

УДК 620.179.118.5:669.017

*А.Н. Раевских¹, Е.Б. Чабина¹, Е.В. Филонова¹, Н.А. Белова¹***ВОЗМОЖНОСТИ МЕТОДА ДИФРАКЦИИ
ОБРАТНООТРАЖЕННЫХ ЭЛЕКТРОНОВ (ДОЭ/EBSD)
ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ОСОБЕННОСТЕЙ СТРУКТУРЫ
НИКЕЛЕВЫХ ЖАРОПРОЧНЫХ СПЛАВОВ,
ПОЛУЧЕННЫХ СЕЛЕКТИВНЫМ ЛАЗЕРНЫМ СПЛАВЛЕНИЕМ**

DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-12-12-12

Методами оптической и растровой электронной микроскопии совместно с ДОЭ/EBSD-анализом исследована структура образца из жаропрочного сплава на никелевой основе ЖС6К-VI, изготовленного селективным лазерным сплавлением. Применение ДОЭ/EBSD-анализа позволило обнаружить особенности структуры, которые не выявляются при микроскопическом исследовании: наличие преимущественной ориентации фрагментов, которая наследуется ваннами расплава; развитие трещин по границам между фрагментами с различной кристаллографической ориентацией.

Ключевые слова: дифракция обратноотраженных электронов (ДОЭ), селективное лазерное сплавление, жаропрочный никелевый сплав, микроструктура, текстура, границы фрагментов.

By optical and scanning electron microscopy methods together with EBSD-analysis nickel-base superalloy ZhS6K-VI made by a selective laser melting sample structure was investigated. EBSD-analysis application allowed finding structure features, which do not observe during microscopic research: fragments primary orientation existence, which is inherited by melt baths; cracks development on boundaries between fragments with various crystallographic orientations.

Keywords: Electron Back Scatter Diffraction (EBSD), selective laser melting, nickel-base superalloy, microstructure, texture, fragments boundaries.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

В настоящее время широкое распространение получил сравнительно новый, возникший приблизительно 20 лет назад, метод дифракции обратноотраженных электронов (ДОЭ/EBSD*-анализ), который используется в растровом электронном микроскопе (РЭМ) в качестве дополнительного аналитического метода и позволяет на поверхности поликристаллов определять ориентацию отдельных зерен, локальную текстуру, корреляцию ориентаций между точками, идентифицировать фазы и исследовать их распределение по поверхности образца [1, 2]. Метод исследования заключается в автоматизированном пошаговом измерении кристаллографической ориентировки микрорайонов исследуемого образца с последующим построением карт пространственного распределения ориентировок. С помощью современного РЭМ с фиксированного участка образца можно получить информацию:

* EBSD – Electron Back Scatter Diffraction.

- о микроструктуре путем анализа рельефа и фазового контраста на изображениях во вторичных и отраженных электронах;
- о локальном элементном составе и распределении химических элементов по анализируемой поверхности методом рентгеновской энергодисперсионной спектроскопии (ЭДС);
- об ориентации отдельных зерен и фаз методом дифракции обратноотраженных электронов.

Анизотропия, характерная для монокристаллов, может проявляться также и в поликристаллических материалах – например, после деформирования, направленной кристаллизации, процесса селективного лазерного сплавления (СЛС). Российскими и зарубежными исследователями получены интересные результаты по формированию структуры, текстуры и образованию дефектов в железоникелевых и никелевых жаропрочных сплавах, полученных методом СЛС, в том числе с применением метода ДОЭ/EBSD-анализа [3–14].

