

О.Н. РЯБИНИНА

О ВЗАИМОДЕЙСТВИИ ТУГОПЛАВКИХ И ЖАРОПРОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ С МЕТАЛЛИЧЕСКИМИ ПОРОШКАМИ В ПРОЦЕССЕ ЭЛЕКТРОРАЗРЯДНОГО СПЕКАНИЯ

Исследовано взаимодействие тугоплавких и жаропрочных материалов с металлическими порошками в процессе электроразрядного спекания (ЭРС). Полученные результаты могут быть полезными для развития теоретической технологии в порошковой металлургии. Установлены технологические принципы создания более стойкого комбинированного пресс-инструмента для электроразрядного спекания.

В последние годы традиционные технологические процессы порошковой металлургии – прессование с последующим спеканием в печах – все чаще заменяются более производительными и эффективными методами, в которых совмещены процессы прессования и спекания, а спекание в печах заменяется электроспеканием. Эти методы более кратковременны, требуют меньших затрат энергии и труда, позволяют высвободить производственные площади, занятые оборудованием. Их применение дает возможность изготавливать изделия из таких порошков, как алюминий или содержащих его смесей, которые не поддаются обработке традиционными методами порошковой металлургии. К таким методам и относится способ электроразрядного спекания (ЭРС), который следует считать новым и перспективным, обеспечивающим использование теплоты, выделяющейся в результате электрических микроразрядов.

Вместе с тем, электроразрядное спекание характеризуется интенсивным массопереносом не только между компонентами спекаемых порошковых смесей, но и между порошковыми частицами и деталями прессформ. Результатом массопереноса, вызываемого электроразрядной обработкой являются процесс припекания (адгезии) порошка к электродам-пуансонам и матрицам, а так же возникновения новых фаз на контакте между порошком и электродом-пуансоном.

В этой связи принципиальное значение для использования способа в промышленности приобретает проблема выбора и разработки материалов для пресс-инструмента – электродов-пуансонов и матриц, изыскания путей повышения его эксплуатационной стойкости.

Существующие рекомендации и отрывочные сведения по материалам пресс-инструмента для ЭРС являются недостаточными, и они нуждаются в опытной проверке.

В настоящей работе предлагаются одно из возможных решений этой задачи. Полное решение этого вопроса невозможно без детального исследова-

ния взаимодействия в системах электрод-пуансон – спекаемый порошок, матрица – спекаемый порошок и установления общих закономерностей взаимодействия в этих системах с различными металлами в процессе электроразрядной обработки.

Методика включала проведение процесса электроразрядного спекания на установке, сконструированной и изготовленной в Институте проблем материаловедения Академии Наук Украины.

Для создания более стойких инструментальных материалов были взяты за основу жаропрочный графит марки МПГ-6, жаропрочная инструментальная сталь 3Х2В8Ф, асбестоцемент и весьма широкий класс металлоподобных и ковалентных тугоплавких соединений (TiC , Cr_3C_2 , $TiN+Si_3N_4$, AlN , Si_3N_4 , Al_2O_3), используемых в качестве облицовок или покрытий электродов-пуансонов и матриц. Спекались такие типичные и широко применяющиеся объекты порошковой металлургии, как порошки железа, меди, никеля, алюминия, титана и некоторые смеси на их основе.

Изучение взаимодействия различных тугоплавких и жаропрочных материалов с рядом металлических порошков в процессе электроразрядной обработки проводилось с применением современных физических методов исследования.

Твердофазное взаимодействие в системах электрод-пуансон – спеченный порошок исследовалось на образцах полученных путем запрессовывания компактных образцов из исследуемых жаропрочных материалов в порошок, который подвергался электроразрядному спеканию.

