# ВЕСЦІ нацыянальнай акадэміі навук беларусі

СЕРЫЯ ФІЗІКА-ТЭХНІЧНЫХ НАВУК. 2019. Т. 64, №1

## ИЗВЕСТИЯ национальной академии наук беларуси

СЕРИЯ ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИХ НАУК. 2019. Т. 64, №1

Журнал основан в 1956 г. как «Весці Акадэміі навук БССР. Серыя фізіка-тэхнічных навук», с 1992 г. – «Весці Акадэміі навук Беларусі. Серыя фізіка-тэхнічных навук», с 1998 г. – современное название

Выходит четыре раза в год

Учредитель – Национальная академия наук Беларуси

Журнал зарегистрирован в Министерстве информации Республики Беларусь, свидетельство о регистрации № 391 от 18 мая 2009 г.

Входит в Перечень научных изданий Республики Беларусь для опубликования результатов диссертационных исследований, включен в базу данных Российского индекса научного цитирования (РИНЦ)

Главный редактор

#### Петр Александрович Витязь -

Президиум Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь

Редакционная коллегия

- **А.П. Ласковнёв** Президиум Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь (заместитель главного редактора)
- И.А. Старостина (ведущий редактор журнала)
- А.В. Белый Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь
- **В.Г. Залесский** Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь
- **А.Ф. Ильющенко** Государственное научно-производственное объединение порошковой металлургии, Минск, Беларусь
- С.М. Костромицкий Центр радиотехники Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь

- **Л.Г. Красневский** Объединенный институт машиностроения Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь
- А.П. Крень Институт прикладной физики Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь
- **Е.И. Марукович** Институт технологии металлов Национальной академии наук Беларуси, Могилев, Беларусь
- **Н.К. Мышкин** Институт механики металлополимерных систем имени В.А. Белого Национальной академии наук Беларуси, Гомель, Беларусь
- **О.Г. Пенязьков** Институт тепло- и массообмена имени А.В. Лыкова Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь
- Ю. М. Плескачевский Президиум Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь
- **В.М. Федосюк** Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по материаловедению, Минск, Беларусь
- М.Л. Хейфец Президиум Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь
- С.А. Чижик Президиум Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь

#### Редакционный совет

- С. Воденичаров Институт металловедения, оборудования и технологий «Академик Ангел Балевский» с Центром по гидро- и аэродинамике Болгарской академии наук, София, Болгария
- **Ю.** Гавлик Институт технологии машиностроения и автоматизации производства Краковской политехники (Технологический университет), Краков, Польша
- Г. Жинтялис Литовская академия наук, Вильнюс, Литва
- **Б. Каталинич** Дунайско-Адриатическая Ассоциация по автоматизации и производству (DAAAM), Венский технический университет, Вена, Австрия
- **В.В. Клубович** Институт технической акустики Национальной академии наук Беларуси, Витебск, Беларусь
- А.А. Михалевич Институт энергетики Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь
- А.Г. Наумовец Национальная академия наук Украины, Киев, Украина
- К.А. Солнцев Институт металлургии и материаловедения имени А.А. Байкова, Москва, Россия
- Л. Танович Белградский университет, Белград, Сербия
- Б.М. Хрусталёв Белорусский национальный технический университет, Минск, Беларусь

Адрес редакции: ул. Академическая, 1, к. 119, 220072, г. Минск, Республика Беларусь. Тел.: + 375 17 284-19-19; e-mail: ftvesti@mail.ru vestift.belnauka.by

#### ИЗВЕСТИЯ НАЦИОНАЛЬНОЙ АКАДЕМИИ НАУК БЕЛАРУСИ.

Серия физико-технических наук. 2019. Т. 64, №1

Выходит на русском, белорусском и английском языках

#### Редактор И. А. Старостина Компьютерная верстка А. В. Новик

Подписано в печать 21.03.2019. Выход в свет 27.03.2019. Формат 60×84 <sup>1</sup>/<sub>8</sub>. Бумага офсетная. Печать цифровая. Усл. печ. л. 14,88. Уч.-изд. л. 16,4. Тираж 70 экз. Заказ 64. Цена номера: индивидуальная подписка – 11,74 руб., ведомственная подписка – 28,19 руб.

Издатель и полиграфическое исполнение:

Республиканское унитарное предприятие «Издательский дом «Беларуская навука». Свидетельство о государственной регистрации издателя, изготовителя, распространителя печатных изданий № 1/18 от 02.08.2013. ЛП № 02330/455 от 30.12.2013. Ул. Ф. Скорины, 40, 220141, г. Минск, Республика Беларусь

> © РУП «Издательский дом «Беларуская навука», Весці Нацыянальнай акадэміі навук Беларусі. Серыя фізіка-тэхнічных навук, 2019

## **PROCEEDINGS** of the national academy of sciences of belarus

PHYSICAL-TECHNICAL SERIES, 2019, vol. 64, no. 1

The Journal was founded in 1956 under the titles "Proceedings of the Academy of Sciences of BSSR. Physical-technical series", since 1992 – "Proceedings of the Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series", since 1998 – it comes under its actual title

Issued four times a year

Founder is the National Academy of Sciences of Belarus

The Journal was registered on May 18, 2009 by the Ministry of Information of the Republic of Belarus in the State Registry of Mass Media, reg. no. 391

> The Journal is included in The List of Journals for Publication of the Results of Dissertation Research in the Republic of Belarus and in the database of Russian Science Citation Index (RSCI)

> > Editor-in-Chief

Pyotr A. Vityaz - Presidium of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Belarus

Editorial Board

Aleksandr P. Laskovnev – Presidium of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Belarus (Associate Editor-in-Chief)

Irina A. Starostsina (lead editor)

- Aleksei V. Byeli Physical-Engineering Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Belarus
- Vitaliy G. Zalesky Physical-Engineering Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Belarus
- Aleksandr F. Ilyuschenko State Scientific and Production Amalgamation of Powder Metallurgy, Minsk, Belarus

Sergey M. Kostromitsky – Radio Engineering Center of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Belarus

- Leonid G. Krasnevski Joint Institute of Mechanical Engineering of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Belarus
- Aleksandr P. Kren Institute of Applied Physics of National Academy of Science of Belarus, Minsk, Belarus
- **Evgenii I. Marukovich** Institute of Technology of Metals of the National Academy of Sciences of Belarus, Mogilev, Belarus
- Nikolai K. Myshkin V. A. Bielyi Institute of Mechanics of Metal-Polymer Systems of the National Academy of Sciences of Belarus, Gomel, Belarus
- **Oleg G. Penyazkov** A. V. Lykov Institute of Heat and Mass Transfer of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Belarus

Yury M. Pleskachevsky – Presidium of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Belarus

Valeri M. Fedosyuk – Scientific and Practical Materials Research Center of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Belarus

Mikhail L. Kheifets – Presidium of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Belarus Sergey A. Chizhik – Presidium of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Belarus

Stephan Vodenicharov – Institute of Metal Science, Equipment and Technologies "Acad. A. Balevski" with Hydro- and Aerodynamics Centre of Bulgarian Academy of Sciences, Sofia, Bulgaria

Jozef Gawlik – Institute for Manufacturing Engineering and Automation of Cracow University of Technology, Poland

Gintautas Žintelis - Lithuanian Academy of Sciences, Vilnius, Lithuania

Branko Katalinic - DAAAM International Vienna, TU Wien, Wien, Austria

Vladimir V. Klubovich – Institute of Technical Acoustics of the National Academy of Sciences of Belarus, Vitebsk, Belarus

Aleksandr A. Mikhalevich – Institute of Power of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Belarus

Anton G. Naumovets - National Academy of Sciences of Ukraine, Kiev, Ukraine

Konstantsin A. Solntsev – A. A. Baikov Institute of Metallurgy and Material Science of the Russian Academy of Sciences, Moskow, Russia

Lyubodrag Tanovich – University of Belgrade, Belgrade, Serbia

Boris M. Khrustalyov - Belarusian National Technical University, Minsk, Belarus

Address of the Editorial Office: 1, Akademicheskaya Str., room 119, 220072, Minsk, Republic of Belarus. Tel.: + 375 17 284-19-19; e-mail: ftvesti@mail.ru vestift.belnauka.by

PROCEEDING OF THE NATIONAL ACADEMY OF SCIENCES OF BELARUS. Physical-technical series, 2019, vol. 64, no. 1

Printed in Russian, Belarusian and English languages

Editor I.A. Starostina Computer imposition A. V. Novik

It is sent of the press 21.03.2019. Appearance 27.03.2019. Format 60×84 <sup>1</sup>/<sub>8</sub>. Offset paper. The press digital. Printed pages 14,88. Publisher's signatures 16,4. Cir culation 70 copies. Order 64. Number price: individual subscription – 11,74 byn., departmental subscription – 28,19 byn.

Publisher and printing execution:

Republican unitary enterprise "Publishing House "Belaruskaya Navuka" Certificate on the state registration of the publisher, manufacturer, distributor of printing editions No. 1/18 dated August 2, 2013. License for the press No. 02330/455 dated December 30, 2013. Address: 40, F. Scorina Str., Minsk, 220141, Republic of Belarus.

> © RUE "Publishing House "Belaruskaya Navuka", Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series, 2019

## СОДЕРЖАНИЕ

#### МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ, МЕТАЛЛУРГИЯ

Довыденко Е. М., Агабеков В.Е., Чижик С.А. Оптимизация параметров 3D-печати гидрогелем альги-	
ната натрия	7
Клубович В.В., Кулак М.М., Хина Б.Б. Особенности формирования объемных пористых систем при	
самораспространяющемся высокотемпературном синтезе. Бориды	14
Поболь И.Л., Олешук И.Г., Дробов А.Н., Сун Фун, Ван Лин. Исследование формирования упрочнен-	
ных слоев на титановых сплавах методом ионно-плазменного азотирования	25
Руденская Н.А., Швейкин Г.П., Руденская М.В. Плазменные покрытия, содержащие высокобарные	
фазы	35
Абдулхади Х.Д.А., Белоусова Е.С., Прудник А.М., Лыньков Л.М. Механические и электромагнитные	
свойства экранов на основе иглопробивного материала с проводящими и диэлектрическими покрытиями	44

#### МАШИНОСТРОЕНИЕ, МЕХАНИКА

Витязь П.А., Моисеенко В.И., Сидоренко А.Г., Сотников М.В. Влияние структуры стали электрошла-	
кового переплава на свойства цементированных и азотированных поверхностей деталей машин	51
Камлюк А.Н., Лихоманов А.О. Экспериментальное определение рациональных геометрических пара-	
метров держателя и разбрызгивателя оросителя на кратность и устойчивость пены	60

#### ЭНЕРГЕТИКА, ТЕПЛО- И МАССООБМЕН

Кот В.А. Интегральный метод решения задач теплопроводности с граничным условием второго рода.	
3. Импульсный лазерный нагрев	69
Журавский Г.И. Технология и оборудование переработки вторичного углеводородсодержащего сырья	81
Пицуха Е.А., Бучилко Э.К., Теплицкий Ю.С., Слижук Д.С. Теплообмен в вихревой зоне циклонно-	
слоевой камеры топочного устройства с кипящим слоем	87

#### РАДИОЭЛЕКТРОНИКА И ПРИБОРОСТРОЕНИЕ

Железняк В.К., Толубко В.Б., Крючкова Л.П., Провозин А.П. Обоснование параметров измеритель-	
ного преобразователя в технологии RFID с индуктивной связью	98

#### ИНФОРМАЦИОННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И СИСТЕМЫ

Липницкий В.А., Середа Е.В. Свойства G-орбит тройных ошибок и их инвариантов в кодах Боуза –	
Чоудхури – Хоквингема С7	110
Чернышев А.В., Загорский И.Е., Шарандо В.И. Многочастотный метод контроля для вихретоковой	
толщинометрии	118

#### УЧЕНЫЕ БЕЛАРУСИ

A.	лександр Петрович	Ласковнёв	(К	70-летию со дня рождени:	)	2
----	-------------------	-----------	----	--------------------------	---	---

## **CONTENTS**

#### MATERIALS ENGINEERING, METALLURGY

Dovydenko Ye. M., Agabekov V. Ye., Chizhik S. A. Optimization of 3D printing parameters with sodium algi-	
nate hydrogel	7
Klubovich V. V., Kulak M. M., Khina B. B. Specific features of formation of bulk porous systems in the	
self-propagating high-temperature synthesis. Borides	14
Pobol I. L., Oleshuk I. G., Drobov A. N., Sun Feng, Wang Lin. Investigation of formation of hardened layer on	
titanium alloys by the method of ion-plasma nitriding	25
Rudenskaya N. A., Shveikin G. P., Rudenskaya M. V. Plasma coatings containing high-baring phases	35
Abdulhadi H. D. A., Belousova E. S., Prudnik A. M., Lynkou L. M. Mechanical and electromagnetic proper-	
ties of shields on the base of needle-punched material with conductive and dielectric coatings	44

#### **MECHANICAL ENGINEERING, MECHANICS**

Vityaz P. A., Moiseenko V. I., Sidorenko A. G., Sotnikov M. V. Influence of the structure of the steel of electro-	
slag remelting on the properties of cemented and nitrided surfaces of machine parts	51
Kamluk A. N., Likhamanau A. O. Experimental determination of the rational geometrical parameters of the	
sprinkler frame arms and deflector on the expansion rate and stability of foam	60

### POWER ENGINEERING, HEAT AND MASS TRANSFER

Kot V. A. Integral method of solving heat-conduction problems with the second-kind boundary condition.	
3. Pulsed laser heating	69
Zhuravski G. I. Technology and equipment for processing of secondary hydrocarbons	81
Pitsukha E. A., Buchilko E. K., Teplitskii Yu. S., Slizhuk D. S. Heat transfer in the vortex zone of a cyclone-bed	
chamber of furnace unit with fluidized bed	87

#### **RADIOELECTRONICS AND INSTRUMENT-MAKING**

Zheleznyak V.K., Tolubko V.B., Kriuchkova L.P., Provozin A.P. Rationale for the parameters of the measu-	
ring transducer in RFID technology with inductive coupling	98

#### INFORMATION TECHNOLOGIES AND SYSTEMS

Lipnitski V. A., Serada A. U. Properties of triple error orbits G and its invariants in Bose – Chaudhuri – Hoc-	
quengem codes <i>C</i> <sub>7</sub>	110
Chernyshev A. V., Zagorskiy I. E., Sharando V. I. Multi-frequency method of control for eddy current thickness	
measurement	118

#### SCIENTISTS OF BELARUS

Aleksandr Petrovich Laskovnev (To the 70 <sup>th</sup> Anniversary)	127
---	-----

### МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ, МЕТАЛЛУРГИЯ

MATERIALS ENGINEERING, METALLURGY

УДК 004.356.2 https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-7-13 Поступила в редакцию 19.06.2018 Received 19.06.2018

7

## Е.М. Довыденко<sup>1,2</sup>, В.Е. Агабеков<sup>2</sup>, С.А. Чижик<sup>1,3</sup>

<sup>1</sup>Институт тепло- и массообмена имени А.В. Лыкова Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь <sup>2</sup>Институт химии новых материалов Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь <sup>3</sup>Президиум Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь

#### ОПТИМИЗАЦИЯ ПАРАМЕТРОВ 3D-ПЕЧАТИ ГИДРОГЕЛЕМ АЛЬГИНАТА НАТРИЯ

Аннотация. С целью получения биологически совместимых объектов с механическими свойствами, близкими к живым тканям, проведена 3D-печать биосовместимым гидрогелем альгината натрия при комнатной температуре на модифицированном настольном 3D-принтере Up! Mini (производство PP3DP, Китай). Произведена замена стандартной печатающей головки на специальный экструдер-шприц для возможности экструзии гидрогеля, детали которого были изготовлены методом 3D-печати из ABS пластика. Из параметров были изменены стандартные скорости подачи материала и передвижения печатающей головки. Для точного воспроизведения размеров объектов методом 3D-печати из данного гидрогеля установлены следующие параметры: оптимальная концентрация альгината натрия (2,5 мас.%) в экструдируемом гидрогеле; состав «поддерживающей» желатиновой суспензии, которая фиксируется на печатном столике 3D-принтера и служит объемной поддержкой гидрогеля альгината натрия в процессе 3D-печати (10 г хлорида кальция CaCl<sub>2</sub> и 13,5 г желатина типа А на 500 мл дистиллированной воды к обоим составам). Способ подготовки «поддерживающей» желатиновой суспензии включает перемешивание компонентов смеси, ее диспергирование при 9000 об/мин в течение 1 мин на диспергаторе IKA ULTRA-TURRAX T 25 digital, отстаивание при 4 °C в течение 4 ч, центрифугирование при 5500 об/мин в течение 3 мин, удаление супернатанта. Определены оптимальные скорость перемещения печатающей головки в процессе 3D-печати и скорость экструзии гидрогеля при формировании внешнего периметра печатающегося объекта (9-11 и 5 мм/с соответственно), а также скорость экструзии материала при формировании внутреннего заполнения модели (0,83 мм/с).

Ключевые слова: гидрогель, альгинат натрия, 3D-печать, «поддерживающая» суспензия, экструдер-шприц, параметры 3D-печати

Для цитирования: Довыденко, Е.М. Оптимизация параметров 3D-печати гидрогелем альгината натрия / Е.М. Довыденко, В.Е. Агабеков, С.А. Чижик // Вес. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2019. – Т. 64, № 1. – С. 7–13. https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-7-13

## Ye. M. Dovydenko<sup>1,2</sup>, V. Ye. Agabekov<sup>2</sup>, S. A. Chizhik<sup>1,3</sup>

<sup>1</sup>A. V. Luikov Heat and Mass Transfer Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Belarus <sup>2</sup>Institute of Chemistry of New Materials of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Belarus <sup>3</sup>Presidium of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Belarus

#### OPTIMIZATION OF 3D PRINTING PARAMETERS WITH SODIUM ALGINATE HYDROGEL

**Abstract.** In order to obtain biologically compatible objects with mechanical properties close to living tissues, 3D printing with biocompatible sodium alginate hydrogel at room temperature on the modified desktop 3D printer Up! Mini (manufactured by PP3DP, China) was carried out. The standard print head was replaced with a special syringe-extruder to allow the extrusion of a hydrogel, the details of which were made by 3D printing from ABS plastic. Of the parameters, the standard material feed and print head movement rates were changed. For accurate reproduction of object sizes using 3D printing from this hydrogel the next parameters were established: the optimal concentration of sodium alginate in extruded hydrogel (2.5 wt.%);

© Довыденко Е.М., Агабеков В.Е., Чижик С.А., 2019

the composition of the "support" gelatin suspension, which was fixed on the printing table of a 3D printer and served as volumetric support for hydrogel (10 g of calcium chloride  $CaCl_2$  and 13.5 g of gelatin per 500 ml of distilled water). The method of its preparation includes 1 minute mixing of components blend, dispersion at 9000 rpm on IKA ULTRA-TURRAX T 25 digital disperser, 4 hours settling at 4 °C, 3 minutes centrifuging at 5500 rpm, removal of the supernatant. The optimal movement speed of the print head during 3D printing and the speed of extrusion of the hydrogel during the formation of the external perimeter of the printing object are 9–11 and 5 mm/s, respectively, as well as the speed of material extrusion during the formation of the internal filling of the model is 0.83 mm/s.

Keywords: hydrogel, sodium alginate, 3D printing, "support" suspension, syringe-extruder, 3D printing options

**For citation:** Dovydenko Ye. M., Agabekov V. Ye., Chizhik S. A. Optimization of 3D printing parameters with sodium alginate hydrogel. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnych navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2019, vol. 64, no. 1, pp. 7–13 (in Russian). https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-7-13

Введение. В настоящее время 3D-печать биологически совместимыми гидрогелями весьма перспективна для изготовления различных моделей, прототипов и форм в стоматологии, трансплантологии, пластической хирургии, травматологии и протезировании [1–4]. Гидрогели альгинатов, фибрина, коллагена, хитозана и гиалуроновой кислоты являются биосовместимыми материалами, обладают высокой эластичностью и прочностью [4], позволяют сохранять требуемую точность модели при печати и выращивать живые клетки на поверхности и в объеме напечатанного образца. Так, известны работы по 3D-печати альгинатом кальция с добавлением поливинилового спирта и гидроксиапатита, силиконом в объеме микрогеля [5, 6], композиционным материалом из полиэтиленгликоля, альгината кальция и наноглины [7], альгинатом натрия, фибрином и коллагеном [8].

Альгинат натрия – ионогенный полисахарид, широко используемый в пищевой, косметической, медицинской и других отраслях [9]. Практическое применение нашли соли кальция, ионы которого выступают в качестве сшивающих агентов, взаимодействуя с карбоксильными группами гулуронатных блоков молекул альгината [10, 11]. Высокая водоудерживающая способность, отсутствие токсичности и биодеградируемость альгинатных гидрогелей, трехмерно сшитых ионами кальция [12], делает эти материалы пригодными для 3D-печати объектов, способных на своей поверхности и в объеме выращивать живые клетки.

Экструзия гидрогеля альгината натрия на подложку без «поддерживающей» суспензии проблематична из-за высокого показателя текучести материала – напечатанный объект не сохраняет форму. *Целью настоящей работы* явилось получение методом 3D-печати объектов из гидрогеля альгината натрия с сохранением высокой точности, определение оптимальных параметров печати и составов «поддерживающей» суспензии и гидрогеля.

Оборудование и методика эксперимента. В качестве технологии 3D-печати гидрогелем нами принят метод экструзии гидрогеля альгината натрия через специальный экструдер-шприц (рис. 1) в объем «поддерживающей» суспензии. Применяемый экструдер-шприц разработан с адаптацией для работы на 3D-принтере Up! Mini производства PP3DP (Китай) без изменений способа подачи материала согласно [8]. Гидрогель в процессе 3D-печати находится в шприце, поршень которого толкается шпилькой. Поворот шпильки осуществляется при помощи зубчатой передачи колеса шагового двигателя (3) и главного колеса экструдера-шприца (1).

В [8] в качестве экструдируемого материала применяли раствор 2 мас.% альгината натрия в дистиллированной воде. Процесс печати производился при комнатной температуре на 3D-принтере MakerBot Replicator (MakerBot Industries, Китай) в объем «поддерживающей» суспензии из желатина, хлорида кальция CaCl<sub>2</sub> и дистиллированной воды (рис. 2).

При 3D-печати с применением составов компонентов и режимов, представленных в [8], на 3D-принтере Up! Mini отмечалась плохая фиксация объекта печати внутри «поддерживающей» суспензии и отсутствие сшиваемости гидрогеля альгината натрия ионами кальция. Было установлено, что качество 3D-печати гидрогелем зависит:

от способа подготовки и состава «поддерживающей» суспензии, которые влияют на фиксацию гидрогеля альгината натрия и сохранение формы печатающейся структуры;

от скоростей экструзии материала и перемещения экструдера-шприца при печати, определяющих точность воспроизведения модели и однородность структуры объекта печати.

9



Рис. 1. Экструдер-шприц для 3D-печати гидрогелем: 1 – главное зубчатое колесо экструдера-шприца, 2 – шприц с гидрогелем, 3 – зубчатая передача

Fig. 1. Syringe-extruder for hydrogel 3D printing: *1* – main cogwheel of syringe-extruder, *2* – syringe with hydrogel, *3* – gear transmission



Рис. 2. Схема процесса получения объектов из гидрогеля методом 3D-печати: 1 – гидрогель альгината натрия в специальном экструдерешприце, 2 – «поддерживающая» желатиновая суспензия, 3 – напечатанный из гидрогеля объект

Fig. 2. The scheme of obtaining objects process from the hydrogel using 3D printing: *I* – sodium alginate hydrogel in special syrange-extruder, *2* – "support" gelatin suspension, *3* – printed object from hydrogel

Для возможности 3D-печати гидрогелем на 3D-принтере Up! Mini в результате экспериментов нами определена оптимальная концентрация альгината натрия в гидрогеле. Критериями пригодности материала для экструзии являлись его беспрепятственное прохождение через канал иглы экструдера-шприца и точность фиксации внутри поддерживающей суспензии. Диаметр канала иглы составлял 0,3 мм. Испытанию подвергались гидрогели с содержанием альгината натрия (мас.%) 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0. Гидрогели с содержанием альгината натрия 1,0 и 1,5 мас.% обладали повышенной текучестью, вследствие чего не фиксировались в объеме «поддерживающей» суспензии. Гидрогель с 3,0 мас.% альгината натрия не проходил через канал иглы экструдера. Нами установлено оптимальное содержание гидрогеля альгината натрия 2,5 мас.%, поскольку в этом случае наблюдались надежная фиксация и максимальная точность печати.

С применением двух составов «поддерживающей» суспензии (5 г CaCl<sub>2</sub> + 6,75 г желатина и 10 г CaCl<sub>2</sub> + 13,5 г желатина на 500 мл дистиллированной воды к обоим составам) был определен способ ее подготовки. Общими этапами получения для всех вариантов состава являлись: перемешивание компонентов в дистиллированной воде при температуре 70 °C до полного растворения; отстаивание при 4 °C в течение 5 ч.

Результатом печати с добавлением этапа дальнейшей разморозки при 25 °С в течение 1 ч стало отсутствие фиксации гидрогеля. Добавление этапа диспергирования суспензии после

ее частичной разморозки показало хороший результат печати первого внешнего слоя периметра модели. Однако второй и последующие слои не сшивались с предыдущими.

Дальнейшее центрифугирование смеси при 5500 об/мин в течение 3 мин и последующее удаление супернатанта показало, что при печати в «поддерживающую» суспензию, имеющую состав 5 г CaCl<sub>2</sub> + 6,75 г желатина на 500 мл H<sub>2</sub>O, материал растекался и не сшивался. При 3D-печати в «поддерживающую» суспензию состава 10 г CaCl<sub>2</sub> + 13,5 г желатина на 500 мл H<sub>2</sub>O наблюдались надежная фиксация гидрогеля и сшивание его ионами кальция. Таким образом, наиболее приемлема следующая последовательность подготовки суспензии:

1) перемешивание компонентов в дистиллированной воде при температуре 70 °С до полного растворения;

- 2) отстаивание при 4 °С (5 ч);
- 3) частичная разморозка при 25 °С (1 ч);
- 4) диспергирование суспензии при 9000 об/мин (1 мин);
- 5) центрифугирование смеси при 5500 об/мин (3 мин);
- 6) удаление супернатанта.

Этапы со 2-го по 6-й производились при комнатной температуре. Полученная суспензия имела реологию Бингама – состояние вещества, при котором оно обладает механическими свойствами жидкого тела при высоких сдвиговых напряжениях и механическими свойствами твердого тела при низких сдвиговых напряжениях [13]. Благодаря такому эффекту экструдируемый гидрогель надежно фиксируется в объеме суспензии.

Критериеми влияния скорости экструзии на процесс формирования модели являлись непрерывность экструдируемой нити гидрогеля из экструдера-шприца, отсутствие скоплений материала на конце иглы и процент заполнения печатающегося объекта. Поскольку первоначальная конструкция экструзионной головки принтера была изменена и подача материала осуществлялась с применением зубчатого колеса на конце вала шагового двигателя, подающего материал в сопло, первичные показатели скорости экструзии не подходили для печати гидрогелем.

В программном обеспечении 3D-принтера UP! Mini существует возможность регулирования двух вариантов скоростей экструзии: при печати внешнего периметра модели и при печати ее внутреннего заполнения. Подбор подходящей скорости экструзии гидрогеля при печати внешнего периметра модели (таблица) осуществлялся путем нанесения с разной скоростью одного слоя гидрогеля на твердую подложку без желатиновой «поддерживающей» суспензии (рис. 3). При скоростях экструзии от 1 до 9 мм/с образовывались разрывы периметра объекта печати и наблюдалось плохое внутреннее заполнение модели. При скорости больше 11 мм/с происходило скопление материала по периметру объекта печати. При скорости экструзии гидрогеля 9–11 мм/с наблюдалось качественное формирование внешнего периметра модели.

Скорость подачи материала при формировании внутреннего заполнения модели, как и при печати внешнего периметра, задавалась путем нанесения гидрогеля на твердую подложку без желатиновой суспензии (рис. 4).

#### Влияние скорости экструзии гидрогеля альгината натрия (2,5 мас.%) при 3D-печати внутреннего заполнения модели The effect of extrusion speed of sodium alginate hydrogel (2.5 wt.%) with 3D printing

of internal filling of the model

Скорость, мм/с	Результат			
0,50	Материал не экструдируется			
0,55	Материал экструдируется малыми каплями			
0,62	Экструзия сплошной струей, фиксация слабая			
0,70	Надежная фиксация первого слоя, плохое внутреннее заполнение			
0,83	Фиксация всех слоев надежная, хорошее заполнение			
1,05	Смещение последних слоев печатающегося объекта			
1,12	Смещение всех слоев			
1,20	Избыток подачи материала. Скопление излишков по периметру			



Рис. 3. Слой внешнего периметра, напечатанный на подложке 2,5 мас.% гидрогелем альгината натрия, скорость экструзии 10 мм/с

Fig. 3. The outer perimeter layer printed from 2.5 wt.% of sodium alginate hydrogel on the substrate, extrusion speed is 10 mm/s



Рис. 4. Внутреннее заполнение модели при различных скоростях экструзии гидрогеля

Fig. 4. Internal filling of model with different hydrogel extrusion speeds

При печати внешнего периметра модели скорость перемещения печатающей головки оказывала влияние на надежность фиксации материала внутри объема «поддерживающей» суспензии. При значении скорости от 1,0 до 4,0 мм/с наблюдалось образование сгустков материала в различных точках модели, а при значениях от 5,0 до 8,0 мм/с – хорошее качество печати (рис. 5). Со скоростью перемещения больше 9,0 мм/с точность воспроизведения и надежность фиксации объекта печати резко ухудшались.

Известно, что качество печати напрямую зависит от параметра ретракции (обратное втягивание) материала. При отсутствии ретракции в ходе эксперимента нами наблюдалось скопление излишек гидрогеля в местах начала новых слоев модели (рис. 6). Поскольку программное обеспечение 3D-принтера Up! Mini не позволяет устанавливать ретракцию материала, дальнейшие исследования в этом направлении следует производить на другом 3D-принтере.



Рис. 5. 3D-модель (a) и напечатанный объект из гидрогеля альгината натрия 2,5 мас.% внутри поддерживающей суспензии после окончания процесса 3D-печати (b), скорость экструзии внутреннего заполнения 0,83 мм/с

Fig. 5. The 3D model (*a*) and the printed object from sodium alginate hydrogel 2.5 wt.% in support suspension after 3D printing process (*b*), extrusion speed of inner filling 0.83 mm/s

Излишки гидрогеля



- Рис. 6. Напечатанные объекты из гидрогеля альгината натрия (2,5 мас.%) без ретракции материала
- Fig. 6. Printed objects from sodium alginate hydrogel (2.5 wt.%) without material retraction

Заключение. Показана возможность применения гидрогеля альгината натрия на водной основе для 3D-печати. При концентрации альгината натрия в гидрогеле 2,5 мас.% канал иглы экструдера-шприца не забивается, материал не растекается в объеме суспензии и обладает повышенной прочностью.

Установлены оптимальный состав (500 мл  $H_2O$  + 10 г CaCl<sub>2</sub> + 13,5 г желатина типа A) и способ подготовки «поддерживающей» суспензии, обладающей достаточной жесткостью для фиксации гидрогеля в процессе 3D-печати (перемешивание компонентов, диспергирование смеси при 9000 об/мин (1 мин), отстаивание при 4 °C (4 ч), центрифугирование при 5500 об/мин (3 мин), удаление супернатанта).

Определено, что удовлетворительное качество 3D-печати гидрогелем альгината натрия наблюдается при скорости экструзии в процессе образования внешнего периметра модели 9–11 мм/с, формирования внутреннего заполнения 0,83 мм/с и перемещения печатающей голов-ки 3D-принтера Up! Mini при печати внешнего периметра 5–8 мм/с.

Описанная технология получения объемных объектов из гидрогелей может быть применена в сфере медицинской 3D-печати.

#### Список использованных источников

1. Зотова, А. А. Актуальность применения 3D-принтеров в современной стоматологии / А. А. Зотова, К. Д. Вдовенко // Бюлл. мед. Интернет-конференций. – 2015. – Т. 5, вып. 11. – С. 1284.

2. Шустова, В.А. Применение 3D-технологий в ортопедической стоматологии / В.А. Шустова, М.А. Шустов. – СПб.: СпецЛит, 2016. – 159 с.

3. Выставка передовых технологий 3D-печати и сканирования [Электронный ресурс] // Медицина. – 2013–2017. – Режим доступа: https://3dexpo.ru/ru/recent-industry-news/meditsina/ – Дата доступа: 18.12.2017.

4. Тонкопленочные материалы на основе полисахаридов для клеточной инженерии / В.И. Куликовская [и др.] // Третий междисциплинарный молодежный научный форум «Новые материалы»: сб. материалов. – М., 2017. – С. 786–789.

5. Bendtsen, S. T. Development of a novel alginate-polyvinyl alcohol-hydroxyapatite hydrogel for 3D bioprinting bone tissue engineered scaffolds / S. T. Bendtsen, S. P. Quinnell, M. Wei // J. Biomed. Mater. Res. A. – 2017. – Vol. 105, iss. 5. – P. 1457–1468. https://doi.org/10.1002/jbm.a.36036

6. Self-assembled micro-organogels for 3D printing silicone structures / C.S. O'Bryan [et al.] // Science Advances. – 2017. – Vol. 3, N 5. – e1602800. https://doi.org/10.1126/sciadv.1602800

7. 3D Printing of Highly Stretchable and Tough Hydrogels into Complex, Cellularized Structures / S. Hong [et al.] // Advanced Materials. – 2015. – Vol. 27, iss. 27. – P. 4035–4040. https://doi.org/10.1002/adma.201501099

8. Three-dimensional printing of complex biological structures by freeform reversible embedding of suspended hydrogels / T.J. Hinton [et al.] // Sci. Adv. – 2015. – Vol. 1, iss. 9. – P. 1–10. https://doi.org/10.1126/sciadv.1500758

9. Хотимченко, Ю.С. Углеводные биополимеры для адресной доставки белковых препаратов, нуклеиновых кислот и полисахаридов / Ю.С. Хотимченко // Тихоокеан. мед. журн. – 2014. – № 2. – С. 5–13.

10. Усов, А.И. Альгиновые кислоты и альгинаты: методы анализа, определения состава и установления строения / А.И. Усов // Успехи химии. – 1999. – Т. 68, № 11. – С. 1051–1061.

11. Щипунов, Ю. А. Гомогенные альгинатные гели: фазовое поведение и реологические свойства / Ю. А. Щипунов, Е. Л. Конева, И. В. Постнова // Высокомолекулярные соединения. Сер. А. – 2002. – Т. 44, № 7. – С. 1201–1211.

12. Skjåk-Bræk, G. Application of alginate gels in biotechnology and biomedicine / G. Skjåk-Bræk, T. Espevik // Carbohydr. Eur. – 1996. – Vol. 14, № 19. – P. 237–242.

13. Немцева, М. П. Реологические свойства коллоидных систем: учеб. пособие / М. П. Немцева, Д. В. Филиппов, А. А. Федорова. – Иваново: ИГХТУ, 2016. – 61 с.

#### References

1. Zotova A. A., Vdovenko K.D. The urgency of using 3D printers in modern dentistry. *Byulleten' meditsinskikh Internet-konferentsii = Bulletin of Medical Internet Conferences*, 2015, vol. 5, no. 11 (in Russian).

2. Shustova V. A., Shustov M. A. Application of 3D Technologies in Orthopedic Dentistry. Saint Petersburg, SpetsLit Publ., 2016. 159 p. (in Russian).