Жаропрочные никелевые сплавы широко применяются в авиастроении, потому что они обладают свойствами, отвечающими требованиям, предъявляемым к материалам двигателя при эксплуатации. С течением времени требования к эксплуатационно-временному ресурсу жаропрочных никелевых сплавов растут [15, 16], что требует повышения их свойств, усложнения технологического процесса их производства [17] и может привести к удорожанию материалов. Кроме дополнительного легирования и микролегирования свойства материала можно повысить путем применения специальных технологических приемов при его изготовлении, при этом стоимость изделия из этого материала может не только не возрасти, но и снизиться (например, изготовление деталей с помощью аддитивных технологий). В ряде отраслей аддитивное производство деталей становится предпочтительнее традиционного, особенно в тех случаях, когда последующая обработка технически сложна или экономически невыгодна [18–22]. В узлах горячего тракта авиационных двигателей имеется большое количество деталей сложной внешней и внутренней геометрической формы из жаропрочных никелевых сплавов, которые выгодно производить методом СЛС. Известны примеры [19] серийного производства деталей авиационного двигателя из жаропрочного никелевого сплава ЭП648 методом СЛС.

Для получения требуемых свойств материала его структура должна быть бездефектной, так как даже небольшой дефект является концентратором напряжений и может привести к образованию трещины, способствующей разрушению детали при эксплуатации [23]. Для разработки технологии получения бездефектных деталей с заданной структурой, пригодных для использования в узлах и изделиях ответственного назначения, нужно знать, какие именно технологические параметры и каким образом влияют на формирование структуры детали, что требует понимания механизма формирования структуры в процессе СЛС, условия протекания которого отличаются от традиционных металлургических технологий [5, 10, 11].

В настоящее время в России и за рубежом аддитивные технологии широко применяются для изготовления деталей из сталей различных классов [10, 20, 22, 23]. Исследования, проведенные во ФГУП «ВИАМ» [6, 24], показали, что возможно применение для изготовления деталей горячего тракта методом СЛС жаропрочного сплава на никелевой основе марки ЖС6К-ВИ. При этом, поскольку сплав относится к несвариваемым, главным критерием оценки качества изделий из него является отсутствие или минимизация микротрещин, возникающих в процессе быстрой кристаллизации. В материале, получаемом с помощью СЛС, микротрещины образуются, потому что из-за сверхбыстрого охлаждения из жидкого состояния возникают высокие термические напряжения. Исследования сплава ЖС6К-ВИ [4–7, 24] выявили ряд дефектов, образующихся в нем при СЛС: трещины,

поры, неметаллические включения, оксиды, несплавления. В работе [4] предложена классификация трещин в материале, полученном методом СЛС, в зависимости от зоны их зарождения и траектории распространения. Выявлено три вида трещин: трещины, область которых оплавлена по периметру, а место зарождения не имеет четкой структуры; трещины, образованные между двумя фрагментами разной ориентации в зонах с четкими границами ячеек; трещины, образованные в результате несплавления вдоль фронта кристаллизации ванн расплава. В работе [7] определена объемная доля трещин в образцах, полученных по различным режимам СЛС, и установлена связь между количеством трещин в СЛС-материале и технологическими параметрами процесса СЛС (мощность, скорость, стратегия штриховки). В работе [6] показано, что при СЛС сплава ЖС6К-ВИ возникает текстура, зависящая от скорости сканирования.

Известно, что разориентации границ зерен, блоков и фаз, а также наличие локальной текстуры в значительной степени определяют макроскопические свойства поликристаллических материалов [25]. Применение для исследования этих характеристик материала метода ДОЭ/EBSD-анализа дает большой объем полезной информации о процессах структурообразования, что в дальнейшем может стать одной из основ для разработки способов управления структурой в процессе изготовления деталей и получения заданной структуры в готовом изделии.

Цель данной работы – исследование преимущественных ориентировок и разориентации границ зерен в сплаве ЖС6К-ВИ, полученном методом СЛС.

Статья подготовлена в рамках реализации комплексных научных направлений: 2.1. «Фундаментально-ориентированные исследования» и 10.4. «Технологии получения би- и полиметаллических естественноармированных металлических материалов методом прямого лазерного синтеза из металлических порошков» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [26].

