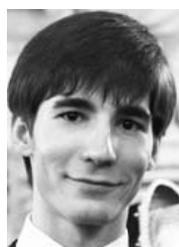




ГРИГОРЬЯНЦ
Александр Григорьевич
доктор технических наук,
профессор кафедры
«Технология сварки
и диагностики»
(МГТУ им. Н.Э. Баумана)



НОВИЧЕНКО
Денис Юрьевич
аспирант кафедры
«Лазерные технологии
в машиностроении»
(МГТУ им. Н.Э. Баумана)



СМУРОВ
Игорь Юрьевич
кандидат технических
наук, профессор
Ecole Nationale d'Ingénieurs
de Saint-Etienne (ENISE)

Лазерная аддитивная технология изготовления покрытий и деталей из композиционного материала

А.Г. Григорьянц, Д.Ю. Новиченко, И.Ю. Смуров

Для прямого лазерного нанесения материала (аддитивный процесс послойного выращивания металлических деталей по заданной компьютерной модели в одном технологическом цикле) использовались различные смеси порошков из стали и карбида титана. Построена технологическая карта процесса изготовления трехмерных объектов из композиционного материала. Исследованы различные типы микроструктуры полученного материала. Рассмотрен механизм образования фаз.

Ключевые слова: аддитивный процесс изготовления, прямое лазерное нанесение материала, лазерная наплавка, композиционный материал, металлическая матрица, карбид титана.

Laser Direct Material Deposition (LDMD) is an advanced additive process of manufacturing layer-by-layer metal parts according to the CAD model in a single-step process. Different mixtures of powders from steel and titanium carbide are tested. The processing map for producing 3D objects from composite material is constructed. Various types of the obtained material microstructure are studied. The mechanism of phase formation is investigated.

Keywords: additive manufacturing process, laser direct material deposition, laser cladding, composite material, metal matrix, titanium carbide.

Прямое лазерное нанесение материала — аддитивный метод лазерной обработки, позволяющий послойно изготавливать металлические детали по заданной компьютерной модели в одном технологическом цикле [1]. В отличие от традиционных методов металлообработки с удалением материала (точение, фрезерование) или с изменением формы (ковка, штамповка) при прямом лазерном нанесении материала происходит постепенное наращивание материала [2, 3], которое заключается в нанесении слоя материала путем расплавления основы и присадочного материала лазерным лучом. Порошковый материал транспортируется в зону обработки потоком инертного газа. Изготовленный материал имеет механические и физические характеристики, идентичные свойствам материала, полученного традиционной ковкой или литьем [4, 5]. Применение этой технологии уменьшает общее время производства и стоимость детали. Благодаря смешиванию различных порошков во время технологического процесса возможно получение сложных композиций с уникальными эксплуатационными свойствами [6].

Композиционный материал — неоднородный сплошной материал, состоящий из двух или более компонентов, среди которых можно вы-

делить армирующие элементы, обеспечивающие необходимые механические характеристики материала, и матрицу, гарантирующую совместную работу армирующих элементов [7]. Композиционные материалы используют в автомобильной и авиационной промышленности благодаря их повышенной жаропрочности, усталостной прочности, износостойкости и облегченной структуре [8]. Путем подбора состава и свойств наполнителя и матрицы, их соотношения, а также ориентации наполнителя можно получить композиционные материалы с требуемым сочетанием эксплуатационных и технологических свойств [9]. Различные исследования подтвердили преимущество лазерного метода изготовления покрытий из композиционного материала по сравнению с другими технологиями наплавки [10, 11].

Повышенные эксплуатационные свойства наносимого материала по сравнению с традиционными методами, минимальное термическое воздействие на основной материал, использование порошков сложного состава, автоматизация и высокая производительность создают предпосылки для применения лазерной технологии не только для получения специальных свойств поверхности изделий, но и для изготовления деталей машин [12, 13]. Изменение состава материала в процессе лазерного нанесения позволяет создавать материал со слоистой и градиентной структурой [14, 15].

Цель данной работы — демонстрация возможности прямого лазерного изготовления заготовок для деталей из композиционного материала на основе высокопрочной стали 14ХНЗМА и карбида титана. Сталь 14ХНЗМА применяется для изготовления шестерен, валов, червяков и других цементируемых деталей, работающих под действием ударных нагрузок. К ним предъявляются требования высокой прочности, пластичности и вязкости сердцевины, высокой поверхностной твердости. Использование композиционного материала позволяет снижать массу изделий и повышать их ресурс за счет увеличения прочностных свойств. Композиционный материал может заменить традиционную сталь 14ХНЗМА для специальных деталей.

Проведен полный факторный эксперимент и установлены зависимости между геометрией единичного валика, отдельного слоя и параметрами обработки. На основе полученных уравнений регрессии построена технологическая карта процесса изготовления многослойных трехмерных объектов из композиционного материала. Оптимизированы технологические параметры с целью повышения производительности и экономичности процесса. Изучены различные типы структур композиционного материала из стали и карбида титана.

Методика проведения исследований

Материалы

В данном исследовании использовались порошки стали 14ХНЗМА с размером частиц 106+45 мкм и карбида титана TiC с размером частиц 80+40 мкм.

