compositesa.2021.106471](https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2021.106471).
22. Yan J., Kim B., Jeong Y.G. Thermomechanical and electrical properties of PDMS/MWCNT composite films crosslinked by electron beam irradiation. *Journal of Materials Science*, 2015, vol. 50, no. 16, pp. 5599–5608. DOI: [10.1007/s10853-015-9110-1](https://doi.org/10.1007/s10853-015-9110-1).
23. Jeong Y.G., Jeon G.W. Microstructure and performance of multiwalled carbon nanotube/m-aramid composite films as electric heating elements. *ACS Applied Materials and Interfaces*, 2013, vol. 5, no. 14, pp. 6527–6534. DOI: [10.1021/am400892k](https://doi.org/10.1021/am400892k).
24. Yan J., Jeong Y.G. Multiwalled carbon nanotube/polydimethylsiloxane composite films as high performance flexible electric heating elements. *Applied Physics Letters*, 2014, vol. 105, no. 5, article number 051907. DOI: [10.1063/1.4892545](https://doi.org/10.1063/1.4892545).
25. Yan J., Kim B., Jeong Y.G. Thermomechanical and electrical properties of PDMS/MWCNT composite films crosslinked by electron beam irradiation. *Journal of Materials Science*, 2015, vol. 50, no. 16, pp. 5599–5608. DOI: [10.1007/s10853-015-9110-1](https://doi.org/10.1007/s10853-015-9110-1).
26. Yan J., Jeong Y.G. Highly elastic and transparent multiwalled carbon nanotube/polydimethylsiloxane bilayer films as electric heating materials. *Materials & Design*, 2015, vol. 86, pp. 72–79. DOI: [10.1016/j.matdes.2015.07.089](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.07.089).
27. Luo J., Lu H., Zhang Q., Yao Y., Chen M., Li Q. Flexible carbon nanotube/polyurethane electrothermal films.

Carbon, 2016, vol. 110, pp. 343–349. DOI: [10.1016/j.carbon.2016.09.016](https://doi.org/10.1016/j.carbon.2016.09.016).

28. Lee T.-W., Lee S.-E., Jeong Y.-G. Carbon nanotube/cellulose papers with high performance in electric

heating and electromagnetic interference shielding. *Composites Science and Technology*, 2016, vol. 131, pp. 77–87. DOI: [10.1016/j.compscitech.2016.06.003](https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2016.06.003).

Investigation of heat release in nanomodified elastomers during stretching and torsion under the action of electric voltage

© 2022

*Aleksandr V. Shchegolkov**¹, PhD (Engineering), Associate Professor,

assistant professor of Chair “Technology and Methods of Nanoproducts Manufacturing”

*Aleksey V. Shchegolkov*², postgraduate student of Chair “Technology and Methods of Nanoproducts Manufacturing”

*Nataliya V. Zemtsova*³, postgraduate student of Chair “Technology and Methods of Nanoproducts Manufacturing”
Tambov State Technical University, Tambov (Russia)

*E-mail: Energynano@yandex.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4317-0689>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1838-3842>

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5274-6133>

Received 08.11.2021

Accepted 06.06.2022

Abstract: The authors studied the elastomers modified with carbon nanotubes (MWCNTs) with a mass concentration from 1 to 8 % wt. and investigated the modes of heat release of nanomodified elastomers within the range between 30 and 260 V (of alternating current) at different levels of stretching and torsion. Samples of elastomers with the MWCNT concentration from 1 to 5 % wt. in the supply voltage range up to 260 V did not generate heat. The study showed that heat release when feeding composites of elastomers with MWCNTs was observed at a mass concentration of 6 % wt. of MWCNTs and a supply voltage of 70 V. The maximum voltage for an elastomer sample with 6 % wt. of MWCNTs reaches 260 V. An increase in concentration to 7 % wt. causes the increase in the heat release power and the decrease in the maximum supply voltage level to 180 V when the initial heat release voltage is 40 V. At the 8 % wt. concentration, the power increases, and the limiting voltage drops to 100 V, while the initial voltage becomes 36 V. The study identified that when twisting elastomer by 360°, the areas with an increased temperature on the right and in the central zone of the sample (49.5 °C) are formed. The temperature at the bend point increases up to 50.2° C when twisting elastomer by 540°. An increase in the twisting angle to 1080° leads to the formation of areas with the elevated temperature near the right-side current-carrying clamp. It is worth noting the possibility of using the produced samples of elastomers with MWCNTs as sensitive elements of strain sensors, which will allow obtaining the information on physical and chemical parameters according to the principles of measuring the change in electrical resistance that occurs during stretching and torsion.

