Тестирование динамической прочности полиуретанового лака с частицами оксида графена методом акустической эмиссии в наносекундном диапазоне

© *Х.Ф. Махмудов, Д.А. Кульбеда, В.Б. Кулик*

ФТИ им. А.Ф. Иоффе, Санкт-Петербург, Россия
E-mail: d.a.kulbeda@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 20 апреля 2026 г.
В окончательной редакции 16 сентября 2026 г.
Принято к публикации 23 октября 2026 г.

Методом акустической эмиссии исследовалась динамика разрушения полиуретановых покрытий, модифицированных оксидом графена. Образцы с концентрациями оксида графена 0.1, 0.2, 0.4, 0.5, 0.6, 0.8, 1 mass% испытаны при комнатной температуре, а образцы с концентрациями оксида графена 0.3, 0.7, 0.9 mass% — после охлаждения в жидком азоте в течение 15 min. Анализ данных позволил предположить, что при добавлении частиц оксида графена в полиуретановый лак происходит упрочнение полиуретанового покрытия при концентрациях от 0.1 до 0.6 mass%. После выдержки образцов в жидком азоте сделано предположение, что упрочнение происходит даже при более высоких концентрациях оксида графена (0.7 и 0.9 mass%). Получены импульсы акустической эмиссии для этих покрытий с разрешением 40 ns.

Ключевые слова: полиуретановое покрытие, оксид графена, акустическая эмиссия, упрочнение.

DOI: 10.61011/PJTF.2026.24.64018.9492k

Полиуретановые лакокрасочные материалы широко используются в различных отраслях, таких как машиностроение, деревообрабатывающая промышленность, строительство и архитектура, благодаря своей высокой долговечности, высокой эластичности и устойчивости к ультрафиолету и маслам. Также этот материал выдерживает перепад температур от -60 до $150\,^{\circ}$C. Но у полиуретановых покрытий есть недостаток — низкая механическая прочность, такие покрытия легко разрушаются. Для того чтобы повысить прочность покрытий, в полиуретановый лак вводятся различные модифицирующие добавки. Существует ряд работ, где в полиуретановую матрицу в качестве модифицирующего наполнителя добавлялись углеродные наноматериалы. Углеродные материалы обладают рядом уникальных свойств; в частности, у графена уникальные прочностные свойства. Модуль упругости графена достигает 1 TPa.

Считается, что при добавлении графена в полимерную матрицу происходит упрочнение матрицы частицами графена [1–5]. Но существует несоответствие между теоретической прочностью полимерного композиционного материала с графеном и реальной, которую мы видим в ходе испытаний на прочность [6–8]. Прочность композиционного лакового покрытия с углеродными наноматериалами будет зависеть от ряда характеристик углеродных наноматериалов, таких как дисперсность частиц, состав поверхностных групп, ориентация частиц, аспектное соотношение и т. д. [9–14].

Для обеспечения эффективной передачи нагрузки от матрицы к частицам графена, а также для улучшения диспергируемости частиц графена в полимерной матрице к частицам графена присоединяют функциональные группы ковалентно или нековалентно. Оксид графена – это распространенный прекурсор графена.

Как было показано в [15,16], в отличие от графена оксид графена содержит в своей структуре большое количество кислородсодержащих функциональных групп по краям и в базальной плоскости графенового листа [15,17].

В настоящей работе проводится исследование динамики разрушения полиуретанового лакового покрытия, модифицированного оксидом графена, методом акустической эмиссии (АЭ) [18–21]. В качестве подложек для нанесения покрытия использовались стальные пластинки СТ 3, предварительно нарезанные лазером и отшлифованные с двух сторон. Размер образцов составляет $40 \times 40 \times 3$ mm. Для изготовления образцов покрытий использовался двухкомпонентный полиуретановый лак фирмы PolymarMarine, порошок оксида графена был приобретен у фирмы Graphenox (Черноголовка).