Метод изготовления материала определил форму частиц. Порошок из стали 14ХНЗМА, изготовленный газовой атомизацией, имеет эллиптическую форму. Карбид титана, полученный прямым синтезом из титана и сажи, после дробления и измельчения приобрел сколообразный вид. Порошки исходных материалов были предварительно смешаны в следующих пропорциях: 66/34; 85/15; 90/10; 95/5; 97,5/2,5 % по объему стали и карбида титана, соответственно.

Единичные валики, отдельные слои, многослойные трехмерные объекты изготавливались на подложке из стали Ст3, обработанной спиртом и ацетоном.

Экспериментальная установка

Эксперимент проводился на индустриальной установке, оборудованной мощным лазером на CO₂, манипулятором с пятью степенями свободы и системой подачи порошка. Смесь порошка транспортируется инертным газом и фокусируется в зоне обработки с помощью коаксиального сопла. Во время процесса изготовления были зафиксированы следующие расходы технологических газов: несущий газ $G_{\text{нес}} (\text{Ar/He}) = 18/2$ л/мин, сжимающий газ $G_{\text{сж}} (\text{Ar}) = 10$ л/мин и защитный газ $G_{\text{защ}} (\text{Ar/He}) = 15/1$ л/мин. С помощью парабол-

лического медного зеркала с фокусным расстоянием $F = 230$ мм на поверхности подложки формируется лазерное пятно с ТЕМ_{01*} модой распределения плотности мощности. Диаметр лазерного пятна $d_{0,86}$ варьируется от 3,6 до 5 мм в зависимости от лазерной мощности.

План эксперимента

Для повышения производительности и экономичности процесса, эффективного использования энергии лазерного луча был проведен полный факторный эксперимент [16, 17]. Цель эксперимента — установление зависимости $y = f(x_1, x_2, \dots, x_k)$ между входными x и выходными y параметрами процесса.

Основные параметры процесса, такие как лазерная мощность P , скорость сканирования S , расход порошка F , являются входными параметрами x .

Геометрические характеристики валика, такие как высота валика H , ширина валика W , глубина проплавления подложки h , являются выходными параметрами y .

Область определения входных параметров x_i производится исходя из практической информации. Условия проведения опытов представлены в табл. 1.

Таблица 1

Область определения основных параметров процесса

Число входных параметров n	Входной параметр x_i		Число уровней q			
			1	2	3	4
1	Лазерная мощность P	кВт	2,6	3,2	3,8	4,4
2	Скорость сканирования S	м/мин	0,6	0,7	0,8	0,9
3	Расход порошка F	об/мин (г/мин)	2800 (20,1)	3600 (26,4)	4400 (32)	5200 (36,6)

Для оценки степени влияния входных параметров x_i проводилась нормализация, при которой осуществлялась замена входных переменных на безразмерные значения Δx_i , изменяющиеся в одинаковых пределах от -1 до $+1$.

Если число входных параметров n , то для проведения полного факторного эксперимента

необходимо $N = q^n$ опытов, где q — число уровней. Таким образом на подложку были нанесено $N = 4^3 = 64$ валика длиной 25 мм. Геометрические характеристики измерялись в начале, в середине и в конце каждого валика, затем подсчитывались их средние величины. Поскольку изменение выходной величины y носит случайный характер, проводилась параллельная серия опытов, а результаты измерений усреднялись.

Отдельный слой формировался путем последовательного наложения валиков с одинаковым шагом $p = 3$ мм. Многослойные трехмерные объекты изготавливались перекрестной стратегией, т.е. направления нанесения двух последовательных слоев были перпендикулярны друг другу.

Результаты исследований и обсуждение

Технологическая карта процесса

Алгоритм статистической обработки результатов подробно описан в литературе [16, 17].

В нашем случае математическое описание модели представляется в форме полинома второй степени. Для заданной совокупности данных $\{y_i, x_{i1}, \dots, x_{ip}\}_{i=1}^n$ модель регрессии имеет следующую форму:

$$y_i = \beta_0 + \beta_1 x_{i1} + \dots + \beta_p x_{ip}, \quad i = 1, \dots, n. \quad (1)$$

Затем n уравнений и их представление объединяются в векторной форме

$$Y = \beta X. \quad (2)$$

Окончательное решение имеет вид

$$\beta = (X^T X)^{-1} X^T Y. \quad (3)$$

После вычислений строится регрессионная модель для каждого выходного параметра, проверяется воспроизводимость эксперимента, а также значимость коэффициентов регрессии и адекватность представления результатов.

Лазерная мощность P , скорость сканирования S , расход порошка F имеют одинаковое влияние на высоту валика H . При увеличении лазерной мощности P или расхода порошка F высота валика H возрастает, а при повышении скорости сканирования S — снижается.

Для ширины валика W определяющим параметром является лазерная мощность P . При неизменных условиях проведения эксперимента изменение расхода порошка F не приводит к значительному изменению диаметра потока порошка в области обработки. Однако увеличение лазерной мощности P от 2 до 5 кВт сопровождается возрастанием диаметра лазерного пятна $d_{0,86}$ от 3,6 до 5 мм, как следствие, размер ванны расплава и ширина валика W растут.

Для оценки производительности и эффективности процесса рассчитывались технологические характеристики: коэффициент смешивания присадочного порошкового материала с материалом подложки $D = h/(H+h)$ и коэффициент использования порошка

$$E_p = \frac{2}{3} \rho HWS / F,$$

где ρ — плотность нанесенного материала.