3. Exhibition of advanced technologies for 3D printing and scanning. *Meditsina*, 2013–2017. Available: https://3dexpo. ru/ru/recent-industry-news/meditsina/ (accessed 18 December 2017) (in Russian).

4. Kulikovskaya V. I., Gilevskaya K. S., Pinchuk S. V., Kraskovskii A. N., Matievskii K. A. Thinfilm materials based on polysaccharides for cellular engineering. *Tretii mezhdistsiplinarnyi molodezhnyi nauchnyi forum «Novye materialy»: sbornik materialov* [The 3<sup>rd</sup> Interdisciplinary Youth Scientific Forum "New Materials": Collection of materials]. Moskow, 2017, pp. 786–789 (in Russian).

5. Bendtsen S. T., Quinnell S. P., Wei M. Development of a novel alginate-polyvinyl alcohol-hydroxyapatite hydrogel for 3D bioprinting bone tissue engineered scaffolds. *Journal of Biomedical Materials Research*, 2017, vol. 105, iss. 5, pp. 1457–1468. https://doi.org/10.1002/jbm.a.36036

6. O'Bryan C. S., Bhattacharjee T., Hart S., Kabb C. P., Schulze K. D., Chilakala I., Sumerlin B. S., Sawyer W. G., Angelini T. E. Self-assembled micro-organogels for 3D printing silicone structures. *Science Advances*, 2017, vol. 3, no. 5, e1602800. https://doi.org/10.1126/sciadv.1602800

7. Hong S., Sycks D., Hon Fai Chan, Shaoting Lin, Lopez G. P., Leong F. G. K. W., Xuanhe Zhao. 3D Printing of Highly Stretchable and Tough Hydrogels into Complex, Cellularized Structures. *Advanced Materials*, 2015, vol. 27, iss. 27, pp. 4035–4040. https://doi.org/10.1002/adma.201501099

8. Hinton T. J., Jallerat Q., Palchesko R. N., Park J. H., Grodzicki M. S., Hao-Jan Shue, Mohamed H. Ramadan, Hudson A. R., Feinberg A. W. Three-dimensional printing of complex biological structures by freeform reversible embedding of suspended hydrogels. *Science Advances*, 2015, vol. 1, iss. 9, pp. 1–10. https://doi.org/10.1126/sciadv.1500758

9. Khotimchenko Yu. S. Carbohydrate biopolymers for targeted delivery of protein preparations, nucleic acids and polysaccharides. *Tikhookeanskii meditsinskii zhurnal = Pacific Medical Journal*, 2014, no. 2, pp. 5–13 (in Russian).

10. Usov A. I. Alginic acids and alginates: analytical methods used for their estimation and characterisation of composition and primary structure. *Russian Chemical Reviews*, 1999, vol. 68, no. 11, pp. 957–966. https://doi.org/10.1070/rc1999v-068n11abeh000532

11. Shchipunov Yu. A., Koneva E. L., Postnova I. V. Homogeneous alginate gels: phase behavior and rheological properties. *Vysokomolekulyarnye soedineniya. Ser. A* = *High-Molecular Compounds. Series A*, 2002, vol. 44, no. 7, pp. 1201–1211 (in Russian).

12. Skjåk-Bræk G., Espevik T. Application of alginate gels in biotechnology and biomedicine. *Carbohydrates in Europe*, 1996, vol. 14, no. 19, pp. 237–242.

13. Nemtseva M. P., Filippov D. V., Fedorova A. A. *Rheological properties of colloidal systems*. Ivanovo, Ivanovo State University of Chemistry and Technology, 2016. 61 p. (in Russian).

#### Информация об авторах

Довыденко Егор Михайлович – аспирант, Институт тепло- и массообмена имени А.В. Лыкова (ул. П. Бровки, 15, 220072, Минск, Республика Беларусь); младший научный сотрудник, Институт химии новых материалов Национальной академии наук Беларуси (ул. Ф. Скорины, 36, 220141, Минск, Республика Беларусь). Е-mail: dovydenko.e93@mail.ru

Агабеков Владимир Енокович – академик Национальной академии наук Беларуси, доктор химических наук, профессор, директор Института химии новых материалов Национальной академии наук Беларуси (ул. Ф. Скорины, 36, 220141, Минск, Республика Беларусь). E-mail: ichnm@ichnm.basnet.by

Чижик Сергей Антонович – академик Национальной академии наук Беларуси, доктор технических наук, профессор, первый заместитель Председателя Президиума Национальной академии наук Беларуси (пр. Независимости, 66, 220072, Минск, Республика Беларусь); главный научный сотрудник, Институт тепло- и массообмена имени А.В. Лыкова (ул. П. Бровки, 15, 220072, Минск, Республика Беларусь). E-mail: chizhik\_sa@tut.by

#### Information about the authors

*Yegor M. Dovydenko* – Postgraduate Student, A. V. Luikov Heat and Mass Transfer Institute of the National Academy of Sciences of Belarus (15, P. Brovka Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus); Junior Researcher, Institute of Chemistry of New Materials of the National Academy of Sciences of Belarus (36, F. Skaryna Str., 220141, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: dovydenko.e93@mail.ru

Vladimir Y. Agabekov – Academician of the National Academy of Sciences of Belarus, D. Sc. (Chemistry), Professor, Director of the Institute of Chemistry of New Materials of the National Academy of Sciences of Belarus (36, F. Skaryna Str., 220141, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: ichnm@ichnm.basnet.by

Sergey A. Chizhik – Academician of the National Academy of Sciences of Belarus, D. Sc. (Engineering), Professor, First Deputy Chairman of the Presidium of the National Academy of Sciences of Belarus (66, Nezavisimosti Ave., 220072, Minsk, Republic of Belarus); Chief Researcher, A. V. Luikov Heat and Mass Transfer Institute of the National Academy of Sciences of Belarus (15, P. Brovka Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: chizhik\_sa@tut.by ISSN 1561-8358 (Print) ISSN 2524-244X (Online) УДК 536.46:534.29 https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-14-24

Поступила в редакцию 15.11.2018 Received 15.11.2018

## В. В. Клубович<sup>1,3</sup>, М. М. Кулак<sup>2</sup>, Б. Б. Хина<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Белорусский национальный технический университет, Минск, Беларусь <sup>2</sup>Институт технической акустики Национальной академии наук Беларуси, Витебск, Беларусь <sup>3</sup>Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь

## ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ ОБЪЕМНЫХ ПОРИСТЫХ СИСТЕМ ПРИ САМОРАСПРОСТРАНЯЮЩЕМСЯ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОМ СИНТЕЗЕ. БОРИДЫ

Аннотация. На разработанной экспериментальной установке исследовано влияние ультразвуковых колебаний (УЗК) на скорость и температуру горения, фазовый состав и микроструктуру соединений при самораспространяющемся высокотемпературном синтезе (СВС) в системе Ti–B. Показано, что влияние мощного ультразвука на СВС в данной системе связано как с тепловым фактором – повышением интенсивности теплоотвода от поверхности образца из-за вынужденной конвекции, так и с физическим (нетепловым) – воздействием УЗК на растекание расплава и кристаллизацию различных фаз в волне CBC.

Показано, что для многофазной системы титан-бор увеличение содержания бора в исходной шихте приводит к измельчению зерен в структуре синтезированного материала, а наложение ультразвуковых колебаний на процесс CBC приводит к изменению морфологии зерен: их форма становится более равноосной. В составе Ti+1,5B на внутренней поверхности пор наблюдается увеличение содержания зерен кубической формы, а в составе Ti+2,0B синтезированные зерна TiB<sub>2</sub> приобретают более четкую огранку.

В результате наложения ультразвука на процесс синтеза для всех составов прослеживается измельчение зерен продукта наряду с образованием большого числа боридов и перераспределением их в объеме. Применение ультразвука приводит к изменению количественного фазового состава продуктов синтеза и соотношения между орторомбической и кубической модификациями фазы TiB. Проведенные исследования показали, что наличие пор в исходной шихте играет значительную роль в процессах структурообразования конечного продукта, и поэтому получить равновесный материал методом CBC невозможно. Установлено, что существует оптимальная амплитуда УЗК, при которой можно получить однородную мелкозернистую структуру материала, что позволяет управлять структурообразованием при CBC.

Ключевые слова: самораспространяющийся высокотемпературный синтез (CBC), ультразвуковые колебания (УЗК), скорость и максимальная температура горения, бориды титана, фазовый состав, микроструктура

Для цитирования: Клубович, В.В. Особенности формирования объемных пористых систем при самораспространяющемся высокотемпературном синтезе. Бориды / В.В. Клубович, М. М. Кулак, Б. Б. Хина // Вес. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2019. – Т. 64, № 1. – С. 14–24. https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-14-24

## V. V. Klubovich<sup>1,3</sup>, M. M. Kulak<sup>2</sup>, B. B. Khina<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Belorussian National Technical University, Minsk, Belarus <sup>2</sup>Institute of Technical Acoustics of the National Academy of Sciences of Belarus, Vitebsk, Belarus <sup>3</sup>Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Belarus

#### SPECIFIC FEATURES OF FORMATION OF BULK POROUS SYSTEMS IN THE SELF-PROPAGATING HIGH-TEMPERATURE SYNTHESIS. BORIDES

Abstract. The effect of ultrasound oscillations (USO) on the combustion velocity and temperature, phase composition and microstructure of compounds produced by the self-propagating high-temperature synthesis (SHS) in the Ti–B system is studied using the earlier developed experimental setup. It is shown that the effect of powerful ultrasound on SHS is connected with the thermal factor, viz. the enhancement of heat removal from the specimen surface due to forced convection, and the physical (non-thermal) factor that consists in the influence of USO on the melt spreading and crystallization of different phases in the SHS wave. It is demonstrated that for multiphase system Ti–B an increase of the boron content in the initial charge leads to grain refinement of the synthesized product and the imposition of USO on the SHS results in a change in the grain morphology: their shape becomes closer to equiaxial. In composition Ti+1.5B, under the action of USO cubic-shape product grains are observed on the inner surface of pores, and in composition Ti+2.0B the synthesized TiB<sub>2</sub> grains become more vividly facetted.

<sup>©</sup> Клубович В.В., Кулак М.М., Хина Б.Б., 2019

As a result of imposition of ultrasound on the synthesis process, grain refinement is observed for all the compositions along with the formation of a large number of borides and their redistribution in the volume. The use of ultrasound brings about changes in the quantitative phase composition of the synthesis products and the ratio between the orthorhombic and cubic modifications of phase TiB. The research has shown that the presence of pores in the initial charge plays an important role in the structure formation of the final product, and hence it appears impossible to obtain an equilibrium material by the SHS method. It is found that an optimal USO amplitude exists at which it is possible to obtain uniform fine-grained structure of the material. This permits controlling the structure formation at SHS.

**Keywords:** self-propagating high-temperature synthesis (SHS), ultrasound oscillations (USO), velocity and maximal temperature of combustion, titanium borides, phase composition, microstructure

**For citation:** Klubovich V. V., Kulak M. M., Khina B. B. Specific features of formation of bulk porous systems in the self-propagating high-temperature synthesis. Borides. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnych navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2019, vol. 64, no. 1, pp. 14–24 (in Russian). https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-14-24

Введение. Отличительной чертой самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) является то, что синтез конечных продуктов происходит по необычным (с точки зрения физического материаловедения), неравновесным механизмам (Явление волновой локализации автотормозящихся твердофазных реакций: диплом №287 СССР на открытие / А.Г. Мержанов, И.П. Боровинская, В.М. Шкиро; дата публ.: 30.08.1984, [1]). Этот факт выделяет процесс СВС в ряд перспективных технологий получения материалов в неравновесных условиях. Такие технологии открывают широкие возможности для создания различных материалов с заданной структурой и физико-механическими свойствами.

Макрокинетические характеристики процессов СВС, структура и свойства продуктов синтеза определяются множеством физических, технологических и химических свойств порошков исходных реагентов и их экзотермических смесей. Однако использование традиционных методик, предусматривающих регулирование процессов СВС путем изменения внешнего давления, начальной температуры, параметров смеси, нередко бывает ограничено. Согласно положениям синергетики [2], для неравновесной системы даже слабое воздействие может существенно изменить состояние такой системы. Поэтому для регулирования процессов горения и структурообразования конечных продуктов (даже *in situ*) необходимо использовать внешние физические воздействия. Одним из методов внешнего воздействия на процесс СВС является мощный ультразвук. В связи с этим следует ожидать, что наложение ультразвуковых колебаний (УЗК) на СВС-систему, в которой протекают неравновесные процессы химического взаимодействия и структурообразования, приведет к изменению ее фазового состава и структуры.

Материалы и методика эксперимента. В данной работе, которая является продолжением ранее выполненных исследований [3, 4], приведены полученные нами сведения о влиянии УЗК в CBC-системе Ті–В. Синтез проводили на разработанной установке (Установка для синтеза тугоплавких соединений: полезная модель 4319 Республика Беларусь: МПК (2006) В 22F 3/00 / В.В. Клубович, М.М. Кулак, Л.Л. Платонов; дата публ.: 30.04.2008) при различной амплитуде УЗК (ξ). Для приготовления исходной шихты использовали порошки титана с размером частиц <50 мкм и бора аморфного (удельная поверхность 16,5 м<sup>2</sup>/г). Образцы с составами Ti+ $\beta$ B, где  $\beta$  – мольное соотношение компонентов, готовили по методике, описанной в [5]. В работе применяли металлографический, электронно-микроскопический, рентгеноструктурный и другие методы анализа фазового состава, структуры синтезированных материалов. Рентгеноструктурный (рентгенофазовый) анализ (РФА) проводили на дифрактометрическом комплексе D8 ADVANCE (BRUKER, Германия) в СиК<sub>а</sub> излучении. Массовое содержание фаз оценивали путем сравнения интенсивности их основных характеристических линий с эталоном. Исследование микроструктуры материалов проводили с использованием оптического микроскопа «МИКРО-200» и растрового сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) марки LEO1455VP фирмы Carl Zeiss с последующей обработкой по программе количественной металлографии Image S.P. [6].

**Результаты и их обсуждение.** Такие характеристики волны CBC, как скорость и температура горения, зависят от начальной температуры шихты и условий теплообмена с окружающей средой. Поэтому тепловое влияние УЗК на CBC-процесс проявляется двояко: 1) разогрев шихты из-за поглощения энергии колебаний в порошковой среде и 2) более интенсивное охлаждение во

время горения из-за вынужденной конвекции газовой среды вокруг осциллирующего образца. На рис. 1 приведены данные по оценке теплового воздействия УЗК на образцы состава Ti+ $\beta$ B ( $\beta = 0.75$ ; 1.0; 1.5; 2.0).



Рис. 1. Температура разогрева образцов смеси Ті+ $\beta$ В с различным соотношением компонентов  $\beta$  при разных амплитудах УЗК  $\xi$  (пунктирные линии –  $\xi = 5$  мкм, сплошные –  $\xi = 10$  мкм) (*a*) и зависимость коэффициента теплоотдачи  $\alpha$  на поверхности образцов с различным соотношением компонентов от амплитуды УЗК  $\xi$  (*b*):  $\beta = \blacklozenge -0.75$ ,  $\blacksquare -1.0, \blacktriangle -1.5, \blacklozenge -2.0$ 

Fig. 1. The temperature of self-heating of specimens of the Ti+ $\beta$ B mixtures with different component ratios  $\beta$  for different USO amplitudes  $\xi$  (dashed line –  $\xi = 5 \mu$ m; solid line –  $\xi = 10 \mu$ m) (*a*), and the heat transfer coefficient  $\alpha$  on the surface of specimens with different component ratios vs. the USO amplitude  $\xi$  (*b*):  $\beta = \diamondsuit -0.75, \blacksquare -1.0, \blacktriangle -1.5, \circlearrowright -2.0$ 

Из приведенных на рис. 1, *а* данных видно, что температура разогрева и скорость ее нарастания существенно зависят как от амплитуды подводимых колебаний, так и от состава исходной смеси, и они значительно меньше скоростей и температур разогрева, достигаемых при процессе СВС в обычных условиях без УЗК. Из сравнения времени разогрева со временем протекания процесса синтеза можно сделать вывод, что при проведении синтеза с наложением УЗК процесс протекает при постоянной начальной температуре.

Были рассчитаны коэффициенты теплоотдачи для исследуемых систем. Результаты приведены на рис. 1, *b*. Видно, что наложение УЗК приводит к увеличению коэффициента теплоотдачи, а величина коэффициента теплоотдачи не зависит от состава исходной шихты. Это связано, по-видимому, с ростом интенсивности конвективных потоков под действием УЗК вблизи поверхности горящего образца, что может влиять на образование конечного продукта.

Зависимости температуры и скорости горения от амплитуды УЗК для составов Ti+βВ приведены на рис. 2.

Наблюдаемое уменьшение скорости и температуры горения при наложении УЗК на CBCпроцесс в данной системе согласуется с положениями классической теории горения [7]. Это связано, вероятнее всего, с тепловым фактором – охлаждением образца из-за вынужденной конвекции окружающего инертного газа (аргона) в результате колебаний образца. Однако может также иметь место физическое (нетепловое) влияние ультразвука, которое должно проявляться в изменении состава продукта взаимодействия в волне CBC и его микроструктуры. Для анализа роли этого фактора нами были выполнены рентгеновские и микроструктурные исследования.

При проведении рентгенофазового анализа образцов, синтезированных при воздействии УЗК, было отмечено изменение ширины и интегральной интенсивности дифракционных линий в зависимости от амплитуды приложенных колебаний и состава исходной шихты. Поэтому нами был исследован фазовый состав продуктов синтеза с использованием РФА, а также проведен анализ микроструктуры. Массовые доли фаз определяли пропорционально интенсивности их характеристических линий. Результаты РФА приведены в таблице.



Рис. 2. Зависимости температуры (*a*) и скорости (*b*) горения составов системы титан-бор с различным мольным соотношением компонентов от амплитуды УЗК: ♦ – β = 0,75, ■ – β = 1,0, ▲ – β = 1,5, ● – β = 2,0

Fig. 2. Combustion temperature (a) and velocity (b) of the titanium-boron compositions with different molar ratio of components vs. the USO amplitude:  $\blacklozenge -\beta = 0.75$ ,  $\blacksquare -\beta = 1.0$ ,  $\blacktriangle -\beta = 1.5$ ,  $\blacklozenge -\beta = 2.0$ 

β	ξ, мкм	ТіВ (орторомбическая модификация), %	ТіВ (кубическая модификация), %	TiB <sub>2</sub> , %	Ti, %	Ti <sub>3</sub> B <sub>4</sub> , %
0,75	0	73,4	4,6	3,1	18,9	0
	5	69,2	9,4	3,5	17,9	0
	10	68,3	9,1	6,6	16	0
1,0	0	78,2	9,2	5,4	0,9	6,3
	5	80,3	8,3	5,8	0,5	5,1
	10	82,9	6,8	6,1	0,2	4
1,5	0	22,8	7,6	58,8	0,8	10
	5	20,6	7,2	61,9	0,6	9,7
	10	19,8	5,3	66,9	0,5	7,5
2,0	0	_	_	100,0	_	_
	5	_	_	100,0	—	_
	10	_	_	100,0	_	_

Полуколичественный фазовый анализ продуктов горения составов  $Ti+\beta B$ Semi-quantitative phase analysis of combustion products in the  $Ti+\beta B$  compositions

Во всех исследованных ситуациях температура CBC превышает точку плавления титана  $(T_m(\text{Ti}) = 1941 \text{ K})$  (рис. 2, *a*), но она ниже температуры плавления кристаллического бора  $(T_m(\text{B}) = 2365 \text{ K})$  для состава Ti+0,75B при всех амплитудах УЗК ( $\xi = 0-15$  мкм). Температура горения становится ниже точки плавления бора для состава с  $\beta = 1,5$  при  $\xi > 10$  мкм и для состава с  $\beta = 1,0$  при  $\xi > 5$  мкм.

При  $T_{\text{CBC}} > T_m(B)$  (состав с  $\beta = 1,0$  без УЗК и состав с  $\beta = 1,5$  при  $\xi \le 10$  мкм) продукт кристаллизуется из уже имеющегося бинарного расплава титан-бор. Однако в ситуациях, когда  $T_{\text{CBC}} < T_m(B)$  (составы с  $\beta = 0,75$  при всех  $\xi$ ,  $\beta = 1,5$  при  $\xi > 10$  мкм и  $\beta = 1,0$  при  $\xi > 5$  мкм) в высокотемпературной зоне волны CBC происходят растворение твердого бора в жидком титане и кристаллизация зерен продукта из расплава. Поэтому в ситуациях, когда  $T_{\text{CBC}} < T_m(B)$ , влияние ультразвука на CBC-процесс может проявляться в изменении кинетики растворения бора в жидком титане и условий кристаллизации зерен продукта из расплава.

Для состава с  $\beta = 2,0$  единственным продуктом является фаза TiB<sub>2</sub>, и  $T_{CBC} > T_m(B)$  при всех амплитудах УЗК. Термодинамический расчет с использованием данных [8] показал, что адиабатическая температура CBC  $T_{ad}$  для данного состава совпадает с точкой плавления указанной фазы:  $T_{ad} = T_m(TiB_2) = 3476$  К, при этом доля расплава составляет 10,6 %, то есть энтальпии экзотермической реакции образования TiB<sub>2</sub> недостаточно для полного расплавления продукта. В составе с  $\beta = 1,5$  при всех амплитудах УЗК  $T_{CBC} > T_m(B)$  (рис. 2, *a*), и поэтому зерна самой тугоплавкой фазы TiB<sub>2</sub> ( $T_m(TiB_2) > T_{CBC}$ ) кристаллизуются из бинарного расплава Ti–B непосредственно в зоне высокотемпературной реакции волны CBC. Однако основным равновесным продуктом для этого состава является фаза Ti<sub>3</sub>B<sub>4</sub>, для которой  $T_m(Ti_3B_4) = 2473$  K >  $T_{CBC}$  при  $\xi \le 5$  мкм. Поэтому эта фаза будет кристаллизоваться из расплава при остывании в зоне догорания волны CBC при  $\xi \le 5$  мкм и непосредственно в зоне высокотемпературной реакции при  $\xi > 5$  мкм.

Для состава с  $\beta = 1,0$  основным продуктом ( $\approx 90$  %) является фаза TiB, для которой  $T_m$ (TiB = 2453 K), и присутствует около 5 % Ti<sub>3</sub>B<sub>4</sub>. При этом температура CBC при всех значениях амплитуды колебаний ниже точек плавления указанных фаз, то есть они кристаллизуются из расплава в зоне реакции волны CBC. Отметим, что без УЗК, когда  $T_{CBC} > T_m$ (B) (см. рис. 2, *a*), продукт кристаллизуется из бинарного расплава Ti–B, то есть растворение бора в жидком титане не может лимитировать процесс. Но при наложении УЗК ( $\xi > 5$  мкм) температура CBC становится ниже точки плавления бора. Тогда зерна TiB и Ti<sub>3</sub>B<sub>4</sub> будут кристаллизоваться из расплава по мере растворения твердого бора в жидком титане.

Для состава с  $\beta = 0.75$  основным продуктом является фаза TiB и остается избыток титана; при этом  $T_{CBC} < T_m(B)$  при всех условиях проведения CBC (с УЗК и без него). Следовательно, фаза TiB может кристаллизоваться из расплава в зоне реакции волны CBC только по мере растворения твердого бора в жидком титане.

С помощью программы Image S.P. [6] по методике, описанной в [3], проведен количественный анализ соотношения металлокерамической компоненты (МКК) **D** и пор в продольном осевом сечении синтезированного материала по величине занимаемой ими площади. Сначала обсчитывали площадь долевого сечения образца ( $S_{\text{комп.}}$ ), затем – площадь того же сечения без учета пор ( $S_{\text{мет.}}$ ). Относительная доля площади металлизированной компоненты **D** в сечении составляла ( $S_{\text{мет.}}/(S_{\text{комп.}}) \times 100$  %. Результаты приведены на рис. З, а. Видно, что наложение УЗК на СВС-процесс приводит к увеличению относительной плотности (то есть снижению пористости) и более однородному распределению пор по высоте. Таким образом, УЗК позволяет повысить однородность микроструктуры полученного композиционного материала состава Ti+1,0B, в который входят TiB, TiB<sub>2</sub>, Ti<sub>3</sub>B<sub>4</sub> и остаточный титан (см. таблицу).

На рис. 3, *b* приведена зависимость **D** в центральном поперечном сечении от амплитуды УЗК для синтезированных материалов с составами Ti+1,0B, Ti+1,5B и Ti+2,0B. Видно, что с увеличением амплитуды УЗК до 10 мкм наибольшее уменьшение пористости имеет место для состава Ti+1,5B – почти на 8 %; для состава Ti+1,0B пористость снижается на 5 %, а в составе Ti+2,0B изменение менее выражено. По-видимому, это различие связано с разным фазовым составом CBC-продукта для указанных образцов.



Рис. 3. Изменение относительной площади, занимаемой МКК в синтезированном материале: *a* – состава Ti+1,0В по высоте образца в центральном осевом сечении (■ – без УЗК;♦ – ξ = 5 мкм); *b* – составов Ti+1,0В (■), Ti+1,5В (♦) и Ti+2,0В (▲) в центральном поперечном сечении

Fig. 3. Variation of the relative surface area occupied by the metal-ceramic phase: *a* − over the specimen height in the central axial longitudinal section for the material synthesized in composition Ti+1.0 B (■, without USO; ♦, ξ = 5 µm); *b* − over the central transverse section for the materials synthesized in compositions Ti+1.0B (■), Ti+1.5B (♦) and Ti+2.0B (▲)

На рис. 4 показаны результаты количественного металлографического анализа пористой структуры материалов составов Ti+1,0 В и Ti+2,0В – распределения пор по среднему размеру при CBC без ультразвука и с УЗК амплитудой ξ = 5 мкм.



Рис. 4. Распределение пор по среднему размеру в синтезированных материалах составов Ti+1,0В и Ti+2,0В после СВС без и с УЗК амплитудой ξ = 5 мкм

Fig. 4. Distribution of pores by average size in the materials produced by SHS in compositions Ti+1.0B and Ti+2.0B without USO and with USO at amplitude  $\xi = 5 \ \mu m$ 

Наложение УЗК приводит к смещению максимумов на кривых в сторону меньших размеров. При этом для состава Ti+1,0В наблюдается не только снижение среднего диаметра пор, но и значительное уменьшение их разброса по размеру при  $\xi = 5$  мкм – на кривой возникает острый максимум при размере пор около 45 мкм. Следовательно, наложение УЗК на CBC-процесс в данных составах позволяет управлять относительной плотностью синтезированного материала, распределением и средним размером пор. Эти параметры определяют ряд важных функциональных свойств материала.

Проведение количественного металлографического анализа структуры CBC-продуктов в данной системе осложняется тем, что из-за высокой химической стабильности боридов титана на микрошлифах поперечного среза образцов не удается выявить границы зерен с помощью травителей, используемых в металлографии. Поэтому анализ поперечных изломов (сколов) синтезированных образцов выполнялся на СЭМ с последующей обработкой изображений по программе Image S. P. Зеренная структура сколов не была выявлена, она видна только вблизи пор при большем увеличении.

Микроструктура (СЭМ) образца состава Ti+1,0В, полученного путем CBC без УЗК, ее обработка с помощью программы Image S. P. и построенная гистограмма распределения размеров зерен продукта показаны на рис. 5. Видно, что зерна боридов в выбранной области имеют округлую форму и почти одинаковый размер – 3-4 мкм (рис. 5, *a*). При наложении УЗК в процессе синтеза ( $\xi = 5$  и 10 мкм) зеренная структура CBC-продукта не выявляется на СЭМ-изображениях даже при увеличении в 5000 раз (рис. 5). Это может быть связано с растеканием непрореагировавшего титана, содержание которого в продукте составляет около 20 % (см. таблицу).

С помощью СЭМ были исследованы образцы различного стехиометрического состава, полученные при СВС без наложения и с наложением ультразвука. Съемка проводилась на поперечном сколе. Различие морфологических форм боридов титана обусловлено разнообразием образующихся соединений.

Бориды исходного состава Ti+1,0В и Ti+2,0В имеют округлую форму, бориды для состава Ti+1,5В – кубическую. В результате наложения ультразвуковых колебаний для состава Ti+1,5В на внутренней поверхности пор наблюдается увеличение содержания зерен продукта кубической

20 Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series, 2019, vol. 64, no. 1, pp. 14–24





Рис. 5. Количественная металлография образца состава Ti+1,0В (СВС без УЗК): *а* – СЭМ, *b* – наложение масок, *c* – гистограмма распределения зерен по размеру

Fig. 5. Quantitative metallography of the specimen synthesized in composition Ti+1.0B (SHS without USO): a - SEM, b - masking, c - histogram of the grain size distribution

формы (рис. 6), а структура зерен состава Ti+2,0В приобретает более четкую огранку (рис. 7). Проведенным рентгеноструктурным анализом подтверждено наличие в данных образцах следующих фаз: Ti, TiB – орторомбическая и кубическая, Ti<sub>3</sub>B<sub>4</sub> и TiB<sub>2</sub> – гексагональная.

В результате наложения ультразвука на процесс синтеза для всех составов прослеживается измельчение фазовых составляющих с образованием большого числа новых боридов и перераспределением их в объеме. Наложение ультразвука приводит к изменению как фазового, так и количественного состава синтезированных фаз.



Рис. 6. Микроструктура материала состава Ti+1,5В после CBC:  $a - \xi = 0$ ;  $b - \xi = 5$  мкм;  $c - \xi = 10$  мкм Fig. 6. Microstructure of the material synthesized in composition Ti+1.5B by SHS:  $a - \xi = 0$ ;  $b - \xi = 5$  µm;  $c - \xi = 10$  µm



Рис. 7. Микроструктура материала состава Ti+2,0В после CBC:  $a - \xi = 0$ ;  $b - \xi = 5$  мкм;  $c - \xi = 10$  мкм Fig. 7. Microstructure of the material synthesized in composition Ti+2.0B by SHS:  $a - \xi = 0$ ;  $b - \xi = 5$  µm;  $c - \xi = 10$  µm

Проведенные исследования показали, что наличие пор в исходной шихте играет значительную роль в процессах структурообразования конечного продукта, и поэтому получить равновесный материал методом CBC невозможно.

На гистограмме (рис. 8) приведены средние размеры зерен CBC-продукта для шихты состава Ti+1,5B.



Рис. 8. Суммарная гистограмма среднего размера зерен CBC-продукта в шихте состава Ti+1,5В при разных амплитудах УЗК ξ: • - ξ = 0; ■ - ξ = 5 мкм; ▲ - ξ = 10 мкм
Fig. 8. Summary histogram of the average grain size distribution in the SHS product for charge composition Ti+1.5B at different USO amplitudes: • - ξ = 0; ■ - ξ = 5 μm; ▲ - ξ=10 μm

Видно, что наложение УЗК на CBC-процесс в шихте указанного состава приводит к изменению распределения зерен продукта по среднему размеру. При этом существует некоторая амплитуда (здесь  $\xi = 5$  мкм), когда максимум на гистограмме смещается в сторону меньших диаметров зерен. Это открывает возможность управления структурой CBC-продукта, то есть «подстройкой» ее под конкретное функциональное назначение синтезируемого материала.

Аналогичное исследование проведено для микроструктур, полученных на СЭМ для состава шихты Ti+2,0В после синтеза с разными амплитудами УЗК. На рис. 9 приведены гистограммы среднего размера зерен CBC-продукта в шихте состава Ti+2,0В при разных амплитудах УЗК. Продукт на 100 % состоит из зерен TiB<sub>2</sub> (см. таблицу).

В отсутствие УЗК средний размер большинства зерен лежит в интервале 4,5–8,5 мкм (рис. 9, *a*). При наложении на СВС-процесс ультразвука с амплитудой 5 мкм интервал размеров, в который попадает большинство зерен, составляет 3,0–8,0 мкм (рис. 9, *b*), то есть практически не меняется. Однако при увеличении амплитуды УЗК до 10 мкм микроструктура претерпевает изменение: в ней присутствует небольшое количество зерен со средним диаметром 5,0–8,0 мкм, но подавляющее большинство зерен имеет малый размер – от 0,5 до 2,0 мкм (рис. 9, *c*).



Рис. 9. Гистограмма среднего размера зерен на сколе материала состава Ti+2,0В после CBC:  $a - \xi = 0$ ;  $b - \xi = 5$  мкм;  $c - \xi = 10$  мкм

Fig. 9. Histogram of the average grain size over the fracture surface for charge composition Ti+2.0B after SHS:  $a - \xi = 0$ ;  $b - \xi = 5 \mu m$ ;  $c - \xi = 10 \mu m$ 

Следовательно, для данного состава шихты амплитуда УЗК, обеспечивающая наибольшее изменение микроструктуры CBC-продукта (твердой тугоплавкой фазы TiB<sub>2</sub>), составляет  $\xi = 10$  мкм. Поскольку температура CBC для данного состава высока и единственным продуктом взаимодействия является соединение TiB<sub>2</sub>, влияние УЗК на CBC связано только с физическим воздействием на растекание расплава в волне CBC и его кристаллизацию.

Заключение. Влияние мощного ультразвука на СВС в системе Ті–В связано как с тепловым фактором – повышением интенсивности теплоотвода от поверхности образца из-за вынужденной конвекции, так и с физическим (нетепловым) фактором – воздействием УЗК на растекание расплава и кристаллизацию различных фаз в волне СВС.

Показано, что для многофазной системы титан-бор увеличение содержания бора в исходной шихте приводит к измельчению зерен в структуре синтезированного материала, а наложение ультразвуковых колебаний на процесс CBC – к изменению морфологии зерен: их форма становится более равноосной, размер уменьшается с 12–14 мкм до 8–10 мкм и разброс по размеру снижается. Наложение УЗК на процесс горения смесей с многофазным конечным продуктом при мольном соотношении реагентов 0,75; 1,0; 1,5; 2,0 и 2,25 приводит к изменению фазового состава продуктов синтеза. Для всех исследованных составов наложение УЗК приводит к увеличению содержания фазы TiB<sub>2</sub>. Для состава Ti+0,75В обнаружены: фаза титана, TiB с орторомбической и кубической решетками и фаза TiB<sub>2</sub>. При горении составов Ti+1,0В и Ti+1,5В кроме перечисленных фаз обнаружена фаза Ti<sub>3</sub>B<sub>4</sub>, а при горении составов Ti+2,0В и Ti+2,25В образуется только фаза TiB<sub>2</sub>. В результате наложения ультразвуковых колебаний в боридной системе исходного

состава Ti+1,5В на внутренней поверхности пор наблюдается увеличение содержания продукта кубической формы TiB, а структура зерен боридной системы состава Ti+2,0В приобретает более четкую огранку.

Установлено, что существует оптимальная амплитуда УЗК (для состава Ti+1,5 В это 5 мкм, а для Ti+2,0В –  $\xi$  = 10 мкм), при которой можно получить однородную мелкозернистую структуру материала. Это позволяет управлять структурообразованием при CBC.

Таким образом, в результате проведенных исследований можно сделать вывод, что наложение УЗК на СВС процесс позволяет *in situ* изменять фазовый состав и микроструктуру продукта (относительную плотность, размер, морфологию и распределение пор, размер зерен фаз и их распределение по среднему диаметру) в системе Ті–В. Это открывает перспективу модифицирования СВС-технологий получения новых пористых материалов на основе боридов титана с целью «подстройки» микроструктуры получаемого продукта под конкретную функцию материала. То есть наложение УЗК на СВС-процесс является эффективным физическим методом целенаправленного регулирования состава и структуры конечных продуктов синтеза и может быть использовано в качестве средства управления процессом синтеза.