Keywords: multiwall carbon nanotubes (MWCNT); elastomer; silicone compound; nanomodified elastomers.

Acknowledgements: The work was carried out under the financial support within the Agreement No. 10-MU-20 for the support of winning project No. 23-MU-20 (02) of the regional competition “Grants to Support the Applied Research of Young Scientists in 2020”.

For citation: Shchegolkov A.V., Shchegolkov A.V., Zemtsova N.V. Investigation of heat release in nanomodified elastomers during stretching and torsion under the action of electric voltage. *Frontier Materials & Technologies*, 2022, no. 2, pp. 121–132. DOI: [10.18323/2782-4039-2022-2-121-132](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2022-2-121-132).

НАШИ АВТОРЫ

Барманов Ильдар Сергеевич, кандидат технических наук,
доцент кафедры основ конструирования машин.
Адрес: Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева
(Самарский университет),
443086, Россия, г. Самара, Московское шоссе, 34.
E-mail: isbarmanov@mail.ru

Башков Олег Викторович, доктор технических наук, доцент,
заведующий кафедрой материаловедения и технологии новых материалов, ведущий научный сотрудник.
Адрес 1: Комсомольский-на-Амуре государственный университет,
681013, Россия, г. Комсомольск-на-Амуре, пр-т Ленина, 27.
Адрес 2: Институт автоматизации и процессов управления Дальневосточного отделения РАН,
690041, Россия, г. Владивосток, ул. Радио, 5.
E-mail: bashkov@knastu.ru

Башкова Татьяна Игоревна, кандидат технических наук,
доцент кафедры материаловедения и технологии новых материалов.
Адрес: Комсомольский-на-Амуре государственный университет,
681013, Россия, г. Комсомольск-на-Амуре, пр-т Ленина, 27.
E-mail: telem01@mail.ru

Белова Инна Валерьевна, кандидат технических наук,
доцент кафедры материаловедения и технологии новых материалов.
Адрес: Комсомольский-на-Амуре государственный университет,
681013, Россия, г. Комсомольск-на-Амуре, пр-т Ленина, 27.
E-mail: Inna_belova@mail.ru

Брянский Антон Александрович, заведующий лабораторией, младший научный сотрудник.
Адрес 1: Комсомольский-на-Амуре государственный университет,
681013, Россия, г. Комсомольск-на-Амуре, пр-т Ленина, 27.
Адрес 2: Институт автоматизации и процессов управления Дальневосточного отделения РАН,
690041, Россия, г. Владивосток, ул. Радио, 5.
E-mail: bryansky.aa@yandex.ru

Вдовин Денис Сергеевич, кандидат технических наук,
доцент кафедры «Многоцелевые гусеничные машины и мобильные роботы».
Адрес: Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана
(национальный исследовательский университет),
105005, Россия, г. Москва, 2-я Бауманская ул., 5.
E-mail: vdovinsky@gmail.com

Гришин Роман Георгиевич, кандидат технических наук, доцент,
заведующий кафедрой «Технология машиностроения, станки и инструменты».
Адрес: Самарский государственный технический университет,
443100, Россия, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244.
E-mail: grg-s1@mail.ru