На основе уравнений регрессии была построена технологическая карта процесса прямого лазерного нанесения валика из композиционного материала (рис. 1). Параметры процесса отмечены точками. Три уровня коэффициента смешивания D (15, 25 и 35%) представлены штриховой линией. Сплошные гиперболические кривые соответствуют разной высоте H (0,2...0,7 мм) и ширине валика W (4...5 мм). Коэффициент использования порошка E_p (10, 20 и 30%) показан штрихпунктирной линией. Зона с допустимым коэффициентом смешива-

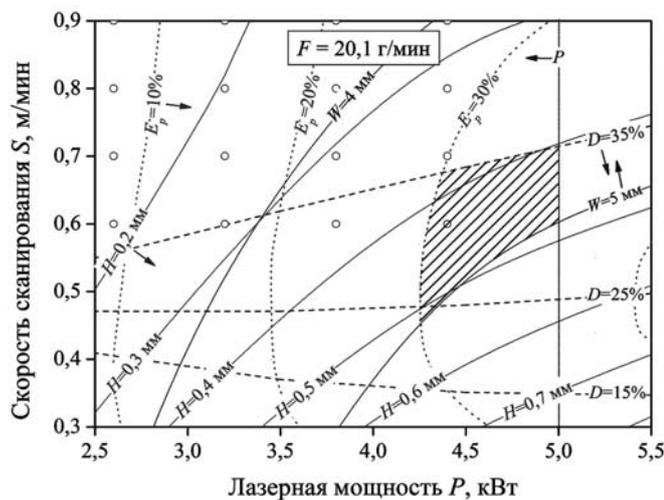


Рис. 1. Технологическая карта процесса прямого лазерного нанесения валика из композиционного материала 14ХН3МА/ТiС (85/15% об.)

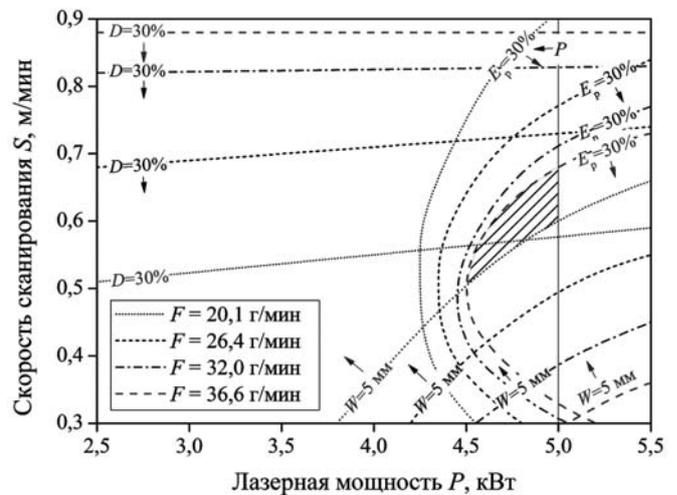


Рис. 2. Проекция трехмерной технологической карты процесса прямого лазерного изготовления объектов из композиционного материала 14ХН3МА/ТiС

ния и высоким коэффициентом использования порошкового материала заштрихована.

При одновременном изменении всех трех параметров лазерной обработки P , S и F технологическая карта процесса преобразуется в трехмерную, проекция которой представлена на рис. 2. Кривыми обозначены технологические характеристики ($D = 30\%$, $E_p = 30\%$, $W = 5$ мм, $P = 5$ кВт) для каждого значения расхода порошка F (20,1, 26,4, 32 и 36,6 г/мин). Область с оптимальными режимами отмечена штриховой линией.

Технологическая карта процесса позволяет также оценить толщину слоя для изготовления многослойного трехмерного объекта, которая превышает на 15...30% высоту единичного валика и зависит от шага между последовательно накладываемыми валиками.

Особенности структуры композиционного материала

Типичная структура композиционного материала из стали и карбида титана представлена на рис. 3.

Скорость охлаждения оказывает заметное влияние на однородность химического состава кристаллизующегося сплава. При высоких скоростях охлаждения, характерных для лазерной обработки, диффузионное перераспределение элементов в жидкой и твердой фазе произойти не успевает, возникает микроликвация, и в одном объеме материала образуется различная микроструктура (рис. 4).

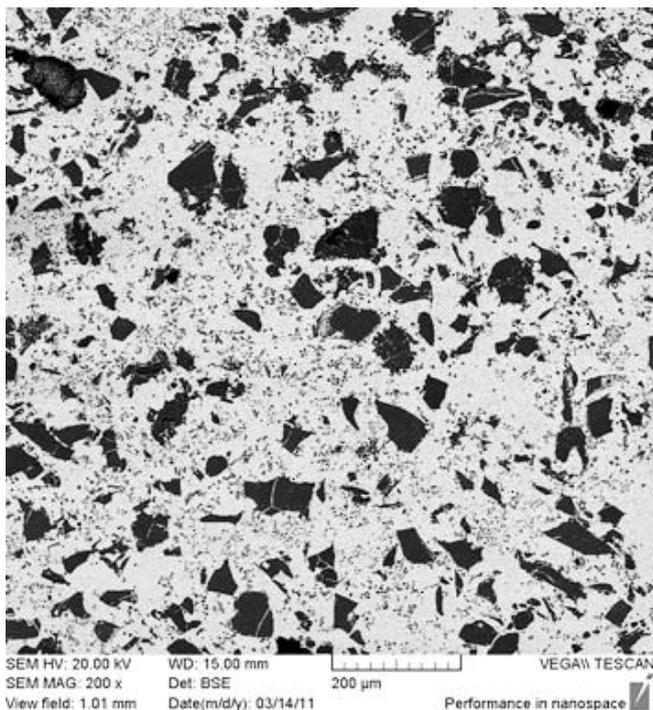


Рис. 3. Характерная структура композиционного материала из 14XN3MA/TiC (66/34% об.)