Изучение микроструктуры зоны контакта в системах жаропрочный материал – спеченный порошок проводилось с помощью металлографического анализа на микроскопе МИМ-8М, фазовые превращения в поверхностных контактных слоях электродов-пуансонов контролировали рентгенографическим фазовым анализом на установках ДРОН-0,5 и УРС-50И. Концентрационные кривые распределения элементов по глубине зоны проникновения в системе электрод-пуансон – спеченный

порошок снимались с помощью микрорентгеноспектрального (проводимого на установке IXA-5) и послойного микроспектрального анализов. Измерение микротвердости в зоне контакта проводилось на установке ПМТ-3. Микрорельеф поверхности электродов-пуансонов определяется на профилографе «Калибр-ВЭИ».

Покрытия из тугоплавких соединений на графите и сталях получали следующими методами: диффузионным насыщением, электроискровым легированием, детонационным напылением, плазменным напылением.

Исследование взаимодействия графита с порошками Al, Ti, Cu, Ni при электроразрядном спекании

Исследовано взаимодействие графитовых электродов-пуансонов с порошками Al, Cu, Ti, смесью порошков Cu+Ni при их электроразрядном спекании. Установлено, что при доведении порошка алюминия до оплавления (эффективная плотность тока $4 \cdot 10^6$ А/м²) происходит пропитка металлом графитовых электродов-пуансонов, которые имеют существенную исходную пористость.

Исследование процесса пропитки графитовых электродов-пуансонов алюминием показало, что воздействие давлением $\sim 10^2$ МН/м² (1 тс/см²) интенсифицирует процесс пропитки, глубина пропитки за 1 цикл составляет 5-6 мм, степень пропитки достигает 70 %.

Полученный эффект пропитки графита алюминием в процессе электроразрядного спекания можно объяснить тем, что электрические микроразряды возникают не только между частицами алюминия, но и между поверхностью электрода-пуансона и частицами алюминия в результате чего происходит разрушение окисных пленок частиц алюминия и их частичное оплавление. Известно, что алюминий не смачивает графит до 1200 °C, но разрушение окисной пленки улучшает смачивание графита алюминием, что и приводит к проникновению частиц и капель алюминия в поры графита как за счет капиллярных сил, так и сил внешнего давления.

Явление пропитки пористых графитовых электродов-пуансонов обнаружено так же и при спекании бронзового порошка.

При исследовании графитовых электродов-пуансонов, использовавшихся при ЭРС титана, обнаружено образование в зоне контакта карбида титана, толщина слоя которого достигает 50-100

мкм (длительность обработки 90 с) и сильное схватывание спекаемого объекта с электродами-пуансонами.

В процессе электроразрядной обработки меди и смеси медь-никель с использованием графитовых электродов-пуансонов возникновения дополнительных фаз в контактной зоне не установлено и припекания не наблюдается.

Установлено сильное выгорание графитовых электродов-пуансонов в результате взаимодействия с воздухом, что ограничивает их использование до 10 спеканий. Таким образом, графитовые электроды-пуансоны могут быть рекомендованы для электроразрядного спекания порошков меди, смеси медь-никель, причем стойкость графита определяется его стойкостью против окисления.

Исследование условий получения и свойств композиционных материалов на основе графита и углеродной ткани, пропитанных алюминием

Обнаруженный экспериментальный факт пропитки графита алюминием представляет значительный интерес для получения композиционного материала для трения на основе графита и алюминия методом ЭРС. Для получения этого композита использовался графит МПГ-6 и алюминиевый порошок ПА-4. Режим электроразрядной обработки для получения композита графит-алюминий: давление подпрессовки 6 МН/м², эффективная плотность тока 370 А/см², частота переменной составляющей 2750 Гц, время обработки 120 с, давление прессования 100 МН/м². Метод ЭРС для получения композиции графит-металл является более простым и экономически целесообразным, он не требует приготовления расплава, раздельного нагрева изделий и металла, создания вакуума, что позволит получить значительный экономический эффект при внедрении этого способа в промышленность.

Полученный композит может найти применение при изготовлении щеток электрических бритв, автотракторных электрических машин, уплотнительных или контактных колец в электрических машинах, электроприборах.