#### Список использованных источников

1. К вопросу о равновесности продуктов СВС / А.Г. Мержанов [и др.] // Докл. Акад. наук. – 2004. – Т. 394, №4. – С. 498–502.

2. Николис, Г. Самоорганизация в неравновесных системах: от диссипативных структур к упорядоченности через флуктуации / Г. Николис, И. Пригожин. – М.: Мир, 1979. – 512 с.

3. Клубович, В.В. Особенности формирования объемных пористых систем при СВС-процессе. Силициды / В.В. Клубович, М.М. Кулак, И.Н. Румянцева // Вес. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2010. – №4. – С. 5–10.

4. Клубович, В.В. Особенности формирования объемных пористых систем при СВС-процессе. Карбиды / В.В. Клубович, М. М. Кулак, И. Н. Румянцева // Вес. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2011. – № 1. – С. 5–10.

5. Клубович, В.В. Ультразвук в процессах СВС / В.В. Клубович, М. М. Кулак, Б.Б. Хина. – Минск: БНТУ, 2006. – 279 с.

6. Image S. P. SYSPROG Software Development Company [Электронный ресурс]. – Режим доступа: http://www.sys-prog.com – Дата доступа: 16.08.2018.

7. Математическая теория горения и взрыва / Я.Б. Зельдович [и др.]. – М.: Наука, 1980. – 478 с.

8. The Al-B-Nb-Ti system: I. Re-assessment of the constituent binary systems B-Nb and B-Ti on the basis of new experimental data / V.T. Witusiewicz [et al.] // Journal of Alloys and Compounds. – 2008. – Vol. 448, iss. 1–2. – P. 185–194. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2006.10.034

#### References

1. Merzhanov A. G., Kovalev D. Yu., Shkiro V. M., Ponomarev V. I. Equilibrium of products of self-propagating high-temperature synthesis. *Doklady Physical Chemistry*, 2004, vol. 394, no. 4–6, pp. 34–38. https://doi.org/10.1023/B:DOPC.0000017998.96972.70

2. Nicolis G., Prigogine I. Self-organization in nonequilibrium systems: From dissipative structures to order through fluctuations. John Wiley & Sons, 1977. 491 p.

3. Klubovich V. V., Kulak M. M., Rumyantseva I. N. Specific features of formation of bulk porous systems in the SHS process: Silicides. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnych navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2010, no. 4, pp. 5–10 (in Russian).

4. Klubovich V. V., Kulak M. M., Rumyantseva I. N. Specific features of formation of bulk porous systems in the SHS process: Carbides. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnych navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2011, no. 1, pp. 5–10 (in Russian).

5. Klubovich V. V., Kulak M. M., Khina B. B. *Ultrasound in SHS Processes*. Minsk, Belarusian National Technical University, 2006. 279 p. (in Russian).

6. Image S.P. SYSPROG Software Development Company. Available at: https://sys-prog.com/en\_US (accessed 16 August 2018).

7. Zeldovich Ya. B., Barenblatt G. I., Librovich V. B., Makhviladze G. M. *The Mathematical Theory of Combustion and Explosions*. New York, Consultants Bureau, 1985. 597 p.

8. Witusiewicz V. T., Bondar A. A., Hecht U., Rex S., Velikanova T. Ya. The Al–B–Nb–Ti system. I. Re-assessment of the constituent binary systems B–Nb and B–Ti on the basis of new experimental data. *Journal of Alloys and Compounds*, 2008, vol. 448, pp. 185–194. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2006.10.034

#### Информация об авторах

Клубович Владимир Владимирович – академик Национальной академии наук Беларуси, доктор технических наук, профессор, заведующий лабораторией пластичности, Белорусский национальный технический университет (пр. Независимости, 65, 220013, Минск, Республика Беларусь); главный научный сотрудник, Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси (ул. Академика Купревича, 10, 220141, Минск, Республика Беларусь). Е-mail: v klubovich@tut.by

Кулак Михаил Михайлович – кандидат технических наук, старший научный сотрудник лаборатории физики металлов, Институт технической акустики Национальной академии наук Беларуси (пр. Генерала Людникова, 13, 210023, Витебск, Республика Беларусь). Е-mail: mmk\_vit@tut.by

Хина Борис Борисович – доктор физико-математических наук, доцент, главный научный сотрудник, Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси (ул. Академика Купревича, 10, 220141, Минск, Республика Беларусь). E-mail: khina@tut.by

#### Information about the authors

Vladimir V. Klubovich – Academician of the National Academy of Sciences of Belarus, D. Sc. (Engineering), Professor, Head of the Laboratory of Plasticity, Belarusian National Technical University (65, Nezavisimosti Ave., 220013, Minsk, Republic of Belarus); Chief Researcher, Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus (10, Academician Kuprevich Str., 220141, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: v klubovich@tut.by

*Mikhail M. Kulak* – Ph. D. (Engineering), Senior Researcher, Laboratory of Metal Physics, Institute of Technical Acoustics of the National Academy of Sciences of Belarus (13, General Ludnikov Ave., 210023, Vitebsk, Republic of Belarus). E-mail: mmk\_vit@tut.by

Boris B. Khina – D. Sc. (Physics and Mathematics), Assistant Professor, Chief Researcher, Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus (10, Academician Kuprevich Str., 220141, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: khina@tut.by ISSN 1561-8358 (Print) ISSN 2524-244X (Online) УДК 621.785.5 https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-25-34

Поступила в редакцию 05.09.2018 Received 05.09.2018

## И. Л. Поболь<sup>1</sup>, И. Г. Олешук<sup>1</sup>, А. Н. Дробов<sup>1</sup>, Сун Фун<sup>2</sup>, Ван Лин<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь <sup>2</sup>Пекинский институт авиационных материалов, Пекин, Китай

#### ИССЛЕДОВАНИЕ ФОРМИРОВАНИЯ УПРОЧНЕННЫХ СЛОЕВ НА ТИТАНОВЫХ СПЛАВАХ МЕТОДОМ ИОННО-ПЛАЗМЕННОГО АЗОТИРОВАНИЯ

Аннотация. Для повышения износостойкости, усталостной прочности и коррозионной стойкости изделий авиационной техники, машиностроения и медицины из титана и его сплавов в мировой практике применяют различные методы. Наибольший эффект обеспечивает ионно-плазменное азотирование, которое позволяет получать упрочненные слои с твердостью HV<sub>0,01</sub> 650–1100 толщиной 0,07–0,20 мм за 3–6 ч в зависимости от марки титанового сплава.

Технологическими факторами, влияющими на эффективность ионно-плазменного азотирования материалов, являются температура процесса, продолжительность насыщения, давление, состав и расход рабочей газовой смеси. Исследовано влияние указанных технологических параметров на микроструктуру, микротвердость и глубину упрочненных слоев. Показано, что, изменяя состав, объем и периодичность подачи газовой среды (азота и аргона) на стадии разогрева и выдержки образцов из титана и его сплавов при ионно-плазменном азотировании, можно управлять значениями твердости и глубины азотируемого слоя. Изучены триботехнические характеристики титановых сплавов в исходном состоянии и после ионно-плазменного азотирования в условиях трения без смазочного материала. Если для сплавов в состоянии поставки в процессе испытаний имеет место монотонное снижение коэффициента трения с 0,35–0,40 до 0,25, то после азотирования сплавов ВТ1-0 и ВТ6 коэффициент трения монотонно повышается от значения 0,14 и достигает величины 0,30 при удалении контртелом упрочненного слоя.

Исследования коррозионной стойкости титана ВТ1-0, проведенные в 10%-ном растворе серной кислоты, показали, что после ионно-плазменного азотирования при температуре 830 °С в течение 6 ч коррозионная стойкость повышается, о чем свидетельствует положительный потенциал поляризации образца.

Ключевые слова: ионно-плазменное азотирование, титановые сплавы, микроструктура, микротвердость, коррозионная стойкость, коэффициент трения

Для цитирования: Исследование формирования упрочненных слоев на титановых сплавах методом ионноплазменного азотирования / И. Л. Поболь [и др.] // Вес. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2019. – Т. 64, № 1. – С. 25–34. https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-25-34

#### I. L. Pobol<sup>1</sup>, I. G. Oleshuk<sup>1</sup>, A. N. Drobov<sup>1</sup>, Sun Feng<sup>2</sup>, Wang Lin<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Belarus <sup>2</sup>AECC Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing, China

## INVESTIGATION OF FORMATION OF HARDENED LAYER ON TITANIUM ALLOYS BY THE METHOD OF ION-PLASMA NITRIDING

**Abstract.** Various methods are applied in the world practice to increase wear resistance, fatigue strength and corrosion resistance of aviation equipment, machinery and medicine parts made of titanium and its alloys. Ion-plasma nitriding provides the ultimate effect making it possible to obtain hardened layers with hardness of  $HV_{0.01}$  650–1000 with a thickness of 0.07–0.20 mm for 3–6 hours, depending on the grade of the titanium alloy.

Technological factors effecting on the efficiency of ion-plasma nitriding of materials are the process temperature, duration of saturation, pressure, composition and flow rate of the working gas mixture. The effect of these technological parameters on the microstructure, microhardness and depth of hardened layers is investigated in the work. It is shown that hardness and depth of the nitrided layer can be controlled by changing the composition, volume and periodicity of the gaseous medium (nitrogen and argon) supply at the stages of heating and holding time of the samples from titanium and its alloys under ion-plasma nitriding. The tribological characteristics of titanium alloys as-received and the same ones subjected to ion-plasma nitriding under friction conditions without a lubricant were studied. For VT1-0 and VT6 alloys in the as-received state during the tests there is a monotonous decrease of the friction coefficient from 0.35–0.40 to 0.25, after nitriding the friction coefficient monotonically increases from 0.14 up to 0.30 when removing the hardened layer.

Studies of corrosion resistance of titanium VT1-0, carried out in a 10% solution of sulfuric acid, showed that after ion-plasma nitriding at a temperature of 830 °C for 6 hours, the corrosion resistance increases, as the positive polarization potential of the sample shows.

Keywords: ion-plasma nitriding, titanium alloys, microstructure, microhardness, corrosion resistance, coefficient of friction

**For citation:** Pobol I. L., Oleshuk I. G., Drobov A. N., Sun Feng, Wang Lin. Investigation of formation of hardened layer on titanium alloys by the method of ion-plasma nitriding. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnych navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2019, vol. 64, no. 1, pp. 25–34 (in Russian). https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-25-34

**Введение.** Среди материалов современной техники важное место занимают титановые сплавы благодаря уникальному сочетанию физических, химических, механических и технологических свойств, таких как высокая температура плавления, малая плотность, высокие удельная прочность и коррозионная стойкость, низкий модуль упругости, малый коэффициент термического расширения и др. Титан и его сплавы нашли широкое применение в авиационной технике, медицине, химической, нефтехимической, целлюлозно-бумажной и пищевой промышленности, в цветной металлургии, энергомашиностроении, электронике, гальванотехнике, производстве вооружения и т. д.

Малый удельный вес и высокая прочность (особенно при повышенных температурах) титана и его сплавов делают их весьма ценными авиационными материалами. Титан обладает явным преимуществом в отношении прочности при температуре до 430 °C, а повышенные температуры такого порядка возникают при больших скоростях вследствие аэродинамического нагрева. Преимущество замены стали титаном в авиации заключается в снижении массы летательных аппаратов и их частей без потери прочности. Общее снижение массы с повышением показателей при повышенных температурах позволяет увеличить полезную нагрузку, дальность действия и маневренность самолетов. Этим объясняются усилия, направленные на расширение применения титана в самолетостроении при производстве двигателей, постройке фюзеляжей, изготовлении общивки и крепежных деталей.

Чистый титан марки BT1-0 и его сплавы, прежде всего BT6, BT6С, являются наилучшими металлическими материалами, биологически совместимыми с тканями человека, поэтому они широко применяются в медицине для изготовления имплантатов (протезов суставов, стоматологических коронок и мостов, пластин и т. д.), а также хирургического инструмента (скальпелей, пинцетов), медицинской аппаратуры (центрифуг сепарации крови и др.). Титан и его сплавы обладают высокой усталостной прочностью при знакопеременных нагрузках, что очень важно при изготовлении внутрикостных фиксаторов, наружных и внутренних протезов, которые постоянно подвергаются таким нагрузкам.

При этом титан имеет высокую химическую активность и повышенную вязкость при работе в парах трения с другими металлами, высокий коэффициент трения, особенно в паре с титановыми сплавами. Для повышения износостойкости, усталостной прочности и антикоррозионных свойств изделий авиационной техники, технологической оснастки и комплектующих из титана и его сплавов в мировой практике применяют различные методы поверхностного упрочнения – анодирование, оксидирование, PVD-покрытия, напыление функциональных покрытий и др. [1–4].

Наибольший эффект в плане повышения износостойкости и антикоррозионных свойств обеспечивает азотирование [5–12]. Исследования по азотированию титана и его сплавов проводятся в России (Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана, Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет), Уфимский государственный авиационный технический университет), Украине (Физико-механический институт имени Г.В. Карпенко НАН Украины, г. Львов), в Китае (Пекинский институт авиационных материалов), в США, Германии, Японии, Франции и др. [13–15].

Существенным недостатком процесса газового азотирования титановых сплавов является большая длительность обработки – до нескольких десятков часов. Поэтому наиболее перспективным методом является ионно-плазменное азотирование (ИПА), которое позволяет наряду с большой скоростью насыщения получать контролируемую структуру поверхностного слоя при сохранении механических свойств основы материала с учетом условий эксплуатации изделий. Согласно имеющимся литературным данным и собственным исследованиям авторов, ИПА обеспечивает получение упрочненных слоев толщиной 0,07–0,20 мм за 3–6 ч в зависимости от марки титанового сплава [13, 16–20].

Целью настоящей работы является исследование формирования упрочненных слоев на титановых сплавах методом ИПА, выбор оптимальных технологических параметров процесса азотирования, изучение микроструктуры, триботехнических и коррозионных свойств модифицированных слоев. Особенности процесса азотирования. Применение ИПА позволяет добиться ряда преимуществ по сравнению с традиционными методами, среди которых: получение диффузионных слоев заданного состава и строения, большая скорость насыщения, высокий класс чистоты поверхности, возможность азотирования пассивирующихся материалов без дополнительной депассивирующей обработки, значительное сокращение времени обработки, большая экономичность и энергоэффективность процесса, экологичность [13, 16].

Технологическими факторами, влияющими на эффективность ИПА материалов, являются температура процесса, продолжительность насыщения, давление, состав и расход рабочей газовой смеси.

По температуре проведения все процессы азотирования можно условно разделить на низкотемпературные (температура процесса близка к температуре рекристаллизации – 450–600 °C) и высокотемпературные (температура процесса близка к температуре α-β-перехода – 750– 1000 °C).

ИПА титановых сплавов обычно проводят при температуре 800–950 °C в среде азота или газовой смеси азота с аргоном. Чем выше температура процесса ИПА, тем больше толщина азотированного слоя. Однако при температуре выше 900 °C вследствие роста структурных составляющих механические и технологические свойства титановых сплавов ухудшаются [13].

Известно, что, как и при других методах азотирования, при ионном азотировании титановых сплавов на их поверхности формируется нитридная пленка, отрицательно влияющая на эффективность процесса, так как скорость диффузии азота в нитриде титана во много раз меньше, чем в α- и β-фазах.

Поэтому нахождение эффективного способа предотвращения формирования нитридной пленки в течение процесса даст возможность получить расширенные технологические возможности, которые позволят более полно контролировать распределение свойств в поверхностных слоях титановых сплавов за счет управления параметрами технологического процесса.

Преимуществом ионного азотирования в плазме тлеющего разряда, по сравнению с широко применяемыми методами осаждения вакуумно-плазменных покрытий, является отсутствие проблемы адгезии покрытия с основой. ИПА позволяет, наряду с более высокой скоростью насыщения, получать целенаправленно контролируемую структуру поверхностного слоя материала в отличие от традиционного газового азотирования.

**Материалы, оборудование и методики исследования.** ИПА подвергали титановые сплавы с различной исходной структурой: α-сплавы ВТ1-0, ВТ5-1; псевдо-α-сплав ОТ4-1, а также (α+β)-сплав ВТ6.

Исследования по получению азотированных слоев проводили на оборудовании, разработанном и изготовленном в Физико-техническом институте Национальной академии наук Беларуси, в широком интервале температур (от 600 до 900 °C), времени выдержки от 3 до 10 ч в среде азота и аргона (соотношение долей газов изменялось). Давление в рабочей камере составляло 100–160 Па. ИПА подвергали титановые сплавы в отожженном состоянии. Для очистки поверхности от окислов и загрязнений нагрев образцов до температуры выдержки осуществляли в среде аргона.

Для выполнения металлографических и микродюрометрических исследований из контрольных образцов вырезали заготовки для подготовки поперечных шлифов. Микрошлифы изучаемых образцов готовили на оборудовании METCON. Использовали отрезной станок Micracut 151, электрогидравлический пресс ECOPRESS 100 для горячей запрессовки образцов и автоматическую шлифовально-полировальную станцию DIGIPREP 251. Образцы шлифовали наждачной бумагой № 200, 600, 1200 и 2500. Полировку осуществляли на фетровом круге с применением алмазной суспензии с размером частиц 3 мкм, а затем с кремниевой коллоидной суспензией с размером частиц 1 мкм.

Для выявления микроструктуры шлифы подвергали травлению в 40%-ном водном растворе смеси НF и HNO<sub>3</sub> в равных долях. Исследования микроструктуры образцов выполняли с помощью оптического микроскопа МИ-1 с ССD камерой.

Микротвердость сплавов в исходном состоянии измеряли на микротвердомере ПМТ-3 с нагрузкой на индентор 50 г. Параметры азотированного слоя (глубину, распределение микротвердости по глубине) определяли с использованием цифрового микротвердомера AFFRI-MVDM8 (нагрузка на индентор 10 г).

Испытания на износостойкость проводили на трибометре JLTB-02 (фирма J&L Tech Co.). В качестве контртела использовали керамический шарик диаметром 5 мм, нагрузка составляла 3 H, общий путь трения – 4000 м. Линейная скорость перемещения образца относительно контртела равнялась 120 мм/с.

Испытания коррозионной стойкости образцов из титановых сплавов проводили на понтециостате-гальваностате Multi Autolab M204. В качестве электролита использовали 10%-ный водный раствор H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. В качестве электрода сравнения выступал электрод Ag/AgCl. Вспомогательный электрод – платиновая пластина площадью 1 см<sup>2</sup>.

**Результаты исследований.** Ионно-плазменная обработка позволяет оптимизировать полученные слои по структуре и фазовому составу путем варьирования технологическими факторами процесса. С ростом температуры процесса ИПА толщина диффузионного слоя увеличивается. Так, если в случае ИПА при температуре 600 °C в течение 6 ч толщина упрочненного слоя составила 10–20 мкм, то при повышении температуры до 830–900 °C толщина азотированного слоя достигла 130–160 мкм.

На рис. 1 показано распределение микротвердости в образце из титана ВТ1-0 после ИПА в течение 5 ч при температурах 850 °С (кривая *I*) и 900 °С (кривая *2*) в среде технического аргона, содержащего 0,01 % примеси азота. Ранее проведенные исследования [17] показали, что этого количества азота достаточно для формирования на поверхности образца нитрида титана (Ti<sub>2</sub>N) и, как результат, поверхностного упрочнения ВТ1-0.

В случае проведения процесса ионно-плазменной обработки при температуре 850 °С микротвердость у поверхности составила  $HV_{0,01}$  900, толщина упрочненного слоя – около 130 мкм. При повышении температуры проведения процесса до 900 °С толщина упрочненного слоя возрастает до 160 мкм, а максимальная микротвердость у поверхности – до  $HV_{0,01}$  1000.

Температурная зависимость толщины диффузионного слоя подчиняется экспоненциальному закону аналогично температурной зависимости коэффициента диффузии.

Исследование микроструктуры образцов из титана ВТІ-0 после ИПА при температуре 900 °С выявило значительный рост зерна (рис. 2, *b*), что не является благоприятным с точки зрения сохранения физико-механических свойств материала. Поэтому ИПА титана ВТІ-0 рекомендуется проводить при температуре не более 850–860 °С.

В то же время изучение микроструктуры сплава ВТ5-1 после ИПА в течение 5 ч при температуре 800 и 900 °С показало, что для легированных титановых сплавов с повышением температуры процесса ионно-плазменной обработки не наблюдается значительного роста зерна, а тол-



Рис. 1. Распределение микротвердости в образце из титана ВТ1-0 после ИПА в течение 5 ч при температурах 850 °С (кривая 1) и 900 °С (кривая 2) в среде аргона

Fig. 1. Microhardness distribution in the sample of titanium VT1-0 after IPN for 5 hours at 850 °C (curve 1) and 900 °C (curve 2) in argon

щина упрочненной зоны возрастает.

Проведено исследование влияния времени выдержки при температуре ИПА на глубину упрочненного слоя. На рис. 3 показана зависимость глубины упрочненного слоя от времени ИПА при температуре процесса 850 °С для образцов из титана ВТ1-0. С увеличением времени процесса ИПА с 1 до 5 ч толщина упрочненного слоя возрастает с 50 до 130 мкм, а снижение микротвердости от поверхности в глубину образца носит более плавный характер.

Кроме технологических параметров процесса, существенное влияние на диффузию азота в титане оказывают легирующие элементы. На рис. 4 представлено распределение микротвердости в образцах из титановых сплавов ВТ1-0 (кривая *1*) и ВТ6 (кривая *2*) после



Рис. 2. Микроструктура титана BT1-0 после ИПА в течение 5 ч при температурах 850 °C (*a*) и 900 °C (*b*) Fig. 2. The microstructure of titanium VT1-0 after IPN for 5 hours at 850 °C (*a*) and 900 °C (*b*)



Рис. 3. Распределение микротвердости в образцах из титана ВТ1-0 после ИПА при температуре 850 °С в среде аргона с различным временем выдержки: кривая *I* – 1 ч; кривая *2* – 3 ч; кривая *3* – 5 ч





Рис. 4. Распределение микротвердости в образцах из титановых сплавов ВТ1-0 (кривая 1) и ВТ6 (кривая 2) после ИПА при температуре 830 °С в течение 6 ч в среде 50 % азота и 50 % аргона

Fig. 4. Microhardness distribution in samples of titanium alloys VT 1-0 (curve *I*) and VT 6 (curve *2*) after IPN at 830 °C for 6 hours in a medium of 50 % nitrogen and 50 % argon

ИПА при температуре 830 °C в течение 6 ч в среде 50 % азота и 50 % аргона. Видно, что сплав ВТ6, который содержит до 13,5 % легирующих элементов, подвергается упрочнению в меньшей степени. Максимальная микротвердость у поверхности составила  $HV_{0,01}$  650, а глубина упрочненного слоя – около 80 мкм, в то время как для ВТ1-0 глубина упрочненного слоя достигала 150 мкм, а микротвердость –  $HV_{0,01}$  850.

Для занимающего промежуточное значение по содержанию легирующих элементов псевдо- $\alpha$ -сплава ОТ4-1 микротвердость у поверхности образца составила HV<sub>0,01</sub> 760, а глубина азотированного слоя достигла 100 мкм.

Значительное влияние на параметры упрочненного слоя оказывает состав газовой среды. Основную часть экспериментов проводили по режиму, в котором стадию разогрева образцов выполняли в техническом аргоне, а стадию выдержки – в газовой смеси азота и аргона с постоянным соотношением компонентов. В ряде экспериментов на стадии разогрева образцов содержание аргона увеличивали на 2 л/ч на каждые 50 °C повышения температуры. В процессе выдержки при температуре азотирования соотношение азота и аргона также изменялось при прочих одинаковых условиях химико-термической обработки.



Рис. 5. Распределение микротвердости в образцах из титанового сплава ОТ4-1 после ИПА при температуре 830 °С в течение 6 ч с различным составом газовой среды: 1 - с постоянным составом газовой среды (50 % азота и 50 % аргона), 2 – с изменяемым соотношением газов при разогреве и выдержке

Fig. 5. Microhardness distribution in samples of titanium alloy OT4-1 after IPN at 830 °C for 6 hours with different composition of gaseous: 1 - with a constant compositionof the gaseous (50 % nitrogen and 50 % argon), 2 - with a variable ratio of gases when warming up and exposure

титана BT1-0 и сплавов Лля BT6 и ОТ4-1 было достигнуто увеличение глубины упрочненного слоя на 50-60 мкм при температуре азотирования 830 °С и времени выдержки 6 ч благодаря регулированию подачи газов. Зависимость параметров упрочненного слоя (толщина и распределение микротвердости по глубине) для титанового сплава ОТ4-1 от состава газовой среды в процессе ИПА показана на рис. 5. Так, при постоянной подаче газов микротвердость у поверхности образца составила HV<sub>0,01</sub> 760, а при переходе к основе – HV<sub>0.01</sub> 280 (кривая 1). Глубина азотированного слоя на исследуемом образце достигла 85-100 мкм.

В случае ИПА образца из сплава ОТ4-1 с изменяемым соотношением азота и аргона на стадиях разогрева и выдержки установлено, что микротвердость у поверхности возросла по сравнению с первым вариантом обработки и составила HV<sub>0,01</sub> 910, а при переходе к основе – HV<sub>0.01</sub> 340 (рис. 5, кривая 2). Глубина азотированного слоя также увеличилась до

130-150 мкм. Распределение микротвердости по глубине образцов носит плавный характер. Исследования фазового состава образца показали, что на поверхности преобладает твердый раствор титана, а также содержатся нитриды Ti<sub>2</sub>N и незначительное количество TiN.

Проведены исследования триботехнических характеристик образцов из ВТ1-0 и ВТ6 после ИПА при температуре 830 °С в течение 8 ч. Для достижения максимальной глубины упрочненного слоя и твердости материала обработка образцов выполнялась в среде аргона, содержащего 0,01 % азота.

Было установлено, что коэффициент трения сплава BT1-0 в состоянии поставки на протяжении испытания уменьшается с 0,35 (в среднем) в период приработки до 0,25 в установившем-



Рис. 6. График зависимости коэффициента трения (кривая 1) от пути трения сплава ВТ1-0 после ИПА при 830 °С в течение 8 ч при значениях влажности (кривая 2) и температуры (кривая 3) окружающей среды

Fig. 6. Plot of friction coefficient (curve 1) versus friction path of VT1-0 alloy after IPN at 830 °C for 8 hours at humidity (curve 2) and ambient temperature (curve 3)

ся режиме трения (через 2500 м пути трения). Для исходного сплава BT6 наблюдается монотонное снижение коэффициента трения с 0,40 до 0,25 на пути трения 4000 м.

На рис. 6 представлена зависимость коэффициента трения от пути трения образца из ВТ1-0 после ИПА при 830 °С в течение 8 ч. Видно, что коэффициент трения возрастает от 0,14 до 0,30 в период приработки (первые 2500 м пути трения), а затем остается неизменным на остальном пути (4200 м). У сплава ВТ6 после ИПА наблюдается плавное увеличение коэффициента трения от 0,2 до 0,3 на стадии приработки (первые 1600 м). Затем коэффициент трения азотированного сплава BT6 существенно не изменяется и составляет примерно 0,3 на пути трения 4200 м. Оба сплава (ВТ1-0 и ВТ6) демонстрируют схожее трибологическое поведение. На начальном этапе испытаний коэффициент трения растет, что соответствует периоду приработки. Затем коэффициент трения немного снижается и остается стабильным достаточно длительный период времени (установившийся режим трения). После того как слой нитридов полностью истирается, коэффициент трения начинает резко возрастать, что связано с попаданием твердых продуктов износа (частиц нитрида титана) в зону трения. Аналогичное поведение во время трибологических испытаний демонстрируют и другие титановые сплавы, подвергшиеся азотированию.

Проведены исследования коррозионной стойкости в 10%-ном растворе H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> образцов из титанового сплава BT1-0 в исходном состоянии и после ИПА при температуре 830 °C в течение 6 ч в среде азота и аргона.

На рис. 7 приведены графики линейной поляризации образцов из титана ВТ1-0. После ионного азотирования материал имеет положительный потенциал поляризации, что свидетельствует о его более высокой коррозионной стойкости по сравнению с материалом в состоянии поставки.



Рис. 7. Графики линейной поляризации сплава BT1-0 Fig. 7. Plot of linear polarization of VT1-0 alloy

Из графиков изменения потенциала разомкнутой цепи от времени (рис. 8) можно видеть, что у исходного титана в первый час испытания сохраняется стабильный потенциал – примерно +

0,180 В (пассивное состояние), затем происходит резкое падение потенциала в отрицательную область (активное состояние). Это связано с растворением оксидной пленки на поверхности образца. Азотированный образец демонстрирует принципиально иное поведение: в начальный период испытания потенциал остается низким, но со временем увеличивается по параболическому закону. Более низкий начальный потенциал по сравнению с необработанным образцом можно объяснить более тонкой оксидной пленкой. Постепенное нарастание потенциала связано с тем, что нитрид титана блокирует доступ кислорода к титану.







**Выводы.** С ростом температуры процесса ионно-плазменного азотирования толщина диффузионного слоя увеличивается. На титане ВТ1-0 в случае обработки при температуре 600 °C в течение 6 ч составила 10–20 мкм, при повышении температуры до 830–900 °C – 130–160 мкм.

С увеличением времени процесса ИПА титановых сплавов толщина упрочненных слоев возрастает, а снижение микротвердости от поверхности в глубину образцов носит более плавный характер.

Состав титанового сплава, в том числе содержание легирующих элементов, оказывают существенное влияние на диффузию азота в титане. При одинаковых режимах ИПА (температура 830 °C, время выдержки 6 ч) микротвердость у поверхности образца из ВТ1-0 составила  $HV_{0,01}$  850, а для сплава ВТ6 –  $HV_{0,01}$  650. Глубина азотированного слоя для ВТ1-0 достигла 150 мкм, а для ВТ6 – 80 мкм.

Изменяя состав, объем и периодичность подачи газовой среды (азота и аргона) на стадии разогрева и выдержки образцов из титана и его сплавов при ИПА, можно управлять значениями твердости и глубины азотируемого слоя.

Изучение триботехнических характеристик титановых сплавов при испытании контртелом из керамики без смазочных материалов показало, что установившийся коэффициент трения для исходных образцов титана ВТ1-0 и сплава ВТ6 составил 0,25, после ИПА – около 0,3. Увеличение коэффициента трения может быть обусловлено попаданием твердых продуктов износа в зону трения.

Коррозионные испытания титана ВТ1-0, проведенные в 10%-ном растворе H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, позволяют сделать вывод, что после ИПА при температуре 830 °C в течение 6 ч коррозионная стойкость повышается, о чем свидетельствует положительный потенциал поляризации образца.

Проведенные исследования позволили определить оптимальные технологические параметры ионного азотирования изделий из титановых сплавов ВТ1-0, ВТ5-1, ОТ4-1, ВТ6 в плазме тлеющего разряда. Это дает возможность получать упрочненные слои на поверхности окончательно изготовленных деталей с заданными значениями твердости материала, глубины слоя, износои коррозионной стойкости.

#### Благодарности

Работа выполнена при поддержке гранта Белорусского республиканского фонда фундаментальных исследований (Т17КИГ-010) совместно с Пекинским институтом авиационных материалов (г. Пекин, КНР). Авторы выражают благодарность А. Предко за проведение исследований коррозионной стойкости.

#### Acknowledgements

This work was supported by a grant from the Belarusian Republican Foundation for Fundamental Research (T17ΚИΓ-010) in cooperation with the Beijing Institute of Aviation Materials (Beijing, China). The authors are grateful to A. Predko for carrying out the studies of corrosion resistance.

#### Список использованных источников

1. Наноструктурный титан для биомедицинских применений: новые разработка и перспективы коммерциализации / Р.З. Валиев [и др.] // Российские нанотехнологии. – 2008. – Т. З, № 9–10. – С. 80–89.

2. Процессы пластического структурообразования металлов / В.М. Сегал [и др.]. – Минск: Навука і тэхніка, 1994. – 232 с.

3. Зернограничная диффузия и свойства наноструктурных материалов / Ю.Р. Колобов [и др.]. – Новосибирск: Наука, 2001. – 232 с.

4. Старикова, С.Л. Особенности применения титана для изготовления стоматологических имплантатов / С.Л. Старикова, В.В. Стариков // Вісник проблем биології і медицини. – 2014. – Вип. 2, т. 2 (108). – С. 160–163.

5. Константинов, В.М. Структурно-фазовое состояние поверхности титана после борирования в расплаве / В.М. Константинов, Г.В. Стасевич, А.Г. Ковальчук // Современные методы и технологии создания и обработки материалов: сб. науч. тр.: в 3 кн. – Минск: ФТИ НАН Беларуси, 2015. – Кн. 1: Материаловедение. – С. 88–94.

6. Пресман, Ю. Н. Исследование процессов химико-термической обработки титановых сплавов в металлотермических смесях: автореф. дисс. ... канд. техн. наук / Ю. Н. Пресман. – Минск, 1974. – 24 с.

7. Rie, K.-T. Thermochemical surface treatment of titanium and titanium alloy Ti-6Al-4V by low energy nitrogen ion bombardment / K.-T. Rie, Th. Lampe // Mater. Sci. Eng. – 1985. – Vol. 69, iss. 2. – P. 473–481. https://doi.org/10.1016/0025-5416(85)90349-0

8. Неровный, В.М. Азотирование поверхности титановых сплавов дуговой плазмой низкого давления / В.М. Неровный, В.В. Перемитько // Физика и химия обработки материалов. – 1995. – № 3. – С. 49–54.

9. Будилов, В.В. Ионное азотирование поверхности конструкционных сталей и сплавов в тлеющем разряде на основе эффекта полого катода / В.В. Будилов, Р.Д. Агзамов // Proc. of 6<sup>th</sup> Intern. Conf. on Modif. of Mater. with Particle Beams and Plasma Flow. Tomsk, Russia, September, 23–27, 2002. – Tomsk, 2002. – P. 428–431.

10. Влияние вакуумной ионно-плазменной обработки на коррозионные свойства титановых сплавов разных классов / А.А. Ильин [и др.] // Титан. – 2009. – № 1. – С. 26–29.

11. Смолякова, М.Ю. Влияние параметров процесса низкотемпературного азотирования на структуру и свойства титана ВТ1-0 / М.Ю. Смолякова, Д.С. Вершинин, Ю.Р. Колобов // Х Международная научно-техническая Уральская школа-семинар металловедов-молодых ученых, Екатеринбург, 7–11 дек. 2009 г. – Екатеринбург, 2009. – С. 401–403.

12. Пастух, И. М. Теория и практика безводородного азотирования в тлеющем разряде / И. М. Пастух. – Харьков: Изд-во Нац. науч. центра Харьк. физ.-техн. ин-та, 2006. – 364 с.

13. Ионная химико-термическая обработка сплавов / Б.Н. Арзамасов [и др.]. – М.: Изд-во МВТУ им. Баумана, 1999. – 400 с.

14. Азотирование технически чистого титана в тлеющем разряде с полым катодом / Ю.А. Ахмадеев [и др.] // Письма в ЖТФ. – 2005. – Т. 31, вып. 13. – С. 24–30.

15. Повышение износостойкости сплава ВТ6 азотированием / И.Н. Погрелюк [и др.] // Материалы XIII Международной научно-технической конференции «АВИА-2017», 19–21 апр. 2017, г. Киев. – Киев, 2017. – С. 83–85.

16. Лукина, Е.А. Закономерности формирования структуры при ионно-вакуумном азотировании титановых сплавов: дисс. ... канд. техн. наук / Е.А. Лукина. – М., 2007. – 168 с.