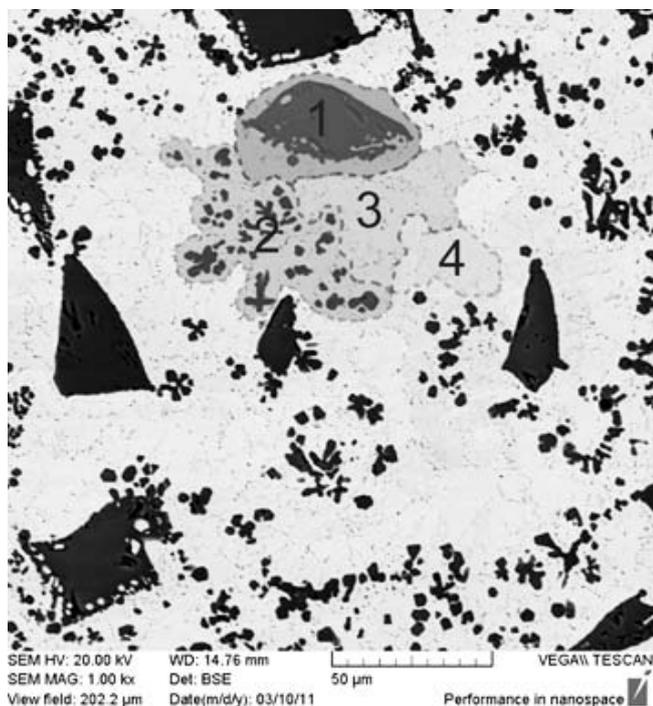


Рис. 4. Типы микроструктур в композиционном материале из 14XN3MA/TiC (66/34% об.)

В композиционном материале можно выделить следующие зоны:

1) частично растворенные добавляемые крупные карбиды титана;

2) мелкодисперсный карбид титана кубической, дендритной и игольчатой формы, выделившийся в зерне и по его границам;

3) карбид титана игольчатой формы, равномерно распределенный по границам зерен и дендритов;

4) точечное неоднородное выделение карбида титана по границам зерен.

Для определения влияния карбида титана на структуру и свойства стали проведены исследования с варьированием состава порошка.

Система Fe – TiC

Сплав 14XN3MA является низкоуглеродистой и низколегированной сталью, поэтому в первом приближении для оценки влияния карбида титана на микроструктуру и свойства стали рассматривается сплав Fe с TiC (рис. 5).

Квазибинарный разрез Fe – TiC представляет собой диаграмму эвтектического типа с содержанием TiC в эвтектике 3,8% и предельной растворимостью в железе 0,6% [18].

При увеличении скорости охлаждения концентрация растворенного элемента в твердом растворе возрастает по сравнению с равновесной концентрацией. Такие твердые растворы называют метастабильными, или пересыщенными. Происходит образование пересыщенного твердого раствора TiC в γ -Fe. В этом случае кристаллизация идет по метастабильной диаграмме состояния (см. рис. 5).

Для определения влияния карбида титана на микроструктуру и свойства стали были выбра-

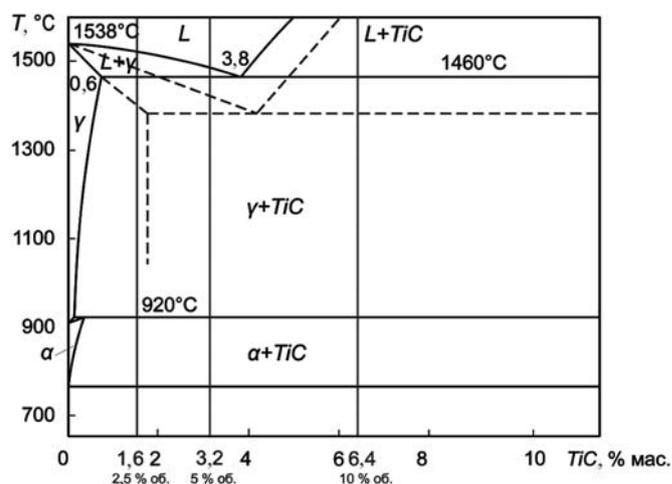


Рис. 5. Метастабильная диаграмма состояния системы Fe – TiC

ны следующие составы: 2,5 % об. (1,6 % масс.) TiC в Fe (доэвтектический сплав), 5 % об. (3,2 % масс.) TiC в Fe (сплав, близкий к эвтектическому) и 10 % об. (6,5 % масс.) TiC в Fe (заэвтектический сплав).

Заэвтектический сплав

Заэвтектический сплав с содержанием 10 % об. (6,5 % масс.) карбида титана состоит из трех фаз:

- 1) первичный карбид титана TiC_{перв};
- 2) эвтектика Э (γ + TiC);
- 3) вторичный карбид титана TiC_{втор} (рис. 6).