Метод электроразрядного спекания является перспективным способом получения новой перспективной композиции алюминий – углеродное волокно. Для получения указанной композиции использовалась углеродная лента ЛУ-1М. Алюминий использовался в виде порошка марки ПА-4 или фольги марки АМП-2.

Получение образцов композиции алюминий – углеродное волокно осуществлялось в пресс-форме из графита МПГ-6, в которую послойно укладывалась углеродная лента и фольга или вместо фольги засыпался порошок алюминия. Получены образцы с односторонним расположением волокна.

Исследования влияния параметров процесса электроразрядной обработки на механические свойства полученной композиции показали, что существенное влияние на прочность при изгибе оказывают давление подпрессовки, время обработки и эффективная плотность тока. Варьируя эти параметры, удалось получить материал, обладающий прочностью при изгибе 300–350 МН/м².

Существующие технологии получения композиции алюминий – углеродное волокно сложны и не позволяют реализовать все потенциальные возможности, заложенные в матрице и упрочнителе. Метод ЭРС может оказаться перспективным, экономически целесообразным и достаточно простым.

Исследование взаимодействия графита, покрытого тугоплавкими соединениями, с металлическими порошками при электроразрядном спекании

На основании исследований установлено, что комплексное покрытие на графите с включением ковалентных тугоплавких соединений (TiN+Si₃N₄) обладает большей адгезией к графиту, чем покрытия из металлоподобных тугоплавких соединений, представленных карбидами хрома и титана. Этим объясняется отсутствие трещин и отслаивания этого покрытия, в то время как покрытия из карбида хрома и карбида титана в процессе ЭРС трескаются и отслаиваются.

С помощью микроспектрального анализа показано, что существенное взаимодействие карбидохромового покрытия с железным порошком в процессе его электроразрядного спекания объясняется интенсификацией диффузионных процессов на контакте электрод-пуансон – спекаемый порошок. В процессе ЭРС железо интенсивно проникает в карбидохромовое покрытие и далее в графит. Хром из покрытия (рис. 1) переносится как в железо, так и в графит. Глубина проникновения хрома в железо составляет 35 мкм, при эффективной плотности тока $4,6 \cdot 10^6$ А/м² и длительности обработки 60 с.

Отсутствие взаимодействия комплексного покрытия из TiN+Si₃N₄ с железным и медным порошком позволяет рекомендовать графитовые электро-

ды-пуансоны, покрытые этим составом, для ЭРС железа и меди, учитывая также их высокую стойкость против окисления.

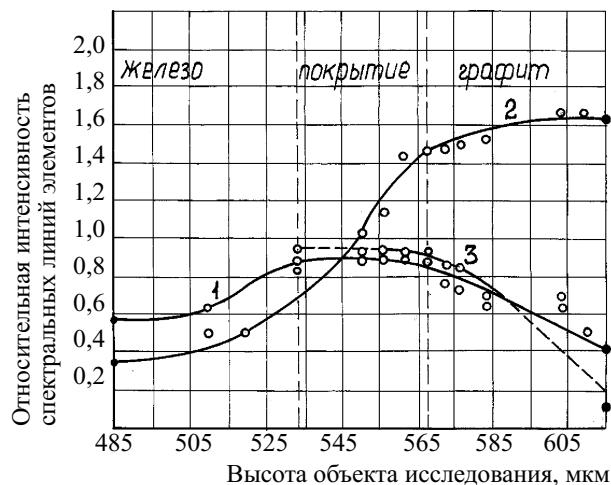


Рис. 1. Распределение элементов в системе графит – карбидный слой – железо после ЭРС железного порошка по данным послойного микроспектрального анализа:
1 – хром; 2 – углерод; 3 – железо.

Исследование стойкости электродов-пуансонов из жаропрочных инструментальных сталей и их взаимодействия с порошками Cu, Ni, Mo, Al, Ti при электроразрядном спекании

На основании исследований стойкости и поведения электродов-пуансонов из стали 3Х2В8Ф установлена потеря формы электродами-пуансонами под нагрузкой, что связано со снижением твердости, разупрочнением электродов-пуансонов в процессе их эксплуатации.