17. Дробов, А. Н. Некоторые проблемы азотирования титановых сплавов медицинского и авиационного назначения / А. Н. Дробов // Современные методы и технологии создания и обработки материалов: сб. науч. тр.: в 3 кн. – Минск: ФТИ НАН Беларуси, 2016. – Кн. 2. – С. 98–104.

18. Вершинин, Д.С. Низкотемпературное азотирование титана в плазме несамостоятельного дугового разряда низкого давления / Д.С. Вершинин, М.Ю. Смолякова // Физика и химия обработки материалов. – 2011. – № 5. – С. 15–20.

19. Исследование трибологических свойств азотированного титанового сплава ВТ16 / Д.С. Вершинин [и др.] // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2010. – Т. 76, № 12. – С. 45–49.

20. Biro, A.S. Trends of nitriding processes / A.S. Biro // Production Processes and Systems. – 2013. – Vol. 6, № 1. – P. 57–66.

#### References

1. Valiev R. Z., Semenova I. P., Latysh V. V., Scherbakov A. V., Yakushina E. B. Nanostructured titanium for biomedical applications: new development and commercialization prospects. *Rossiiskie nanotehnologii = Nanotechnologies in Russia*, 2008, vol. 3, no. 9–10, pp. 593–601. https://doi.org/10.1134/s1995078008090097

2. Segal V. M., Reznikov V. I., Kopylov V. I., Pavlik D. A., Malyshev V. F. *Processes of Plastic Structuring of Metals*. Minsk, Navuka i tehnika Publ., 1994. 232 p. (in Russian).

3. Kolobov Yu. R., Valiev R. Z., Grabovetskaya G. P. Grain-Boundary Diffusion and Properties of Nanostructured Materials. Novosibirsk, Nauka Publ., 2001. 232 p. (in Russian).

4. Starikova S. L., Starikov V. V. Features of the use of titanium for the manufacture of dental implants. *Visnik problem biologii* i meditsini = Bulletin of Problems Biology and Medicine, 2014, iss. 2, vol. 2 (108), pp. 160–163 (in Russian).

5. Konstantinov V. M., Stasevich G. V., Kovalchuk A. G. Structural-phase state of the surface of titanium after boriding in the melt. *Sovremennye metody i tekhnologii sozdaniya i obrabotki materialov: sb. nauch. tr. Kn. 1: Materialovedenie* [Modern Methods and Technologies of Creation and Processing of Materials: Collection of Scientific Papers. Book 1. Material Science]. Minsk, Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, 2015, pp. 88–94 (in Russian).

6. Presman Yu. N. Investigation of the Processes of Chemical-Thermal Treatment of Titanium Alloys in Metal-Thermal Mixtures. Minsk, 1974. 24 p. (in Russian).

7. Rie K.-T., Lampe Th. Thermochemical surface treatment of titanium and titanium alloy Ti-6Al-4V by low energy nitrogen ion bombardment. *Materials Science and Engineering*, vol. 69, iss. 2, pp. 473–481. https://doi.org/10.1016/0025-5416(85)90349-0

8. Nerovnyi V. M., Peremit'ko V. V. Nitriding of the surface of titanium alloys by an arc plasma of low pressure. *Fizika i khimiya obrabotki materialov = Physics and Chemistry of Materials Treatment*, 1995, no 3, pp. 49–54 (in Russian).

9. Budilov V. V., Agzamov R. D. Ion nitriding of the surface of structural steels and alloys in a glow discharge based on the effect of a hollow cathode. *Proc. of 6<sup>th</sup> International Conference on Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows, Tomsk, Russia, September, 23–27, 2002.* Tomsk, 2002. Pp. 428–431 (in Russian).

10. Il'in A. A., Petrov L. M., Karpov V. N., Spektor V. S., Chernysheva Yu.V. Influence of vacuum ion-plasmous treatment on corrosion resistance of titanium alloys of different classes. *Titan* = *Titan*, 2009, no. 1, pp. 26–29 (in Russian).

11. Smolyakova M. Yu., Vershinin D. S., Kolobov Yu. R. Influence of parameters of the low-temperature nitriding process on the structure and properties of titanium VT1-0. *X Mezhdunarodnaya nauchno-tekhnicheskaya Ural'skaya shko-la-seminar metallovedov-molodykh uchenykh, Ekaterinburg, 7–11 dek. 2009 g.* [X International Scientific and Technical Ural School-Seminar of Metal Scientists-Young Scientists, Ekaterinburg, December 7–11, 2009]. Ekaterinburg, 2009, pp. 401–403 (in Russian).

12. Pastukh I. M. *Theory and Practice of Non-Hydrogen Nitriding in a Glow Discharge*. Kharkov, Publishing house of the National Science Center of Kharkov Physical-Technical Institute, 2006. 364 p. (in Russian).

13. Arzamasov B. N., Bratuhin A. G., Eliseev U. S., Panaioti T. A. *Ion Chemical-Thermal Treatment of Alloys*. Moscow, Bauman Moscow State Technical University Publ., 1999. 400 p. (in Russian).

14. Akhmadeev Yu. Kh., Goncharenko I. M., Ivanov Yu. F., Koval N. N., Schanin P. M. Nitriding of technical-purity titanium in hollow-cathode glow discharge. *Technical Physics Letters*, 2005, vol. 31, iss. 7, pp. 548–550. https://doi. org/10.1134/1.2001050 15. Pogrelyuk I. N., Trush V. S., Lukyanenko O. G., Kravchyshyn T. M., Pobol I. L., Nazarova O. I. Increase of wear resistance of VT6 alloy by nitriding. *Materialy XIII Mezhdunarodnoi nauchno-tekhnicheskoi konferentsii «AVIA-2017», 19–21 apr. 2017, g. Kiev* [Materials of the XIII International Scientific and Technical Conference "AVIA-2017", Kiev, 19–21 April 2017]. Kiev, 2017. Pp. 83–85 (in Russian).

16. Lukina E. A. *Regularities of Structure Formation During Ion-Vacuum Nitriding of Titanium Alloys*. Moskow, 2007. 168 p. (in Russian).

17. Drobov A. N. Some problems of titanium alloys nitriding for medical and aviation applications. *Sovremennye metody i tekhnologii sozdaniya i obrabotki materialov: sb. nauch. Kn. 2* [Modern Methods and Technologies of Creation and Processing of Materials: Collection of Scientific Papers. Book 2]. Minsk, Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, 2016, pp. 98–104 (in Russian).

18. Vershinin D. S., Smolyakova M. Yu. Low-temperature nitriding of titanium in a low-pressure non-stationary arc discharge plasma. *Fizika i khimiya obrabotki materialov = Physics and Chemistry of Materials Treatment*, 2011, no. 5, pp. 15–20 (in Russian).

19. Vershinin D. S., Smolyakova M. Yu., Manokhin S. S., Druchinina O. A., Akhmadeev Yu. Kh. Investigation of tribological properties of nitrided titanium alloy VT16. *Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov = Industrial laboratory. Diagnostics of materials*, 2010, vol. 76, no. 12, pp. 45–49 (in Russian).

20. Biro A. S. Trends of nitriding processes. Production Processes and Systems, 2013, vol. 6, no. 1, pp. 57-66.

#### Информация об авторах

Поболь Игорь Леонидович – доктор технических наук, начальник отдела электронно-лучевых технологий и физики плазмы, Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси (ул. Академика Купревича, 10, 220141, Минск, Республика Беларусь). E-mail: pobol@phti.by

Олешук Ирина Григорьевна – старший научный сотрудник, Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси (ул. Академика Купревича, 10, 220141, Минск, Республика Беларусь). E-mail: i.oleshuk@ mail.ru

Дробов Андрей Николаевич – научный сотрудник, Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси (ул. Академика Купревича, 10, 220141, Минск, Республика Беларусь). E-mail: drobovandrey@ yandex.by

*Сун Фун* – старший инженер, Пекинский институт авиационных материалов (ул. Хансай, 8, 100095, Пекин, Китай). Е-mail: 55878721@qq.com

Ван Лин – инженер, Пекинский институт авиационных материалов (ул. Хансай, 8, 100095, Пекин, Китай). E-mail: Iynn\_wang121@163.com

#### Information about the authors

*Igor L. Pobol* – D. Sc. (Engineering), Head of Department of Electron Beam Technologies and Plasma Physics, Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus (10, Academician Kuprevich Str., 220141, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: pobol@phti.by

*Irina G. Oleshuk* – Senior Researcher, Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus (10, Academician Kuprevich Str., 220141, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: i.oleshuk@mail.ru

Andrey N. Drobov – Research Fellow, Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus (10, Academician Kuprevich Str., 220141, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: drobovandrey@yandex.by

Sun Feng – Senior Engineer, AECC Beijing Institute of Aeronautical Materials (8, Hangcai Str., 100095, Beijing, China). E-mail: 55878721@qq.com

Wang Lin – Engineer, AECC Beijing Institute of Aeronautical Materials (8, Hangcai Str., 100095, Beijing, China). E-mail: Iynn wang121@163.com ISSN 1561-8358 (Print) ISSN 2524-244X (Online) УДК 621.691 https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-35-43

Поступила в редакцию 18.01.2018 Received 18.01.2018

## Н.А. Руденская<sup>1</sup>, Г.П. Швейкин<sup>2</sup>, М.В. Руденская<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Филиал Белорусского национального технического университета «ИПКиПК», Минск, Беларусь <sup>2</sup>Институт химии твердого тела Уральского отделения Российской академии наук, Екатеринбург, Россия <sup>3</sup>Санкт-Петербургское открытое акционерное общество «Красный Октябрь», Санкт-Петербург, Россия

#### ПЛАЗМЕННЫЕ ПОКРЫТИЯ, СОДЕРЖАЩИЕ ВЫСОКОБАРНЫЕ ФАЗЫ

Аннотация. Представлены результаты сравнительных исследований исходных и обработанных в плазменном потоке оксидных микрокомпозитов, состоящих из TiO<sub>2</sub>, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub>, и плазменных покрытий из них – материалов, характеризующихся аморфно-кристаллической структурой и упрочненных ультрадисперсными фазами стишовита. Показано влияние вида, состава и способа обработки материала (исходный порошок различной дисперсности; порошок, полученный в плазменном потоке при различных режимах и с обычным и ускоренным охлаждение; плазменный слоевой композит) на содержание оксидов кремния, алюминия и титана; на вид полиморфных превращений (анатаз обнаружен и в порошках, и в покрытиях; ускоренное охлаждение сфероидов приводит к росту его содержания в микрокомпозитах), а также на особенности формирования в керамических материалах высокобарной фазы – стишовита (стишовит обнаружен только в покрытиях). Установлено, что повышение мощности плазменного генератора приводит к увеличению степени аморфизации плазменных слоевых композитов. В структуре слоевых композитов обнаружено три группы включений, объединенных по составу: две группы алюмосиликатов и включений на основе диоксида циркония. Включения третьей группы характеризуются двумя видами структур: однородной, состоящей из циркона, и плакированной (с ядром диоксида циркония и оболочкой из циркона). Разработанные слоевые композиты отличаются высокими износостойкостью, коррозионной стойкостью и антифрикционными свойствами. В условиях низкотемпературной плазмы при атмосферном давлении стишовит-содержащие материалы получены впервые.

Ключевые слова: плазма, структура, покрытие, аморфизация, стишовит, высокобарная фаза

Для цитирования: Руденская, Н.А. Плазменные покрытия, содержащие высокобарные фазы / Н.А. Руденская, Г.П. Швейкин, М.В. Руденская // Вес. Нац. акад навук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2019. – Т. 64, № 1. – С. 35–43. https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-35-43

## N. A. Rudenskaya<sup>1</sup>, G. P. Shveikin<sup>2</sup>, M. V. Rudenskaya<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Branch of the Belarusian National Technical University "IPK and PC", Minsk, Belarus <sup>2</sup>Institute of Solid State Chemistry of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, Ekaterinburg, Russia <sup>2</sup> "Krasny Octiabr" St.-Petersburg Open Joint-Stock Company, Saint Petersburg, Russia

#### PLASMA COATINGS CONTAINING HIGH-BARING PHASES

**Abstract.** Results of comparative researches of the initial and processed in a plasma flow oxidic microcomposites, consisting of TiO<sub>2</sub>, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub>, and plasma coverings from them – the materials which are characterized by amorphous and crystal structure and strengthened by ultradispersed phases of the stishovit, are presented. It is shown the influence of a type, structure and a way of processing of material (initial powder of different dispersion; the powder obtained in a plasma flow at the different modes and with the normal and accelerated cooling; a plasma layered composite) on the content of silicon oxides, aluminum and titanium, on the type of polymorphic transformations (anatase is found both in powders, and in coverings; the accelerated cooling of spheroids leads to growth of its contents in microcomposites) and also on feature of forming in ceramic materials of a high-bar phase – the stishovit (stishovit it is found only in coverings). It is established that increase in power of the plasma generator leads to increase in extent of amorphicity of plasma-layered composites. In the structure of layered composites three groups of the inclusions, combined by the composition, are revealed: two groups of aluminosilicates and inclusions on the basis of zirconium dioxide. Inclusions of the third group are characterized by two types of structures: homogeneous, consisting of zircon, and plated (with a kernel of dioxide of zirconium and a cover from zircon). The developed layered composites are characterized by high wear resistance, corrosion resistance and antificition properties. In the conditions of low-temperature plasma at atmospheric pressure the stishovit-containing materials are obtained for the first time.

Keywords: plasma, structure, coating, amorphization, stishovit, grandiloquent phase

For citation: Rudenskaya N. A., Shveikin G. P., Rudenskaya M. V. Plasma coatings containing high-baring phases. *Vestsi* Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnych navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series, 2019, vol. 64, no. 1, pp. 35–43 (in Russian). https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-35-43

<sup>©</sup> Руденская Н.А., Швейкин Г.П., Руденская М.В., 2019

Введение. Полидисперсные порошки оксидов титана, кремния, алюминия, циркония широко применяют в различных отраслях промышленности, в частности при газотермическом напылении износо- и жаростойких, а также коррозионностойких покрытий (см.: [1–5]; патент РФ № 2191217 «Износостойкое покрытие», авторы – Г.П. Швейкин, Н.А. Руденская, В.А. Копысов и др.).

Стишовит – единственная модификация диоксида кремния, построенная из октаэдров SiO<sub>6</sub>. Это высокоплотный (на 60 % плотнее фазы кварца), сверхтвердый и одновременно хрупкий материал, являющийся одним из веществ, определяющих поведение земных недр и обнаруженных в метеоритах и астероидах. Известно [6–8], что стишовит формируется при очень высоких давлениях (160 000 атм) и температурах (1200–1400 °C), поэтому в земных условиях его получают только в камерах высокого давления. Любая информация о стишовите очень важна, что и определило цель данной работы: получение (в условиях низкотемпературной плазмы) и исследование материалов – слоевых композитов, содержащих высокобарные фазы в виде стишовита. Часть полученных результатов опубликована в [9].

Материалы и методика экспериментальных исследований. Материалами для исследований служили конгломерированные в потоке ионизированного газа порошки различной дисперсности из оксидов (SiO<sub>2</sub>–TiO<sub>2</sub>, SiO<sub>2</sub>–TiO<sub>2</sub>–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiO<sub>2</sub>–TiO<sub>2</sub>–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–ZrO<sub>2</sub>) и плазменные покрытия из этих микрокомпозитов. Плазменную обработку микрокомпозитов при естественном их охлаждении и с ускоренным охлаждением (при распылении в воду) осуществляли на установке УПСП-1 с секционированным генератором конструкции Института металлургии и материаловедения им. А. А. Байкова Российской академии наук. Покрытия наносили на стальные образцы с помощью плазмотрона УШР-2. Перед нанесением покрытий поверхность образцов тщательно обезжиривали и подвергали дробеструйной обработке. Затем наносили подслой из Ni–Al и Ni– Сг толщиной 40–50 мкм и после этого – основной слой толщиной 1 мм. Металлографические исследования порошков и покрытий проводили на микроскопах Neophot-21 и BS-301. Микрорентгеноспектральный анализ образцов выполняли на микроскопах Neophot-21 и BS-301. Микрорентгеноспектральный анализ образцов выполняли на микроскопах Neophot-21 и вз-зой анализ проводили на трансмиссионном дифрактометре Stadi P в CuКγ-излучении с использованием порошкообразных стандартов JCPDS-ICDD.

Результаты и их обсуждение. Металлографические и микрорентгеноспектральные исследования показали, что покрытия всех составов характеризуются гетерогенной структурой: в материале матрицы равномерно распределены аморфные и аморфно-кристаллические включения различной формы и размера (рис. 1). При этом структура керамического покрытия состоит не из многочисленных микрослоев, как это имеет место при формировании неоплавляемых составов, а представляет собой единый композиционный слой, в котором практически отсутствуют поры не только в матричном материале, но и на его границах с включениями и подложкой.

Идентификация фаз по цвету с помощью сканирующей электронной микроскопии позволила получить некоторую информацию о структурных составляющих различных слоев покрытий (табл. 1).

Результаты микрорентгеноспектральных и микродюрометрических методов анализа свидетельствуют о том, что в матричном материале керамических покрытий присутствуют композиционные включения, которые по составу можно объединить в три группы:

1) алюмосиликатные на основе диоксида кремния с микротвердостью 677–1006 кг/мм<sup>2</sup>;

 алюмосиликатные с близким содержанием диоксида кремния и оксида алюминия, имеющие микротвердость 752–1410 кг/мм<sup>2</sup>;

3) на основе диоксида циркония (в мас.%):  $ZrO_2 - 61,5$ ;  $SiO_2 - 37$ ;  $TiO_2 - 1,5$  с микротвердостью 841–1900 кг/мм<sup>2</sup>. По химическому составу такие включения близки к циркону  $ZrSiO_4$  [1]. Центральная часть некоторых включений данного типа состоит из диоксида циркония.

Уровень пористости полученных покрытий, которая составляет 0,25–0,86 %, удалось оценить только с помощью электронной микроскопии.

Указанные структурные особенности покрытий явились основой для проведения сравнительных рентгенофазовых исследований различных составов материалов и послойного изучения напыленных слоев.


Рис. 1. Микроструктура керамического покрытия на основе SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Fig. 1. Microstructure of a ceramic coating based on SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Таблица 1. Результаты стереологического анализа изображения напыленных слоев Table 1. Results of the stereological analysis of the image of evaporated layers

Цвет фазы (состав)	Объемная доля	Площадь поверхности в единице объема, 1/мкм	Удельная площадь поверхности, 1/мкм
Красный (ТіО <sub>2</sub> )	34,18-68,46	0,136-0,178	0,183-0,260
Синий (SiO <sub>2</sub> -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) I	24,24-45,91	0,135-0,475	0,556-1,502
Зеленый (SiO <sub>2</sub> -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) II	3,57–20,43	0,0603-0,0909	1,15–1,69
Желтый (циркон) III	2,66–18,11	0,0255-0,1932	0,437–0,959
Белый (ZrO <sub>2</sub> ) III	0,82–10, 48	0,00476-0,01869	0,58–1,16
Черный (поры)	0,25-0,86	0,00326-0,01243	1,22–1,31

Последовательно рассмотрим особенности изменения фазового состава всех видов и вариантов композиций исследованных материалов.

Сравнительный анализ морфологии и фазового состава частиц исходного порошка в виде композиции SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub>, а также порошков такого состава, конгломерированных в плазменном потоке с различными скоростями охлаждения, и плазменных покрытий из исходного порошка позволил выявить следующие особенности изменения морфологии частиц, состава и структуры материалов. После обработки в плазменном потоке частицы исходного конгломерированного порошка в виде композиции в приобретают преимущественно сферическую форму. Содержание диоксида кремния в порошке, подвергнутом плазменной обработке с естественным охлаждением в реакторе, уменьшается в 1,17–1,84 раза (табл. 2) по сравнению с исходным. Ускоренное охлаждение частиц после плазменной обработки привело к еще большему снижению SiO<sub>2</sub> в микрокомпозитах – в 1,59–2,42 раза.

Исследования показали, что плазменная сфероидизация конгломерированных частиц инициирует появление в них анатаза, содержание которого в таких микрокомпозитах-сфероидах достигает 1,6–9,2 %. Наибольшие количества анатаза обнаружены в плазменных сфероидах, полученных с ускоренным охлаждением (7,9–9,2 %). Анатаз появляется не только в плазменных сфероидах, но и в напыленных слоях (при повышенных значениях мощности плазменного генератора), где его содержание возрастает от 2,4 до 6,1 % в направлении от свободной поверхности к границе раздела покрытия со сталью

	Состав фа	азы, мас.%
Материал	SiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>
Порошок исходный (50–63 мкм), № 1	73,7-кварц	26,3-рутил
Порошок, обработанный в плазме, №2	40,0-кварц	60,0-рутил
Покрытие ( <i>Q</i> <sub>1</sub> ) (1-й слой), № 3	46,3-кварц	53,7-рутил
Покрытие ( <i>Q</i> <sub>1</sub> ) (2-й слой), №4	35,3-кварц	64,7-рутил
Покрытие ( <i>Q</i> <sub>2</sub> ) (1-й слой), № 5	29,0-кварц	68,6-рутил
		2,4-анатаз
Покрытие ( <i>Q</i> <sub>2</sub> ) (2-й слой), № 6	14,9-кварц	79,0-рутил
		6,1-анатаз
Порошок исходный (63-80 мкм)	93,6-кварц	6,4-рутил
Порошок, обработанный в плазме (режим 1)	80,1-кварц	18,3-рутил
Порошок, обработанный в плазме (режим 2)	70,2-кварц	1,6-анатаз
Порошок, обработанный в плазме с ускоренным охлаждением (режим 1)	58,8-кварц	21,9-рутил
Порошок, обработанный в плазме с ускоренным охлаждением (режим 2)	38,6-кварц	7,9-анатаз
		41,2-рутил
Покрытие (Q <sub>1</sub> ) (1-й слой)	40,3-кварц	52,2-рутил
		9,2-анатаз
Покрытие (Q <sub>1</sub> ) (2-й слой)	34,6-кварц	59,7-рутил
	2,1-стишовит	63,3-рутил
Порошок исходный(80–100 мкм)	41, 6-кварц	58,4-рутил
Покрытие (Q <sub>1</sub> ) (1-й слой)	24,4-кварц	75,6-рутил
Покрытие ( <i>Q</i> <sub>1</sub> ) (2-й слой)	32,7-кварц	67,3-рутил
Покрытие ( <i>Q</i> <sub>2</sub> ) (1-й слой)	23,2-кварц	76,8-рутил
Покрытие ( <i>Q</i> <sub>2</sub> ) (2-й слой)	27,9-кварц	72,1-рутил

Табл	ИЦ	а 2. Соста	в частиц и по	крытий ком	позиции Si	$O_2$ -Ti $O_2$
Table	2.	Structure of	particles and o	coverings of co	mposition	SiO <sub>2</sub> -TiO <sub>2</sub>

Установлено существенное влияние дисперсности исходных микрокомпозитов на интенсивность формирования анатаза (см. табл. 2). Так, при использовании исходного порошка фракции 50–63 мкм анатаз обнаружен в покрытиях, напыленных при повышенных мощностях. С увеличением размера частиц исходного материала анатаз образуется только в дисперсном материале после его плазменной обработки, в покрытиях из таких микрокомпозитов анатаз отсутствует. При использовании исходного порошка дисперсностью 80–100 мкм ни в дисперсном материале, ни в покрытиях анатаз не обнаружен.

Таким образом, если анатаз в композициях появляется, в плазменных сфероидах его присутствует больше, чем в покрытиях. Обратная зависимость наблюдается по содержанию SiO<sub>2</sub>: его количество в покрытиях снижается в 1,09–4,95 раза относительно исходного порошка.

Описанные фазовые превращения установлены на микрокомпозитах дисперсностью 50–63, 63–80, 80–100 мкм. В покрытиях из таких микрокомпозитов при переходе от свободной поверхности к границе раздела содержание SiO<sub>2</sub> уменьшается в 1,08–1,95 раза (табл. 2 и 3). В покрытиях из порошков крупных фракций зависимость изменения содержания SiO<sub>2</sub> в сравнении с исходным материалом аналогична порошкам средних фракций, а в напыленных слоях наблюдается не снижение, а повышение содержания SiO<sub>2</sub> в направлении от верхних слоев к нижним слоям в 1,20–1,34 раза (см. табл. 2). Это можно объяснить следующим образом: микрокомпозиты большего размера нагреваются в плазменном потоке менее интенсивно в сравнении с частицами меньших размеров. Со стороны свободной поверхности покрытий для таких частиц создаются более благоприятные условия охлаждения, чем для частиц меньших фракций.

В материалах, содержащих корунд (табл. 3), обнаружены аналогичные изменения содержания SiO<sub>2</sub>, что и в композициях SiO<sub>2</sub>–TiO<sub>2</sub> дисперсностью 63–80 мкм. Образования анатаза в этих покрытиях не зафиксировано.

На рис. 2, *а* представлена рентгенограмма исходного порошка  $SiO_2$ -TiO<sub>2</sub>, имеющего кристаллическую структуру, что подтверждается четкими линиями 80%-ной интенсивности – для кварца (SiO<sub>2</sub>) и 100%-ной интенсивности – для рутила (TiO<sub>2</sub>). При переходе к рентгенограммам, снятым с обработанного в плазменном потоке порошка и с напыленного слоя из этого порошка (рис. 2, *b*-*d*), отчетливо проявляются признаки аморфизации напыленных слоев (уменьшаются или исчезают пики SiO<sub>2</sub> в малых углах; пики, соответствующие линиям 80%-ной интенсивности,

Morromyzar		Состав фазы, мас.%	
материал	SiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Порошок исходный (63-80 мкм)	38,8-кварц	35,1-рутил	26,1-корунд
Покрытие (Q <sub>1</sub> ) (1-й слой)	24,4-кварц	25,6-рутил	50,0-корунд
Покрытие (Q <sub>1</sub> ) (2-й слой)	22,6-кварц	35,1-рутил	40,9-корунд
	1,4-стишовит		
Покрытие (Q <sub>2</sub> ) (1-й слой)	35,5-кварц	58,7-рутил	5,8-корунд
Покрытие (Q <sub>2</sub> ) (2-й слой)	30,0-кварц	48,9-рутил	15,9-корунд
	5,1-стишовит		

Таблица З	Состав частиц и покрытий композиции SiO <sub>2</sub> –TiO <sub>2</sub> –Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Table 3. Str	cture of particles and coverings of composition SiO <sub>2</sub> -TiO <sub>2</sub> -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>

становятся незначительными и со сглаженными сторонами). Все описанные изменения в рентгенограммах свидетельствуют о том, что в напыленном слое присутствуют аморфные фазы.

Обращает на себя внимание следующая особенность рентгенограмм, снятых с внутренних слоев покрытий (рис. 2, *d*): иногда появляются линии корунда, однако в итоговом расчете количества анализируемых фаз корунд отсутствует. Эти результаты можно объяснить следующим образом: когда керамическое покрытие напыляют на подслой Ni–Al, алюминий материала подслоя взаимодействует с расплавленными керамическими частицами с образованием Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, количество которого незначительно в анализируемой толщине слоя. Это могут быть следы оксида алюминия.

В покрытиях, содержащих диоксид циркония, наряду с цирконом ZrSiO<sub>4</sub> обнаружена фаза титаната циркония ZrTiO<sub>4</sub>.

Результаты исследований показали существенное уменьшение содержания SiO<sub>2</sub> в напыленных слоях. Вместе с тем данные химического анализа исходных порошков и покрытий из них свидетельствуют о выгорании всего лишь 5 % кремния в процессе формирования напыленных слоев.

Исходя из полученных результатов, можно утверждать, что частицы оксидных композиций оплавляются и расплавляются в плазменном потоке, а сверхвысокие скорости охлаждения являются причиной аморфизации SiO<sub>2</sub>-содержащих включений, в то время как в исходных конгломерированных гранулах SiO<sub>2</sub> присутствует в основном в виде кварца.

Также следует обратить особое внимание на фазу высокого давления SiO<sub>2</sub>-стишовит, которая впервые зарегистрирована в плазменных покрытиях, содержащих SiO<sub>2</sub> (см. табл. 2, 3). На рис. 2, *е* представлена рентгенограмма плазменного монослоя, подтверждающая присутствие высокобарной фазы – стишовита в образцах, которые получены при атмосферных условиях. Одновременно с напылением происходит аморфизация покрытий.

Рентгенофазовые и микрорентгеноспектральные исследования оксидных микрокомпозитов выбранных систем SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub>, SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> на данной стадии эксперимента показали, что, с одной стороны, их состав несущественно влияет на интенсивность формирования высокобарной фазы. С другой стороны, фракционный состав исходных микрокомпозитов оказывает значительное влияние на содержание стишовита в плазменных монослоях. Стишовит обнаружен в слоях, сформированных из микрокомпозитов средней фракции (63–80 мкм, см. табл. 2, 3). При использовании порошков дисперсностью 80–100, 100–160 мкм ни стишовита, ни анатаза в покрытиях не обнаружено, что обусловлено как степенью нагрева частиц, так и их скоростью в плазменном потоке. Эти параметры определяют условия взаимодействия в зоне контакта частиц с поверхностью образца. В табл. 3 приведен один из вариантов полученных результатов с различным содержанием стишовита в зависимости от мощности плазменного генератора (его содержание растет с увеличением мощности плазмотрона от  $Q_1 \kappa Q_2$ ).

Сравнительный анализ рентгенограмм покрытий, сформированных при различных мощностях, свидетельствует и о том, что повышение мощности плазмотрона приводит к еще большему проявлению признаков аморфизации напыленного слоя.

Разработанные покрытия характеризуются высокими износостойкостью, коррозионной стойкостью и антифрикционными свойствами. Прочность сцепления по известным для неоплавляемых покрытий методикам определить не удалось. Напыленные слои толщиной до 5 мм не скалываются по границе раздела при резании фрезой.

Интенсивность, усл. ед.	10 20 30 40 50 60	20, град	——————————————————————————————————————	20,800 2 4,267 4,258 / 21	26/780 25 3.326 3.345 / 100	2/.020 100 5.249 / 100 3.2280 5 2.949 3.260 5 7.949	35.160 10 2.550 36.180 10 2.550 36.81 81 2.474 2.488 / 42 2.458 / 7	39,280 8 2,292 2,297 / 7 2,222 / 7 2,238 / 3	41,400 39 2,179 2,188 / 16 2,129 / 5	44.220 12 2.047 2.055 / 6 1.981 / 3	48.946 4 1.8594 50.240 3 1.8145	54.440 80 1.6840 1.688 / 44 1.573 / 3	56.800 23 1.6195 1.624 / 13 1.660 / 2	59.898 3 1.5430 1.542 / 8 61.680 3 1.5026	62.900 27 1.4763 1.4795 / 6 64.140 10 1.4508 1.4528 / 6 1.4536 / 1	1.3828 / 5 1.3726 / 6	69.140 21 1.3575 1.3600 / 14 1.3041 / 1	12884 / 2	1.2438 / 1 1.2231 / 1	1.2006 / 1 1.1986 / 1	11808 / 3	1.1536 / 1	1,1142 / 1 1,008 / 4
Интенсивность, усл. ед.	10 20 30 40 50 60	20, град	——————————————————————————————————————	20.920 16 4.243 4.260 / 18	26.459 22 3.366 3.336 3.346 / 100 26.700 59 3.336 3.346 / 100	26,980 51 3.302 27,500 100 3.241 3.248 / 100	36.140 3 2.321 36.140 43 2.488 / 44 3460 / 5 36.600 8 3.453 2.488 / 44 3460 / 5	37.840 9 2.376 39.760 8 2.376 39.760 8 2.293 2.297 / 7	39.602 3 2.274 2.282 / 5 40.360 1 2.232 2.239 / 1	40.740 5 2.213 41.300 18 2.184 2.187 / 17	42,480 11 2,126 2,055 / 6 2,130 / 4 44,100 8 2,052 2,055 / 6	45.800 2 1.9795 1.982 / 1 48.100 1 1.8901	48.820 4 1.8639 50.240 11 1.8145 1.819 / 13	50.800 1 1.7958 54.380 51 1.6857 1.688 / 48	54.920 3 1.6704 1.673 / 2 1.659 / 1	56.700 17 1.6221 1.624 / 14 57.320 1 1.6061	60.000 8 1.5406 1.543 / 5 62.780 7 1.4789 1.4795 / 6	64.100 11 1.4516 1.4528 / 7 1.4535 / 1 1.4238 / 1	65.980 2 1.4147	68.200 6 1.3739 1.3756 / 5 60.260 46 4.3739 1.3756 / 5		1.2571 / 1.25	1,2006 / 1,1392 / 1
Интенсивность, усл. ед.	10 20 30 40 50 60	20, град	——————————————————————————————————————	00940 34 4.239 4.258 / 21	25.360 5 3.509 26.700 80 3.336 3.345 / 100	2/.220 100 3.238 5.248 / 100 2020 1 3.089 5.248 / 100	25,000 3 2,045 26,120 34 2,485 26,120 3 2,445 26,50 3 2,45,87 26,50 4 2,45,87	88.600 5 2.331 2.332 2.331 2.3	39.540 5 2.277 2.282 / 7 00.360 5 2.233 2.238 / 3	11.300 18 2.184 2.187 / 17 2.500 20 2.125 2.129 / 5	44.120 8 2.051 2.055 / 6 45.860 5 1.9771 1.981 / 3	47.600 7 1.9088 48.080 2 1.8908	48.820 1 1.8639 50.200 18 1.8159 1.819 / 11	50,840 1 1,7945 52,120 5 1,7534	54,380 46 1.6857 1.688 / 48 54,900 5 1.6710 1.673 / 3	56.680 12 1.6227 1.622 1.624 / 14	27.300 1 1.6066 20.000 8 1.542 / 8	50.940 1 1.5190 1 4 470E / E	22.000 4 14/04 14536 / 1 14536 / 1 14528 / 7	57,800 5 1.3811 1.3828 / 5 1.4230 / 1	38.380 8 1.3726 1.3726 / 6 39.060 16 1.3589 1.3726 / 6 1.3600 / 16	1.2864 / 2 1.3041 / 1	2 1 2438 / 2



-Sa	Idme	e	75-1748	77-1060 Silicon Oxide	77-2135 Conjudum	
2	20		Tio2	Si02	AI203	
10	001	4.227		- 4.258 / 21		
4 5	18	3.483		3 345 / 100	- 3.461 / 48	
88	100	3.232	3.248 / 100			
080	20	2.949				
R	8	2.483	2.487 / 44			
88	00	2.448		- 2.458 / 7	- 2 380 / 100	
74	3	2.362				
80	S	2.286	2.297 / 7	2 282 / 7		
340	37	2.182	2.187 / 17	212015		
					2.086 / 1	
80	00	2.049	2.054 / 6	- 1.981 / 3		
380	0	1.8618			1 / 000.1	
				1.819 / 11	A STOCKED STOCKED IN S	
140	64	1.6840	1.687 / 48	1 673 1 3	And other thanks of the Parallel Statement and the second statement of the sec	
				-1.660 / 2		
60	17	1.6206	1.624 / 14		AVERAGE AND ADDRESS OF THE STORE	
20	e a	1.5401	1 4704 1 7			
88	00	1.4495	1.4527 / 6	1.4536 / 1		
			1.1.1274.1	-1.3828 / 5	C I CT_C F	
080	13	1.3586	1.3599 / 15	1.3/20 / 0	c / c4/c.1	
				-1.2884 / 2		
00	1	1 2462	1.2437 / 2	-		
360	5	0045.1	1.6403 / 0	and the state of t	AND MADE AND AND AND AND ADDRESS OF ADDRESS	