TiC_{перв} кристаллизуется в форме компактных многогранников, которые являются центрами кристаллизации эвтектики.

При высоких скоростях охлаждения, свойственных лазерной обработке, кристаллизация эвтектики происходит неравновесно. При затвердевании жидкость вблизи образовавшихся кристаллов TiC_{перв} обеднена карбидом титана. При высоких скоростях охлаждения диффузия TiC в γ-фазу не успевает пройти полностью. Поэтому эвтектика сначала кристаллизуется в форме ободка из γ-фазы вокруг TiC_{перв}, затем состав эвтектики выравнивается, и она кристаллизуется в характерной пластинчатой и стержневой форме (см. рис. 6).

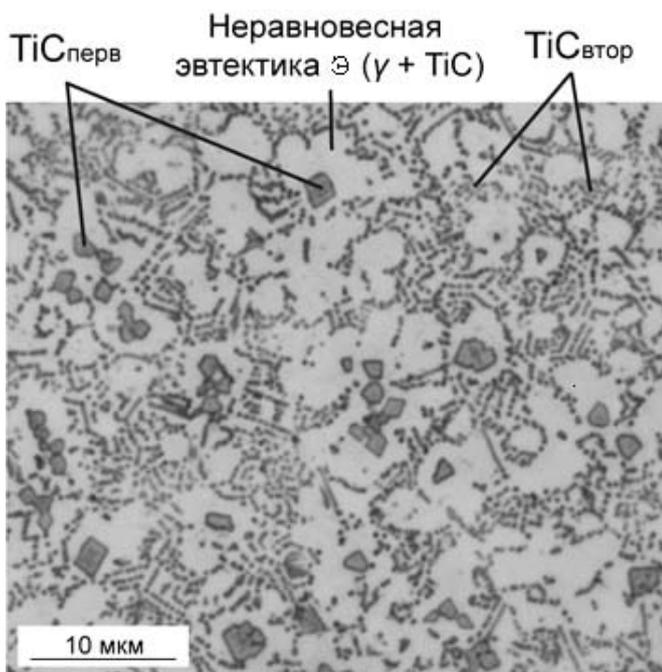


Рис. 6. Микроструктура заэвтектического сплава 14XN3MA/TiC (90/10% об.)

Вследствие изменения предела растворимости TiC в γ-Fe от 0,6 до 0,011 % внутри фазы эвтектического происхождения должны быть видны выделения вторичного карбида титана TiC_{втор}. Однако такие выделения трудно идентифицировать даже при сильном изменении растворимости в твердом состоянии.

Анализ на электронном растровом микроскопе подтвердил гипотезу образования такого типа структуры (рис. 7). Концентрация титана увеличена в области первичного карбида титана TiC_{перв} и эвтектической колонии Э (TiC + γ). Другие элементы распределены равномерно в сплаве.

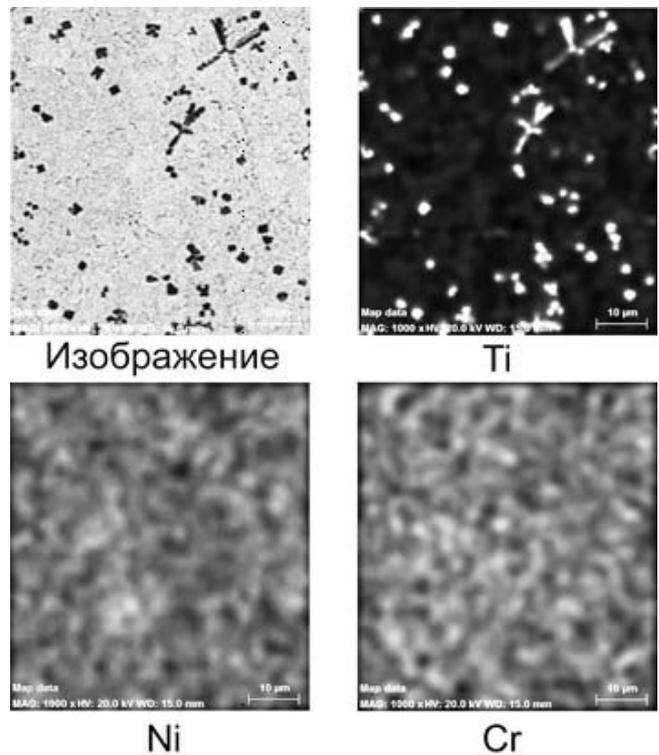


Рис. 7. Распределение химических элементов в заэвтектическом сплаве 14XN3MA/TiC (90/10% об.)

Доэвтектический сплав

Доэвтектический сплав с содержанием 2,5 % об. (1,6 % масс.) карбида титана состоит из двух фаз:

- 1) пересыщенный твердый раствор TiC в γ-Fe;
- 2) избыточный карбид титана TiC_{изб} (рис. 8).