Материалы и методы

Для исследований выбран жаропрочный литейный сплав ЖС6К-ВИ на основе никеля состава (в % (по массе)): Ni–5Co–11Cr–6Al–3Ti–5W–4Mo, который широко применяется для изготовления деталей горячего тракта ГТД. В настоящее время этот сплав получают по технологии литья с последующей термической обработкой. В сплаве реализуется гетерофазная система упрочнения – из γ -твердого раствора с границенной кубической решеткой выделяется когерентная γ' -фаза. Сплав также содержит небольшую долю карбидов типа MC на основе титана и вольфрама.

Гранулы исходного материала получены путем атомизации на установке HERMIGA 10/100VI, имеющей основной рабочий диапазон частиц 10–100 мкм, в атмосфере аргона. Разделение порошка по фракциям осуществляли в виброгрохоте Concept Laser QM Powder. Процесс СЛС порошка из никелевого сплава ЖС6К-ВИ проводили в установке Concept Laser M2 Cusing (Германия) с рабочим пространством зоны построения 250×250×280 мм. Для реализации процесса СЛС используется Yb:YAG оптоволоконный лазер с диодной накачкой мощностью 400 Вт и длиной волны 1069 нм. Модельные образцы размером 10×10×10 мм изготавливали из исходного порошка оптимизированного гранулометрического состава 10–63 мкм [27, 28] с использованием диагональной сплошной стратегии штриховки.

Исследования структурно-фазового состояния образцов после СЛС проводили на шлифах, изготовленных в плоскости, параллельной направлению роста образца, с использованием комплекса методов [29]:

– оптической микроскопии – для исследований структуры при небольших увеличениях и определения зон образования и расположения трещин в образцах после СЛС на металлографическом комплексе фирмы Leica;

– растровой электронной микроскопии – для исследования микроструктуры, определения параметров ориентировок зерен, проведения локального текстурного анализа синтезированных образцов на электронном микроскопе Verios 460 XHR с приставками для микрорентгеноспектрального анализа (X-Max^N) и EBSD-анализа (HKL Nordlys System).

Результаты

На рис. 1, *a* приведена микроструктура образца из сплава ЖС6К-ВИ, полученного СЛС, в плоскости, параллельной направлению роста. Наблюдаются ванны расплава, имеющие форму сегментов круга, дуга которого является фронтом кристаллизации. Вдоль оси роста образца наблюдаются трещины, проходящие через ванны расплава. Методом ДОЭ/EBSD-анализа проведено исследование анизотропии структуры материала. Одним из преимуществ ДОЭ/EBSD-анализа является возможность цветовой кодировки, т. е. нанесение на карту областей различной кристаллографической ориентации при использовании обратноотраженных электронов, дифрагированных на разных плоскостях кристаллической решетки исследуемого образца. По собранным данным вычисляют ориентацию определенного объема выборки относительно направления, которое обычно является нормалью образца и выделяется цветом, назначенным для этой ориентации. В кубической системе красным цветом обозначается направление [001], синим – направление [111] и зеленым – направление [110], а любое промежуточное направление обозначается смесью этих цветов (рис. 1, *б*). Фрагменты определенной ориентации можно легко отличить друг от друга.