Причиной разупрочнения стальных электродов-пуансонов является обеднение твердого раствора легирующими элементами (W, C) вследствие резкого увеличения количества карбидной фазы состава Fe3W3C в поверхностном слое, толщиной ~ 120 мкм. Металлографические исследования также показали, что параллельно в процессе старения интенсивно протекает коагуляция карбидной фазы в поверхностных слоях электродов-пуансонов из стали. В исходном электроде-пуансоне карбидные включения в основном были размером от 1 до 4 мкм и распределены равномерно, в работавшем электроде-пуансоне размеры карбидных включений колеблются от 4 до 20 мкм, причем распределение их неравномерно.

Электроды-пуансоны из стали 3Х2В8Ф не взаимодействуют с медью и могут быть рекомендо-

ваны для более успешного применения их по сравнению с выгорающим графитом.

С помощью микрорентгеноспектрального и рентгенофа-зового анализов установлено существенное взаимодействие стальных электродов-пуансонов с порошковыми смесями Cu+Ni, Ni+Mo, а также с Al и Ti. В качестве примера на рис. 2 приведены данные микрорентгеноспектрального анализа, выполненного с помощью микроанализатора JXA-5; эти данные характеризуют взаимодействие в системе сталь 3Х2В8Ф – медно-никелевый сплав. Из рис. 2 видно, что имеет место диффузия железа в медно-никелевый сплав (кривая 1) и никеля в сталь (кривая 2).

Благодаря большей тепло- и электропроводности металлических электродов-пуансонов увеличиваются теплопотери в процессе спекания по сравнению с использованием графитовых электродов-пуансонов.

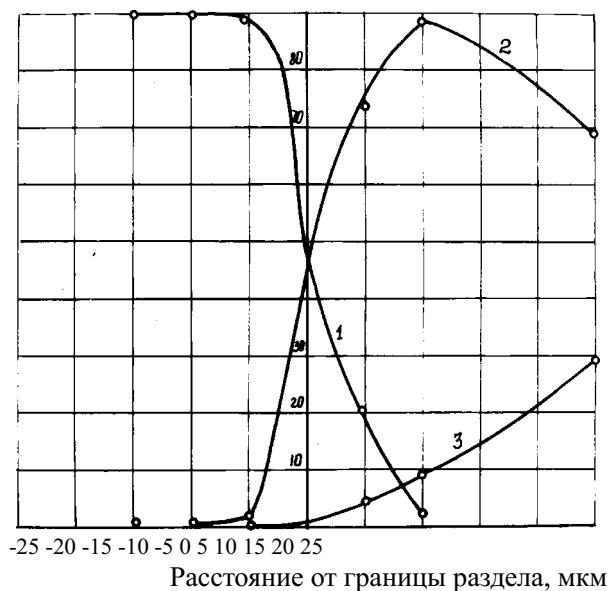


Рис. 2. Распределение элементов в системе сталь 3Х2В8Ф – Cu+Ni после ЭРС по данным микрорентгеновского анализа (по оси ординат отложены относительно

$$\text{концентрации } \frac{C_i}{\sum_{i=1}^3 C_i}: \\ 1 - \text{железо}; \quad 2 - \text{никель}; \quad 3 - \text{меди.}$$

Исследование взаимодействия жаропрочных инструментальных сталей, покрытых тугоплавкими соединениями, с металлическими порошками при электроразрядном спекании

Для снижения теплопотерь, а также уменьшения взаимодействия с металлическими порошко-

ми проведены исследования по покрытиям электродов-пуансонов из стали 3Х2В8Ф.

В результате установлено, что наиболее приемлемыми способами нанесения покрытий на жаропрочную сталь 3Х2В8Ф являются диффузионное насыщение и плазменное напыление карбидов хрома и титана. Электроды-пуансоны из стали 3Х2В8Ф с такими покрытиями обеспечивают качественное спекание порошков меди, железа, смесей Cu+Ni, Cu+Sn+Al₂O₃.