5a	du		76-0649	77-1060	74-0323	86-2325
20[]	2	[A] b	Rutile TiO2	Silicon Oxide SiO2	Aluminum Oxide Al203	Stishovite, syn SiO2
20.723	4	4.283		-4.258 / 21		
25.353	12	3.510			- 3.480 / 72	
26.500	17	3,361		-3.345 / 100		
27.340	8	3.259	3.248 / 100			
29,958	13	2,990				
30.267	φ	2961				- 2.955 / 100
32.480	3	2754				
35.193	00	2,548			- 2.551 / 100	
35,980	100	2.494	2,487 / 42			
			A very lines of the part of the part of	- 2.458 / 7		
37.806	\$	2.378	1000 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0		2.379 / 46	
39.080	ŝ	2.303	2 2 297 1 7			
				- 2.282 / 7		
40.211	-	2.241		-2.238/3		2248 / 24
40.683	ſ	2.216			And the rest of the design of the local data	and a second sec
41.140	44	2.192	2.187 / 15			
				-2.129 / 5		
43.012	2	2.105				-2090/1
					- 2.085 / 94	
43.960	8	2.058	2.064 / 6			
45.774	ŝ	1.9805		-1.981 / 3		-1.980 / 36
-		-			-1.964/1	
48.218	-	1.8858				
48.617	9	1.8712			the second s	-1.869 / 13
50.020	3	1.8220		- 1.819 / 11		
					- 1.740 / 44	
112.40	11	1.6906	1.00/ / 44			
25.040	2	17/011		C / C/01		
CVY YY	17	1 6763	1 674 1 13	7 / 0001 -		
35.00	:	1.0600			- 1.601 / 85	
59.891	2	1.5431		-1.542 / 8	1 547 / 2	
61 373	L.	1 5/10/3			1511/8	-1.531 / 50
2012 00	2	- 1707	- 170E I E		~ ( ) ) ]	31 1 0174 -
041.20	5:	19191	0 / 00/4-1	. 1500		01 1 01151
00.40	E	1.4530	9 / 5705	1 / 0004-1		and the second second second
170'00	2	1.4234	1 / 0674-1		- 1.4045 / 31	
				-1.3828 / 5		
-				-1.3726/6	1.3738 / 47	

									с. 2. Результаты рентгенофазовых исследований: a –	колных микрокомпозитов состава SiO <sub>2</sub> -TiO <sub>2</sub> (табл. 2.	1); $b$ – микрокомпозитов состава SiO <sub>2</sub> -TiO <sub>2</sub> , обрабо-	$\frac{1}{2}$ иных в плазменном потоке (табл 2 № 2). $r =$ покрытия	$\frac{1}{1000} = \frac{1}{1000} = 1$	Mukpokomilo3hTOB COCTABA $SIO_2 - 11O_2$ (1a0JI. 2, $Je_2$ ),	<ul> <li>покрытия из микрокомпозитов состава SIU2-11U2</li> </ul>	бп 2 №4). <i>е</i> – покингия солеижащего высокобанные	0.1.2, 1.2-1, c = 10.0 put $1.1.1, 0.00$ pwatuo U pprovouprint hant	μασρη	$\therefore$ 2. Results of X-ray phase studies: $a -$ starting	procomnosities of the comnosition SiO <sub>2</sub> -TiO <sub>2</sub> (table 2		); $b = \text{microcomposites composed of SiO}_2 - 11O_2$ ,	cessed in a plasma now (table $2$ , $N(z)$ ; $c = coatings$ from	crocomposites composed of SiO <sub>2</sub> -TiO <sub>2</sub> (table 2, N3); $d -$	tings from microcomposites composed of SiO,-TiO,	je 2 NA): e — is a coating containing high-barvonic	$\Delta c_{1} = 1$ $\Delta c_{1} = 1$ $\Delta c_{2} = 1$ $\Delta c_{3} = 1$
86-2325 Stehovite, syn Stishovite, syn SiO2				2.955 / 100					2248 / 24 PI	ИС	No.	L TUDOL	11	1.960 / 36 / 13	a	1.869 / 13 (TS			Fi		14	1 621 / 60	bl	1.4778 / 16 m	00	(13	<sup>11</sup>
74-0323 Auminum Oxide Aluminum Oxide Al2O3		3.400 1 12			2.551 / 100		2.379 / 46	NAME AND TRANSPORTED AND ADDRESS OF				2065 / 94		1.964 / 1			1 74D / 44	the I DHIT!			1.601 / 85	1.547 / 2	1511/8			1.4045 / 31	1.3738 / 47
77-1060 Silicon Oxide SiO2	4.258 / 21	3345 / 100					7 1 2 4 5 8 1 1		-2.282 / 7 -2.238 / 3		-2.129 / 5			1.981 / 3			- 1.819 / 11		-1.673 / 3	-1.660 / 2	The state of the s	-1.542 / 8			1.4536 / 1		-1.3828 / 5
76-0649 Rutile TriO2			3.248 / 100			2.487 1 42		2 2 2 9 7 1 7		2 187 / 16			2.054 / 6					1 687 5 44		1 674 1 13				1.4795 / 6	1.4524 / 6		
e	4.283	3.261	3.259	2961	2548	2.494	2.378	2.303	2.241	2197	2404	7.101	2.058	1.9805	1.8858	1.8712	1.8220	1 6006	1.6727	1 6763	1.0200	1.6431	1 5093	1.4797	1.4536		
0.0	1 1 (	Nr-	.00	no	<>> </td <td>0</td> <td>401</td> <td>ŝ</td> <td>1-10</td> <td>2</td> <td>0</td> <td>V</td> <td>00</td> <td>n</td> <td>-</td> <td>9</td> <td>3</td> <td>10</td> <td>. ?</td> <td>1</td> <td>- 1</td> <td>~</td> <td>10</td> <td>7</td> <td>- "</td> <td>&gt; :</td> <td></td>	0	401	ŝ	1-10	2	0	V	00	n	-	9	3	10	. ?	1	- 1	~	10	7	- "	> :	



41

Заключение. Представлены результаты исследований плазменных износо-, коррозионностойких и антифрикционных керамических покрытий с аморфно-кристаллической структурой, упрочненных ультрадисперсными высокобарными фазами в виде стишовита и характеризующихся пористостью менее 1 %.

Реализованные в данной работе режимы нанесения покрытий позволили обеспечить термомеханическое воздействие на микрокомпозиты, в результате которого SiO<sub>2</sub>-кварц модифицировался в высокоплотную фазу – стишовит.

Показано, что при переходе от порошков к покрытиям и по высоте слоевого композита изменяются полиморфные формы TiO<sub>2</sub> и SiO<sub>2</sub>: анатаз обнаружен и в порошках, и в покрытиях; ускоренное охлаждение сфероидов приводит к росту его содержания в микрокомпозитах; стишовит обнаружен только в покрытиях, содержащих ZrO<sub>2</sub>; наряду с цирконом ZrSiO<sub>4</sub> установлено образование фазы ZrTiO<sub>4</sub> – титаната циркония.

Установлено влияние дисперсности и состава исходных микрокомпозитов, мощности плазменного генератора на фазовый состав напыленных слоев.

В условиях низкотемпературной плазмы при атмосферном давлении стишовит-содержащие материалы получены впервые.

### Благодарности

Работа выполнена при поддержке Министерства образования Республики Беларусь по гранту 05.01.08 (программа «Высокоэнергетические, ядерные и радиационные технологии»), № 20113784

## Acknowledgements

This work was supported by the Ministry of Education of the Republic of Belarus under Grant 05.01.08 (Program "High energy, nuclear and radiation technologies"), no. 20113784.

### Список использованных источников

1. Демиденко, Л. М. Высоко-огнеупорные композиционные покрытия / Л. М. Демиденко. – М.: Металлургия, 1979. – 216 с.

2. Стеклокерамические покрытия для волокон, применяемых при конструировании армированных волокнистых материалов / Д. М. Карпинос [и др.] // Неорганические и органосиликатные покрытия: тр. VI Всесоюз. совещ. по жаростойким покрытиям. Ленинград, 20–23 марта 1973 г. – Л.: Наука, 1975. – С. 265–273.

3. Износостойкие покрытия с аморфно-кристаллической структурой / Н.А. Руденская [и др.] // Труды 6-й Международной конференции «Пленки и покрытия 2001». – СПб.: Изд. С.-Петерб. гос. ун-та, 2001. – с. 371–373.

4. Новые плазменные керамические покрытия / Н.А. Руденская [и др.] // Доклады Акад. наук. – 2013. – Т. 449, №2. – С. 180–184. http://dx.doi.org/10.7868/S0869565213080148

 Руденская, Н. А. Полидисперсные микрокомпозиты на основе тугоплавких соединений – новые материалы для газотермических покрытий / Н. А. Руденская, Г.П. Швейкин // Доклады Акад. наук. – 2007. – Т. 416, № 2. – С. 222–225.
 Стишов, С.М. Высокое давление / С.М. Стишов // Химия и жизнь. – 1991. – № 4. – С. 41–49.

6. Стипов, с. м. Бисокос давление / С.м. Стипов // Анмия и жизно. 1991. - 1911. - С. н. 19.
 7. Бенделиани, Н. А. Гидротермальное выращивание стишовита (SiO<sub>2</sub>) / Н. А. Бенделиани // Успехи физ. наук. –

2002. – T. 172, №4. – C. 485–486. https://doi.org/10.3367/UFNr.0172.200204h.0485

8. Модули упругости и механические свойства монокристаллов стишовита / В.В. Бражкин [и др.] // Успехи физ. наук. – 2002. – Т. 172, №4. – С. 488–489. https://doi.org/10.3367/UFNr.0172.200204j.0488

9. Швейкин, Г.П. Плазменные аморфно-кристаллические покрытия на основе оксидов TiO<sub>2</sub>, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub> / Г.П. Швейкин, Н.А. Руденская, М.В. Руденская // Доклады Акад. наук. – 2015. – Т. 464, № 5. – С. 578–583. https://doi. org/10.7868/S0869565215290150

### References

1. Demidenko L. M. Highly-Fire-Resistant Composite Coatings. Moscow, Metallurgija Publ., 1979. 216 p. (in Rusian).

2. Karpinos D. M., Borisenko A. I., Listovnichnaja S. I. [et al.] Glass-ceramic coatings for fibers used in the construction of reinforced fibrous materials. *Neorganicheskie i organosilikatnye pokrytiia: trudy VI Vsesoiuznogo soveshchaniia po zharostoikim pokrytiiam. Leningrad, 20–23 marta 1973 g.* [Inorganic and Organosilicate Coatings: Proceedings of the 6<sup>th</sup> All-Union Conference on Heat-Resistant Coatings. Leningrad, March 20–23, 1973]. Leningrad, Nauka Publ., 1975, pp. 265–273 (in Russian).

3. Rudenskaja N. A., Shveikin G. P., Kopysov V. A., Grigorov I. G. Wear-resistant coating with amorphous-crystalline structure. *Trudy 6-i Mezhdunarodnoi konferentsii "Plenki i pokrytiia 2001"* [Proceedings of the 6<sup>th</sup> International Conference "Films and Coatings 2001"]. St. Petersburg, Publishing House of St. Petersburg State University, 2001, pp. 371– 373 (in Russian). 4. Rudenskaja N. A., Shveikin G. P., Sokolova N. V., Rudenskaja M. V., Novoselov A. V. New plasma ceramic coating. *Doklady Chemistry*, 2013, vol. 449, iss. 1, pp. 107–110. https://doi.org/10.1134/S0012500813030063

5. Rudenskaja N. A., Shveikin G. P. Polydisperse microcomposites based on refractory compounds as new materials for thermal spray coatings. *Doklady Chemistry*, 2007, vol. 416, iss. 1, pp. 230–233. https://doi.org/10.1134/S001250080709008X

6. Stishov S. M. High pressure. *Himija i zhizn'* [Chemistry and Life], 1991, no. 4, pp. 41–49 (in Russian).

7. Bendeliani N. A. Hydrothermal growth of stishovite (SiO<sub>2</sub>). *Physics-Uspekhi (Advances in Physical Sciences)*, 2002, vol. 45, iss. 4, pp. 444–445. https://doi.org/10.1070/PU2002v045n04ABEH001160

8. Brazhkin V. V., Grimsditch M., Guedes I., Bendeliani N. A., Dyuzheva T. I., Lityagina L. M. Elastic moduli and the mechanical properties of stishovite single crystals. *Physics-Uspekhi (Advances in Physical Sciences)*, 2002, vol. 45, iss. 4, pp. 447–448. https://doi.org/10.1070/PU2002v045n04ABEH001162

9. Shvejkin G. P., Rudenskaja N. A., Rudenskaja M. V. Plasma-sprayed amorphous – crystalline coatings based on TiO<sub>2</sub>, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, and ZrO<sub>2</sub> oxides. *Doklady Chemistry*, 2015, vol. 464, iss. 2, pp. 246–251. https://doi.org/10.1134/S0012500815100031

### Информация об авторах

Руденская Наталия Александровна – доктор технических наук, главный научный сотрудник, Филиал Белорусского национального технического университета «ИПКиПК» (Партизанский пр., 77, 220107, Минск, Республика Беларусь). Е-mail: rugraf2000@mail.ru

Швейкин Геннадий Петрович – академик Российской академии наук, доктор технических наук, главный научный сотрудник, Институт химии твердого тела Уральского отделения Российской академии наук (ул. Первомайская, 91, 620990, Екатеринбург, Российская Федерация). E-mail: shveikin@ihim.uran.ru

Руденская Мария Владимировна – инженер, Санкт-Петербургское открытое акционерное общество «Красный Октябрь» (ул. Политехническая, 13-15, 194100, Санкт-Петербург, Российская Федерация). E-mail: rudenskaya90@mail.ru

#### Information about the authors

Natalia A. Rudenskaya – D. Sc. (Engineer), Chief Researcher, Branch of the Belarusian National Technical University "IPK and PC" (77, Partizansky Ave., 220107, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: rugraf2000@mail.ru

Gennadii P. Shveykin – Academician of the Russian Academy of Sciences, D. Sc. (Engineer), Chief Researcher, Institute of Solid State Chemistry of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences (91, Pervomayskaya Str., 620990, Yekaterinburg, Russian Federation). E-mail: shveikin@ihim.uran.ru

Maria V. Rudenskaya – Engineer, "Krasny Octiabr" St.-Petersburg Open Joint-Stock Company (13-15, Polytechnicheskaya Str., Saint Petersburg, 194100, Russian Federation). E-mail: rudenskaya 90@mail.ru ISSN 1561-8358 (Print) ISSN 2524-244X (Online) УДК 621.315.227.322:543.275.1 https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-44-50

Поступила в редакцию 25.10.2018 Received 25.10.2018

## Х.Д.А. Абдулхади, Е.С. Белоусова, А.М. Прудник, Л.М. Лыньков

Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники, Минск, Беларусь

# МЕХАНИЧЕСКИЕ И ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА ЭКРАНОВ НА ОСНОВЕ ИГЛОПРОБИВНОГО МАТЕРИАЛА С ПРОВОДЯЩИМИ И ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИМИ ПОКРЫТИЯМИ

Аннотация. Представлены результаты разработки экранов электромагнитного излучения, обладающих гибкостью и незначительными массогабаритными параметрами. В качестве основы экранов электромагнитного излучения был выбран иглопробивной материал, на который наносились проводящие или диэлектрические покрытия. Установлено, что при нанесении на иглопробивной материал проводящих или диэлектрических покрытий (до 5 мм) увеличивается предел прочности до 5–10 кгс/мм<sup>2</sup> и уменьшается поверхностное электрическое сопротивление до 0,05 МОм/квадрат, при этом массогабаритные параметры экранов существенно не изменяются. Показано, что частотные зависимости коэффициентов отражения и передачи коррелируют для покрытий различных видов. Образец экрана электромагнитного излучения на основе иглопробивного материала с покрытием, содержащего порошкообразный шунгит, обладает коэффициентом отражения, измеренным в режиме короткого замыкания порядка –22,8 дБ в диапазоне частот 2–4 ГГц, что позволяет использовать данный материал для обеспечения электромагнитной совместимости, защищенности информации и защиты персонала от электромагнитного излучения.

Ключевые слова: иглопробивной материал, коэффициент отражения, коэффициент передачи, титаномагнетит, шунгит, экраны электромагнитного излучения

Для цитирования: Механические и электромагнитные свойства экранов на основе иглопробивного материала с проводящими и диэлектрическими покрытиями / Х.Д.А. Абдулхади [и др.] // Вес. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2019. – Т. 64, № 1. – С. 44–50. https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-44-50

### H. D. A. Abdulhadi, E. S. Belousova, A. M. Prudnik, L. M. Lynkou

Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics, Minsk, Belarus

## MECHANICAL AND ELECTROMAGNETIC PROPERTIES OF SHIELDS ON THE BASE OF NEEDLE-PUNCHED MATERIAL WITH CONDUCTIVE AND DIELECTRIC COATINGS

Abstract. The results of the development of electromagnetic radiation shields with flexibility and minor weight and size parameters are presented. Needle-punched material was chosen as the basis for the shields of electromagnetic radiation, which was coated with conductive or dielectric coatings. It has been proved that when applied to a needle-punched material of thin (up to 5 mm) conductive or dielectric coatings, the ultimate strength increases to  $5-10 \text{ kgf/mm}^2$  and the surface resistance decreases to 0.05 MOhm/sq, while the weight and size parameters of the shields do not change significantly. It was shown that the frequency dependencies of the reflection and transmission coefficients correlate for coatings of various types. A sample of an electromagnetic radiation shields based on a needle-punched coated material consisting of powdered shungite has a reflection coefficient measured in the short circuit mode is about -22.8 dB in the 2-4 GHz frequency range, which allows to use this material to ensure electromagnetic compatibility, information security and personnel protection from electromagnetic radiation.

Keywords: needle-punched material, reflection coefficient, transmission coefficient, titanomagnetite, shungite, electromagnetic radiation screens

**For citation:** Abdulhadi H. D. A., Belousova E. S., Prudnik A. M., Lynkou L. M. Mechanical and electromagnetic properties of shields on the base of needle-punched material with conductive and dielectric coatings. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnych navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2019, vol. 64, no. 1, pp. 44–50 (in Russian). https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-44-50

**Введение.** На сегодняшний день существует множество разработок экранов электромагнитного излучения (ЭМИ), отличающихся структурой, составом и электромагнитными характеристиками [1–3]. Необходимо отметить, что большинство из них обладает высокой прочностью, но при этом они имеют значительные массогабаритные параметры [2, 3]. Сложность задачи разработки экранов ЭМИ заключается в том, что эффективность поглощения излучения материалом возрастает при увеличении его толщины, следовательно, увеличиваются массогабаритные характеристики. Таким образом, актуальной является сфера разработки экранов ЭМИ, обладающих легкостью, прочностью и незначительной массой.

Целью данной работы являлась разработка экранов ЭМИ на основе иглопробивного материала для обеспечения электромагнитной совместимости радиоэлектронных средств, защищенности средств передачи, обработки и хранения информации, соответствия требованиям электромагнитной экологии, а также установления закономерностей изменения механических и электромагнитных свойств при нанесении проводящих и диэлектрических покрытий.

**Обоснование выбора материалов.** В качестве основы для создания экранов ЭМИ применяли углеродсодержащий иглопробивной материал [1], на который наносили проводящие и диэлектрические покрытия, в качестве которых использовали порошки титаномагнетита, шунгита, диоксида титана и силикагеля.

Иглопробивной материал в своем составе имеет полиэфирные (70 %) и полипропиленовые (20 %) волокна. Отличительной особенностью данного материала является наличие угольного волокна УГЦВ-1-Р (10 %) [4–6]. Поверхностная плотность материала (величина, используемая в текстильной промышленности) при толщине от 4,7 до 6,0 мм, составляет 250–305 г/м<sup>2</sup>, при этом иглопробивной материал обладает свойством экранирования электромагнитного излучения. Коэффициент передачи электромагнитного излучения составляет от –9,6 до –4,2 дБ в диапазоне частот 2–17 ГГц при толщине материала до 4,7 мм и плотности 305 г/м<sup>2</sup>.

Для создания проводящих покрытий были выбраны порошки титаномагнетита и шунгита. Титаномагнетит относится к ферримагнетикам, характеризуется плотностью от 4,8 до 5,3 г/см<sup>3</sup>. Применение шунгита обусловлено его физико-химическими характеристиками: плотностью 2,1–2,4 г/см<sup>3</sup>; пористостью до 5 %; механической прочностью 1180–2380 кг/см<sup>2</sup>; коэффициентом электропроводности 1500 См/м. В диэлектрических покрытиях присутствовали добавки порошков диоксида титана и силикагеля, которые обладают гидроскопичностью и сильными адсорбирующими свойствами.

В качестве связующих материалов использовали адгезив на основе бутандиен-стирольного каучука (БСК) и огнезащитный состав. Для исследования механических и электромагнитных свойств экранов ЭМИ с диэлектрическими и проводящими покрытиями были приготовлены две группы образцов (табл. 1).

Номер образца	Связующее	Процентное содержание, об.%	Материал	Процентное содержание, об.%
1	Адгезив на основе БСК	67	Титаномагнетит	33
2	Огнезащитный состав	50		50
3	Адгезив на основе БСК	67	Проводящий порошок шунгита	33
4	Огнезащитный состав	50		50
5	Адгезив на основе БСК	67	Диэлектрический порошок TiO <sub>2</sub>	33
6	Огнезащитный состав	60		40
7	Адгезив на основе БСК	67	Диэлектрический силикагель	33
8	Огнезащитный состав	70		30

Таблица 1. Составы диэлектрических и проводящих покрытий для нанесения на иглопробивной волокнистый материал T a ble 1. Composition of the needle-punched materials with conductive

and dielectric coatings

**Методика проведения эксперимента.** При исследовании механических свойств образцов экранов ЭМИ производили определение предела прочности в соответствии с ГОСТ ИСО 1924-1-96 «Бумага и картон. Определение прочности при растяжении. Часть 1. Метод нагружения с постоянной скоростью». Для испытаний использовали разрывную машину РМГ-50МГ4 с относительной погрешностью измерения силы ±1 %.

Образцы закрепляли в зажимах разрывной машины, не касаясь испытуемых частей, с силой натяжения не более 0,3 Н так, чтобы предотвратить их скольжение во время испытаний и прилагаемая сила имела направление, параллельное их краям. Испытания проводили в машинном и поперечном направлениях. Результаты испытаний образцов, разорвавшихся у кромок зажимов или сместившихся при испытании, не учитывали.

Разрушающее усилие F определяли средним арифметическим значением результатов десяти измерений в машинном и поперечном направлениях. Разрушающее усилие округляли с точностью до 0,1 Н при значении до 50 Н; до 1 Н при значениях 50–500 Н; 5 Н при значениях 500–1000 Н; 10 Н при значениях свыше 1000 Н. Относительная погрешность определения разрушающего усилия при растяжении не превысила ±4 % при доверительной вероятности 0,95.

Удельное сопротивление разрыву  $F_{YZ}$ , кН/м, вычисляли по формуле  $F_{YZ} = F/b$ , где F – разрушающее усилие, Н; b – ширина образца, мм.

Индекс прочности при растяжении  $I_F$ ,  $H \cdot M/\Gamma$ , определяли согласно  $I_F = (F_{YZ} / (b \cdot m_a)) \cdot 10^3$ , где  $m_a$  – масса материала площадью 1 м<sup>2</sup>, г.

Предел прочности при растяжении  $\sigma$ , МПа, вычисляли по формуле  $\sigma = F/(b \cdot h)$ , где h – толщина образца (среднее арифметическое результатов измерений толщины всех испытуемых образцов), мм. Результаты округляли с точностью до 1,0 МПа. Относительная погрешность определения предела прочности при растяжении не превысила ±10 % при доверительной вероятности 0,95.

Измерение поверхностного электрического сопротивления образцов проводилось четырехточечным методом, при помощи мегаомметра М4100/4 1000 В с двумя медными плоскими электродами с линейными размерами 30×30 мм и толщиной 4 мм. Результаты измерений представлены в табл. 2.

При исследовании электрофизических свойств оценивали соотношение между напряженностями электрического поля в точке пространства при отсутствии и при наличии радиопоглощающего материала, что характеризуется коэффициентами отражения и передачи ЭМИ.

Для исследования экранирующих характеристик использовался панорамный измеритель коэффициентов передачи и отражения SNA 0,01-18, работающий по принципу раздельного выделения и непосредственного детектирования уровней падающей и отраженной волн [5].

На первом этапе осуществлялась калибровка, во время проведения которой устанавливался оптимальный уровень мощности для работы детекторов измерителя. В данной модификации измерителя калибровка выполнялась автоматически.

Второй этап заключался в измерении коэффициентов передачи по схеме, изображенной на рис. 1. При этом генератор качающейся частоты (ГКЧ) измерителя формировал сигнал в заданной полосе частот и через блок А/R подавал его в передающую антенну. Блок обработки измерительных сигналов регистрировал ЭМИ, прошедшее через исследуемый образец.

## Таблица 2. Результаты измерения предела прочности при растяжении композиционных радиопоглощающих материалов

T a b l e 2. Ultimate tensile strength of the needle-punched materials with conductive and dielectric coatings

Номер образца	Значение поверхностного электрического сопротивления, МОм/квадрат
1	0,2
2	1000
3	0,05
4	1000
5	1000
6	800
7	1000
8	1000





Третий этап заключался в измерении коэффициентов отражения. При этом на выходе устанавливался короткозамыкатель, ГКЧ измерителя формировал сигнал в заданной полосе частот и через блок A/R подавал его в передающую антенну. Блок обработки измерительных сигналов регистрировал ЭМИ, отраженное от исследуемого образца. Относительная погрешность измерений составила ±1 %.

Результаты исследования. При создании экранов ЭМИ предпочтительнее использовать материалы с меньшим поверхностным электрическим сопротивлением, так как в этом случае коэффициент передачи будет выше. В результате проведенных измерений нами установлено, что наименьшим поверхностным электрическим сопротивлением обладают образцы № 1 (33 об.% титаномагнетита) и №3 (33 об.% шунгита), что обусловлено высокой концентрацией проводящих порошков в составе покрытия. Для остальных образцов величина поверхностного электрического сопротивления изменялась в пределах 800–1000 МОм/квадрат.

Результаты измерения предела прочности при растяжении образцов экранов ЭМИ составили 10 и 5 кгс/мм<sup>2</sup> для первой и второй групп соответственно (см. табл. 2). Наибольшим пределом прочности при растяжении обладают образцы с поверхностным покрытием адгезива на основе БСК (10 кгс/мм<sup>2</sup>). Добавление в состав покрытия проводящих и диэлектрических порошков на предел прочности существенно не влияют. Необходимо отметить, что нанесение покрытия на иглопробивной материал увеличивает его предел прочности на 12,1 %.

Установлено, что коэффициент передачи ЭМИ в диапазоне частот 0,7–17 ГГц (рис. 2, *a*) для образца 1 (33 об.% титаномагнетита) составил от -14,7 до -3,9 дБ; для образца 3 (33 об.% шунгита) – от -13 до -3,6 дБ; для образца 5 (33 об.% TiO<sub>2</sub>) – от -19,6 до -0,7; для образца 7 (33 об.% порошка силикагеля) – от -16 дБ до -1,3.

Коэффициент отражения ЭМИ в режиме холостого хода в диапазоне частот 0,7–17 ГГц (рис. 2, *b*) для образца 1 (33 об.% титаномагнетита) составил от -14,2 до -0,2 дБ; для образца 3 (33 об.% шунгита) – от -13,4 до -0,6 дБ; для образца 5 (33 об.% TiO<sub>2</sub>) – от -13,7 до -0,2 дБ; для образца 7 (33 об.% порошка силикагеля) – от -15,2 до -0,3 дБ.





Рис. 2. Частотные зависимости электромагнитных характеристик образцов экранов на основе иглопробивного волокнистого материала с проводящими и диэлектрическими покрытиями из адгезива на основе БСК в диапазоне частот 1–17 ГГц: *а* – коэффициентов передачи, *b* – коэффициентов отражения в режиме холостого хода, *c* – коэффициентов отражения в режиме короткого замыкания

Fig. 2. The electromagnetic properties of the needle-punched material with conductive and dielectric coatings made of styrene-butadiene in the range 1–17 GHz: a – transmission coefficients, b – reflection coefficients in the idle mode, c – reflection coefficients in the short circuit mode

Получены также значения коэффициентов отражения ЭМИ в режиме короткого замыкания в диапазоне частот 0,7–17 ГГц (рис. 2, *c*). Показано, что коэффициент отражения для образца 1 (33 об.% титаномагнетита) составил от –19,3 до –0,2 дБ; для образца 3 (33 об.% шунгита) – от –20,9 до–0,1 дБ; для образца 5 (33 об.% TiO<sub>2</sub>) – от –18,4 до –0,2 дБ; для образца 7 (33 об.% порошка силикагеля) – от –17 до –0,3 дБ.

Таким образом, для покрытий иглопробивного материала с адгезивом на основе БСК частотная характеристика коэффициента передачи изменяется незначительно, наименьший коэффициент передачи получен для образца для образца 5 (33 об.% TiO<sub>2</sub>). Частотные характеристики коэффициента отражения для всех покрытий иглопробивного материала с адгезивом на основе БСК имеют резонанс на частоте 8 ГГц, что обусловлено градиентной структурой материала. Наименьшие значения коэффициентов отражения получены для проводящих покрытий с добавлением порошков шунгита и титаномагнетита, что объясняется величиной поверхностного электрического сопротивления данного покрытия и подтверждает правильность проведенных исследований.

Получено, что коэффициент передачи ЭМИ в диапазоне частот 0,7–17 ГГц для образцов экранов ЭМИ на основе иглопробивного волокнистого материала с проводящими и диэлектрическими покрытиями из огнезащитного состава изменяется следующим образом (рис. 3, *a*): для образца 5 (50 об.% титаномагнетита) коэффициент передачи составил от -13,2 до -1,2 дБ; для образца 4 (50 об.% шунгита) – от -14,5 до -1,2 дБ; для образца 6 (40 об.% TiO<sub>2</sub>) – от -12 до -1,5 дБ; для образца 8 (30 об.% порошка силикагеля) – от -15,4 до -1,4 дБ.

Получены также значения коэффициента отражения в диапазоне частот 0,7–17 ГГц, измеренные в режиме холостого хода (рис. 3, *b*). Для образца 2 (50 об.% титаномагнетита) коэффициент отражения составил от –17 до –4,3 дБ; для образца 4 (50 об.% шунгита) – от –18 до –4,4 дБ; для образца 6 (40 об.%  $TiO_2$ ) – от –18,7 до –4,4 дБ; для образца 8 (30 об.% порошка силикагеля) – от –14 до –4,4 дБ.



Рис. 3. Частотные зависимости электромагнитных характеристик образцов экранов на основе иглопробивного волокнистого материала с проводящими и диэлектрическими покрытиями из огнезащитного состава в диапазоне частот 1–17 ГГц: *а* – коэффициентов передачи, *b* – коэффициентов отражения в режиме холостого хода, *c* – коэффициентов отражения в режиме короткого замыкания

Fig. 3. The electromagnetic properties of the needle-punched material with conductive and dielectric coatings made of flame retardant in the range 1–17 GHz: a – transmission coefficients, b – reflection coefficients in the idle mode, c – reflection coefficients in the short circuit mode



Значения коэффициента отражения ЭМИ, измеренного в режиме короткого замыкания в диапазоне частот 0,7–2 ГГц (рис. 3, *c*), для образца 2 (50 об.% титаномагнетита) составили от –18 до 0 дБ; для образца 4 (50 об.% шунгита) – от –22,8 до 0 дБ; для образца 6 (40 об.% TiO<sub>2</sub>) – от –17,8 до 0 дБ. Для образца 8 (30 об.% порошка силикагеля) коэффициент отражения имеет значение от –16,8 до 0 дБ.

У всех образцов волокнистого материала с проводящими и диэлектрическими покрытиями из огнезащитного состава наблюдается ярко выраженный полуволновой резонанс на частоте 8 ГГц для частотных характеристик коэффициента отражения, обусловленный волокнистой структурой материала и наличием слоев различного рода.

Заключение. На основе проведенных измерений можно сделать вывод, что при изменении состава покрытия на иглопробивном материале изменяются электромагнитные свойства экрана ЭМИ. Например, при добавлении в состав покрытия проводящих компонентов (порошкообразный шунгит) увеличивается предел прочности до 5–10 кгс/мм<sup>2</sup>, уменьшается поверхностное электрическое сопротивление и увеличивается коэффициент отражения, при этом массогабаритные параметры существенно не изменяются. Для образца экрана ЭМИ на основе иглопробивного материала и покрытием из БСК и шунгита коэффициент передачи составляет от –18 до –4,4 дБ, коэффициент отражения, измеренный в режиме короткого замыкания – от –22,8 до 0 дБ.

Полученные результаты показывают, что данные материалы могут применяться при производстве композиционных радиопоглощающих материалов для экранирования ЭМИ в диапазоне частот 1–17 ГГц. При использовании по назначению разработанных композиционных радиопоглощающих материалов могут изготавливаться специальные экранирующие матрицы. Величина содержания диэлектрических и проводящих включений будет определяться требованиями к диапазону частот, в котором должно обеспечиваться необходимое значение коэффициентов передачи и отражения. Данные матрицы не будут нуждаться в специальной упаковке, что позволит увеличить их технологичность и уменьшить стоимость.

## Список использованных источников

1. Production technology and shielding properties of the needle-punched non-vowen fabrics with carbon additives / A. Prudnik [et al.] // Electromagnetic disturbances EMD 2017: Proc. of the 24<sup>th</sup> Inter. conf., Poland, Białystok, 20–22 Sept. 2017. – Białystok, 2017. – P. 108–111.

2. Белоусова, Е.С. Углеродосодержащие бетоны на основе измельченной древесины [Электронный ресурс] / Е.С. Белоусова, Л.М. Лыньков, Абдульсалам Мефтах Мохамед Абульгасим // Нанотехнологии в строительстве. – 2015. – Т. 7, №3. – Режим доступа http://nanobuild.ru/ru\_RU/journal/Nanobuild-3-2015/43-59.pdf – Дата доступа 29.03.2018.

3. Отделочные композиционные материалы для создания экранированных защищенных помещений / Е.С. Белоусова [и др.] // Весн. сувязі. – 2013. – № 3 (119). – С. 47–51.

4. Электромагнитные экраны на основе волокнистых углеродосодержащих композитов для защиты биологических объектов от электромагнитного излучения / О.В. Бойправ [и др.] // Нефтехимический комплекс. – 2017. – № 1. – С. 21–22.

5. Модифицирование иглопробивного полотна для создания пожаробезопасных экранов электромагнитного излучения / Х. Д. А. Абдулхади [и др.] // Взаимодействие излучения с твердым телом: материалы 12-й Междунар. конф., Минск, 19–22 сент. 2017 г. – Минск, 2017. – С. 196–197.

6. Электромагнитные характеристики углеродсодержащего нетканого материала с геометрическими неоднородностями / Х. Д. А. Абдулхади [и др.] // Докл. БГУИР. – 2017. – № 1 (103). – С. 87–90.

## References

1. Prudnik A., Beloglazov A., Kudryavtseva T., Lynkou L. Production technology and shielding properties of the needle-punched non-vowen fabrics with carbon additives. *Electromagnetic disturbances EMD 2017: Proceedings of the 24<sup>th</sup> International conference, Poland, Białystok, 20–22 September 2017.* Białystok, 2017, pp. 108–111.