Методика испытаний образцов включала наблюдение за образованием и развитием микротрещин с использованием анализа АЭ с временны́м разрешением в наносекундах. Образцами служили полиуретановые лаковые покрытия размером $20 \times 20 \times 0.1$ mm с различной концентрацией оксида графена. Были использованы концентрации от 0.1 до 1 mass%. Образец помещался под лабораторный гидравлический пресс для закрепления образца в вертикальной плоскости. Пресс служит для закрепления образцов (как тиски). Для нанесения локализованного повреждения на поверхность образца использовался заостренный закаленный боек, который приводился в движение маятниковым копром [21]. Система регистрации активировалась в момент контакта копра с бойком. Полный цикл испытаний включал че-

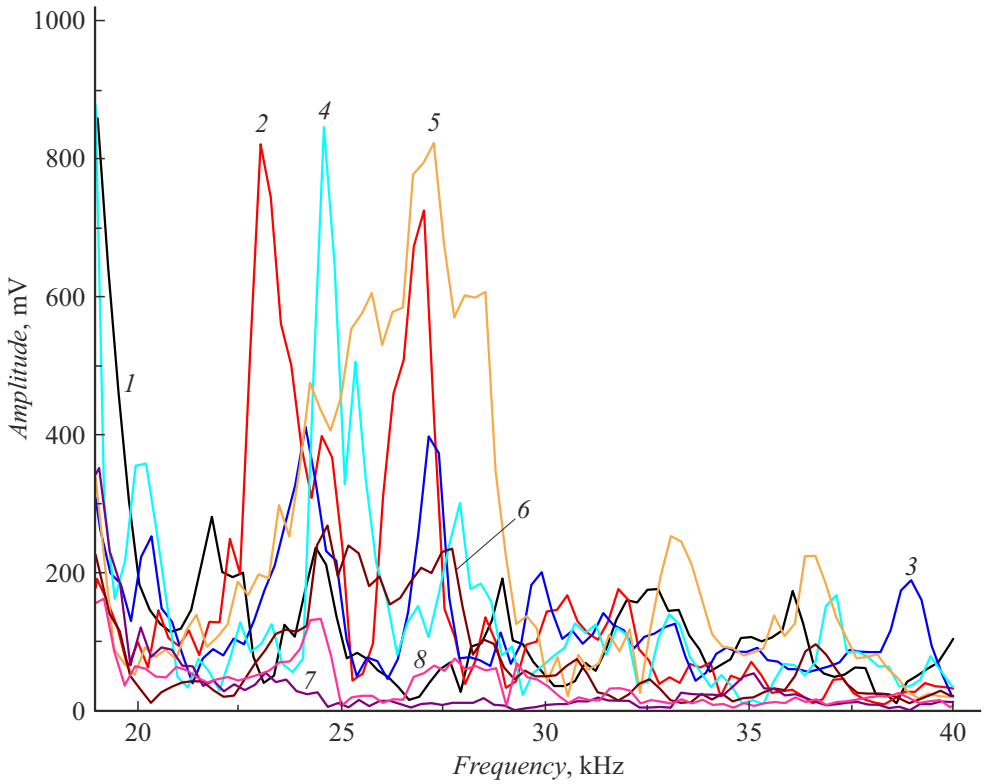


Рис. 1. Амплитудный спектр сигналов АЭ образцов с различными концентрациями оксида графена (GO). *1* — лак, *2* — 0.1, *3* — 0.2, *4* — 0.4, *5* — 0.5, *6* — 0.6, *7* — 0.8, *8* — 1 mass% GO.

тыре последовательных удара по четырем различным точкам на 11 образцах с увеличением концентрации частиц оксида графена в композиционном лаке. Также были получены спектры комбинационного рассеяния света полиуретановых покрытий с оксидом графена. На рис. 1 представлен амплитудный спектр сигналов АЭ, полученный для образцов при комнатной температуре.