Громов Виктор Евгеньевич, доктор физико-математических наук, профессор,
заведующий кафедрой естественнонаучных дисциплин им. В.М. Финкеля
Адрес: Сибирский государственный индустриальный университет,
654007, Россия, г. Новокузнецк, ул. Кирова, 42.
E-mail: gromov@physics.sibsiu.ru

Гущин Илья Александрович, аспирант кафедры «Автоматизация производственных процессов».
Адрес: Волгоградский государственный технический университет,
400005, Россия, г. Волгоград, ул. Советская, 29.
E-mail: ilyaalgushin@gmail.com

Денисенко Александр Федорович, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Технология машиностроения, станки и инструменты».
Адрес: Самарский государственный технический университет, 443100, Россия, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244.
E-mail: sammortor@yandex.ru

Дроботов Алексей Владимирович, кандидат технических наук, доцент кафедры «Автоматизация производственных процессов».
Адрес: Волгоградский государственный технический университет, 400005, Россия, г. Волгоград, ул. Советская, 29.
E-mail: alexey.drobotov@gmail.com

Загуляев Дмитрий Валерьевич, кандидат технических наук, доцент, доцент кафедры естественнонаучных дисциплин им. проф. В.М. Финкеля.
Адрес: Сибирский государственный индустриальный университет, 654007, Россия, г. Новокузнецк, ул. Кирова, 42.
E-mail: zagulyaev_dv@physics.sibsiu.ru

Земцова Наталия Викторовна, аспирант кафедры «Техника и технологии производства нанопродуктов».
Адрес: Тамбовский государственный технический университет, 392000, Россия, г. Тамбов, ул. Советская, 106.
E-mail: natasha_paramonova_68@mail.ru

Исламгалиев Ринат Кадыханович, доктор физико-математических наук, профессор, профессор кафедры материаловедения и физики металлов.
Адрес: Уфимский государственный авиационный технический университет, 450001, Россия, г. Уфа, ул. Карла Маркса, 12.
E-mail: rinatis@mail.ru

Калганов Дмитрий Александрович, магистрант института перспективных систем передачи данных.
Адрес: Университет ИТМО, 197101, Россия, г. Санкт-Петербург, Кронверкский пр-т, 49, лит. А.
E-mail: kalganov@itmo.ru

Каминский Владимир Владимирович, аспирант института перспективных систем передачи данных.
Адрес: Университет ИТМО, 197101, Россия, г. Санкт-Петербург, Кронверкский пр-т, 49, лит. А.
E-mail: kam-vladimiro@yandex.ru

Караванова Анастасия Анатольевна, кандидат технических наук, заместитель директора НИИ прогрессивных технологий.
Адрес: Тольяттинский государственный университет, 445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.
E-mail: akaravanova@yandex.ru

Климанов Алексей Владимирович, магистрант кафедры «Нанотехнологии, материаловедение и механика».
Адрес: Тольяттинский государственный университет, 445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.
E-mail: akaravanova@yandex.ru

Крупина Мария Алексеевна, кандидат физико-математических наук, доцент кафедры экспериментальной физики.
Адрес: Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, 195251, Россия, г. Санкт-Петербург, ул. Политехническая, 29.
E-mail: ndtcs@inbox.ru

Кулясова Ольга Борисовна, кандидат технических наук, старший научный сотрудник лаборатории многофункциональных материалов.
Адрес: Башкирский государственный университет, 450076, Россия, г. Уфа, ул. Заки Валиди, 32.
E-mail: elokbox@mail.ru

Матвиенко Александра Николаевна, инженер Высшей школы механики и процессов управления.
 Адрес: Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого,
 195251, Россия, г. Санкт-Петербург, ул. Политехническая, 29.
 E-mail: matvienko_an@spbstu.ru

Мелькер Александр Иосифович, доктор физико-математических наук, профессор,
 профессор Санкт-Петербургской Академии наук проблем прочности.
 Адрес: Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого,
 195251, Россия, г. Санкт-Петербург, ул. Политехническая, 29.
 E-mail: matvienko_an@spbstu.ru