Разработанные в результате этих исследований рекомендации, касающиеся электродов-пуансонов, используются в технологическом процессе производства хонинговых брусков методом электроразрядного спекания, внедренном в особом конструкторско-технологическом бюро Института проблем материаловедения Академии Наук Украины.

Покрытия из карбидов хрома и титана не препятствует взаимодействию электродов-пуансонов с металлическими порошками алюминия и бронзы в случае их оплавления. Порошок титана взаимодействует при спекании в твердой фазе.

Исследование условий получения и свойств некоторых износостойких антифрикционных материалов

Метод электроразрядного спекания опробован для получения износостойких композиционных материалов матрично-наполненного типа. Проведено исследование по выбору оптимального содержания наполнителя и размера его фракций для обеспечения оптимальной работоспособности материала.

Для нахождения оптимального режима ЭРС образцов композиции стеллит-бронза использован метод математического планирования эксперимента.

Исследование износостойкости композиционных материалов позволяет сделать вывод о том, что несущая способность композиционных материалов в 1,5-2 раза превышает несущую способность матричной основы, а максимальную нагрузку выдерживает композиция содержанием сормайта 60% (по массе) крупной фракции (табл.). Имеется тенденция к уменьшению предельной нагрузки с уменьшением размера фракции наполнителя. Содержание наполнителя незначительно сказывается на износе контроллера, более существенное влияние на износ оказывает фракция наполнителя: износ контроллера увеличивается с уменьшением фракции наполнителя.

Технические науки

Показано, что с повышением скорости скольжения средний коэффициент трения уменьшается для пар трения с композиционными материалами и увеличивается для пар трения с матричной основой Бр. 010 (табл. 1).

Способ электроразрядного спекания композиций стеллит-бронза, сормайт-бронза имеет ряд преимуществ по сравнению с традиционной технологией: не требуется длительных трудоемких операций при подготовке к пропитке, не используется инертная среда и вакуум, процесс кратковремен и является экономически целесообразным.

Применение способа электроразрядного спекания перспективно при получении антифрикционных износостойких композиционных материалов и, в частности, подшипниковых материалов матрично-наполненного типа, успешно испытанных в опорах скольжения шарошечных бурильных долот.

Исследование поведения электродов-пуансонов из стали с покрытиями карбидов хрома и титана, полученными при диффузионном насыщении, при ЭРС стеллито-бронзовых композиций показало, что схватывания в этих случаях нет, но покрытие в связи с его малой толщиной (10-20 мкм) продавливается зернами твердого наполнителя. Установлено, что наиболее перспективным из использованных методов упрочнения рабочей поверхности электродов-пуансонов для ЭРС композитов матрично-наполненного типа является метод плазменного напыления. Электроды-пуансоны из стали 3Х2В8Ф с карбидотитановым покрытием на никелевой связке, полученным плазменным напы-

лением, обеспечивают многократное спекание композитов без отслоения покрытия. Этот инструмент позволил осуществить технологию ЭРС стеллито-бронзовой композиции.

Исследование взаимодействия в системах ковалентные тугоплавкие соединения – спекаемый порошок

С целью выбора наиболее перспективных материалов матриц для электроразрядного спекания металлических порошков в задачу исследования входило изучение зоны контакта в системах ковалентное тугоплавкое соединение – спеченный порошок, оценка адгезионного взаимодействия в этих системах и влияние суммарной плотности тока, времени обработки на поведение тугоплавких соединений и характер взаимодействия их со спекаемыми порошками в процессе ЭРС.

В экспериментах по определению адгезии, а также при металлографическом исследовании взаимодействия неметаллоподобных тугоплавких соединений с порошками Cu, Al, Fe при ЭРС установлено отсутствие взаимодействия и схватывания указанных порошков с AlN, Si₃N₄, SiC, Al₂O₃, Si₃N₄+SiC+Al₂O₃.