Анализ амплитудного спектра позволяет сделать выводы о характере разрушения и прочностных характеристиках структурных элементов. Высокочастотные пиковые значения в спектре свидетельствуют о возникновении микротрещин, тогда как низкочастотные пики указывают на пластическую деформацию или крупные сколы. По амплитуде импульсов АЭ сделаны предварительные выводы о прочности структурных элементов. Анализ данных АЭ позволяет предположить, что при добавлении частиц оксида графена в полиуретановый лак происходит упрочнение полиуретанового покрытия при концентрациях от 0.1 до 0.6 mass%. Для уточнения данного предположения нами ведутся лабораторные исследования с применением других методов (рентгеновские, световая эмиссия и инструментальное индентирование), результаты которых могут быть получены до публикации настоящей работы. На рис. 2 представлен амплитудный спектр сигналов АЭ, полученный для образцов после выдержки в жидком азоте в течение 15 min. Указана температура поверхности в момент удара по покрытию.

После выдержки образцов в жидком азоте в течение 15 min можно сделать предположение, что упрочнение происходит даже при более высоких концентрациях оксида графена: 0.7 и 0.9 mass%.

На рис. 3 представлен спектр комбинационного рассеяния света полиуретанового покрытия с оксидом графена.

При увеличении концентрации оксида графена в полиуретановом покрытии возрастает интенсивность спектров комбинационного рассеяния. Замечено смещение пиков комбинационного рассеяния, что может указывать на то, что частицы оксида графена ковалентно присоединились к полиуретановой матрице. В процессе формирования ковалентной связи между полимерной матрицей и наполнителем на основе оксида графена наблюдается модификация поляризуемости данной связи. Поляризуемость можно описать как меру способности электронного облака к деформации под воздействием внешнего электрического поля. Так как в случае изменения жесткости связи в результате химической реакции неизбежно происходит смещение частоты ее колебательных мод, был сделан вывод о ковалентном присоединении частиц оксида графена.

Таким образом, проведены экспериментальные исследования динамики разрушения полиуретанового лака, модифицированного частицами оксида графена, с применением метода АЭ в наносекундном диапазоне. Анализ данных позволил предположить, что при до-