Мерсон Дмитрий Львович, доктор физико-математических наук, профессор,
 директор НИИ прогрессивных технологий.
 Адрес: Тольяттинский государственный университет,
 445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, д. 14.
 E-mail: D.Merson@tltsu.ru

Мерсон Евгений Дмитриевич, кандидат физико-математических наук,
 старший научный сотрудник НИИ прогрессивных технологий.
 Адрес: Тольяттинский государственный университет,
 445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, д. 14.
 E-mail: mersoned@gmail.com

Мягких Павел Николаевич, младший научный сотрудник НИИ прогрессивных технологий.
 Адрес: Тольяттинский государственный университет,
 445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, д. 14.
 E-mail: feanorhao@gmail.com

Нафиков Руслан Камилович, инженер Молодежной научно-исследовательской лаборатории
 НОЦ «Металлы и сплавы при экстремальных воздействиях».
 Адрес: Уфимский государственный авиационный технический университет,
 450001, Россия, г. Уфа, ул. Карла Маркса, 12.
 E-mail: nafickov.ruslan2011@yandex.ru

Плотников Александр Леонтьевич, доктор технических наук,
 профессор кафедры «Автоматизация производственных процессов».
 Адрес: Волгоградский государственный технический университет,
 400005, Россия, г. Волгоград, ул. Советская, 29.
 E-mail: plotnikov.alexander1939@yandex.ru

Подлеснов Екатерина, аспирант института перспективных систем передачи данных.
 Адрес: Университет ИТМО,
 197101, Россия, г. Санкт-Петербург, Кронверкский пр-т, 49, лит. А.
 E-mail: kalganov@itmo.ru

Полуянов Виталий Александрович, кандидат технических наук,
 младший научный сотрудник НИИ прогрессивных технологий.
 Адрес: Тольяттинский государственный университет,
 445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, д. 14.
 E-mail: vitaliy.poluyanov@gmail.com

Расторгуев Дмитрий Александрович, кандидат технических наук,
 доцент кафедры «Оборудование и технологии машиностроительного производства».
 Адрес: Тольяттинский государственный университет,
 445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.
 E-mail: rast_73@mail.ru

Романов Алексей Евгеньевич, доктор физико-математических наук, профессор,
 профессор института перспективных систем передачи данных.
 Адрес: Университет ИТМО,
 197101, Россия, г. Санкт-Петербург, Кронверкский пр-т, 49, лит. А.
 E-mail: alexey.romanov@niuitmo.ru

Семенов Кирилл Олегович, аспирант

кафедры «Оборудование и технологии машиностроительного производства».

Адрес: Тольяттинский государственный университет,

445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.

E-mail: semen-tgu@yandex.ru

Суслин Алексей Васильевич, кандидат технических наук, доцент,

доцент кафедры основ конструирования машин.

Адрес: Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева

(Самарский университет),

443086, Россия, г. Самара, Московское шоссе, 34.

E-mail: suslin1217@yandex.ru

Торубаров Иван Сергеевич, аспирант

кафедры «Автоматизация производственных процессов».

Адрес: Волгоградский государственный технический университет,

400005, Россия, г. Волгоград, ул. Советская, 29.

E-mail: is.torubarov@gmail.com

Худододова Ганджина Дастамбуевна, инженер

Научно-исследовательского института физики перспективных материалов.

Адрес: Уфимский государственный авиационный технический университет,

450001, Россия, г. Уфа, ул. Карла Маркса, 12.

E-mail: khudododova.gd@gmail.com

Шлярова Юлия Андреевна, аспирант

кафедры естественнонаучных дисциплин им. проф. В.М. Финкеля.

Адрес: Сибирский государственный индустриальный университет,

654007, Россия, г. Новокузнецк, ул. Кирова, 42.

E-mail: rubannikova96@mail.ru

Щегольков Александр Викторович, кандидат технических наук, доцент,

доцент кафедры «Техника и технологии производства нанопродуктов».

Адрес: Тамбовский государственный технический университет,

392000, Россия, г. Тамбов, ул. Советская, 106.