2. Belousova E. S., Lyn'kov L. M., Abdul'salam Meftakh Mokhamed Abul'gasim. The carbonaceous concrete based on sawdust. *Nanotekhnologii v stroitel'stve = Nanotechnologies in Construction*, 2015, vol. 7, no 3. Available at: http://nanobuild.ru/ru RU/journal/Nanobuild-3-2015/43-59.pdf (accessed 29 March 2018) (in Russian).

3. Belousova E. S., Nasonova N. V., Pulko T. A., Lyn'kov L. M. Finishing composite materials for creating shield-protected rooms. *Vesnik suvyazi* [Communication Herald], 2013, no. 3 (119), pp. 47–51 (in Russian).

4. Boiprav O. V., Abdulkhadi Kh. D. A., Prudnik A. M., Kudryavtseva T. M. Electromagnetic shields based on fibrous carbon-containing composites to protect biological objects from electromagnetic radiation. *Neftekhimicheskii kompleks* [Petrochemical Complex], 2017, no. 1, pp. 21–22 (in Russian).

### **50** Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series, 2019, vol. 64, no. 1, pp. 44–50

5. Abdulkhadi Kh. D. A., Aiad Kh. A. E., Pulko T. A., Prudnik A. M., Lyn'kov, L. M. The needle-punched fabric modification to create fireproof shields of electromagnetic radiation. *Vzaimodeistvie izlucheniya s tverdym telom: materialy 12-i Mezhdunarodnoi konferentsii, Minsk, 19–22 sentyabrya 2017 g.* [Proceedings of the 12<sup>th</sup> International Conference "Interaction of radiation with a solid-state materials", Minsk, September 19–22, 2017]. Minsk, 2017, pp. 196–197 (in Russian).

6. Abdulhadi H. D. A., Almashat E. A. A., Elsaiyah N. M. E., Boiprav O. V., Prudnik A. M. The electromagnetic characteristics of the carbon-containing non-woven fabric with geometric irregularities. *Doklady BGUIR*, 2017, no. 1 (103), pp. 87– 90 (in Russian).

### Информация об авторах

## Information about the authors

Абдулхади Хаисам Дия Абдулхади – аспирант кафедры защиты информации, Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники (ул. П. Бровки, 6, 220013, Минск, Республика Беларусь). E-mail: haitham dheyaa@yahoo.com

Белоусова Елена Сергеевна – кандидат технических наук, доцент кафедры защиты информации, Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники (ул. П. Бровки, 6, 220013, Минск, Республика Беларусь). E-mail: belousova@bsuir.by

Прудник Александр Михайлович – кандидат технических наук, доцент кафедры инженерной психологии и эргономики, Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники (ул. П. Бровки, 6, 220013, Минск, Республика Беларусь). E-mail: aleksander.prudnik@bsuir.by

Лыньков Леонид Михайлович – научный руководитель лаборатории материалов и элементов электронной и сверхпроводниковой техники, Научно-исследовательская часть Белорусского государственного университета информатики и радиоэлектроники (ул. П. Бровки, 6, 220013, Минск, Республика Беларусь). Е-mail: leonid@bsuir.by Haitham D.A. Abdulhadi – Graduate Student of the Information Security Department, Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics (6, P. Brovka Str., 220013, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: haitham dheyaa@yahoo.com

Alena S. Belousova – Ph. D. (Engineering), Associate Professor of the Information Security Department, Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics (6, P. Brovka Str., 220013, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: belousova@bsuir.by

Aleksander M. Prudnik – Ph. D. (Engineering), Associate Professor of the Information Security Department, Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics (6, P. Brovka Str., 220013, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: aleksander.prudnik@bsuir.by

Leanid M. Lynkou – D. Sc. (Engineering), Chief Scientist of the Materials and Elements for Electronics and Superconductive Electronics Laboratory, R&D Department of the Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics (6, P. Brovka Str., 220013, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: leonid@bsuir.by ISSN 1561-8358 (Print) ISSN 2524-244X (Online)

## МАШИНОСТРОЕНИЕ, МЕХАНИКА

MECHANICAL ENGINEERING, MECHANICS

УДК 669.187.56;621.785.52;621.785.53 https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-51-59 Поступила в редакцию 19.10.2018 Received 19.10.2018

# П. А. Витязь<sup>1</sup>, В. И. Моисеенко<sup>2</sup>, А. Г. Сидоренко<sup>2</sup>, М. В. Сотников<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Президиум Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь <sup>2</sup>Объединенный институт машиностроения Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь

# ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРЫ СТАЛИ ЭЛЕКТРОШЛАКОВОГО ПЕРЕПЛАВА НА СВОЙСТВА ЦЕМЕНТИРОВАННЫХ И АЗОТИРОВАННЫХ ПОВЕРХНОСТЕЙ ДЕТАЛЕЙ МАШИН

Аннотация. Осуществлен анализ влияния структуры стали электрошлакового переплава (ЭШП) на свойства цементированных и азотированных поверхностей деталей машин. Отмечено, что при использовании ЭШП достигается наибольшая эффективность упрочнения зубьев зубчатых колес как цементацией, так и ионным азотированием. Литая сталь, закристаллизовавшаяся в водоохлаждаемой металлической форме, обладает не только повышенной прочностью (по сравнению с прокатом), но и ускоренной диффузией углерода при цементации и азота при азотировании. Обнаруженные закономерности обусловлены более равномерной структурной и химической однородностью приграничных объемов зерна, в формировании которых особая роль отводится примесной меди. Равномерная концентрация меди в указанных объемах стали ЭШП не только снижает склонность материала к локализации пластической деформации при его деформировании, но и способствует более эффективному формированию упрочненного слоя при азотировании и цементации деталей. Отмеченные особенности являются основой повышения несущей способности крупногабаритных зубчатых колес, получаемых из литых заготовок электрошлакового передела. Проведен комплекс исследований и получены результаты, которые свидетельствуют о том, что управление зернограничными эффектами в стальном современном материале на стадии его кристаллизации может быть существенным фактором повышения характеристик упрочненного слоя при изготовлении цементированных и азотированных зубчатых колес из литых заготовок электрошлакового передела.

Ключевые слова: электрошлаковый переплав, структура стали, литая сталь, цементация, азотирование

Для цитирования: Влияние структуры стали электрошлакового переплава на свойства цементированных и азотированных поверхностей деталей машин / П. А. Витязь [и др.] // Вес. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2019. – Т. 64, № 1. – С. 51–59. https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-51-59

## P. A. Vityaz<sup>1</sup>, V. I. Moiseenko<sup>2</sup>, A. G. Sidorenko<sup>2</sup>, M. V. Sotnikov<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Presidium of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Belarus <sup>2</sup>Joint Institute of Mechanical Engineering of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Belarus

## INFLUENCE OF THE STRUCTURE OF THE STEEL OF ELECTROSLAG REMELTING ON THE PROPERTIES OF CEMENTED AND NITRIDED SURFACES OF MACHINE PARTS

Abstract. The analysis of the influence of electroslag remelting steel structure on the properties of cemented and nitrided surfaces of machine parts is carried out. It is noted that when using electroslag remelting, the greatest efficiency is achieved in the production of large-sized gearwheels, hardened by cementation and ion nitriding. It is shown that cast steel, crystallized in a water cooled crystallizer, has a strength not lower than forged or rolled with significantly lower anisotropy properties and accelerated carbon diffusion when cementation. The discovered patterns are caused by the structural and chemical homogeneity of boundary grain volumes, which formation is affected by copper impurities. Uniform density of copper in the said volumes not only reduces their propensity to localize plastic deformation, but contributes to a higher ability for uniform carburization of these steels in the process of cementation. This causes a change in the main characteristics of the cemented layers and is the basis for increasing the bearing capacity of the gearwheels. The obtained results also testify to the fact that controlling grain-boundary effects in steel material at the stage of crystallization of blanks can be a significant factor in increasing the characteristics of the hardened layer in the manufacture of nitrided gearwheels from cast blanks of the electroslag redistribution.

A set of studies was carried out and results were obtained which indicate that the control of grain boundary effects in modern steel material at the stage of its crystallization may be a significant factor in improving the characteristics of the hardened layer in the manufacture of cemented and nitrated gear wheels from cast billets electroslag remelting.

Keywords: electroslag remelting, the structure of steel, cast steel, cementation, nitriding

**For citation:** Vityaz P. A., Moisenko V. I., Sidorenko A. G., Sotnikov M. V. Influence of the structure of the steel of electroslag remelting on the properties of cemented and nitrided surfaces of machine parts. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnych navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2019, vol. 64, no. 1, pp. 51–59 (in Russian). https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-51-59

**Введение.** Особые условия формирования структуры стали в металлических формах при электрошлаковом переплаве (ЭШП) предопределяют современные тенденции в использовании литья.

Сталь, которая закристаллизовалась в металлическом (как правило, водоохлаждаемом) кристаллизаторе, обладает прочностью не ниже деформированного (кованого или катаного) металла той же марки. Достигаемые при этом чистота, плотность и химическая однородность материала открывают новые возможности применения в современных конструкциях машин литых деталей (и заготовок для них) вместо деформированных [1].

Это не только упрощает процесс изготовления изделий, но и позволяет в ряде случаев решать проблемы повышения прочности и ресурса деталей, лимитирующих работоспособность машин. Известна, например, высокая эффективность промышленного использования ЭШП при получении крупногабаритных зубчатых колес сложной формы, упрочняемых цементацией [2, 3]. В [4] показано, что причиной высокой эффективности является не только отмеченная выше повышенная чистота и плотность электрошлакового металла, но и его уникальное свойство – высокое сопротивление зарождению и развитию макролокализации пластической деформации (МЛПД) [5]. Это свойство объясняется с позиций дислокационной теории пластического течения: повышенная химическая однородность стали и, как следствие, большая структурная однородность ее приграничных объемов зерен устраняет (или заметно уменьшает) концентрацию напряжений в зонах, инициирующих микро- и макролокализацию пластической деформации в стальном материале, что приводит к возрастанию его прочности при внешних нагрузках [4].

Кроме того, также предсказано и впервые показано, что скорость диффузии углерода в металле ЭШП (на стадии цементации деталей) выше, чем в обычном металле того же состава [2, 4]. Указанное обстоятельство объясняется тем, что при химико-термической обработке диффузия вдоль границ зерен происходит с гораздо большей скоростью, чем в объеме зерна [4, 6]. При этом существенная роль в скорости насыщения принадлежит концентрации на границах и в приграничных объемах зерен элементов, регулирующих диффузию углерода. Среди таких элементов наибольший интерес представляют медь и ее соединения с никелем [4]. Известно [6], что диффузия углерода и азота через них практически отсутствует.

**Повышение сопротивления стали ЭШП возникновению МЛПД.** В [4] уникальными экспериментами показано, что нагрев стали и обогащение ее свободных поверхностей выделяющейся примесной медью снижают интенсивность выделения на этих поверхностях углерода (табл. 1) [7].

Уменьшение концентрации и концентрационной неоднородности меди и никеля на границах зерен электрошлакового металла способствует как повышению сопротивления МЛПД под

Таблица 1. Локальная концентрация углерода и меди на свободной поверхности излома в вакууме 1.10<sup>-9</sup> при нагреве 25–600 °C

T a b l e 1. Local concentration of carbon and copper on the free fracture surface in vacuum  $1 \cdot 10^{-9}$  when heated to 25–600 °C

Марка стали	Изменение из излучения	нтенсивности элементов
-	С	Cu
Сталь 20	44	3
14Х2ГМР	21	11
14ГНМДАФБРТ	8	17

нагрузкой, так и получению более эффективного упрочненного слоя деталей при цементации их несущих поверхностей. Последнее, как было установлено [2, 3], определяется более равномерным распределением диффундируемого элемента (углерода) по границам зерен. Это увеличивает эффективную толщину упрочненного слоя и уменьшает градиент изменения твердости в наиболее нагруженных объемах.

В электрошлаковых отливках указанный эффект достигается за счет диспергирования литой столбчатой структуры материала. При этом снижается как средняя величина зернограничной концентрации меди в стали, так и неравномерность этой концентрации по периметру зерен (рис. 1) [5].



Рис. 1. Распределение меди по периметру границ аустенитных зерен стали 20Х2Н4А: *а* – прокат, *b* – электрошлаковое литье



Изучение явления повышения сопротивления стали ЭШП возникновению МЛПД проведено по комплексной методике [4], заключающейся в выявлении зон (полос) негомогенной деформации (линии Чернова – Людерса) в стальных образцах (прокат и литье после ЭШП) специальным способом макротравления и исследовании характера деформирования на пределе текучести с использованием диаграмм растяжения.

Приведем результаты нашего исследования на примере стали 20 ЭШП при различном содержании меди, вводимой при переплаве (табл. 2, рис. 2, 3). Отмечается четкая корреляция между картиной деформации Чернова – Людерса, полученной макротравлением, и видом соответствующих кривых деформирования на пределе текучести (рис. 2, 3).

# Таблица 2. Химический состав образцов стали 20 ЭШП при различном содержании меди, вводимой при переплаве

T a b l e 2. Chemical composition of steel 20 samples with different content of copper introduced during remelting

Портия	Элемент, мас.%							
Партия	С	Si	Mn	Cr	S	Cu	Ni	
№ 1 (исходный металл)	0,18	0,14	0,45	0,08	0,012	0,08	0,06	
№2	0,19	0,18	0,45	0,10	0,012	0,15	0,12	
№ 3	0,19	0,22	0,40	0,15	0,012	0,86	0,47	

Видно, что даже при аномально высоком содержании меди, равном 0,86 %, не удалось получить развитую картину полос Чернова – Людерса, присущую образцам стали 20 ЭШП аналогичного состава (содержание меди 0,15 %) открытого способа выплавки (рис. 4, *a*). На диаграмме растяжения исходного образца (партия № 1) резкая текучесть («зуб») и площадка текучести отсутствуют, наблюдается лишь небольшой перегиб на кривой упрочнения. То же происходит и при увеличении содержания меди до 0,15 %. Более протяженная площадка текучести без характерного «зуба» наблюдается лишь при содержании меди 0,86 %.

Влияние ЭШП на свойства цементированных зубчатых колес. Комплексное исследование литого электрошлакового металла при цементации проведено, в основном, на сталях 20Х2Н4А и 20ХН3А, чаще всего используемых для изготовления крупногабаритных зубчатых колес.

На первом этапе было установлено, что глубина упрочненного слоя при одинаковых режимах цементации образцов стали 20Х2Н4А, определяемая металлографическим методом как расстояние от поверхности до середины переходной зоны, составляет: в металле электрошлакового литья (ЭШЛ) – 1,05 мм; в прокованном металле, полученном из слитка ЭШЛ, – 0,95 мм; в исходном прокате – 0,85 мм.

Современные подходы к оценке качества и несущей способности цементированных зубчатых колес построены на количественной оценке микротвердости упрочненной поверхности и распределении углерода по глубине слоя, а также по количеству бейнита и остаточного аустенита в цементированной поверхности зуба [8].

54 Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series, 2019, vol. 64, no. 1, pp. 51–59



Рис. 2. Общий вид совмещенных диаграмм растяжения образцов стали 20 ЭШП при различном содержании меди, вводимой при переплаве: *1* – Cu = 0,08 % (исходный металл); *2* – Cu = 0,15 %; *3* – Cu = 0,86 %

Fig. 2. General view of the combined diagrams of tensile strain of steel 20 electroslag remelting with different content of copper introduced during remelting: 1 - Cu = 0.08 %(base metal); 2 - Cu = 0.15 %; 3 - Cu = 0.86 %



Рис. 3. Общий вид деформации Чернова – Людерса на образцах стали 20 ЭШП при различном содержании меди: *a* – Cu = 0,15 %; *b* – Cu = 0,86 %

Fig. 3. General view of Chernov – Luders deformation on steel 20 samples electroslag remelting at different copper contents: a - Cu = 0.15 %; b - Cu = 0.86 %



Рис. 4. Изменение начальных диаграмм растяжения и результаты макротравления образцов стали 20 (Си = 0,15 %) в зависимости от структурного состояния материала: *a* – нормализация; *b* – ЭШП, нормализация; *c* – нормализация, охлаждение в воде

Fig. 4. Change of initial tension diagrams and results of macro etching of steel 20 samples (Cu = 0.15 %) depending on the structural state of the material: a – normalization; b – electroslag remelting, normalization; c – normalization, cooling in water

Приведенные результаты дополнены исследованиями влияния на параметры цементированного слоя столбчатой и равноосной структуры, сформированной соответственно в периферийном и в центральном объемах слитка ЭШП Ø95 мм, полученного из стали 20ХНЗМА в водоохлаждаемом стальном кристаллизаторе.

Показано, что столбчатая дендритная структура с расстоянием между осями дендритов, равном 0,3-0,5 мм, формируется на глубине до 1,0-1,5 см от поверхности отливки (рис. 5, *a*). В центральной ее части структура состоит из равноосных кристаллов (рис. 5, *b*).



Рис. 5. Макроструктура отливки Ø95 мм из стали 20ХНЗМА ЭШП: *а* – вблизи поверхности, *b* – в центре отливки Fig. 5. Macrostructure of casting Ø95 mm from steel 20ХНЗМА by electroslag remelting: *a* – near the surface, *b* – in the center of the casting

Установлено, что показатели микротвердости по толщине цементированного слоя на участках, отстоящих на расстоянии 3 и 45 мм от поверхности отливки, заметно отличаются: в зоне столбчатых кристаллов, как и ожидалось, микротвердость выше, а ее распределение более равномерное, чем в области сердцевины отливки (рис. 6).



Рис. 6. Распределение микротвердости по упрочненному слою образца, вырезанного из слитка Ø95 мм стали 20ХНЗМА ЭШП

Fig. 6. Distribution of microhardness over a hardened layer of a sample cut from ingot Ø95 mm of steel 20XH3MA by electroslag remelting



Рис. 7. Распределение микротвердости по толщине упрочненного слоя зубьев колес из стали 20Х2Н4А при различных режимах цементации в зависимости от структурного строения материала [8]: *1* – температура цементации 930 °С, время цементации 8 ч; *2* – температура цементации 960 °С, время цементации 15 ч; *3* – температура цементации 960 °С, время цементации 22 ч (— – ЭШЛ, — – – поковка)

Fig. 7. The distribution of microhardness over the thickness of the hardened layer of wheel teeth from steel 20X2H4A with various cementation modes depending on the structural structure of the material [8]: *1* – carburizing temperature 930 °C, carburizing time 8 hours; *2* – carburizing temperature of 960 °C, carburization time 15 hours; *3* – carburizing temperature of 960 °C, carburization time 22 hours (— – electroslag casting — — – forging) Комплексная проверка изменения количественных показателей указанных характеристик после ЭШП проведена на сталях 20Х2Н4А и 20ХНЗА как на образцах размером  $10 \times 10 \times 60$  мм, так и на зубчатых колесах, изготовленных из слитков ЭШЛ и поковок обычной выплавки, со следующими параметрами: m = 3 мм, z = 18; m = 4,5 мм, z = 20; m = 14 мм, z = 14. Газовая цементация указанных образцов проводилась по нескольким вариантам [8].

Исследование микротвердости образцов свидетельствует о том, что расстояние до твердости HV600 у зубьев из литой стали, как правило, на 50-80 % больше, чем у кованой обычной выплавки (рис. 7). При цементации с более длительной выдержкой, например в течение 22 ч при температуре 960 °С, толщины цементированных слоев у зубьев из металла электрошлакового литья и у зубьев из кованой стали обычной выплавки практически одинаковы (рис. 7, кривые 3, 3').

Распределение углерода по толщине слоя также свидетельствует о лучшей способности к цементации электрошлакового металла. При одинаковых условиях обработки концентрация углерода 0,7 % на нижней границе зоны эффективной толщины слоя достигается в металле ЭШЛ на расстоянии 1,0–1,2 мм от поверхности, в то время как в металле обыч-

ного способа выплавки – на расстоянии 0,5 мм. Если в обычной стали концентрация углерода резко уменьшается по толщине слоя, то для стали ЭШЛ этого не наблюдается. В результате достигается почти одинаковая концентрация углерода (1,0–0,7 %) до половины общей толщины слоя, что обеспечивает высокие служебные свойства упрочненных поверхностей зубьев колес.

Сравнение цементированных слоев зубчатых колес из стали 20Х2Н4АШ и этой же стали, дополнительно прокованной в поперечном направлении слитков, показало неэффективность деформирования литого электрошлакового металла. Толщина эффективной зоны упрочненного слоя в прокованном металле ЭШП может снижаться на 10–15 % по сравнению с металлом ЭШЛ и даже быть ниже, чем в обычном прокате. Кроме того, отмечается увеличение рассеяния величины эффективной толщины упрочненного слоя [4].

Таким образом, установленные закономерности электрошлакового металла в части уменьшения его структурной и химической неоднородности в присутствии в стали примесной меди позволяют говорить как о снижении в сталях ЭШП их склонности к локализации пластической деформации, так и о более высокой способности к однородному науглероживанию в процессе цементации. Это обусловливает изменение основных характеристик цементированных слоев и является основой для повышения несущей способности зубчатых колес, особенно крупногабаритных, в связи с трудностями получения их заготовок ковкой.

Так как влияние локализации пластической деформации (ЛПД) на сопротивление усталости повышается с увеличением твердости (прочности) стали, уменьшение ее способности к ЛПД предоставляет возможность достижения эффекта повышения сопротивления усталости твердого упрочненного поверхностного слоя в большей степени, чем менее твердых подповерхностных слоев. Указанная особенность рассматривается как новое дополнительное направление повышения прочности поверхностно упрочняемых зубчатых колес [2].

Приведенные особенности формирования упрочненного слоя при цементации электрошлакового металла могут иметь место и при азотировании. Есть основания предполагать, что снижение концентрации и неоднородности распределения меди и связанных с нею элементов на границах зерен и в их приграничных объемах будет способствовать получению упрочненных азотированных слоев с более равномерным распределением диффундируемого элемента. Это должно приводить к увеличению эффективной толщины слоя и уменьшению градиента изменения твердости в наиболее нагруженных поверхностных объемах деталей.

**Влияние ЭШП на свойства азотированных зубчатых колес**. Отличительные качества и особенности формирования упрочненного слоя при азотировании изучены нами на образцах стали 40ХМФА (ТУ 1–806–1184–2013), полученных в водоохлаждаемом стальном кристаллизаторе Ø220 мм (табл. 3).

Марка стали	Массовая доля элемента, %									
	С	Si	Mn	Cr	Ni	Мо	Cu	S	Р	V
40ХМФА	0,42	0,27	0,61	1,12	0,12	0,24	0,14	0,015	0,020	0,06

Таблица	3. Химический состав стали 40ХМФА
Table 3.	Chemical composition of steel 40XMΦA

П р и м е ч а н и е. Допускаемые отклонения по химическому составу элементов должны соответствовать п. 2.4 ГОСТ 4543.

Одну часть образцов стали 40ХМФА ЭШП, взятых из средней части отожженного после улучшения слитка, подвергали ионному азотированию, другую – ковке с получением заготовок, прошедших аналогичную термическую и химико-термическую обработку (улучшение и ионно-плазменное азотирование). Проведенные исследования показали, что максимального увеличения глубины упрочненного ионно-плазменным азотированием слоя удается достичь на образцах стали 40ХМФА ЭШП, которые выделены из поверхностных слоев слитка и отличаются мелкодисперсной литой структурой, сформированной преимущественно из дендритов первого порядка.

Последующая ковка электрошлакового металла, приводит к снижению однородности распределения меди и связанных с нею элементов по границам зерен, оказывает существенное влияние на параметры азотированного слоя в сторону их снижения (табл. 4, рис. 8).

# Таблица 4. Параметры упрочненного слоя образцов стали 40ХМФА после ионно-плазменного азотирования

№ образ- ца	Исходный материал	Термообработка образцов	Твердость сердцевины, НВ	Твердость азоти- рованной поверх- ности, HV5	Толщина азо- тированного слоя, мм	є-фаза, мкм
1	Литая заготовка ЭШП	Отжиг, улучшение, ионно- плазменное азотирование	272	До 640	0,50-0,55	≤3,0
2	Литая заготовка ЭШП + ковка	Отжиг, улучшение, ионно- плазменное азотирование	276	≤635	≤0,45	≤3,0

T a b l e 4. Parameters of the hardened layer of steel samples 40XMΦA after ion-plasma nitrie	ding
---	------



Рис. 8. Распределение микротвердости на образцах стали 40ХМФА после ионно-плазменного азотирования: *1* – после ЭШП; *2* – ЭШП + ковка

Fig. 8. Microhardness distribution on steel samples of 40XM $\Phi$ A after ion-plasma nitriding: l – is after electroslag remelting; 2 – electroslag remelting + forging Заключение. Проведенный комплекс исследований и полученные результаты свидетельствуют о том, что управление зернограничными эффектами в стальном современном материале на стадии его кристаллизации может быть существенным фактором повышения характеристик упрочненного слоя при изготовлении цементированных и азотированных зубчатых колес из литых заготовок ЭШП. Литая сталь, закристаллизовавшаяся в водоохлаждаемой металлической форме, обладает не только повышенной прочностью (по сравнению с прокатом), но и ускоренной диффузией углерода при цементации и азота при азотировании.

Наши исследования и полученные результаты нашли свое применение в производстве ОАО «БЕЛАЗ». Также стоит отметить, что из существующих на ОАО «БЕЛАЗ» литейных технологий наиболее приемлемые результаты по достижению химической однородности материала по его объему и границам зерен достигаются в стальных электрошлаковых отливках за счет диспергирования литой структуры металла.

#### Список использованных источников

1. Патон, Б.Е. Электрошлаковый металл / Б.Е. Патон, Б.И. Медовар. - Киев: Наук. думка, 1981. - 680 с.

2. Важник, Л. Н. Повышение сопротивления усталости цементованных зубчатых колес смещением очага разрушения под поверхность / Л. Н. Важник // Вестн. машиностроения. – 1987. – № 9. – С. 6–11.

3. Моисеенко, В.И. Управление структурной однородностью и равнопрочностью конструкционных сталей и деталей машин / В.И. Моисеенко, П.Л. Мариев // Вклад вузовской науки в развитие приоритетных направлений производственно-хозяйственной деятельности, разработку экономичных и экологически чистых технологий и прогрессивных методов обучения: материалы 54-й междунар. науч.-техн. конф.: в 10 ч. – Минск: БГПА, 2000. – Ч. 5. – С. 51–59.

4. Моисеенко, В.И. Основы структурной равнопрочности стали и элементов крупногабаритных деталей машин / В.И. Моисеенко, П.Л. Мариев. – Минск: Ин-т техн. кибернетики НАН Беларуси, 1999. – 200 с.

Куслицкий, А.Б. Неметаллические включения и усталость стали / А.Б. Куслицкий. – Киев: Техника, 1976. – 125 с.
 Двойные и многокомпонентные системы на основе меди: справочник / М.Е. Дриц [и др.]. – М.: Наука,

1979. – 248 c.

7. Мариев, П.Л. Повышение конструкционной равнопрочности крупногабаритных деталей и сварных узлов карьерных самосвалов / П.Л. Мариев. – Минск: Ин-т техн. кибернетики НАН Беларуси, 2001. – 180 с.

8. Сусин, А.А. Химико-термическое упрочнение высоконапряженных деталей / А.А. Сусин. – Минск: Беларус. навука, 1999. – 175 с.

### References

1. Paton B. E., Medovar B. I. Electroslag Metal. Kiev, Naukova dumka Publ., 1981. 680 p. (in Russian).

2. Vazhnik L. N. Increase of fatigue resistance of cemented gearwheels by displacement of the source of destruction under the surface. *Vestnik mashinostroeniya* [Mechanical Engineering Bulletin], 1987, no 9, pp. 6–11 (in Russian).

3. Moiseenko V. I., Mariev P. L. Control of structural uniformity and equal strength of structural steels and machine components. *Vklad vuzovskoi nauki v razvitie prioritetnykh napravlenii proizvodstvenno-khoziaistvennoi deiatel'nosti, raz-rabotku ekonomichnykh i ekologicheski chistykh tekhnologii i progressivnykh metodov obucheniia: materialy 54-i mezhdun-arodnoi nauchno-tekhnicheskoi konferentsii. Chast' 5* [The Contribution of University Science to the Development of Priority Areas of Production and Economic Activities, the Development of Economical and Environmentally Friendly Technologies and Progressive Methods of Teaching: Materials of the 54<sup>th</sup> International Scientific and Technical Conference. Part 5]. Minsk, Belorussian State Polytechnic Academy, 2000, pp. 51–59 (in Russian).

4. Moiseenko V. I., Mariev P. L. Fundamentals of Structural Equal Strength of Steel and Elements of Large-Sized Machine Components. Minsk, Institute of Technical Cybernetics of the National Academy of Science of Belarus, 1999. 200 p. (in Russian).

5. Kuslickij A. B. Nonmetallic Inclusions and Fatigue of Steel. Kiev, Tekhnika Publ., 1976. 125 p. (in Russian).

6. Drits M. E., Bochvar N. R., Guzei L. S., Lysova E. V., Padezhnova E. Dual and Multi-Component Systems Based on Copper: Handbook. Moskow, Nauka Publ., 1979. 248 p. (in Russian).

7. Mariev P. L. Increasing the Structural Equal Strength of Large-Sized Parts and Welded Assemblies of Quarry Dump Trucks. Minsk, Institute of Technical Cybernetics of the National Academy of Science of Belarus, 2001. 180 p. (in Russian).

8. Susin A. A. Chemical-Thermal Hardening of Highly Stressed Parts. Minsk, Belaruskaia navuka Publ., 1999. 175 p. (in Russian).

## Информация об авторах

Витязь Петр Александрович – академик Национальной академии наук Беларуси, доктор технических наук, профессор, руководитель Аппарата Национальной академии наук Беларуси (пр. Независимости 66, 220072, Минск, Республика Беларусь). E-mail: vitiaz@presidium.bas-net.by

Моисеенко Владимир Иванович – доктор технических наук, профессор, главный научный сотрудник, Объединенный институт машиностроения Национальной академии наук Беларуси (ул. Академическая, 12, 220072, Минск, Республика Беларусь). E-mail: ks\_oim@tut.by

Сидоренко Александр Георгиевич – кандидат технических наук, заведующий лабораторией, Объединенный институт машиностроения Национальной академии наук Беларуси (ул. Академическая, 12, 220072, Минск, Республика Беларусь). E-mail: ks\_oim@tut.by

Сотников Максим Владимирович – младший научный сотрудник, Объединенный институт машиностроения Национальной академии наук Беларуси (ул. Академическая, 12, 220072, Минск, Республика Беларусь). E-mail: ks\_oim@tut.by

## Information about the authors

Pyotr A. Vitiaz – Academician of the National Academy of Sciences of Belarus, D. Sc. (Engineering), Professor, Head of Academy Staff of the National Academy of Sciences of Belarus (66, Nezavisimosti Ave., 220072, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: vitiaz@presidium.basnet.by

Vladimir I. Moiseenko – D. Sc. (Engineering), Professor, Head Researcher, Joint Institute of Mechanical Engineering of the National Academy of Sciences of Belarus (12, Akademicheskaja Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: ks\_oim@tut.by

Aleksandr G. Sidorenko – Ph. D. (Engineering), Head of Laboratory, Joint Institute of Mechanical Engineering of the National Academy of Sciences of Belarus (12, Akademicheskaja Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: ks\_oim@tut.by

*Maksim V. Sotnikov* – Junior Researcher, Joint Institute of Mechanical Engineering of the National Academy of Sciences of Belarus (12, Akademicheskaja Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: ks\_oim@tut.by ISSN 1561-8358 (Print) ISSN 2524-244X (Online) УДК 614.844.6 https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-60-68

Поступила в редакцию 09.07.2018 Received 09.07.2018

# А.Н. Камлюк, А.О. Лихоманов

Университет гражданской защиты МЧС Беларуси, Минск, Беларусь

# ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАЦИОНАЛЬНЫХ ГЕОМЕТРИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ ДЕРЖАТЕЛЯ И РАЗБРЫЗГИВАТЕЛЯ ОРОСИТЕЛЯ ПО КРАТНОСТИ И УСТОЙЧИВОСТИ ПЕНЫ

Аннотация. Приведены результаты экспериментальных исследований по определению влияния геометрических параметров розеточных оросителей на процесс образования воздушно-механической пены. Для проведения эксперимента разработан сборно-разборный ороситель. При помощи 3D-печати из полилактида (PLA-пластик) изготовлены элементы сборно-разборного оросителя, позволяющие создавать различные его конфигурации в достаточно широком диапазоне значений геометрических параметров. Установлены зависимости кратности и устойчивости воздушно-механической пены от длины держателя оросителя, а также внешнего диаметра, угла конусности и высоты выступов его разбрызгивателя. Определены диапазоны оптимальных значений по длине держателя L = 45÷55 мм и высоте выступов разбрызгивателя h = 1÷3 мм оросителя для генерирования пены с наибольшей кратностью и устойчивостью, а также диапазоны значений данных параметров, при которых изменение значений кратность и устойчивостью, а также диапазоны значений данных параметров, при которых изменение значений кратности и устойчивости не происходит ( $L = 90\div150$  мм,  $h = 5\div15$  мм). Установлено снижение качественных характеристик пены при увеличении угла конусности разбрызгивателя. Получены аппроксимационные зависимости кратности и устойчивости пены от угла конусности разбрызгивателя в диапазоне  $\alpha = 30\div135°$ . Кроме того, определено, что увеличение внешнего диаметра разбрызгивателя в диапазоне от 20 до 100 мм приводит к постепенному ухудшению качества пены. Результаты проведенных исследований позволят оптимизировать геометрические параметры существующих конструкций розеточных оросителей с целью повышения их эффективности при тушении пожара.

Ключевые слова: кратность пены, устойчивость пены, аддитивные технологии, розеточный ороситель, держатель, разбрызгиватель

Для цитирования: Камлюк, А.Н. Экспериментальное определение рациональных геометрических параметров держателя и разбрызгивателя оросителя по кратности и устойчивости пены / А.Н. Камлюк, А.О. Лихоманов // Вес. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2019. – Т. 64, № 1. – С. 60–68. https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-60-68

### A. N. Kamluk, A. O. Likhamanau

University of Civil Protection of the Ministry for Emergency Situations of the Republic of Belarus, Minsk, Belarus

### EXPERIMENTAL DETERMINATION OF THE RATIONAL GEOMETRICAL PARAMETERS OF THE SPRINKLER FRAME ARMS AND DEFLECTOR ON THE EXPANSION RATE AND STABILITY OF FOAM

Abstract. The results of experimental studies on determination of the effect of the deflector-type sprinkler geometric parameters on the air-mechanical foam formation process are presented in the article. A collapsible sprinkler was developed for the experiment. The elements of the collapsible sprinkler which allow creating its various configurations in a fairly wide range of geometric parameters were made from polylactide (PLA-plastic) with the help of 3D printing. The dependencies of the air-mechanical foam expansion rate and stability on the sprinkler holder length, as well as the external diameter, the taper angle and the ledges height of the sprinkler sprayer were established. The ranges of optimal values along the holder length  $L = 45 \div 55$  mm and the sprayer ledges height  $h = 1 \div 3$  mm of the sprinkler for generation of foam with the greatest expansion rate and stability were determined, as well as the ranges of values of these parameters at which the change in the quality characteristics does not occur ( $L = 90 \div 150$  mm,  $h = 5 \div 15$  mm). A decrease in the foam quality characteristics with an increase in the sprayer taper angle of the sprinkler in the range  $\alpha = 30 \div 135^{\circ}$  were obtained. In addition, it is determined that an increase in the sprayer external diameter in the range from 20 mm to 100 mm results in a gradual deterioration in the foam quality. The results of the conducted researches will allow optimizing geometrical parameters of existing designs of deflector-type sprinklers with the aim to increase their fire extinguishing efficiency.