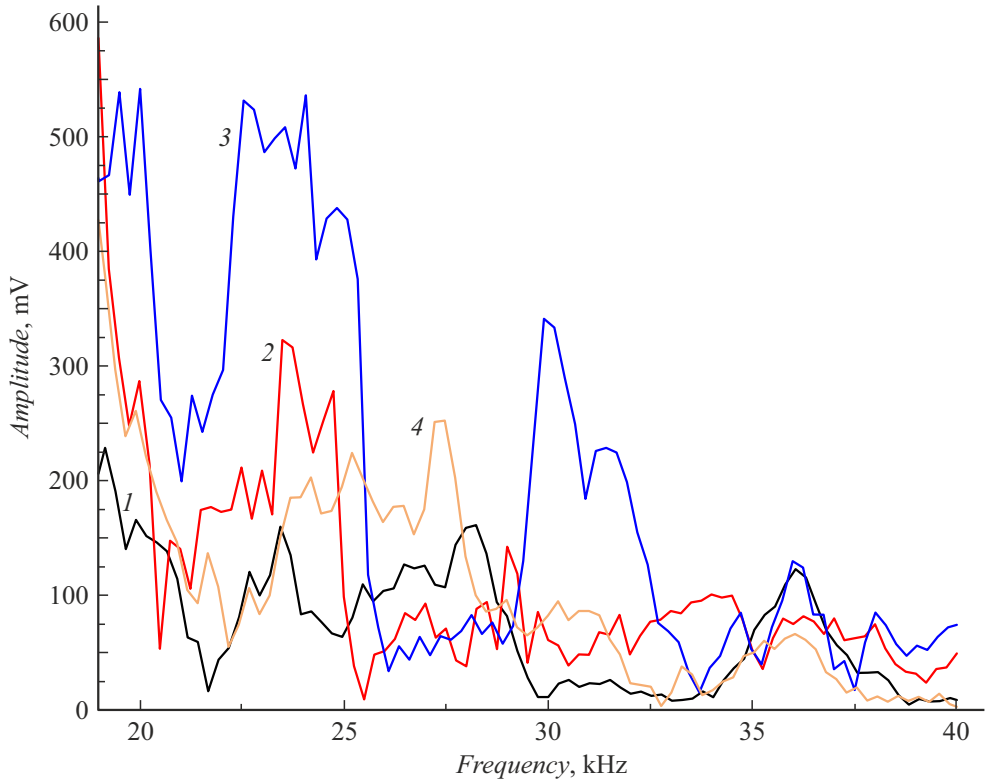


Рис. 2. Амплитудный спектр сигналов АЭ образцов с различными концентрациями оксида графена после охлаждения в жидком азоте. *1* — лак (−30 °C), *2* — 0.3 mass% GO (−30 °C), *3* — 0.7 mass% GO (−20 °C), *4* — 0.9 mass% GO (−20 °C).

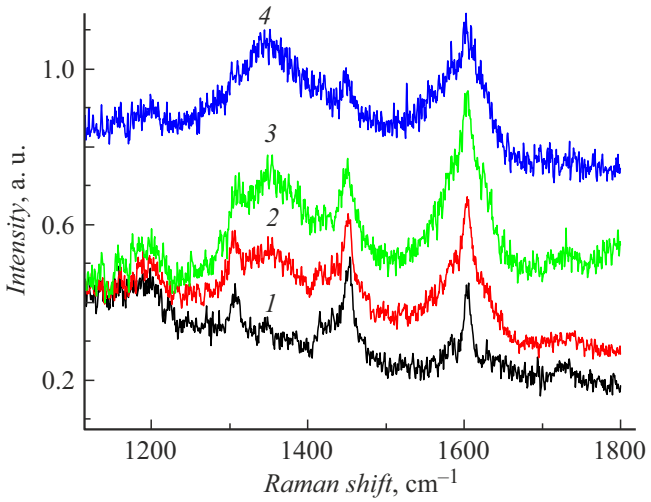


Рис. 3. Спектр комбинационного рассеяния света полиуретанового покрытия с оксидом графена. *1* — лак, *2* — 0.1 mass% GO, *3* — 0.5 mass% GO, *4* — 0.9 mass% GO.

бавлении частиц оксида графена в полиуретановый лак происходит упрочнение полиуретанового покрытия при концентрациях от 0.1 до 0.6 mass%. После выдержки образцов в жидком азоте было сделано предположение, что упрочнение происходит даже при более высоких концентрациях оксида графена: 0.7 и 0.9 mass%. При увеличении концентрации оксида графена в полиуретановом покрытии возрастает интенсивность спектров комбинационного рассеяния. Замечено смещение пиков комбинационного рассеяния, что может свидетельствовать о том, что частицы оксида графена ковалентно присоединились к полиуретановой матрице. Более детально эти предположения будут изучены на следующих этапах исследования. В настоящей работе закономерности амплитудных спектров были описаны гипотетически, поскольку на данном этапе основная задача заключалась в совершенствовании возможности применения метода АЭ в наносекундном (40 ns) разрешении для тестирования динамической прочности композиционных покрытий.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

[1] Y. Zhang, D. Gao, Constr. Build. Mater., **403**, 133178 (2023). DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2023.133178
[2] M. Rafiee, A. Fallah, S. Hosseini Rad, M.R. Labrosse, Compos. Commun., **53**, 102254 (2025). DOI: 10.1016/j.coco.2025.102254
[3] N.F. Doğan, Ö. Özbek, A. Erkliğ, Mater. Test., **64** (4), 490 (2022). DOI: 10.1515/mt-2021-2064