E-mail: Energynano@yandex.ru

Щегольков Алексей Викторович, аспирант

кафедры «Техника и технологии производства нанопродуктов».

Адрес: Тамбовский государственный технический университет,

392000, Россия, г. Тамбов, ул. Советская, 106.

E-mail: alexxx5000@mail.ru

Яковлев Алексей Андреевич, доктор технических наук,

профессор кафедры «Автоматизация производственных процессов».

Адрес: Волгоградский государственный технический университет,

400005, Россия, г. Волгоград, ул. Советская, 29.

E-mail: yaa_777@mail.ru

OUR AUTHORS

Barmanov Ildar Sergeevich, PhD (Engineering),
assistant professor of Chair of Machine Design Principles.
Address: Samara University,
443086, Russia, Samara, Moskovskoye Shosse Street, 34.
E-mail: isbarmanov@mail.ru

Bashkov Oleg Viktorovich, Doctor of Sciences (Engineering),
Associate Professor, Head of Chair of Materials Science and New Material Technology, leading researcher.
Address 1: Komsomolsk-on-Amur State University,
681013, Russia, Komsomolsk-on-Amur, Lenin Prospekt, 27.
Address 2: Institute of Automation and Control Processes of the Far Eastern Branch of RAS,
690041, Russia, Vladivostok, Radio Street, 5.
E-mail: bashkov@knastu.ru

Bashkova Tatyana Igorevna, PhD (Engineering),
assistant professor of Chair of Materials Science and New Material Technology.
Address: Komsomolsk-on-Amur State University,
681013, Russia, Komsomolsk-on-Amur, Lenin Prospekt, 27.
E-mail: telem01@mail.ru

Belova Inna Valeryevna, PhD (Engineering),
assistant professor of Chair of Materials Science and New Material Technology.
Address: Komsomolsk-on-Amur State University,
681013, Russia, Komsomolsk-on-Amur, Lenin Prospekt, 27.
E-mail: Inna_belova@mail.ru

Bryansky Anton Aleksandrovich, Head of the Laboratory, junior researcher.
Address 1: Komsomolsk-on-Amur State University,
681013, Russia, Komsomolsk-on-Amur, Lenin Prospekt, 27.
Address 2: Institute of Automation and Control Processes of the Far Eastern Branch of RAS,
690041, Russia, Vladivostok, Radio Street, 5.
E-mail: bryansky.aa@yandex.ru

Denisenko Aleksandr Fedorovich, Doctor of Sciences (Engineering), Professor,
professor of Chair “Mechanical Engineering Technology, Machines and Tools”.
Address: Samara State Technical University,
443100, Russia, Samara, Molodogvardeyskaya Street, 244.
E-mail: sammortor@yandex.ru

Drobotov Aleksey Vladimirovich, PhD (Engineering),
assistant professor of Chair “Production Process Automation”.
Address: Volgograd State Technical University,
400005, Russia, Volgograd, Sovetskaya Street, 29.
E-mail: alexey.drobotov@gmail.com

Grishin Roman Georgievich, PhD (Engineering), Associate Professor,
Head of Chair “Mechanical Engineering Technology, Machines and Tools”.
Address: Samara State Technical University,
443100, Russia, Samara, Molodogvardeyskaya Street, 244.
E-mail: grg-s1@mail.ru

Gromov Viktor Evgenyevich, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor,
Head of Professor V.M. Finkel Chair of Natural Sciences.
Address: Siberian State Industrial University,
654007, Russia, Novokuznetsk, Kirov Street, 42.
E-mail: gromov@physics.sibsiu.ru

Gushchin Ilya Aleksandrovich, postgraduate student
of Chair “Production Process Automation”.
Address: Volgograd State Technical University,
400005, Russia, Volgograd, Sovetskaya Street, 29.
E-mail: ilyaalgushin@gmail.com