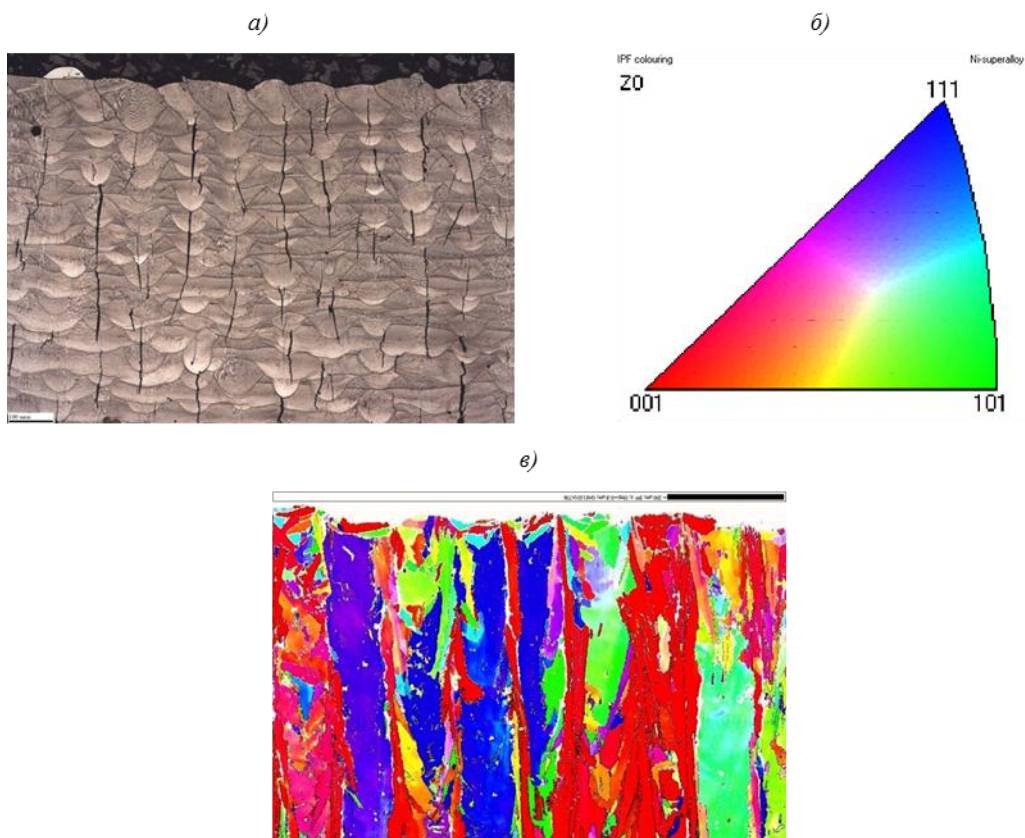


Рис. 1. Микроструктура образца из сплава ЖС6К-ВИ, полученного СЛС, в плоскости, параллельной оси роста: *a* – оптическая микроскопия; *б* – цветовая кодировка кристаллографических направлений; *в* – карта ориентаций фрагмента участка СЛС-материала

Анализ полученной карты ориентаций показал (рис. 1, *в*), что микроструктура исследуемого образца состоит из фрагментов разной ориентации, при этом преобладают ориентации [111] и [001], отмеченные синим и красным цветами. Крупные фрагменты вытянуты в направлении наращивания материала при СЛС. Последний закристаллизовавшийся слой (в отличие от остального объема материала) состоит из небольших фрагментов различной ориентации, не связанных с направлением наращивания материала.

На рис. 2, *а* представлена структура одной из ванн расплава. Стрелкой указано направление наращивания материала при СЛС. Методом ДОЭ/EBSD-анализа построена карта ориентаций фрагментов (рис. 2, *б*) и углов разворота границ между ними (рис. 2, *в*) в области, выделенной красным прямоугольником на рис. 2, *а*. На рис. 2, *г* приведен график распределения границ фрагментов по углам разворота в выделенной области.

Как следует из приведенных данных, исследованная область состоит из фрагментов преимущественных ориентаций [101] и [001] (зеленый и красный цвета на рис. 2, *б* соответственно), также наблюдаются крупные фрагменты «промежуточных» ориентаций (желтый, оранжевый, малиновый цвета). При этом столбчатые ячейки формируются через границу кристаллизации: расплавленный металл кристаллизуется на застывшем металле (как на подложке) и наследует кристаллографическую ориентацию фрагмента. Границы крупных столбчатых фрагментов (ячеек) с различными ориентациями не совпадают с границами ванн расплава. Внутри фрагментов наблюдаются мелкие ячейки одной ориентации (рис. 2, *в*). Границы фрагментов и мелких ячеек внутри них выделены цветом в зависимости от угла разориентации. Цветовая шкала приведена на рис. 2, *г*.