[4] Ch.V. Katsiropoulos, P. Pappas, N. Koutroumanis, A. Kokkinos, C. Galiotis, Compos. Sci. Technol., **227**, 109562 (2022). DOI: 10.1016/j.compscitech.2022.109562
[5] B. Wang, N. Li, S. Cheng, F. Hu, G. Li, H. Guo, C. Liu, Y. Chen, X. Jian, Polym. Compos., **43**, 2736 (2022). DOI: 10.1002/pc.26570 Polym.Compos.
[6] B.A. Alshammari, M. Hossain, A.M. Alenad, A.G. Alharbi, B.M. Al Otaibi, Polymers, **14** (9), 1718 (2022). DOI: 10.3390/polym14091718
[7] M. Akter, H. Ozdemir, K. Bilisik, Polymers, **16**, 1483 (2024). DOI: 10.3390/polym16111483
[8] A. Talapatra, D. Datta, Polym. Bull., **80**, 2299 (2023). DOI: 10.1007/s00289-022-04216-z
[9] H. Suherman, R. Dweiri, A.B. Sulong, M.Y. Zakaria, Y. Mahyoedin, Polymers, **14**, 502 (2022). DOI: 10.3390/polym14030502
[10] H. Zhang, H. Zhu, C. Xu, Y. Li, Q. Liu, S. Wang, S. Yan, Polymer, **252**, 124944 (2022). DOI: 10.1016/j.polymer.2022.124944
[11] G. Xue, J. Xing, M. Sun, X. Zhang, C. Liu, S. Xue, Z. Yuan, B. Zhang, Polym. Compos., **45**, 1826 (2023). DOI: 10.1002/pc.27892
[12] T. Kamatchi, R. Saravanan, S.M. Rangappa, S. Siengchin, Biomass Conv. Bioref., **13**, 11311 (2023). DOI: 10.1007/s13399-023-03911-9
[13] A. Osman, A. Elhakeem, S. Kaytbay, A. Ahmed, Adv. Compos. Hybrid Mater., **5**, 547 (2022). DOI: 10.1007/s42114-022-00423-4
[14] A. Griffin, Y. Guo, Z. Hu, J. Zhang, Y. Chen, Z. Qiang, Polym. Compos., **43** (9), 5747 (2022). DOI: 10.1002/pc.26905
[15] L. Guo, Z. Chen, H. Han, G. Liu, M. Luo, N. Cui, H. Dong, M.-Zh. Li, Appl Nanosci., **13**, 3273 (2023). DOI: 10.1007/s13204-022-02653-w
[16] Z. Zhu, Y. Yuan, Y. Pang, H. Yao, Y. Wang, J. Qu, H. Wang, Y. Zhai, P. Liu, Q. Zhou, Mech. Solids, **60**, 5258 (2025). DOI: 10.1134/S0025654425603945
[17] И.И. Кулакова, Г.В. Лисичкин, ЖОХ, **90** (10), 1601 (2020). DOI: 10.31857/S0044460X20100157 [I.I. Kulakova, G.V. Lisichkin, Russ. J. Gen. Chem., **90** (10), 1921 (2020). DOI: 10.1134/S1070363220100151].
[18] Х.Ф. Махмудов, В.Н. Савельев, ЖТФ, **95** (4), 712 (2025). DOI: 10.61011/JTF.2025.04.60006.26-24 [Kh.F. Makhmudov, V.N. Savelyev, Tech. Phys., **70** (4), 666 (2025). DOI: 10.61011/TP.2025.04.61207.26-24].
[19] А.В. Попов, В.Ю. Волошина, К.А. Журавский, М.А. Лабина, Advanced Engineering Research, **22** (4), 331 (2022). DOI: 10.23947/2687-1653-2022-22-4-331-337
[20] В.В. Носов, А.П. Возняковский, И.А. Королев, Д.А. Кульбеда, Цв. металлы, № 8, 14 (2023). DOI: 10.17580/tsm.2023.08.02
[21] И.П. Щербаков, Х.Ф. Махмудов, А.Е. Чмель, ЖТФ, **94** (1), 48 (2024). DOI: 10.61011/JTF.2024.01.56900.86-23 [I.P. Shcherbakov, Kh.F. Makhmudov, A.E. Chmel, Tech. Phys., **94** (1), 44 (2024). DOI: 10.61011/JTF.2024.01.56900.86-23].