Keywords: foam expansion rate, foam stability, additive technologies, deflector type sprinkler, holder, sprayer

<sup>©</sup> Камлюк А.Н., Лихоманов А.О., 2019

**For citation:** Kamluk A. N., Likhamanau A. O. Experimental determination of the rational geometrical parameters of the sprinkler frame arms and deflector on the expansion rate and stability of foam. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnych navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2019, vol. 64, no. 1, pp. 60–68 (in Russian). https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-60-68

**Введение.** В современном мире вопрос противопожарной защиты замкнутых объемов зданий и сооружений приобретает особую важность ввиду увеличения количества пожарной нагрузки и ее разнообразия в таких местах. Для обеспечения пожарной безопасности широко используются автоматические системы определения опасных факторов пожара, оповещения об их наличии, а также локализации и ликвидации непосредственно самого пожара. Связано это с тем, что такие системы позволяют автоматически и в кратчайшие сроки определить возникновение горения, предупредить об этом людей и начать ликвидировать пожар. Поэтому исследование элементов систем, которые предназначены для локализации и ликвидации неконтролируемого горения с целью последующего их совершенствования и оптимизации, весьма актуально.

В связи с широким распространением таких систем повышение эффективности их работы является важной задачей. Как показывает практика [1], автоматические установки пожаротушения не всегда справляются со своими функциями (около 7 % случаев) по причине недостаточной точности определения места очага пожара и инерционности систем, ошибок при их проектировании, а также из-за ненадлежащего качества огнетушащих веществ. Наибольшую популярность при тушении пожаров разных классов имеют вода и воздушно-механическая пена. Выбор типа огнетушащего вещества зависит от физико-химических свойств пожарной нагрузки. Например, воздушно-механическая пена в большинстве случаев применяется для тушения пожаров горючих жидкостей. При этом она может иметь различные физико-химические свойства и качественные характеристики (кратность K, устойчивость C и др.) в зависимости от химического состава пенообразователя, а также конструкции пеногенерирующего устройства [2].

Для получения пены низкой кратности (до 20) применяют механические пенообразующие устройства (оросители розеточные, центробежные (эвольвентные), диафрагменные (каскадные), винтовые, щелевые, струйные, лопаточные и др.). Под кратностью пены понимается величина, равная отношению объема пены к объему раствора пенообразователя, из которого она получена. Согласно статистике, в большинстве случаев (около 90 % от общего числа пенных оросителей) для генерирования пены низкой кратности применяют розеточные оросители. Однако представленные на рынке варианты таких оросителей не позволяют получать пену кратностью более 5 согласно сопроводительной документации на них. Вместе с тем известно, что путем повышения кратности пены можно повысить общую эффективность тушения, то есть снизить время тушения при использовании меньшего количества огнетушащего вещества [3].

В ходе исследований конструктивных элементов розеточных оросителей по степени их влияния на кратность получаемой пены установлено, что эффект от механической дезинтеграции потока раствора пенообразователя значительно выше, чем от его предварительной аэрации либо пропускания через проточный тракт в виде трубы Вентури [4]. Так, при наличии розетки в качестве элемента дезинтеграции потока кратность пены повышается не менее чем на 124 % по сравнению со значениями для оросителей без нее. Вместе с тем при добавлении эжекторов со специальными отверстиями для предварительной аэрации огнетушащего вещества и проточным трактом в виде трубы Вентури кратность повышается не более чем на 88 %. Поскольку розетка как пенообразующий фактор является ключевым элементом оросителя, теоретическое и практическое исследование влияния ее геометрических параметров, способа ее расположения и крепления на качественные характеристики пены вызывает научный и практический интерес.

С целью проведения такого рода исследований в [5] было принято решение о применении аддитивных технологий, позволяющих легко и быстро по сравнению с традиционными способами (например, путем отливки из металла) изготавливать прототипы оросителей с различными геометрическими параметрами, определены требования к физико-механическим свойствам материалов и выбраны технологические параметры 3D-печати для изготовления элементов розеточного оросителя. Вместе с тем в результате проведения лабораторных экспериментов по определению кратности и устойчивости пены установлено, что ороситель, синтезированный из PLA-пластика (полилактида) и выполненный геометрически идентичным оригинальному металлическому оросителю, способен генерировать аналогичную по кратности и устойчивости пену (разница находится в рамках погрешности и составляет не более 2,1 %). Таким образом, результаты исследований [5] подтверждают возможность применения 3D-технологий для прототипирования розеточных оросителей с целью изучения процесса образования воздушно-механической пены в них.

Сборно-разборная конструкция экспериментального оросителя. Для определения влияния отдельных геометрических параметров розетки оросителя на кратность и устойчивость пены необходимо провести серию измерений, когда значение одного из параметров изменяется в определенном диапазоне, в то время как остальные остаются постоянными. Для данных целей применение стандартной монолитной конструкции розеточного оросителя (например, дренчерного оросителя Кочетова, патент RU 2557500 С1 МПК А62С 37/12) не является целесообразным ввиду невозможности разборки на составные элементы и их замены.

Для осуществления свободной замены элементов можно использовать сборно-разборный ороситель (Сборно-разборный дренчерный ороситель: пат. 11801 Респ. Беларусь, МПК А62С 31/00 (2006.01) / А.Н. Камлюк, А.В. Грачулин, А.О. Лихоманов, Э.Г. Говор), конструктивное исполнение которого позволяет производить его разборку на составные элементы, замену любого элемента и повторную сборку. Разработанный ороситель в собранном и разобранном виде представлен на рис. 1. Составные элементы изготавливаются с использованием 3D-печати из PLA-пластика по аналогии с [5].

Монтаж элементов осуществляется на штуцере *I* с конической дюймовой резьбой (1/2") и каналом для тока жидкости, аналогичном по геометрическим параметрам типовому оросителю. На держатель 2, состоящий из двух симметричных стоек, устанавливается разбрызгиватель 3 требуемой конфигурации и фиксируется стопорной шайбой 6. Посадочное место держателя и отверстие в раз-



Рис. 1. Вид сборно-разборного экспериментального оросителя (с разрезом) в собранном (*a*) и разобранном (*b*) видах: *1* – штуцер, *2* – держатель, *3* – разбрызгиватель, *4* – кольцевой фиксатор, *5* – дугообразный прижим, *6* – стопорная шайба

Fig. 1. Appearance of assembled (a) and disassembled (b) collapsible experimental sprinkler (with a section): 1 - connecting pipe, 2 - holder, 3 - sprayer, 4 - ring clamp, 5 - arched clamp, 6 - retaining washer

брызгивателе выполнены с сечением в виде квадрата во избежание проворачивания в процессе испытаний. Держатель 2 устанавливается на штуцер 1 путем обхватывания свободными концами опорной поверхности штуцера (выступы под ключ с размером 22 мм). Силовое прижатие и центровка держателя на штуцере осуществляется дугообразным прижимом 5, который устанавливается в его нижних пазах. Во избежание углового отклонения держателя от продольной оси штуцера и для устранения разъема прижима под нагрузкой со стороны штуцера на прижим устанавливается кольцевой фиксатор 4.

Таким образом, предложенная конструкция позволяет создавать различные конфигурации конструкции розетки оросителя и удобна для проведения исследований.

Геометрические параметры экспериментального оросителя. Основными элементами, которые могут оказывать влияние на процесс дезинтеграции потока жидкости после выхода из проточного канала оросителя, являются держатель и разбрызгиватель. С целью определения зависимости качественных характеристик воздушно-механической пены от геометрических параметров данных элементов нами изготовлены держатели и разбрызгиватели различной конфигурации. Изменяемые геометрические параметры элементов розетки указаны на рис. 2. Для эксперимента использованы держатели с длинами L = 30, 50, 80, 100 и 150 мм; разбрызгиватели с внутренним диаметром d = 16 мм, угловым шагом лопастей  $\tau = 30^\circ$ , внешними диаметрами D = 20, 30, 50, 70, 80 и 100 мм, высотами выступов h =2, 5, 10, 15 мм и без них, углами конусности  $\alpha = 45^{\circ}, 60^{\circ},$ 75°, 90°, 105°, 120° и 135°. Конфигурации элементов были выбраны на основе анализа конструкций существующих розеточных оросителей с учетом целесообразности их применения в автоматических установках пожаротушения и ограничений при изготовлении доступными в настоящее время способами.

Путем комбинирования держателей и разбрызгивателей с различными геометрическими параметрами можно собирать оросители и определять для них качественные характеристики пены в установленных диапазонах изменения этих параметров. Для поиска оптимальных геометрических параметров розетки оросителя по кратности и устойчивости пены необходимо провести экспериментальные исследования.

Методика проведения эксперимента. Для проведения эксперимента нами использовалась лабораторная установка, которая в точности повторяла узлы и элементы современных автоматических установок пожаротушения как спринклерного, так и дренчерного типов. Схема установки представлена на рис. 3.

Используемые средства измерений, оборудование для обеспечения эксперимента, а также сама методика подробно описана в [5].

Сначала в емкости *1* приготавливался 6%-ный раствор пенообразователя. Для этого применялся синтетический углеводородный пенообразователь для тушения



Рис. 2. Геометрические параметры держателя и разбрызгивателя розетки оросителя: *D* – внешний диаметр разбрызгивателя, *d* – внутренний диаметр разбрызгивателя, τ – угловой шаг лопастей разбрызгивателя, α – угол конусности разбрызгивателя, *L* – длина держателя

Fig. 2. Geometric parameters of the holder and sprinkler's deflector sprayer: D – sprayer external diameter. d – sprayer internal diameter, h – sprayer ledges height,  $\tau$  – sprayer blade angular pitch,  $\alpha$  – sprayer taper angle, L – holder length



Рис. 3. Схема экспериментальной установки: 1 – емкость для хранения и приготовления раствора пенообразователя, 2 – насосное оборудование, 3 – основной трубопровод, 4 – шаровой кран, 5 – обводной трубопровод, 6 – манометр, 7 – экспериментальный ороситель, 8 – установка для измерения кратности и устойчивости пены, 9 – электронные весы

Fig. 3. Experimental installation scheme: 1 – container for storage and preparation of foam solution, 2 – pump installation, 3 – main pipeline, 4 – globe valve, 5 – bypass pipeline, 6 – manometer, 7 – experimental sprinkler; 8 – installation for foam expansion rate and stability measuring, 9 – electronic balance

пожаров ПО-6РЗ, так как он является одним из наиболее дешевых из представленных на рынке в своем сегменте, а также, как показали результаты экспериментов [5], позволяет получать более качественную в сравнении с аналогами пену. После приготовления раствора производилось его перемешивание в течение 0,5 ч путем пуска раствора по обводному трубопроводу 5 при помощи насосов 2. Затем приготовленный раствор подавался по основному трубопроводу 3 при помощи насосов 2 к экспериментальному оросителю 7, перед которым создавалось постоянное давление потока жидкости 0,1 $\pm$ 0,01 МПа, определяемое по манометру 6. Далее в оросителе 7 из раствора образовывалась пена, которая попадала в установку 8. Подача раствора в систему останавливалась тогда, когда установка 8 полностью заполнялась пеной, при этом ороситель был установлен на 5 $\pm$ 1 см от верхнего края установки 8 таким образом, чтобы вся сгенерированная пена попадала в полость установки. Затем проводилось определение кратности пены *K* объемным способом согласно действующему государственному стандарту Республики Беларусь (СТБ ГОСТ Р 50588-99 «Пенообразователи для тушения пожаров. Общие технические требования и методы испытаний»). Устойчивость пены *C* определялась как время разрушения 25 % объема пены (по вертикальной шкале установки 8 между рисками 75 % и 100 %).

Данный порядок определения качественных характеристик пены осуществлялся для всех полученных конфигураций экспериментальных оросителей. За результат эксперимента было принято среднеарифметическое пяти параллельных измерений. Допустимое расхождение между результатами наиболее отличающихся измерений с доверительной вероятностью 0,95 должно быть не более 10 % среднего значения (СТБ ГОСТ Р 50588-99).

Результаты эксперимента и выводы. По описанной методике проведен ряд экспериментов для определения влияния длины держателя L и внешнего диаметра D, угла конусности  $\alpha$  и высоты выступа h разбрызгивателя на кратность и устойчивость получаемой воздушно-механической пены для конфигураций, указанных в таблице. Значения внутреннего диаметра разбрызгивателя d и углового шага лопастей  $\tau$  были постоянными во всех конфигурациях (d = 16 мм,  $\tau = 30^{\circ}$ ) и в таблице не отображены.

Зависимости кратности и устойчивости пены от L и D представлены на рис. 4.

На рис. 4 можно выделить зону оптимальных значений длины держателя для достижения максимальных значений кратности и устойчивости пены  $L = 45 \div 55$  мм. Кроме того, следует от-



метить, что при достижении длины держателя около 90 мм значения исследуемых параметров K и C колеблются в пределах 3,7 %. На основании данного факта можно утверждать, что кратность и устойчивость становятся независимыми от длины держателя розетки оросителя в диапазоне  $L = 90 \div 150$  мм.

Также следует отметить тот факт, что при увеличении внешнего диаметра разбрызгивателя значения кратности и устойчивости пены постепенно падают. Так, пена имеет максимальные значения качественных характеристик в случае применения конфигураций с наименьшим внешним диаметром разбрызгивателя D = 20 мм (конфигурации 1, 7, 13 и 25 в таблице), после чего при увеличении значения внешнего диаметра кратность и устойчивость пены уменьшаются и достигают минимальных значений при использовании конфигураций с наибольшим внешним диаметром разбрызгивателя D = 100 мм (конфигурации 6, 12, 18 и 24 в таблице).

Изменение качественных характеристик пены при увеличении высоты выступов разбрызгивателя *h* изображено на рис. 5.



Рис. 5. Зависимость кратности (*a*) и устойчивости (*b*) воздушно-механической пены от высоты выступов разбрызгивателя

Fig. 5. Dependence of the air-mechanical foam expansion rate (a) and stability (b) on the sprayer ledges height

Из рис. 5 видно, что для обеих зависимостей характерно увеличение значений функций (на 8,9 % и 7,8 % соответственно) до максимума при h = 2 мм (K = 9,01 и C = 124 с), после чего значения качественных характеристик падают на 9,3 % и 8,8 % при h = 5 мм и с дальнейшим увеличением высоты выступов в диапазоне  $h = 5 \div 15$  мм происходит постепенное незначительное снижение кратности и устойчивости пены. Отсюда следует, что оптимальное значение высоты выступов разбрызгивателя для получения наиболее качественной пены находится в диапазоне  $h = 1 \div 3$  мм.

Зависимости кратности и устойчивости пены от угла конусности разбрызгивателя  $\alpha$  представлены на рис. 6. В ходе эксперимента применялись держатели с длиной L = 50 мм, так как ранее было установлено, что использование держателей длиной в диапазоне  $L = 45 \div 55$  мм позволяет получать пену с наилучшими качественными характеристиками.



Рис. 6. Зависимость кратности (*a*) и устойчивости (*b*) воздушно-механической пены от угла конусности разбрызгивателя

Fig. 6. Dependence of the air-mechanical foam expansion rate (a) and stability (b) on the sprayer taper angle

Из рис. 6 следует, что зависимость кратности и устойчивости пены от угла конусности разбрызгивателя имеет вид, близкий к линейному (отклонение от линии тренда линейной зависимости составляет не более 1,1 % (рис. 6, *a*) и 1,5 % (рис. 6, *b*)). Аппроксимационные зависимости для кратности и устойчивости пены от угла конусности в диапазоне  $\alpha = 30^{\circ} \div 135^{\circ}$  имеют вид: Весці Нацыянальнай акадэміі навук Беларусі. Серыя фізіка-тэхнічных навук. 2019. Т. 64, № 1. С. 60–68 67

$$K = 9,27 - 0,55\alpha,$$
 (1)

$$C = 130 - 8,6\alpha.$$
 (2)

В (1) и (2) угол конусности подставляется в радианах.

Результаты экспериментов указывают на то, что при уменьшении угла конусности разбрызгивателя качество пены повышается. В установленном диапазоне изменения данного параметра значения кратности и устойчивости при наименьшем значении  $\alpha = 30^{\circ}$  (конфигурация 36 в таблице) больше на 10,9 % и 12,6 % соответственно, чем при наибольшем значении угла конусности  $\alpha = 135^{\circ}$  (конфигурация 33 в таблице).

Заключение. Определены оптимальные значения геометрических параметров держателя и разбрызгивателя для получения воздушно-механической пены наивысшего качества: длина держателя  $L = 45 \div 55$  мм, высота выступов разбрызгивателя  $h = 1 \div 3$  мм.

Выяснено, что уменьшение угла конусности разбрызгивателя приводит к увеличению кратности и устойчивости генерируемой пены. Получены аппроксимационные зависимости  $K(\alpha)$  и  $C(\alpha)$  в диапазоне  $\alpha = 30^{\circ} \div 135^{\circ}$ .

Для разбрызгивателей с постоянным внутренним диаметром d = 16 мм и шагом лопастей  $\tau = 30^{\circ}$  получено, что значения кратности и устойчивости пены выше в случае применения наименьшего внешнего диаметра, используемого в экспериментах (D = 20 мм).

Установлено, что увеличение длины держателя L более 90 мм и высоты выступа h более 5 мм не влияют на кратность и устойчивость пены.

Следует отметить, что полученные зависимости кратности и устойчивости пены от геометрических параметров розетки оросителя имеют схожий вид. Данный факт сопоставим с выводами авторов в [6], согласно которым изменения устойчивости пены пропорциональны изменениям кратности пены при одинаковых условиях пеногенерирования.

Полученные в результате проведенных в Университете гражданской защиты МЧС Беларуси исследований экспериментальные данные позволят оптимизировать конструкцию существующих оросителей с целью генерирования пены с повышенными качественными характеристиками, что повысит эффективность оборудования, используемого при пожаротушении.

### Список использованных источников

1. John, R. Hall. U.S. Experience with sprinklers and other automatic fire extinguishing equipment [Electronic resource]. – USA, JR. NFPA USA, 2017. – 35 p. – Mode of access: https://www.nfpa.org/-/media/Files/News-and-Research/Fire-statistics-and-reports/Suppression/ossprinklers.pdf – Date of access : 02.07.2018.

2. Кирюхина, Т.Г. Установки пожаротушения. Основные понятия, проектирование, монтаж, техническая эксплуатация: учеб. пособие / Т.Г. Кирюхина, Н.В. Смирнов. – М.: НОУ «ТАКИР», 2006. – 302 с.

3. Котов, А.А. Применение высокократной пены при тушении пожаров / А.А. Котов, И.И. Петров, В.Ч. Реутт. – М.: Изд-во лит-ры по строительству, 1972. – 112 с.

4. Камлюк, А.Н. Экспериментальные исследования влияния конструктивных элементов оросителей на кратность воздушно-механической пены / А.Н. Камлюк, А.О. Лихоманов // Вестн. Ун-та гражд. защиты МЧС Беларуси. – 2017. – № 1. – С. 167–177.

5. Лихоманов, А. О. Обоснование применения розеточных оросителей, изготавливаемых при помощи аддитивных технологий, в экспериментальных исследованиях качественных характеристик воздушно-механической пены низкой кратности / А. О. Лихоманов, Э. Г. Говор, А. Н. Камлюк // Вестн. Ун-та гражд. защиты МЧС Беларуси. – 2018. – № 1. – С. 25–39.

6. Качанов, И.В. О влиянии предварительного газонасыщения пенообразующего раствора на характеристики пены, генерируемой в автоматических установках пожаротушения / И.В. Качанов, В.В. Кулебякин, С.Ю. Павлюков // Вестн. Командно-инженер. ин-та МЧС Респ. Беларусь. – 2015. – №2 (22). – С. 52–61.

### References

1. John R. Hall. U.S. Experience with sprinklers and other automatic fire extinguishing equipment. USA, JR. NFPA USA, 2017, 35 p. Available at: https://www.nfpa.org/-/media/Files/News-and-Research/Fire-statistics-and-reports/Suppression/os-sprinklers.pdf (accessed 2 July 2018).

2. Kiryukhina T. G. Fire Extinguishing Systems. Basic Concepts, Design, Installation, Technical Operation. Moscow, NOU "TAKIR", 2006. 302 p. (in Russian).

3. Kotov A. A., Petrov I. I., Reutt V. Ch. *High-Expansion Foam Implementation for Fire Extinguishing*. Moscow, Publishing House of literature on construction, 1972. 112 p. (in Russian).

4. Kamlyuk A. N., Likhomanov A. O. Experimental investigations of the influence of the structural elements of sprinklers on the expansion rate of air-mechanical foam. *Vestnik Universiteta grazhdanskoy zaschityi MChS Belarusi = Vestnik of the University of Civil Protection of the MES of Belarus*, 2017, no. 1, pp. 167–177 (in Russian).

5. Likhomanov A. O., Govor E. G., Kamlyuk A. N. The substantiation of the application of deflector sprinklers manufactured by additive technologies in experimental studies of qualitative characteristics of the low-expansion air-mechanical foam. *Vestnik Universiteta grazhdanskoy zaschityi MChS Belarusi = Vestnik of the University of Civil Protection of the MES of Belarus*, 2018, no. 1, pp. 25–39 (in Russian).

6. Kachanov I. V., Kulebyakin V. V., Pavlyukov S. Yu. On the effect of the preliminary gas saturation of the foaming solution on the characteristics of the foam generated in automatic firefighting installations. *Vestnik Komandno-inzhenernogo instituta MChS Respubliki Belarus' = Vestnik of the Institute for Command Engineers of the MES of the Republic of Belarus*, 2015, no. 2, pp. 52–61 (in Russian).

### Информация об авторах

Камлюк Андрей Николаевич – кандидат физико-математических наук, доцент, заместитель начальника университета по научной и инновационной деятельности, Университет гражданской защиты МЧС Беларуси (ул. Машиностроителей, 25, 220118, Минск, Республика Беларусь).

Лихоманов Алексей Олегович – адъюнкт (аспирант), кафедра автоматических систем безопасности, Университет гражданской защиты МЧС Беларуси (ул. Машиностроителей, 25, 220118, Минск, Республика Беларусь). E-mail: alexlikh20@gmail.com

### Information about the authors

Andrei N. Kamluk – Ph. D. (Physics and Mathematics), Assistant Professor, Deputy Head of the University for Scientific and Innovation Activities, University of Civil Protection of the Ministry for Emergency Situations of the Republic of Belarus (25, Mashinostroiteley Str., 220118, Minsk, Republic of Belarus).

Aliaksei O. Likhamanau – Postgraduate Student, Chair of Automatic Safety Systems, University of Civil Protection of the Ministry for Emergency Situations of the Republic of Belarus (25, Mashinostroiteley Str., 220118, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: alexlikh20@gmail.com ISSN 1561-8358 (Print) ISSN 2524-244X (Online)

# ЭНЕРГЕТИКА, ТЕПЛО- И МАССООБМЕН

POWER ENGINEERING, HEAT AND MASS TRANSFER

УДК 536.2(075)46 https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-69-80 Поступила в редакцию 20.10.2017 Received 20.10.2017

# В.А.Кот

Институт тепло- и массообмена им. А.В. Лыкова Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь

# ИНТЕГРАЛЬНЫЙ МЕТОД РЕШЕНИЯ ЗАДАЧ ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ С ГРАНИЧНЫМ УСЛОВИЕМ ВТОРОГО РОДА. 3. ИМПУЛЬСНЫЙ ЛАЗЕРНЫЙ НАГРЕВ

Аннотация. Получены точные и приближенные решения нестационарной задачи теплопроводности для полуограниченного тела при действии на поверхности лазерного импульсного теплового потока. Последовательно рассмотрены прямоугольная, треугольная и параболическая временные функции лазерного импульса. Построенные полиномиальные решения на основе интегрального метода граничных характеристик с введением в рассмотрение фронта температурного возмущения дают практически точные решения для температурной функции и ее временной производной, причем как на стадии нагрева, так и на стадии охлаждения. На нескольких примерах показано, что успешность решения поставленных задач плазменного импульсного нагрева тел во многом связана с необходимостью описания временного закона перемещения фронта температурного возмущения с помощью диагональной аппроксимации Паде. Это позволяет практически полностью исключить имеющую место расходимость степенных рядов, описывающих закон перемещения фронта температурного возмущения, причем на достаточно малых временных интервалах. Представленный подход на основе интегрального метода граничных характеристик с описанием решения в виде степенного полинома с представлением фронта температурного возмущения в виде диагональной аппроксимации Паде позволяет достаточно просто и эффективно находить решения для изотерм и линий равных скоростей нагрева/охлаждения (изотахи). Анализ полученных результатов позволил заключить, что эффективное решение всевозможных технологических задач, в основе которых лежит использование импульсного лазерного излучения, во многом определяется успешным решением задачи эффективного управления временной формой лазерного импульса с практически точным определением температурных полей в теле на основе полиномиальных представлений.

**Ключевые слова:** уравнение теплопроводности, приближенный метод, интегральные тождества, фронт возмущения, импульсный лазерный нагрев

Для цитирования: Кот, В.А. Интегральный метод решения задач теплопроводности с граничным условием второго рода. 3. Импульсный лазерный нагрев / В.А. Кот // Вес. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2019. – Т. 64, № 1. – С. 69–80. https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-69-80

## V. A. Kot

A. V. Luikov Heat and Mass Transfer Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Belarus

### INTEGRAL METHOD OF SOLVING HEAT-CONDUCTION PROBLEMS WITH THE SECOND-KIND BOUNDARY CONDITION. 3. PULSED LASER HEATING

Abstract. Exact and approximate solutions to the non-stationary problem on the heat conduction in a semi-bounded body exposed to a pulsed laser radiation flow have been obtained. The action of rectangular, triangular and parabolic laser radiation pulses on this body was investigated. Polynomial relations have been constructed on the basis of the boundary-characteristic method with introduction into consideration of the temperature-disturbance front, and they made it possible to obtain practically exact solutions for the temperature function and its time derivative at both the stages of heating and cooling of the body. It is shown by some examples that the success in solving problems on the pulsed plasma heating of bodies is associated

in many respects with the necessity of definition of the time law of movement of the temperature-disturbance front with the use of the Pade diagonal approximation, which excludes, practically completely, the divergence of the power series defining the law of movement of this front, in particular, in small time intervals. The approach proposed for solving heat-conduction problems with the second-kind boundary condition allows one to simply and effectively find solutions for isotherms and lines of equal heating and cooling. Analysis of the results obtained allows the conclusion that the effectiveness of solving technological problems, based on the use of pulsed laser radiation, is determined by the success in solving the problems on control of the time shape of a laser pulse and determination of the temperature fields in the body on the basis of polynomial representations.

Keywords: heat-conduction equation, approximate method, integral identities, temperature disturbance front, pulsed laser heating

**For citation:** Kot V. A. Integral method of solving heat-conduction problems with the second-kind boundary condition. 3. Pulsed laser heating. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnych navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series, 2019, vol. 64, no. 1, pp. 69–80 (in Russian). https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-69-80* 

Введение. Для модифицирования локальных участков поверхности мелкоразмерных деталей из конструкционных материалов, а также режущего и штампового инструмента эффективно использование импульсного лазерного излучения [1–5]. Импульсное лазерное воздействие миллисекундных длительностей ведет к формированию на поверхности слоев с измененным структурно-напряженным состоянием толщиной 0,1-0,2 мм, в результате чего износостойкость поверхности возрастает в несколько раз. На практике толщина таких слоев варьируется путем изменения энергии и длительности лазерного импульса. При выборе параметров лазерного излучения, необходимых для формирования в материале определенных модифицированных слоев заданной толщины, в основном используют решение одномерного линейного уравнения теплопроводности в приближении полубесконечной среды, постоянства плотности мощности лазерного излучения в пределах пятна фокусировки и прямоугольной временной формы лазерного импульса [6]. В [7–9] в одномерном линейном приближении осуществлено моделирование лазерного воздействия на поверхность полуограниченного тела импульсами различной временной формы: прямоугольной, треугольной, треугольной с параболическим сглаживанием, а также описываемой совместно параболическими и гиперболическими функциями. Установлено, что временная форма лазерного импульса оказывает существенное влияние на динамику нагрева поверхности.

В [10] на основе интегрального метода теплового баланса с введением фронта температурного возмущения получено приближенное аналитическое решение задачи нестационарной теплопроводности при переменном во времени граничном условии (синусоидальный импульсный сигнал). Решение характеризуется очень грубым приближением, поскольку представлено температурным профилем в виде полинома второй степени. Настоящая работа является логическим продолжением [11, 12] и ставит целью адаптацию интегрального метода граничных характеристик (ИМГХ) в приложении к решению тепловых задач лазерного импульсного нагрева при термообработке материалов.

**Постановка задачи.** Найдем решение следующей задачи нестационарной теплопроводности в приближении полубесконечной среды (в безразмерной форме):

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial^2 T}{\partial x^2}, \ 0 < x < \infty, \ 0 < t \le \infty,$$
(1)

$$T(\xi, 0) = 0, \ \delta(0) = 0, \tag{2}$$

$$-\frac{\partial T(0,t)}{\partial \xi} = q(t) = q_0 \varphi(t), \tag{3}$$

$$T(x,t)\Big|_{x\to\infty} = 0, \tag{4}$$

где функция  $\phi(t)$  описывает временную форму импульса. С введением фронта температурного возмущения  $\delta(t)$  вместо граничного условия (4) имеем условия:

$$T(\delta,t) = 0, \quad \frac{\partial T(\delta,t)}{\partial x} = 0.$$
 (5)

Запишем общее решение задачи (1)–(4) в случае постоянства плотности мощности лазерного излучения в пределах пятна фокусировки [6]:

$$T^{*}(x,t) = \frac{q_{0}(1-R)}{\sqrt{\pi}} \int_{0}^{t} \frac{\varphi(t-\eta)}{\sqrt{\eta}} \exp(-x^{2}/4\eta) d\eta,$$
(6)

где R – коэффициент отражения излучения заданной длины волны поверхностью. Одномерность задачи для полуограниченного тела обусловлена тем, что лазерному модифицированию, как правило, подвергается поверхность тел, толщина которых (наряду с поперечными размерами пятна фокусировки лазерного излучения) намного превышает толщину модифицированного слоя. Равномерное распределение мощности излучения по пятну фокусировки реализуется с помощью специальных оптических элементов [2].

Для корректного анализа реальных временных форм лазерных импульсов будем исходить из постоянства энергии лазерного излучения. Отсюда в безразмерной форме мы приходим к условию  $\int_{0}^{t_0} \varphi(t) dt = 1$ . Далее будем использовать следующие аппроксимации реальных временных

форм лазерных импульсов единичной энергии:

прямоугольная (рис. 1, а)

$$\varphi(t) = \begin{cases} \varphi_1(t) = 1, \ 0 < t \leqslant \tau = 1\\ \varphi_2(t) = 0, \ t > \tau = 1 \end{cases},$$
(7)

треугольная (рис. 1, *b*)

$$\varphi(t) = \begin{cases} \varphi_1(t) = 2t / \tau^*, & 0 < t \le \tau^* \\ \varphi_2(t) = 2(\tau - t) / (\tau - \tau^*), \ \tau^* < t \le \tau = 1, \\ \varphi_3(t) = 0, & t > \tau \end{cases}$$
(8)

параболическая (рис. 1, а)

$$\varphi(t) = \begin{cases} \varphi_1(t) = \frac{6}{\tau^3} t(\tau - t), \ 0 < t \le \tau = 1\\ \varphi_2(t) = 0, \qquad t > 1 \end{cases}$$
(9)

*Прямоугольный импульс.* Нагрев полупространства под действием постоянной во времени удельной тепловой мощности описывается известным выражением [13]

$$T^* = 2(1-R)q_0\sqrt{t} \operatorname{ierfc}(x/2\sqrt{t}),$$
(10)

где ierfc $(x/2\sqrt{t}) = \exp(-x^2/4t)/\sqrt{\pi} - (x/2\sqrt{t})$  erfc $(x/2\sqrt{t})$ . Получим выражение для температурного поля после прекращения действия поверхностного источника теплоты продолжительностью т. Проще всего для этих целей пользоваться понятием стока [3, 6], под которым понимают источник теплоты с отрицательной плотностью потока. Использование стока теплоты,



Рис. 1. Параболическая и прямоугольная временные формы лазерных импульсов (*a*); треугольные временные формы лазерных импульсов при τ = 1/5 (*I*), 1/3 (*2*), 1/2 (*3*), 2/3 (*4*), 4/5 (*5*) (*b*)

Fig. 1. Parabolic and rectangular laser pulses (a) and triangular laser pulses with  $\tau = 1/5$  (1), 1/3 (2), 1/2 (3), 2/3 (4), and 4/5 (5) (b)

сдвинутого относительно источника теплоты на время действия импульса  $\tau$ , дает возможность, не решая задачи, записать формулу для температурного поля при  $t \ge \tau$ . В таком случае, сдвинув сток теплоты относительно источника теплоты на  $\tau$ , сразу запишем выражение для температурного профиля при  $t \ge \tau$ 

$$T^{*}(x,t) = \begin{cases} T^{*}(x,t), & 0 < t \le 1\\ T^{*}(x,t) - T^{*}(x,t-\tau), \ \tau \ge t < \infty \end{cases},$$
(11)

либо, введя в рассмотрение ассиметричную единичную функцию  $S_{-}(z) = \begin{cases} 1, z > 0 \\ 0, z \leq 0 \end{cases}$ , вместо (11) запишем

$$T^{*}(x,t) = T^{*}(x,t) - S_{-}(t-\tau)T^{*}(x,t-\tau), \quad 0 < t < \infty.$$
(12)

В частности, для первого (k = 1, N = 5) и второго (k = 2, N = 8) приближений в [12] получены решения для  $x \in [0, \delta_k(t)]$  при  $\delta_1(t) = 4,423\sqrt{t}$  и  $\delta_2(t) = 5,5797\sqrt{t}$  соответственно:

$$T^{(1)} = 1,12754\sqrt{t} - x + 0,2993\frac{x^2}{\sqrt{t}} - 0,021735\frac{x^3}{t} - 0,00457\frac{x^4}{t^{3/2}} + 0,00063\frac{x^5}{t^2},$$
(13)

$$T^{(2)} = 1,12834\sqrt{t} - x + \frac{x^2}{\sqrt{t}} \left( 0,2830 - 0,01357\frac{x^2}{t} + 0,001395\frac{x^3}{t^{3/2}} + 3,255 \cdot 10^{-4}\frac{x^4}{t^2} - 7,427 \cdot 10^{-5}\frac{x^5}{t^{5/2}} + 4,183 \cdot 10^{-6}\frac{x^6}{t^3} \right).$$
(14)

С учетом решений (11), (13), (14), введя ассиметричную функцию Хэвисайда, запишем

$$T^{(k)}(x,t) = T_1^{(k)} S_{-}(\delta_k(t) - x), \ t \in [0,\tau], \ x \in [0,\infty),$$
(15)

где k = 1, 2,... – порядок приближения. Отметим, что формула (15) справедлива для времен  $0 < t \le \tau$ . По аналогии с (12), введя понятие стока, сразу запишем выражение для температурного профиля во всей временной области ( $0 < t < \infty$ ):

$$T^{(k)}(x,t) = T_1^{(k)} S_-(\delta_k(t) - x) - S_-(t - \tau) S_-(\delta_k(t - \tau) - x) T_1^{(k)}(x,t - \tau), \ 0 < t < \infty,$$
(16)

где температурные функции  $T_1^{(k)}(x,t-\tau)$  определяются соответствующими выражениями *k*-го приближения с подстановкой  $t \to t - \tau$ . Для  $\delta_1(t-\tau)$  и  $\delta_2(t-\tau)$  (соответственно первое и второе приближение) получим:  $\delta_1(t-\tau) = 4,423\sqrt{t-\tau}, \delta_2(t-\tau) = 5,5797\sqrt{t-\tau}$ .