Границы мелких ячеек – малоугловые, преобладает угол разворота порядка 6 град (*1* – на рис. 2, *г*). Углы разворота границ крупных фрагментов преимущественно находятся в интервале от 30 до 35 град (*2* – на рис. 2, *г*).

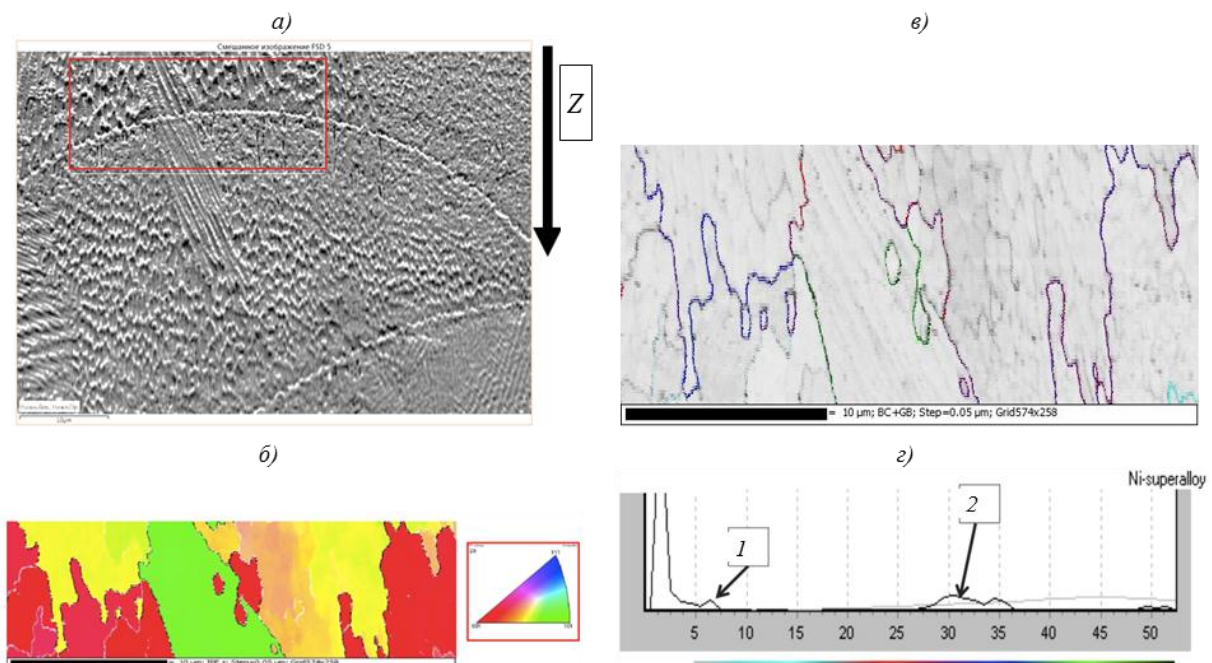


Рис. 2. Микроструктура ванны расплава образца из сплава ЖС6К-ВИ, полученного СЛС:
а – растровая электронная микроскопия; *б* – карта ориентаций фрагментов; *в* – карта углов разворотов границ фрагментов; *г* – распределение границ фрагментов по углам разворота