Предел растворимости TiC в γ-Fe увеличивается в результате переохлаждения, и сплав по-

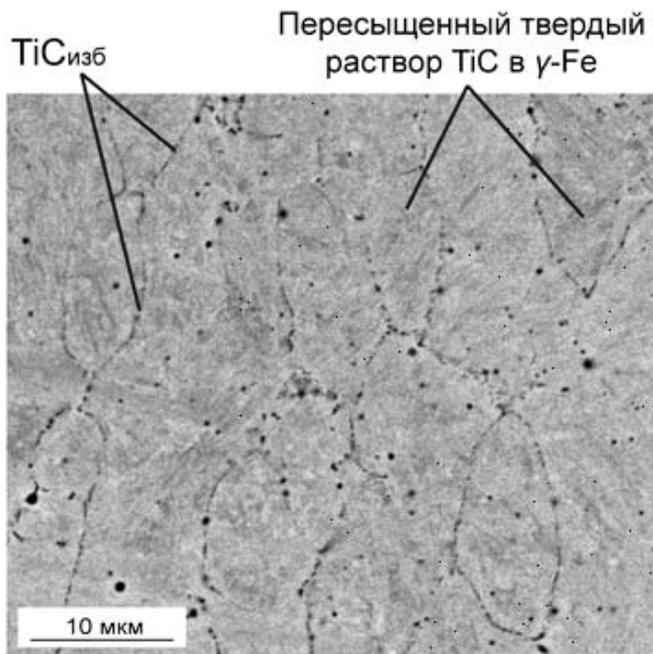


Рис. 8. Микроструктура доэвтектического сплава 14XN3MA/TiC (97,5/2,5% об.)

падает в однофазную область (см. рис. 5). Происходит образование пересыщенного твердого раствора карбида титана TiC в γ -Fe.

Сплав кристаллизуется в форме дендритов. Из-за термического влияния наносимых вышележащих слоев происходит выделение избыточного $TiC_{изб}$ из пересыщенного твердого раствора по границам зерен и дендритов (см. рис. 8).

Анализ на электронном растровом микроскопе подтвердил выделения избыточного карбида титана $TiC_{изб}$ (рис. 9). Распределение других элементов в сплаве равномерно.

Сплав, близкий к эвтектическому

Сплав, близкий к эвтектическому, с содержанием 5 % об. (3,2 % масс.) карбида титана состоит из двух фаз:

- 1) пересыщенный твердый раствор TiC в γ -Fe;
- 2) эвтектика Э ($\gamma + TiC$) (рис. 10).

Формирование пересыщенного твердого раствора TiC в γ -Fe происходит аналогичным образом. Сплав находится вне однофазной области вследствие большего содержания TiC по отношению к сплаву 14XN3MA/TiC (97,5/2,5 % об.), что приводит к выделению по границам дендритов колоний эвтектики пластинчатой

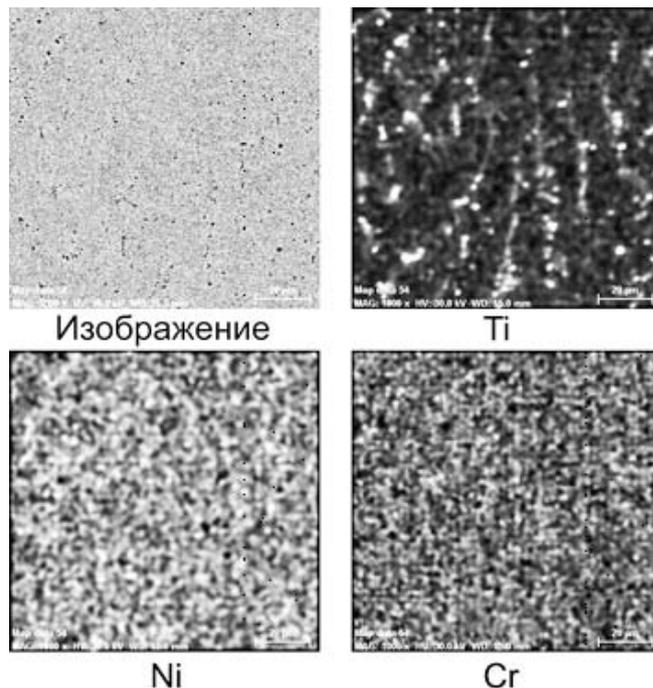


Рис. 9. Распределение химических элементов в доэвтектическом сплаве 14XN3MA/TiC (97,5/2,5% об.)

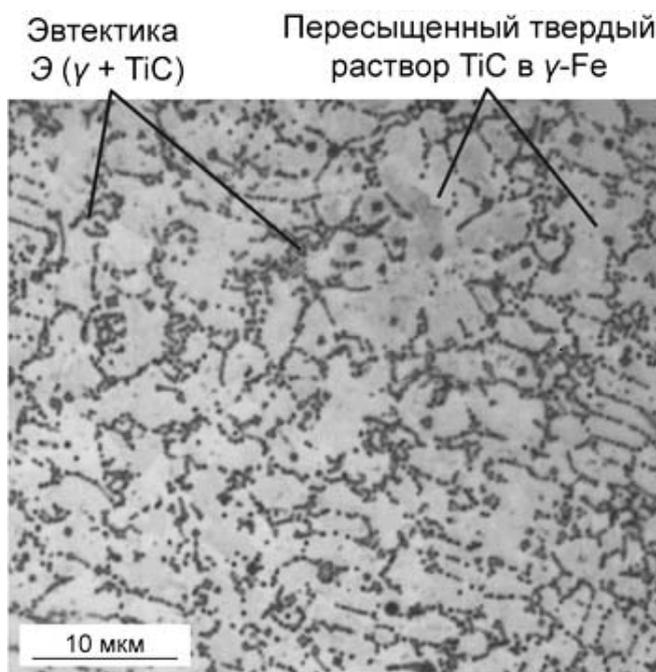


Рис. 10. Микроструктура сплава 14XN3MA/TiC (95/5% об.), близкого к эвтектическому

и стержневой формы. Выделение $TiC_{втор}$ не происходит из-за образования пересыщенного твердого раствора TiC в γ -Fe.