Поэтому для матриц при электроразрядной обработке порошков Al, Cu, Fe могут быть рекомендованы нитриды Si₃N₄, AlN, карбиды кремния SiC, окись алюминия. Однако проблемы, связанные с низкой теплопроводностью такого рода материалов, еще ждут своего решения.

Таблица. Характеристики трения композиции бронза-стеллит и бронза-сормайт, полученных ЭРС

Материал:	Фракция наполнителя:	Несущая способность, МН/м ²			Износ контртела, мг			Коэффициент трения		
		Содержание наполнителя, % вес								
		40	50	60	40	50	60	40	50	60
Бр. 010+ сормайт	Мелкая	44,0*	42,5	45,0	55-10	48-6	18-1	0,40**	0,30	0,35
		10,	7,0	9,0				0,21	0,22	0,16
	Средняя	40,0	40,0	46,0	35-4	48-3	23-4	0,31	0,40	0,40
		9,0	8,0	10,0				0,29	0,17	0,24
	Крупная	46,0	44,0	46,0	37-2	19-4	32-2	0,18	0,30	0,37
		10,	10,0	12,5				0,26	0,28	0,23
Бр. 010+ стеллит	Мелкая	43,0	20,0	-	32-4	4-1	-	0,34	0,30	-
		10,0	6,0	-				0,23	0,22	-
	Средняя	42,5	45,0	-	45-7	29-1	-	0,37	0,26	-
		7,0	10,0	-				0,31	0,29	-
Бр. 010	-	35,0-5,0			27-6			0,35-0,38		

* – в таблице первая цифра относится к скорости скольжения 0,75 м/с, а вторая цифра – к 6 м/с.

** – сухое трение, контртело – сталь Р18.

Исследование стойкости матриц из асбестоцемента и тугоплавких соединений при электроразрядном спекании металлических порошков

Из тугоплавких соединений на основе нитридов кремния и алюминия, окиси алюминия путем прессования и спекания с последующей шлифовкой были изготовлены облицовочные пластины для сборной матрицы толщиной 14 мм, высотой ~ 30 мм, длиной ~ 20, 50, 90 мм. Облицовочные пластины устанавливались в обойме из стали. Исследования показали, что на одинаковом режиме ЭРС порошки спекаются при использовании облицовочных пластин из асбестоцемента и не спекаются при использовании облицовок из тугоплавких соединений. Одной из причин этого является более высокая теплопроводность тугоплавких соединений по сравнению с теплопроводностью асбестоцемента.

Для уменьшения отвода тепла и обеспечения спекания была видоизменена конструкция пресс-формы и разработана комбинированная пресс-форма, в которой в качестве теплоизолятора использовался асбестоцемент. В результате использования облицовок из износостойких неметаллических тугоплавких соединений в сочетании с асбестоцементом осуществлено спекание порошков и увеличена стойкость пресс-форм при спекании по сравнению с пресс-формами, изготовленными непосредственно из асбестоцемента или изолирующих тугоплавких соединений.

Существенное влияние на стойкость комбинированных пресс-форм окажет толщина облицовочных пластин. В связи с этим использовался метод плазменного напыления для изготовления матриц из тугоплавких окислов с целью выяснения минимальной толщины облицовок из тугоплавких соединений, обеспечивающей их эксплуатационную стойкость. Показано, что матрица из окиси алюминия, напыленный слой которой имел толщину 2-3 мм, обеспечивала многократное спекание медно-никелевой порошковой смеси. Таким образом, метод плазменного напыления является перспективным методом для изготовления матриц из тугоплавких окислов.

Выводы

1. Результаты исследований позволили установить оптимальные технологические принципы создания более стойкого комбинированного пресс-инструмента ЭРС с использованием традиционных материалов: графита, жаропрочной стали, асбес-

тоцемента. Установлено, что с графитом лучше совместимыми являются комплексные покрытия, включающие ковалентные тугоплавкие соединения (Si_3N_4), чем металлоподобные, а лучшими способами нанесения покрытий на жаропрочную сталь являются способы диффузионного насыщения и плазменный.