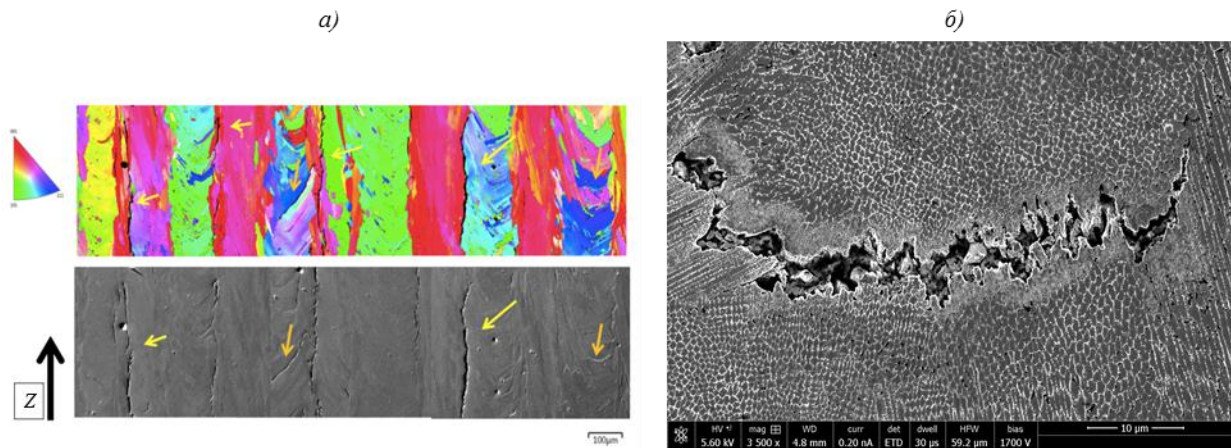


Рис. 3. Микроструктура участка образца из сплава ЖС6К-ВИ, полученного СЛС, содержащего трещины:

а – фотография, выполненная в РЭМ (внизу), и карта ориентаций фрагментов (вверху), черной стрелкой указано направление наращивания материала при СЛС, желтыми стрелками – трещины; *б* – трещина по границе ванны расплава

На рис. 3 приведены структура (в плоскости, параллельной направлению наращивания материала) участка образца из сплава ЖС6К-ВИ, полученного СЛС, содержащего трещины, и карта ориентаций фрагментов этого участка, построенная методом ДОЭ/EBSD-анализа. Трещины на карте ориентаций обозначены черным цветом (стрелки на рис. 3, *а*). Видно, что трещины, параллельные направлению наращивания материала, идут по границам фрагментов различной ориентации. В правой части фотографии на рис. 3, *а* расположена трещина, проходящая по границе ванны расплава (рис. 3, *б*). Данная трещина, так же как и трещины в направлении наращивания материала, проходит между фрагментами (в данном случае – ваннами расплава) с различной ориентацией. Если кристаллографическая ориентация соседних ванн расплава совпадает, то трещины на их границах не образуются.

Обсуждение и заключения

Проведено исследование микроструктуры образца из сплава ЖС6К-ВИ, полученного СЛС металлического порошка. Дополнительно к методам оптической и растровой микроскопии применен метод ДОЭ/EBSD-анализа, позволивший получить информацию об ориентации фрагментов образца, углом разворота границ между ними и более полно охарактеризовать структурные особенности жаропрочного никелевого сплава.

В структуре материала наблюдаются крупные фрагменты, вытянутые в направлении наращивания материала, имеющие различную ориентацию. Размер фрагментов больше, чем размер ванн расплава. Жидкий металл каждого нового слоя попадает на поверхность закристаллизовавшегося предыдущего слоя и застывает на нем (как на подложке) наследуя кристаллографическую ориентацию. При этом границы фрагментов не совпадают с границами ванн расплава: один фрагмент может содержать несколько вертикальных рядов ванн расплава, и, наоборот, через одну ванну расплава может проходить несколько фрагментов. Большинство углов разворота границ между фрагментами находятся в довольно узком интервале – от 30 до 35 град, фрагменты разбиты на ячейки одной ориентации с углами разворота между ними порядка 6 град.

Трещины в материале СЛС проходят по границам между фрагментами с различной ориентацией. Это объясняет тот факт, что трещины, параллельные направлению

наращивания материала, в большинстве случаев проходят по объему ванн расплава, а не по их границам. Трещины по границам ванн расплава в плоскости наращивания материала образуются, если кристаллографические ориентации ванн в соседних плоскостях различные.