Islamgaliev Rinat Kadykhanovich, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor, professor of Chair of Materials Science and Physics of Metals.
Address: Ufa State Aviation Technical University,
450001, Russia, Ufa, Karl Marks Street, 12.
E-mail: rinatis@mail.ru

Kalganov Dmitriy Aleksandrovich, graduate student of the Institute of Advanced Data Transfer Systems.
Address: ITMO University,
197101, Russia, Saint Petersburg, Kronverksky Prospekt, 49, building A.
E-mail: kalganov@itmo.ru

Kaminskii Vladimir Vladimirovich, postgraduate student of the Institute of Advanced Data Transfer Systems.
Address: ITMO University,
197101, Russia, Saint Petersburg, Kronverksky Prospekt, 49, building A.
E-mail: kam-vladimiro@yandex.ru

Karavanova Anastasiya Anatolyevna, PhD (Engineering), Deputy Director of the Research Institute of Advanced Technologies.
Address: Togliatti State University,
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.
E-mail: akaravanova@yandex.ru

Khudododova Gandzhina Dastambuevna, engineer of the Science Research Institute of Innovative Technologies and Materials.
Address: Ufa State Aviation Technical University,
450001, Russia, Ufa, Karl Marks Street, 12.
E-mail: khudododova.gd@gmail.com

Klimanov Aleksey Vladimirovich, graduate student of Chair “Nanotechnologies, Materials Science and Mechanics”.
Address: Togliatti State University,
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.
E-mail: akaravanova@yandex.ru

Krupina Maria Alekseevna, PhD (Physics and Mathematics), assistant professor of Department of Experimental Physics.
Address: Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University,
195251, Russia, St. Petersburg, Polytekhnicheskaya Street, 29.
E-mail: ndtcs@inbox.ru

Kulyasova Olga Borisovna, PhD (Engineering), senior researcher of the Laboratory of Multifunctional Materials.
Address: Bashkir State University,
450076, Russia, Ufa, Zaki Validi Street, 12.
E-mail: elokbox@mail.ru

Matvienko Aleksandra Nikolaevna, engineer of Department of Mechanics and Control Processes.
Address: Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University,
195251, Russia, St. Petersburg, Polytekhnicheskaya Street, 29.
E-mail: matvienko_an@spbstu.ru

Melker Alexander Iosifovich, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor, professor of St. Petersburg Academy of Sciences on Strength Problems.
Address: Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University,
195251, Russia, St. Petersburg, Polytekhnicheskaya Street, 29.
E-mail: matvienko_an@spbstu.ru

Merson Dmitry Lvovich, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor, Director of the Research Institute of Advanced Technologies.
Address: Togliatti State University,
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.
E-mail: D.Merson@tltsu.ru

Merson Evgeniy Dmitrievich, PhD (Physics and Mathematics), senior researcher of the Research Institute of Advanced Technologies.
Address: Togliatti State University,
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.
E-mail: mersoned@gmail.com

Myagkikh Pavel Nikolaevich, junior researcher of the Research Institute of Advanced Technologies.
Address: Togliatti State University,
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.
E-mail: feanorhao@gmail.com

Nafikov Ruslan Kamilovich, engineer of the Youth Research Laboratory of the REC “Metals and Alloys under Extreme Impacts”.
Address: Ufa State Aviation Technical University,
450001, Russia, Ufa, Karl Marks Street, 12.
E-mail: nafickov.ruslan2011@yandex.ru

Plotnikov Aleksandr Leontievich, Doctor of Sciences (Engineering), professor of Chair “Production Process Automation”.
Address: Volgograd State Technical University,
400005, Russia, Volgograd, Sovetskaya Street, 29.
E-mail: plotnikov.alexander1939@yandex.ru

Podlesnov Ekaterina, postgraduate student of the Institute of Advanced Data Transfer Systems.
Address: ITMO University,
197101, Russia, Saint Petersburg, Kronverksky Prospekt, 49, building A.
E-mail: kalganov@itmo.ru