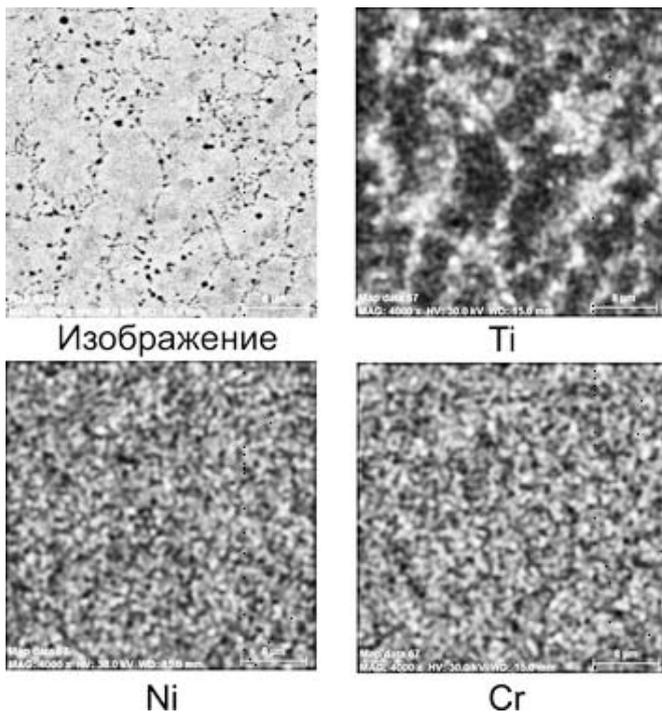


Рис. 11. Распределение химических элементов в почти эвтектическом сплаве 14ХН3МА/ТiС (95/5% об.)

Анализ на электронном растровом микроскопе подтвердил выделения эвтектики по границам дендритов Э ($\gamma + \text{TiC}$) (рис. 11). Распределение других элементов в сплаве равномерно.

Твердость

Результаты измерения твердости полученных сплавов продемонстрировали влияние типа структуры на свойства образцов (рис. 12).

Твердость заэвтектического сплава (10 % об. TiC) незначительно превышает твердость стали без карбида титана. Это обусловлено образованием неравновесной эвтектики, которая состоит из γ -фазы в форме ободка вокруг первичных кристаллов карбида титана и эвтектики Э ($\gamma + \text{TiC}$). Микротвердость γ -фазы, обедненной карбидом титана, ниже, чем микротвердость эвтектики. Поскольку объемное содержание γ -фазы значительно превышает другие фазы, твердость сплава определяется более пластичной γ -фазой.

В процессе изготовления многослойных объемных образцов наблюдается снижение твердости от верхних слоев к линии сплавле-

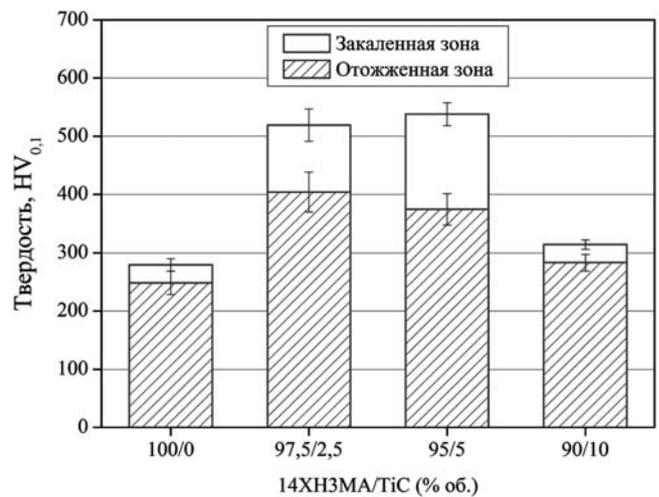


Рис. 12. Твердость сплавов 14ХН3МА/ТiС при разном объемном содержании карбида титана. Параметры нанесения: 14 слоев

ния с подложкой в результате многократного теплового воздействия. Происходят частичные структурные и фазовые превращения, которые приводят к разупрочнению материала. Поэтому условно в образцах выделяем верхнюю закаленную и нижнюю отожженную зону.

Доэвтектические сплавы с содержанием 2,5 и 5% TiC имеют высокую твердость, которая выше приблизительно на 40% в отожженных и на 90% в закаленные слоях, чем твердость стали без карбида титана в соответствующих областях. Образование твердого пересыщенного раствора TiC в γ -Fe с сильно искаженной кристаллической решеткой резко увеличивает твердость. В этом случае твердость доэвтектической стали достигает 550 HV_{0,1} в верхних закаленных слоях, затем падает до 400 HV_{0,1} в середине образца из-за повторного нагрева сплава вышележащими слоями. Выделение избыточного карбида титана из твердого пересыщенного раствора TiC в γ -Fe уменьшает искажение кристаллической решетки.