В дальнейшем будут проведены исследования структурно-фазового состояния жаропрочного никелевого сплава ЖС6К-ВИ, полученного СЛС по различным технологическим режимам (изменение мощности, скорости, стратегии сканирования), с использованием метода ДОО/EBSD-анализа, а полученные результаты исследования будут использованы для установления механизмов формирования структуры при СЛС, образования дефектов (пор, трещин) и включений в синтезированном материале, что важно для отработки технологических режимов получения материалов с заданными структурой и свойствами.

ЛИТЕРАТУРА

1. Шварц А., Кумар М., Адамс Б., Филд Д. Метод дифракции отраженных электронов в материаловедении. М.: Техносфера, 2004. 559 с.
2. Venables J.A., Harland C.J. Electron back-scattering patterns – A new technique for obtaining crystallographic information in the scanning electron microscope // *Philosophic Magazine*. 1973. Vol. 2. P. 1193–1200.
3. Vilaro T., Colinh C., Bartoutb J.D., Naz L., Sennour M. Microstructural and mechanical approaches of the selective laser melting process applied to a nickel-base superalloy // *Materials Science and Engineering: A*. 2012. Vol. 534. P. 446–451.
4. Раевских А.Н., Чабина Е.Б., Филонова Е.В., Белова Н.А. Исследование особенностей структуры никелевых жаропрочных сплавов, полученных селективным лазерным сплавлением, с применением метода дифракции обратноотраженных электронов (EBSD/ДОО) // *Материалы III Междунар. конф. «Аддитивные технологии: настоящее и будущее»* (Москва, 23 мар. 2017 г.). М.: ВИАМ, 2017. Статья 3016F6F6. 1 электрон. опт. диск (CD-R).
5. Чабина Е.Б., Филонова Е.В., Раевских А.Н. Влияние технологических параметров процесса селективного лазерного сплавления на формирование структуры жаропрочного никелевого сплава // *Материалы II Междунар. конф. «Аддитивные технологии: настоящее и будущее»* (Москва, 16 мар. 2016 г.). М.: ВИАМ, 2016. Статья №4. 1 электрон. опт. диск (CD-R).
6. Лукина Е.А., Базалеева К.О., Петрушин Н.В., Цветкова Е.В. Особенности формирования структуры жаропрочного никелевого сплава ЖС6К-ВИ при селективном лазерном сплавлении // *Цветные металлы*. 2016. №3. С. 57–63.
7. Лаптева М.А., Белова Н.А., Раевских А.Н., Филонова Е.В. Исследование зависимости шероховатости, морфологии поверхности и количества дефектов структуры от мощности лазера, скорости сканирования и типа штриховки в жаропрочном сплаве, синтезированном методом СЛС // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн.* 2016. №9. Ст. 09. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 21.09.2017). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-9-9-9.
8. Soula A. Grain Boundary and Intergranular deformations during High Temperature Creep of a PM Nickel-Based Superalloy // *Superalloys-2008*. Warrendale, PA: The Mineral, Metals and Materials Society, 2008. P. 387–394.
9. Muñoz-Moreno R., Divya V.D., Messé O.M.D.M. Effect of heat treatments on the microstructure and texture of cm247lc processed by selective laser melting. *Minerals, Metals & Materials Society*, 2016. P. 375–382.
10. Wang Di, Yang Yongqiang, Su Xubin, Chen Yonghua. Study on energy input and its influences on single-track, multi-track, and multi-layer in SLM // *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2012. Vol. 58. Issue 9. P. 1189–1199.
11. Carter L.N., Martin C., Withers P.J., Attallah M.M. The influence of the laser scan strategy on grain structure and cracking behavior in SLM powder-bed fabricated nickel superalloy // *Journal of Alloys and Compounds*. 2014. Vol. 615. P. 338–347.
12. Евгенов А.Г., Рогалев А.М., Неруш С.В., Мазалов И.С. Исследование свойств сплава ЭП648, полученного методом селективного лазерного сплавления металлических порошков

- // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2015. №2. Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 21.09.2017). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-2-2-2.
13. Zemin Wang, Kai Guana, Ming Gao et al. The microstructure and mechanical properties of deposited-IN718 by selective laser melting // *Journal of Alloys and Compounds*. 2012. Vol. 513. P. 518–523.
 14. Amato K.N., Gaytan S.M., Murr L.E. et al. Microstructures and mechanical behavior of Inconel 718 fabricated by selective laser melting // *Acta Materialia*. 2012. Vol. 60. P. 2229–2239.
 15. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Ломберг Б.С., Сидоров В.В. Приоритетные направления развития технологий производства жаропрочных материалов для авиационного двигателестроения // *Проблемы черной металлургии и материаловедения*. 2013. №3. С. 47–54.
 16. Каблов Е.Н. Разработки ВИАМ для газотурбинных двигателей и установок // *Крылья Родины*. 2010. №4. С. 31–33.
 17. Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Светлов И.Л., Демонис И.М. Никелевые литейные жаропрочные сплавы нового поколения // *Авиационные материалы и технологии*. 2012. №5. С. 36–52.
 18. Каблов Е.Н. Настоящее и будущее аддитивных технологий // *Металлы Евразии*. 2017. №1. С. 2–6.
 19. Каблов Е.Н. Материалы и технологии ВИАМ для «Авиадвигателя» // *Пермские авиационные двигатели*. 2014. №31. С. 43–47.
 20. Григорьев С.Н., Тарасова Т.В. Возможности технологии аддитивного производства для изготовления сложнопрофильных деталей и получения функциональных покрытий из металлических порошков // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2015. №10 (724). С. 5–10.
 21. Григорьев С.Н. Проблемы и перспективы развития отечественного машиностроительного производства // *Справочник: инженерный журнал с приложением*. 2011. №12. С. 3–7.
 22. Смуров И.Ю., Мовчан И.А., Ядройцев И.А. и др. Аддитивное производство с помощью лазера // *Вестник МГТУ «Станкин»*. 2011. Т. 2. №4. С. 144–146.
 23. Strano G., Hao L., Everson R.M., Evans K.E. Surface roughness analysis, modelling and prediction in selective laser melting // *Journal of Materials Processing Technology*. 2013. Vol. 213. No. 4. P. 589–597.
 24. Лукина Е.А., Базалева К.О., Петрушин Н.В., Тренинков И.А., Цветкова Е.В. Влияние параметров селективного лазерного плавления на структурно-фазовое состояние жаропрочного никелевого сплава ЖС6К-ВИ // *Металлы*. 2017. №4. С. 63–71.
 25. Суперсплавы II / под ред. Ч.Т. Симса, Н.С. Столоффа, У.К. Хагеля. М.: Металлургия, 1995. Кн. 1. 384 с.
 26. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // *Авиационные материалы и технологии*. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
 27. Евгенов А.Г., Неруш С.В., Василенко С.А. Получение и опробование мелкодисперсного металлического порошка высокохромистого сплава на никелевой основе применительно к лазерной LMD-наплавке // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн.* 2014. №5. Ст. 04. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 21.09.2017). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-5-4-4.
 28. Неруш С.В., Евгенов А.Г. Исследование мелкодисперсного металлического порошка жаропрочного сплава марки ЭП648-ВИ применительно к лазерной LMD-наплавке, а также оценка качества наплавки порошкового материала на никелевой основе на рабочие лопатки ТВД // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн.* 2014. №3. Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 21.09.2017). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-3-1-1.
 29. Чабина Е.Б., Алексеев А.А., Филонова Е.В., Лукина Е.А. Применение методов аналитической микроскопии и рентгеноструктурного анализа для исследования структурно-фазового состояния материалов // *Сб. докл. Всерос. конф. по испытаниям и исследованиям свойств материалов «ТестМат–2013»*. М., 2013. С. 32–37.