Poluyanov Vitaliy Aleksandrovich, PhD (Engineering), junior researcher of the Research Institute of Advanced Technologies.
Address: Togliatti State University,
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.
E-mail: vitaliy.poluyanov@gmail.com

Rastorguev Dmitry Aleksandrovich, PhD (Engineering), assistant professor of Chair “Equipment and Technologies of Machine Building Production”.
Address: Togliatti State University,
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.
E-mail: rast_73@mail.ru

Romanov Alexey Evgenyevich, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor, professor of the Institute of Advanced Data Transfer Systems.
Address: ITMO University,
197101, Russia, Saint Petersburg, Kronverksky Prospekt, 49, building A.
E-mail: alexey.romanov@niuitmo.ru

Semenov Kirill Olegovich, postgraduate student of Chair “Equipment and Technologies of Machine Building Production”.
Address: Togliatti State University,
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.
E-mail: semen-tgu@yandex.ru

Shchegolkov Aleksandr Viktorovich, PhD (Engineering), Associate Professor, assistant professor of Chair “Technology and Methods of Nanoproducts Manufacturing”.
Address: Tambov State Technical University,
392000, Russia, Tambov, Sovetskaya Street, 106.
E-mail: Energynano@yandex.ru

Shchegolkov Aleksey Viktorovich, postgraduate student of Chair “Technology and Methods of Nanoproducts Manufacturing”.
Address: Tambov State Technical University, 392000, Russia, Tambov, Sovetskaya Street, 106.
E-mail: alexxx5000@mail.ru

Shlyarova Yuliya Andreevna, postgraduate student of Professor V.M. Finkel Chair of Natural Sciences.
Address: Siberian State Industrial University, 654007, Russia, Novokuznetsk, Kirov Street, 42.
E-mail: rubannikova96@mail.ru

Suslin Aleksey Vasilyevich, PhD (Engineering), Associate Professor, assistant professor of Chair of Machine Design Principles.
Address: Samara University, 443086, Russia, Samara, Moskovskoye Shosse Street, 34.
E-mail: suslin1217@yandex.ru

Torubarov Ivan Sergeevich, postgraduate student of Chair of Production Process Automation.
Address: Volgograd State Technical University, 400005, Russia, Volgograd, Sovetskaya Street, 29.
E-mail: is.torubarov@gmail.com

Vdovin Denis Sergeevich, PhD (Engineering), assistant professor of Chair “Multi-Purpose Tracked Vehicles and Mobile Robots”.
Address: Bauman Moscow State Technical University (national research university), 105005, Russia, Moscow, 2nd Baumanskaya Street, 5.
E-mail: vdovinsky@gmail.com

Yakovlev Aleksey Andreevich, Doctor of Sciences (Engineering), professor of Chair “Production Process Automation”.
Address: Volgograd State Technical University, 400005, Russia, Volgograd, Sovetskaya Street, 29.
E-mail: yaa_777@mail.ru

Zagulyaev Dmitry Valeryevich, PhD (Engineering), Associate Professor, assistant professor of Professor V.M. Finkel Chair of Natural Sciences.
Address: Siberian State Industrial University, 654007, Russia, Novokuznetsk, Kirov Street, 42.
E-mail: zagulyaev_dv@physics.sibsiu.ru

Zemtsova Nataliya Viktorovna, postgraduate student of Chair “Technology and Methods of Nanoproducts Manufacturing”.
Address: Tambov State Technical University, 392000, Russia, Tambov, Sovetskaya Street, 106.
E-mail: natasha_paramonova_68@mail.ru

На обложке: Повреждения верхнего слоя стеклопластика, представленные отклеиванием волокон и их хаотическим изломом. Повреждения матрицы получены в результате множественного отклеивания волокон и схожи с разрушением от сжатия пористого материала. Авторы фото: А.А. Брянский, младший научный сотрудник; О.В. Башков, д. т. н., заведующий кафедрой материаловедения и технологии новых материалов (Комсомольский-на-Амуре государственный университет, Комсомольск-на-Амуре, Россия).