Выводы

Осуществлено прямое лазерное изготовление многослойных трехмерных объектов из композиционного материала на основе стали 14ХН3МА и карбида титана. Установлены функциональные зависимости между основными параметрами процесса и геометрическими характеристиками валика и слоя. На основе

регрессионного анализа построена технологическая карта процесса изготовления многослойных трехмерных объектов и найдены оптимальные параметры.

При лазерной обработке диффузионное перераспределение элементов не успевает произойти, и в одном объеме материала образуется микроструктура разного типа. Для определения влияния карбида титана на структуру и свойства стали проведены исследования с варьированием состава порошка.

Сплавы с 2,5, 5 и 10 % по объему карбида титана, изготовленные лазерным методом, представляют три разные структуры:

1) твердый пересыщенный раствор TiC в γ -Fe и избыточный карбид титана TiC_{изб} (доэвтектический сплав);

2) твердый пересыщенный раствор TiC в γ -Fe и эвтектика Э ($\gamma + \text{TiC}$) (почти эвтектический сплав);

3) первичный карбид титана TiC_{перв}, неравновесная эвтектика Э ($\gamma + \text{TiC}$) и вторичный карбид титана TiC_{втор} (заэвтектический сплав).

Сплавы с низким содержанием карбида титана (2,5 и 5 % об.) имеют самую высокую твердость (около 550 HV_{0,1}) благодаря образованию пересыщенного твердого раствора TiC в γ -Fe с сильным искажением кристаллической решетки. При 10% по объему содержания карбида титана твердость полученного материала незначительно превышает твердость стали без карбида титана (около 280 HV_{0,1}) благодаря неравновесной эвтектики, которая в основном состоит из пластичной γ -фазы.

Результаты исследований позволяют рекомендовать полученный композиционный материал для дальнейших испытаний и оценки поверхностных и физико-механических свойств.

Литература

1. Wohler T. Wohlers report 2004: Rapid prototyping, tooling and manufacturing state of the industry: Annual worldwide progress report. Fort Collins: Wohlers Associates, 2004. 270 p.

2. Григорьянц А.Г., Шиганов И.Н., Мисуров А.И. Технологические процессы лазерной обработки / Под ред. А.Г. Григорьянца. М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2006. 664 с.

3. Toyserkani E., Khajepour A., Corbin S. Laser cladding. Boca Raton: CRS Press, 2005. 280 p.

4. Closed loop direct metal deposition: Art to part / Mazumder J., Dutta D., Kikuchi N., Ghosh A. // Optics and Lasers in Engineering. 2000. N 34. P. 397–414.

5. The direct metal deposition of H13 tool steel for 3-D components / Mazumder J., Choi J., Nagarathnam K., Koch J., Hetzner D. // Journal of the Minerals, Metals and Materials Society. 1997. N 49. P. 55–60.

6. Potential of direct metal deposition technology for manufacturing thick functionally graded coatings and parts for reactors components / Thivillon L., Bertrand Ph., Laget B., Smurov I. // Journal of Nuclear Materials. 2009. N 385. P. 236–241.

7. Композиционные материалы: Справочник / Под ред. В.В. Васильева, Ю.М. Тарнопольского. М.: Машиностроение, 1990. 512 с.

8. Gay D., Hoa S.V. Composite Materials: Design and Applications. 2nd ed. Paris: CRC Press, 2007. 648 p.

9. Chung D.D.L. Composite Materials. 2nd ed. London: Springer, 2010. 349 p.

10. Laser cladding with (WC+W₂C)Co—Cr—C and (WC+W₂C)Ni—B—Si composites for enhanced abrasive wear resistance / Gassmann R.C. // Journal of Materials Science and Technology. 1996. N 12. P. 691–696.

11. Influence of tungsten carbide particle size and distribution on the wear resistance of laser clad WC-Ni coatings / Van Acker K., Vanhoyweghen D., Persoons R. // Wear. 2005. N 258. P. 194–202.

12. Transport phenomena during direct metal deposition / He X., Mazumder J. // Journal of Applied Physics. 2007. Vol. 101. N 5. P. 1–9.

13. Residual stresses in laser-deposited metal parts / Kahlen F.-J., Kar A. // Journal of Laser Applications. 2001. Vol. 13. N 2. P. 60–69.

14. Tensile Strengths for Laser—Fabricated Parts and Similarity Parameters for Rapid Manufacturing / Kahlen F.—J., Kar A. // Journal of Manufacturing Science and Engineering. 2001. N 123. P. 38–44.

15. Hardness, chemical and microstructural studies for laser-fabricated metal parts of graded materials / Kahlen F.—J., Von Klitzing A., Kar A. // Journal of Laser Applications. 2000. Vol. 12. N 5. P. 205–209.

16. Freedman D.A. Statistical Models: Theory and Practice. New York: Cambridge University Press, 2005. 424 p.

17. Steel R.G.D., Torrie J.H. Principles and Procedures of Statistics. New York: McGraw Hill, 1960. 481 p.

18. Гуревич Ю.Г., Нарва В.К., Фраге Н.П. Карбидостали. М.: Металлургия, 1988. 144 с.

Статья поступила в редакцию 12.05.2011 г.