2. Рекомендуется по результатам исследований облицовки матриц из ковалентных тугоплавких соединений изготавливать методом горячего прессования или наносить плазменным напылением.

3. Разработаны стойкие против окисления графитовые электроды-пуансоны с комплексным покрытием из нитридов титана и кремния, рекомендуемые для спекания способом ЭРС железа, меди, алюминия и бронзы в твердой фазе; разработаны электроды-пуансоны из жаропрочной стали 3Х2В8Ф с композиционными покрытиями из карбида титана на никелевой связке для спекания композиций с крупными включениями (бронза-стеллит), а также железа, меди, смеси медь-никель.

4. На основании исследований разработаны комбинированные матрицы на основе асбестоцемента с облицовками из карбида кремния, нитридов кремния и алюминия с добавками окиси магния или бора, а также с композиционными облицовками на основе окиси алюминия.

5. С помощью нанесения поверхностных покрытий достигнуто повышение стойкости пресс-инструмента в 3-4 раза, что позволяет использовать его в производстве изделий методом электроразрядного спекания.

6. Установлено, что в области контакта электрода-пуансона с порошком в процессе электроразрядной обработки резко интенсифицируются процессы массопереноса, проникновения металла в несплошности, синтеза тугоплавких соединений.

7. Исследованиями установлен факт интенсивной пропитки пористого графита алюминием или бронзой при пропускании пульсирующего тока через систему графит-порошок и на этой основе разработан рациональный способ пропитки углерод-графитовых материалов металлами и сплавами.

8. В работе показана возможность получения методом электроразрядного спекания, без использования вакуума и инертных сред, композиционных материалов, состоящих из графита или графитовой ткани и алюминия, и износостойких подшипниковых материалов матрично-наполненного типа (бронза-стеллит, бронза-сормайт).

9. Полученные результаты исследований полезны для развития теоретических представлений о процессах электроразрядной технологии в порошковой металлургии.

Список использованной литературы:

1. Рябинина О.Н., Райченко А.И., Верхотуров А.Д., Шавловский Е.А., Котляренко Л.А. Исследование стойкости стальных электродов-пуансонов при их эксплуатации в процессе электроразрядного спекания. – «Порошковая металлургия», 1976, № 9, с. 53-56.
2. Рябинина О.Н., Райченко А.И., Буренков Г.Л. Структурные изменения в спеченных объектах и материалах оснастки при электроразрядном спекании смесей металлических порошков. – «Порошковая металлургия», 1976, № 11, с. 16-21.
3. Рябинина О.Н., Райченко А.И., Верхотуров А.Д. О материалах электродов-пуансонов для электроразрядного спекания металлических порошков – «Технология и организация производства», 1976, № 8. Деп. УкрНИИНТИ, № 471 от 20.08.76.
4. Рябинина О.Н. Взаимодействие электродов-пуансонов из графита с алюминием в процессе электроразрядного спекания. – в сб. «Исследования в области новых материалов», Киев, Издательство ИПМ АН УССР, 1977, с. 132-137.
5. Рябинина О.Н., Райченко А.И., Фущич О.И., Евтушок Т.М., Легкова Г.В. Исследование взаимодействия электрода-пуансона с металлическим порошком в процессе его электроразрядного спекания. – «Порошковая металлургия», 1977, № 3, с. 37-41.
6. Райченко А.И., Рябинина О.Н. Стойкость материалов электродов-пуансонов и матриц в процессе электроразрядной обработки металлических порошков. – «Электронная обработка материалов», 1977, № 3, с. 38-41.
7. Рябинина О.Н., Байденко А.А., Лещинский В.И. Выбор материалов пресс-форм и исследование их эксплуатационной стойкости в процессе электроразрядного спекания металлических порошков. – в сб. «Получение и исследование свойств новых материалов», Киев, 1978, ИПМ АНУССР, с. 141-146.
8. Рябинина О.Н., Райченко А.И. Способ пропитки углеграфитовых материалов металлургии и сплавов, авторское свидетельство №621474, бюллетень №32, 1978.