Температурные кривые точного и приближенного решений, рассчитанные для  $\tau = 1$  и характеризующие изменение температуры на разном удалении от поверхности полуограниченного тела, представлены на рис. 2, *а*. В данном случае было использовано решение (14) во втором при-



Рис. 2. Изменение во времени температуры (*a*) и скорости нагрева (*b*) на разном удалении от поверхности: *x* = 0 (*1*), 0,5 (2), 1 (3) 2 (4) при воздействии на полупространство прямоугольного лазерного импульса

Fig. 2. Time change in the temperature (*a*) and rate of heating (*b*) the semi-bounded body at a distance: x = 0 (*1*), 0.5 (*2*), 1 (*3*), and 2 (*4*) from it in the case of action of a rectangular laser pulse on the body
ближении. Как видим, имеет место практически полное совпадение данных кривых, причем как на стадии нагрева, так и на стадии охлаждения.

<u>На</u> основе полученных в [12] решений для температурной функции T(x, t) в приближениях k = 2,4 запишем формулу, описывающую изменение температуры поверхности полупространства:

$$T^{(k)}(0,t) = \sigma_k \sqrt{t} \left( 1 - S_{-}(t-\tau) \sqrt{1-\tau/t} \right), \quad 0 < t < \infty.$$
(17)

Здесь  $\sigma_2 = 1,12834$ ,  $\sigma_3 = 1,128376$ ,  $\sigma_4 = 1,1283794$ . Для определения скорости нагрева и охлаждения тела продифференцируем (12) по *t*:

$$\frac{dT^*}{dt} = \frac{1}{\sqrt{\pi t}} e^{-\frac{x^2}{4t}} \left( 1 - \sqrt{\frac{t}{t-\tau}} e^{-\frac{x^2}{4t(t-\tau)}} S_{-}(t-\tau) \right).$$
(18)

Из приближенного решения (14) найдем

$$\frac{dT^{(2)}}{dt} = \upsilon(t) S_{-} \left( 5,57971\sqrt{t} - x \right) - \upsilon(t - \tau) S_{-} (t - \tau) S_{-} \left( 5,57971\sqrt{t - \tau} - x \right), \tag{19}$$

где

$$\upsilon(z) = \frac{0,564168}{\sqrt{z}} - 0,141496\frac{x^2}{z^{3/2}} + 0,0203544\frac{x^4}{z^{5/2}} - 0,00279073\frac{x^5}{z^3} - 0,000813766\frac{x^6}{z^{7/2}} + 0,000222815\frac{x^7}{z^4} - 0,000014641\frac{x^8}{z^{9/2}},$$
(20)

причем  $z \equiv t \lor t - \tau$ . Графики точного (18) и приближенного (19) решений для скорости нагрева тела представлены на рис. 2, *b*. Отметим практически идеальное совпадение кривых скоростей нагрева для разноудаленных от поверхности точек.

*Треугольный импульс.* Треугольный импульсный поток, заданный формулой (8), представим в ином виде, воспользовавшись асимметричной единичной функцией Хэвисайда:

$$q(t) = \frac{2}{\tau_0} \left[ t S_{-}(\tau_0 - t) + \frac{t - \tau}{1/\tau_0 - \tau} \left( S_{-}(t - \tau) - S_{-}(t - \tau_0) \right) \right],$$
(21)

или, приняв τ = 1:

$$q(t) = \frac{2}{\tau_0} \left[ t S_{-}(\tau_0 - t) + \frac{t - 1}{1/\tau_0 - 1} \left( S_{-}(t - 1) - S_{-}(t - \tau_0) \right) \right].$$
(22)

Здесь τ<sub>0</sub> – параметр (относительное время), характеризующий крутизну переднего фронта импульса и отвечающий максимальному (пиковому) значению удельного теплового потока.

Для временной формы импульса (8) в работе [7] было получено решение для времен  $t \in [0, 1]$  следующего вида:

$$T(x,t) = \begin{cases} T_1(x,t) = \frac{4}{3\sqrt{\pi}} \frac{t^{3/2}}{\tau_0} \left[ 3\sqrt{\pi} \left( 1 + \frac{2}{3} \frac{x^2}{t} \right) \operatorname{ierfc} \left( \frac{x}{2\sqrt{t}} \right) - \exp(-\frac{x^2}{4t}) \right], & 0 \le t \le \tau_0, \\ T_2(x,t) = T_1(x,\tau_0) + \frac{4}{3\sqrt{\pi}} \frac{(t-\tau_0)^{3/2}}{1-\tau_0} \left[ \exp(-\frac{x^2}{4(t-\tau_0)}) + \frac{4}{3\sqrt{\pi}} \left( \frac{1-t}{1-\tau_0} - \frac{2}{3} \frac{x^2}{4(t-\tau_0)} \right) \operatorname{ierfc} \left( \frac{x}{2\sqrt{t-\tau_0}} \right) \right], & \tau_0 \le t \le 1 \end{cases}$$
(23)

и соответственно для температуры поверхности

$$T(0,t) = \begin{cases} T_1(0,t) = \frac{8}{3\sqrt{\pi}} \frac{t^{3/2}}{\tau_0}, & 0 \le t \le \tau_0, \\ T_2(0,t) = T_1(0,\tau_0) + \frac{4}{3\sqrt{\pi}} \frac{(3-\tau_0-2t)\sqrt{t-\tau_0}}{1-\tau_0}, & \tau_0 \le t \le 1. \end{cases}$$
(24)

Данные решения, а также последующие с ними действия, были полностью повторены в последующих работах тех же авторов [8, 9]. Однако, как показал анализ решений (23) и (24), для наиболее важного отрезка времени  $t \in [\tau_0, 1]$ , на котором происходит последующее приращение температуры поверхности, авторами [7–9] допущены существенные и очень грубые ошибки. Как следствие, формулы (23) и (24) для времен  $t \in [\tau_0, 1]$  дают заведомо неверный, очень сильно отличающийся от точного решения, результат. В этом можно легко убедиться, если, например, проанализировать решение (24), сопоставив его с точным решением (данное решение приведено далее).

*Точное решение*. Получим точное решение задачи при граничном условии (21). Для этого достаточно воспользоваться общим решением (6), подставив в него q(t) = t. В итоге имеем

$$T^{*}(x,t) = \frac{4t^{3/2}}{3\sqrt{\pi}} \left[ \left( 1 + \frac{x^{2}}{4t} \right) \exp\left( -\frac{x^{2}}{4t} \right) - \frac{3\sqrt{\pi}x}{4\sqrt{t}} \left( 1 + \frac{x^{2}}{6t} \right) \operatorname{erfc}\left( \frac{x}{2\sqrt{t}} \right) \right].$$
(25)

Основываясь на (21) и (25), придем к следующему выражению, описывающему температурный профиль в полуограниченном теле при действии на поверхности треугольного импульсного теплового потока (21) ( $\tau = 1$ ):

$$T^{*}(x,t) = \frac{2}{\tau_{0}} \left[ T^{*}(x,t) - \frac{1}{1-\tau_{0}} \left( T^{*}(x,t-\tau_{0})S_{-}(t-\tau_{0}) + \tau_{0}T^{*}(x,t-1)S_{-}(t-1) \right) \right].$$
(26)

Для температуры поверхности получаем

$$T^{*}(0,t) = \frac{8t^{3/2}}{3\tau_{0}\sqrt{\pi}} \left( 1 + \frac{\left(1 - \frac{1}{t}\right)^{3/2}}{\frac{1}{\tau_{0}} - 1} S_{-}(t-1) - \frac{\left(1 - \tau_{0}/t\right)^{3/2}}{1 - \tau_{0}} S_{-}(t-\tau_{0}) \right).$$
(27)

Сравнение результатов расчетов на основе (24) и (26) указывает на грубую ошибочность решения (24) (рис. 3, *a*). Из (26) определим момент времени  $t_m$ , который соответствует максимальному значению температуры поверхности  $T^*_{max}$ :  $t_m = 1/(2-\tau_0)$ . Отсюда

$$T_{\max}^{*}(0,t_{m}) = \frac{8}{3\sqrt{\pi(2-\tau_{0})}}.$$
(28)

Приближенное решение. Для получения приближенного решения задачи воспользуемся решением во втором приближении (k = 2) для граничного условия q(t) = t, полученным в [13]. С учетом асимметричной функции Хэвисайда запишем

$$T^{(2)}(x,t) = t^{3/2} \left( 0,752180 - \frac{x}{\sqrt{t}} + 0,568026 \frac{x^2}{t} - 0,175308 \frac{x^3}{t^{3/2}} + 0,030803 \frac{x^4}{t^2} - 0,002905 \frac{x^5}{t^{5/2}} + 0,0001143 \frac{x^6}{t^3} \right) S_{-}(5,33112\sqrt{t} - x).$$

$$(29)$$



Рис. 3. Изменение во времени температуры поверхности на основе точной формулы (27) (сплошная кривая) и формулы (24) (пунктирная кривая) (*a*); временные зависимости нагрева полупространства на разном удалении от поверхности: x = 0 (*I*), 1/4 (*2*), 1/2 (*3*), 3/4 (*4*), 1 (*5*) при воздействии лазерного импульса треугольной формы с параметром  $\tau = 0,5$  (*b*) Fig. 3. Time change in the surface temperature of the body, determined on the basis of the exact formula (27) (full line) and formula (24) (dotted line) (*a*), and dependence of the heating of the body at a distance of x = 0 (*I*), 1/4 (*2*), 1/2 (*3*), 3/4 (*4*), and 1 (*5*) from its surface in the case of action of a triangular laser pulse on the body with  $\tau = 0.5$  (*b*)

Отсюда по аналогии с (26) получим решение задачи для треугольного импульса (8)

$$T^{(2)}(x,t) = \frac{2}{\tau_0} \left[ T^{(2)}(x,t) - \frac{1}{1-\tau_0} \left( T^{(2)}(x,t-\tau_0) S_{-}(t-\tau_0) + \tau_0 T^{(2)}(x,t-1) S_{-}(t-1) \right) \right].$$
(30)

Температурные кривые для точного (26) и приближенного (30) решений, характеризующие изменение температуры на разном удалении от поверхности тела, представлены на рис. 3, *b*. Мы отмечаем практически полное совпадение приведенных температурных кривых как на стадии действия теплового импульса, так и после него.

Из (30) найдем температуру поверхности:

$$T^{(2)}(0,t) = \frac{1,50436}{\tau_0} \left[ t^{3/2} + \frac{\tau_0 (t-1)^{3/2}}{1-\tau_0} S_-(t-1) - \frac{(t-\tau_0)^{3/2}}{1-\tau_0} S_-(t-\tau_0) \right].$$
 (31)

Для момента времени  $t_m = 1/(2-\tau_0)$  из (31) получим приближенное выражение для максимальной температуры поверхности  $T_{\text{max}} \simeq 1,50451/\sqrt{2-\tau_0}$ , дающее значения  $T_{\text{max}}$  с погрешностью 0,0096 %.

Продифференцировав (26), придем к скорости изменения температуры поверхности:

$$\frac{dT^{*}(0,t)}{dt} = \frac{4}{\tau_{0}\sqrt{\pi}} \left( \sqrt{t} + \frac{\tau_{0}\sqrt{t-1}}{(1-\tau_{0})} S_{-}(t-1) - \frac{\sqrt{t-\tau_{0}}}{(1-\tau_{0})} S_{-}(t-\tau_{0}) \right).$$
(32)

Аналогично, основываясь на (31), запишем приближенное выражение для  $dT^{(2)}(0, t)/dt$ :

$$\frac{dT^{(2)}(0,t)}{dt} = \frac{2,25654}{\tau_0} \left( \sqrt{t} + \frac{\tau_0 \sqrt{t-1}}{(1-\tau_0)} S_-(t-1) - \frac{\sqrt{t-\tau_0}}{(1-\tau_0)} S_-(t-\tau_0) \right).$$
(33)

На рис. 4 показано изменение во времени температуры и скорости нагрева (охлаждения) поверхности полуограниченного тела для треугольного лазерного импульса при различных значениях параметра т. Расчет проведен на основе формул (27), (31)–(33). Видно полное слияние полученных кривых.

Параболический импульс. Параболический импульсный тепловой поток представляет существенный интерес. Далее последовательно остановимся на отыскании точного и приближенного решений на основе ИМГХ.

*Точное решение.* Временную функцию  $\phi(t)$  импульсного теплового потока, заданную с помощью выражения (9), запишем в ином виде ( $\tau = 1$ ):

$$\varphi(t) = 6t(1-t) - 6(t-1)(1-t+1)S_{-}(t-1), \quad 0 < t < \infty.$$
(34)



Рис. 4. Изменение во времени температуры поверхности полупространства (*a*) и скорости нагрева поверхности (*b*) при воздействии треугольного лазерного импульса с параметром  $\tau = 1/5$  (*1*), 1/3 (*2*), 1/2 (*3*), 2/3 (*4*), 4/5 (*5*)

Fig. 4. Time change in the surface temperature of the body (*a*) and in the rate of heating its surface (*b*) in the case of action of a triangular laser pulse with  $\tau = 1/5$  (*1*), 1/3 (*2*), 1/2 (*3*), 2/3 (*4*), and 4/5 (*5*) on the body

Проинтегрировав (6) с учетом (34), придем к следующему решению ( $0 \le t \le 1$ ):

$$T = \frac{2\sqrt{t}}{\sqrt{\pi}} \left( 4t \left( 1 - \frac{4}{5}t \right) + x^2 \left( 1 - \frac{9}{5}t - \frac{x^2}{10} \right) \right) e^{-\frac{x^2}{4t}} - x \left( t \left( 1 - t \right) + \frac{x^2}{6} \left( 1 - 2t - \frac{x^2}{10} \right) \right) \operatorname{erfc}\left( \frac{x}{2\sqrt{t}} \right).$$
(35)

Отсюда для температуры поверхности находим

$$T^*(0,t) = \frac{8t^{3/2}}{\sqrt{\pi}} \left(1 - \frac{4}{5}t\right), \quad 0 \le t \le 1.$$
(36)

Максимальное значение температуры поверхности устанавливается в момент времени  $t_m = 3/4$  и составляет  $T_{\text{max}}^* = \frac{1}{5} \sqrt{\frac{3}{\pi}}$ .

Приближенное решение. Для отыскания приближенного решения зададим температурный профиль полиномом седьмой степени (*N* = 7). В таком случае, используя граничные условия и пять тождественных равенств последовательности (60) [12], придем к системе линейных алгебраических уравнений

$$\begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 0 & 1 & 2 & 3 & 4 & 5 & 6 & 7 \\ 1 & 1/2 & 1/3 & 1/4 & 1/5 & 1/6 & 1/7 & 1/8 \\ 1/3 & 1/4 & 1/5 & 1/6 & 1/7 & 1/8 & 1/9 & 1/10 \\ 1/5 & 1/6 & 1/7 & 1/8 & 1/9 & 1/10 & 1/11 & 1/12 \\ 1/7 & 1/8 & 1/9 & 1/10 & 1/11 & 1/12 & 1/13 & 1/14 \\ 1/9 & 1/10 & 1/11 & 1/12 & 1/13 & 1/14 & 1/15 & 1/16 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_0 \\ a_1 \\ a_2 \\ a_3 \\ a_4 \\ a_5 \\ a_6 \\ a_7 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} -\delta(t)q(t) \\ 0 \\ 0 \\ Q_1(t)/\delta(t) \\ 2Q_2(t)/\delta(t)^3 \\ 24Q_3(t)/\delta(t)^5 \\ 720Q_4(t)/\delta(t)^7 \\ 40320Q_5(t)/\delta(t)^9 \end{pmatrix} .$$
(37)

Определив из (37) коэффициенты  $a_j$  ( $j = \overline{0,7}$ ) и применив далее соотношение (31) [12], придем к дифференциальному уравнению

$$\delta \frac{d\delta}{dt} = 24 \frac{10\,296Q_4\delta^2 - \frac{825Q_3}{7}\delta^4 + Q_2\delta^6 - \frac{Q_1}{140}\delta^8 + \frac{q}{22\,050}\delta^{10} - \frac{q'}{4\,233\,600}\delta^{12} - 494\,208Q_5}{10\,296Q_4\delta^2 - \frac{792Q_3}{7}\delta^4 + \frac{6Q_2}{7}\delta^6 - \frac{Q_1}{210}\delta^8 + \frac{q}{58\,800}\delta^{10} - 494\,208Q_5}$$
(38)

Для q(t) = t(1 - t) уравнение (38) принимает вид

$$\delta \frac{d\delta}{dt} = 24 \frac{F_1(q,t)}{F_2(q,t)},\tag{39}$$

где

$$F_{1}(g,t) = \frac{6864}{5}t^{5}(2t-7) - \frac{2002}{5}(t-3)t^{4}g^{2} + \frac{55}{4}t^{3}(2t-5)g^{4} - \frac{7}{6}(t-2)t^{2}g^{6} + \frac{1}{60}t(2t-3)g^{8} - \frac{(t-1)g^{10}}{1575} + \frac{(2-1/t)g^{12}}{302400},$$

$$F_{2}(g,t) = \frac{6864}{5}t^{5}(2t-7) - \frac{2002}{5}(t-3)t^{4}g^{2} + \frac{66}{5}t^{3}(2t-5)g^{4} - (t-2)t^{2}g^{6} + \frac{1}{90}t(2t-3)g^{8} - \frac{(t-1)g^{10}}{4200}.$$

С одной стороны, возможно численное решение дифференциального уравнения, при этом для задания начального условия для малого *t* воспользуемся асимптотическим разложением функции q(t) при  $t \rightarrow 0$ :  $q(t) \approx t$ . Отсюда при g(t) = t из (39) получим  $\delta(t) = \sqrt{26,7251t}$ . С другой сто-

роны, решение уравнения (39) может быть получено аналитически с представлением функции  $\delta(t)$  в виде степенного полинома  $\delta(t) = \sum_{i=1}^{M} d_j t^{\frac{2i-1}{2}}$ . Его подстановка в (39) с последующим приравниванием слагаемых при одинаковых степенях дает коэффициенты  $d_j$  ( $j = \overline{1, M}$ ). Для M = 7 находим  $\delta(t) = \sqrt{26,7251t} (1-0,07753t+0,0756t^2-0,11306t^3+0,1936t^4-0,36025t^5+0,7074t^6)$ . (40)

Как показывает анализ, полученное решение является расходящимся, что дает основание судить о его допустимости при 0 < t < 0,4 (рис. 5). Избежать расхождения решения при достаточно больших временах t позволяет диагональная аппроксимация Паде [13] с трансформацией решения (40) рациональной дробью  $\delta(t) = \alpha \sqrt{t} P_{(N-1)/2}(t) / Q_{(N-1)/2}(t)$ , где  $P_{N/2}(t)$  и  $Q_{N/2}(t)$  – полиномы степени (N - 1)/2. Из (40) получаем

$$\delta(t) = \frac{1+3,2081t+2,42209t^2+0,175606t^3}{1+3,28562t+2,60121t^2+0,241942t^3}\sqrt{26,7251t}.$$
(41)

Представленный на рис. 5 график, описываемый формулой (41), практически полностью сливается с кривой для численного решения дифференциального уравнения (38).

На рис. 6, *а* представлены температурные профили для разных моментов времени в пределах действия лазерного импульса, установленные на основе точной и приближенной формул.

Относительная ошибка, рассчитываемая как  $\varepsilon_T = (T(x, t) - T^*(x, t)) / T^*(0, t) \cdot 100 \%$ , при t = 0,5 не превышает значения 0,06 % (рис. 6, *b*).

Характерной особенностью полученных нами полиномиальных решений является возможность получения графических решений в виде полей изотермических линий. Отметим, что вопрос расчета и анализа кинематики формирования изотерм на основе классических аналитических решений приведен в [14].



Рис. 5. Временная зависимость фронта температурного возмущения при лазерном импульсе параболической временной формы (34): расчет температурного фронта возмущения на основе численного решения дифференциального уравнения (39) (сплошная кривая), по формуле (40) с сохранением шести (штриховая кривая) и семи (штрихпунктирная кривая) членов ряда и на основе (41) (пунктирная кривая)

Fig. 5. Time change in the temperature-disturbance front in the case of action of a parabolic laser pulse (34) on the body, calculated by Eq. (39) (full line), formula (40) with conservation of six (dashed line) and seven (dash-dotted line) series terms, and relation (41) (dotted line)



Рис. 6. Температурные профили при действии лазерного импульса параболической временной формы (34) в различные моменты времени: *t* = 0,1 (*I*), 0,2 (*2*), 0,5 (*3*), 1,0 (*4*) на основе точного решения (сплошная линия) и ИМГХ (пунктирная линия) (*a*); отклонение *E* при *t* = 0,2, *N* = 5 (сплошная линия) и *N* = 8 (штриховая линия) (*b*)

(0) (штриховая линия) (0

Fig. 6. Temperature profiles in the case of action of a parabolic laser pulse (34) on the body at the instants of time t = 0.1 (1), 0.2 (2), 0.5 (3), and 1.0 (4), obtained on the basis of the exact solution (full line) and the BChIM (dotted line), (*a*) and deviation *E* at t = 0.2 and N = 5 (full line) and N = 8 (dashed line) (*b*)

Принцип построения изотерм рассмотрим на примере параболического импульса. Задав различные значения температуры  $T_i$  (i = 1, 2, ...), получим следующее семейство уравнений:

$$\left(1 - \frac{x}{\delta(t)}\right)^2 \sum_{j=1}^{5} a_j(t) \left(\frac{x}{\delta(t)}\right)^j = T_i, \quad i = 1, 2, \dots,$$

$$(42)$$

которые задают зависимость

$$x_i = f(t, T_i), \quad i = 1, 2, \dots$$
 (43)

На рис. 7, *а* приведены построенные на основе (43) графики зависимости температур от координаты *x* и времени *t* (графики изотерм). Полученные кривые отмечают пространственно-временные области для разных значений относительной температуры. Не останавливаясь подробно на дальнейшем построении и анализе подобных изотерм, отметим, что данные кривые могут служить очень удобным инструментом в прогнозировании глубины и качества плазменной импульсной закалки. Они позволяют устанавливать не только значения температуры в зависимости от глубины от поверхности, но и времена (периоды), отвечающие данным температурам.

Одновременно с изотермами важным параметром для плазменной импульсной закалки является скорость нагрева/охлаждения) [1–9]. В связи с этим полученные в настоящей работе полиномиальные решения позволяют достаточно легко строить изолинии равных скоростей нагрева/охлаждения. Продифференцировав выражение (42) по *t*, запишем

$$\frac{x}{\delta} \left(\frac{\delta'}{\delta}\right) \left[2a_0 + \sum_{j=1}^5 a_j \left(\left(2+j\right)\frac{x}{\delta} - j\right)\right] + \left(1 - \frac{x}{\delta}\right) \sum_{i=0}^6 a_j' \left(\frac{x}{\delta}\right)^i = \left(\frac{dT}{dt}\right)_i = v_i, \quad i = 1, 2, \dots,$$
(44)

где

$$\frac{\delta'}{\delta} = \frac{11,7684 + 74,5963t + 174,731t^2 + 182,985t^3 + 80,6931t^4 + 9,2308t^5 + 0,5t^6}{t(23,5369 + 152,842t + 366,326t^2 + 393,55t^3 + 180,14t^4 + 24,5441t^5 + t^6)}$$

На рис. 7, *b* представлены построенные на основе (44) графики для одинаковых скоростей нагрева/охлаждения (изотахи). Обращает внимание формирование двух характерных областей соответственно для положительного и отрицательного значений скорости  $\upsilon$ . Их отделяет нулевая изохора  $\upsilon = 0$ , имеющая начало в точке t = 3/4 при x = 0.



Рис. 7. Изотермы (*a*) и изотахи (*b*) в полупространстве при воздействии на полупространство лазерного импульса параболической временной формы

Fig. 7. Isotherms (a) and isothahs (b) of the semi-bounded body in the case of action of a parabolic pulse on it

Заключение. Получены точные и приближенные решения нестационарной задачи теплопроводности для полуограниченного тела при действии на поверхности лазерного импульсного теплового потока. Последовательно рассмотрены прямоугольная, треугольная и параболическая временные функции лазерного импульса. Построенные полиномиальные решения на основе интегрального метода граничных характеристик дают практически точные решения для температурной функции T(x, t) и ее производной dT(x, t)/dt, причем как на стадии нагрева, так и стадии охлаждения. Представленный в работе подход с описанием решений в виде степенных полиномов позволяет достаточно просто и эффективно находить решения в виде одинаковых температур (изотермы) и линий равных скоростей нагрева/охлаждения (изотахи). Из анализа полученных результатов следует, что эффективное решение технологических задач, в основе которых лежит использование импульсного лазерного излучения, во многом определяется успешным решением задачи управления временной формой лазерного импульса. В дальнейшем предполагается на основе ИМГХ с использованием полученных результатов решить ряд важных задач по оптимизации нагрева и охлаждения поверхности массивных тел под действием импульсных лазерных излучений разной формы, в том числе состоящих из серии импульсов.

### Список использованных источников

1. Коваленко, В.С. Упрочнение и легирование деталей машин лучом лазера / В.С. Коваленко, Л.Ф. Головко, В.С. Черненко. – Киев: Техніка, 1990. – 192 с.

2. Гуреев, Д.М. Основы физики лазеров и лазерной обработки материалов / Д.М. Гуреев, С.В. Ямщиков. – Самара: СамГУ, 2001. – 393 с.

3. Рыкалин, Н. Н. Расчеты тепловых процессов при сварке / Н. Н. Рыкалин. – М.: Машиностроение, 1951. – 296 с.

4. Реди, Дж. Промышленные применения лазеров / Дж. Реди. – М.: Мир, 1981. – 640 с.

5. Взаимодействие лазерного излучения с металлами / А.М. Прохоров [и др.]. – М.: Наука, 1988. – 550 с.

6. Рыкалин, Н. Н. Лазерная обработка материалов / Н. Н. Рыкалин, А. А. Углов, А. Н. Кокора. – М.: Машиностроение, 1975. – 2296 с.

7. Гуреев, Г.Д. Влияние временной формы лазерного импульса на характер изменения температуры поверхности на стадии нагрева / Г.Д. Гуреев, М.Д. Гуреев // Вестн. Самар. гос. техн. ун-та. Сер.: Физ.-мат. науки. – 2008. – Вып. 1 (16). – С. 130–135. https://doi.org/10.14498/vsgtu584

8. Гуреев, Г.Д. Сопоставительный анализ скоростей нагрева поверхности лазерными импульсами различной временной формы / Г.Д. Гуреев, Д.М. Гуреев // Вестн. Самар. гос. техн. ун-та. Сер.: Физ.-мат. науки. – 2009. – Вып. 1 (18). – С. 191–197. https://doi.org/10.14498/vsgtu637

9. Гуреев, Г.Д. К вопросу о зависимости глубины зоны импульсной лазерной закалки от временной формы импульса / Г.Д. Гуреев, Д.М. Гуреев // Вестн. Самар. гос. техн. ун-та. Сер.: Физ.-мат. науки. – 2009. – Вып. 2 (19). – С. 284–287. https://doi.org/10.14498/vsgtu681

10. Стефанюк, Е.В. Управление потоком лазерного излучения при обработке материалов / Е.В. Стефанюк // Изв. высш. учеб. заведений. Проблемы энергетики. – 2009. – № 5–6.– С. 10–17.

11. Кот, В.А. Интегральный метод решения задач теплопроводности с граничным условием второго рода. 1. Основные положения / В.А. Кот // Вес. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – Т. 63, №2. – С. 201–213. https://doi.org/10.29235/1561-8358-2018-63-2-201-213

12. Кот, В.А. Интегральный метод решения задач теплопроводности с граничным условием второго рода. 2. Анализ точности / В.А. Кот // Вес. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2018. – Т. 63, № 3. – С. 318–332. https://doi.org/10.29235/1561-8358-2018-63-3-318-332

13. Бейкер, Дж. Аппроксимация Паде / Дж. Бейкер, П. Грейвс-Моррис. – М.: Мир, 1986. – 502 с.

14. Цирельман, Н. М. Прямые и обратные задачи тепломассопереноса / Н. М. Цирельман. – М.: Энергоатомиздат, 2005. – 392 с.

### References

1. Kovalenko V. S., Golovko L. F., Chernenko V. S. *Hardening and Doping of Machine Elements by Laser Beam*. Kiev, Tekhnika, 1990. 192 p. (in Russian).

2. Gureev D. M., Yamshchikov S. V. Foundations of Laser Physics and Laser Processing of Materials. Samara, Samara State University Publ., 2001. 393 p. (in Russian).

3. Rykalin N. N. Calculations of Thermal Processes in Welding. Moskow, Mashinostroenie Publ., 1951. 296 p. (in Russian).

4. Redi D. Industrial Applications of Lasers. N. Y., Academic Press, 1978. 604 p. https://doi.org/10.1016/B978-0-12-583960-0.X5001-1

5. Prokhorov A. M., Konov V. I., Ursu I., Mikheilesku I. N. Interaction of Laser Radiation with Metals. Moskow, Nauka Publ., 1988. 550 p. (in Russian).

6. Rykalin N. N., Uglov A. A., Kokora A. N. *Laser Processing of Materials*. Moskow, Mashinostroenie Publ., 1975. 2296 p. (in Russian).

7. Gureev G. D., Gureev D. M. Influence of temporal form of laser pulse on surface temperature change by heating. *Vestnik Samarskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta. Seriya: Fiziko-matematicheskie nauki = Journal of Samara State Technical University, Ser. Physical and Mathematical Sciences*, 2008, iss. 1 (16), pp. 130–135 (in Russian). https://doi.org/10.14498/vsgtu584

8. Gureev G. D., Gureev D. M. Comparative analysis of speeds of surface heating by laser impulses of different temporal form. *Vestnik Samarskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta. Seriya: Fiziko-matematicheskie nauki = Journal of Samara State Technical University, Ser. Physical and Mathematical Sciences*, 2009, iss. 1 (18), pp. C. 191–197 (in Russian). https://doi.org/10.14498/vsgtu637

9. Gureev G. D., Gureev D. M. To the question of dependence of pulse laser hardening zone depth on pulse temporal form *Vestnik Samarskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta. Seriya: Fiziko-matematicheskie nauki = Journal of Samara State Technical University, Ser. Physical and Mathematical Sciences*, 2009, iss. 2 (19), pp. 284–287 (in Russian). https://doi.org/10.14498/vsgtu681

10. Stefanyuk E. V. Control of a laser-radiation beam in the processing of materials. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedenii. Problemy energetiki = Proceedings of the Higher Educational Institutions. Energy Sector Problems*, 2009, no. 5–6, pp. 10–17 (in Russian).

11. Kot V. A. Integral method of solving heat-conduction problems with the second-kind boundary condition. 1. Basic statements. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnych navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2018, vol. 63, no. 2, pp. 201–213 (in Russian). https://doi. org/10.29235/1561-8358-2018-63-2-201-213

12. Kot V. A. Integral method of solving heat-conduction problems with the second-kind boundary condition. 2. Analysis of accuracy. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnych navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2018, vol. 63, no. 3, pp. 318–332 (in Russian). https://doi.org/10.29235/1561-8358-2018-63-3-318-332

13. Beiker D., Greivs-Morris P. Pade Approximation. Cambridge University Press, 1996. https://doi.org/10.1017/CBO9780511530074

14. Tsirel'man N. M. *Direct and Inverse Problems on Heat and Mass Transfer*. Moskow, Energoatomizdat Publ., 2005. 392 p. (in Russian).

### Информация об авторе

Кот Валерий Андреевич – кандидат технических наук, старший научный сотрудник лаборатории турбулентности, Институт тепло- и массообмена имени А.В. Лыкова Национальной академии наук Беларуси (ул. П. Бровки, 15, 220072, Минск, Республика Беларусь). E-mail: valery.kot@hmti.ac.by

### Information about the author

Valery A. Kot – Ph. D. (Engineering), Senior Researcher of the Laboratory of Turbulence, A. V. Luikov of Heat and Mass Transfer Institute of the National Academy of Sciences of Belarus (15, P. Brovka Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: valery.kot@hmti.ac.by ISSN 1561-8358 (Print) ISSN 2524-244X (Online) УДК 536.246.2 https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-81-86

Поступила в редакцию 20.11.2017 Received 20.11.2017

# Г.И. Журавский

Институт тепло- и массообмена имени А.В. Лыкова Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь

# ТЕХНОЛОГИЯ И ОБОРУДОВАНИЕ ПЕРЕРАБОТКИ ВТОРИЧНОГО УГЛЕВОДОРОДСОДЕРЖАЩЕГО СЫРЬЯ

Аннотация. Обоснована концепция «парового термолиза», то есть использования перегретого водяного пара как эффективного теплоносителя и инертной среды для снижения образования экологически опасных соединений в процессе термохимического разложения органических отходов и возможности получения ценных конечных продуктов, которые могут быть сертифицированы как топлива, добавки к топливам, сырьевые материалы и компоненты для получения некоторых видов продукции. На основании исследования разложения органических отходов в среде перегретого водяного пара разработана термохимическая технология переработки углеводородсодержащего сырья.

Для реализации технологии переработки углеводородсодержащего сырья следует осуществить нагрев сырья до заданной температуры, выдержать сырье при данной температуре в течение времени, необходимого для полного удаления углеводородов и воды, произвести охлаждение и конденсацию парогазовых продуктов, охладить твердые продукты. Все эти процессы (нагрев, выдержка при заданной температуре, охлаждение, конденсация) связаны с подводом энергии (нагрев и выдержка) и отводом энергии (конденсация и охлаждение продуктов). На основании закона сохранения энергии сформулировано уравнение теплопереноса и получено его решение, позволяющее рассчитывать необходимое время полного протекания процесса термического разложения углеводородов.

Новая технология аппаратурно оформлена в виде линии для переработки нефтесодержащих отходов, установленной на территории компании ООО «Промышленно-транспортная корпорация» (г. Ангарск, Россия). С помощью данного оборудования экспериментально в опытно-промышленных условиях доказано, что в результате парового термолиза нефтяных шламов происходит образование бензиновой фракции, увеличивается содержание керосиновой и дизельной фракций и значительно снижается содержание мазутной фракции.

Ключевые слова: органические отходы, термохимическая конверсия, водяной пар, топливо, экологические показатели

Для цитирования: Журавский, Г.И. Технология и оборудование переработки вторичного углеводородсодержащего сырья / Г.И. Журавский // Вес. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2019. – Т. 64, № 1. – С. 81–86. https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-81-86

### G.I. Zhuravski

A. V. Luikov Heat and Mass Transfer Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Belarus

### TECHNOLOGY AND EQUIPMENT FOR PROCESSING OF SECONDARY HYDROCARBONS

Abstract. The concept of "steam thermolysis", specifically, the use of overheated water steam as an effective coolant and inert medium to reduce the formation of environmentally hazardous compounds in the process of thermochemical decomposition of organic waste and to have the possibility of obtaining valuable end products that can be certified as fuels, fuel additives, raw materials and components for certain products, is grounded. Based on the study of decomposition of organic waste in a superheated water steam environment, a thermochemical technology for processing of hydrocarbon-containing raw materials has been developed.

To implement the technology of processing hydrocarbon-containing raw materials, it is necessary to heat the raw material up to the specified temperature, maintain the raw material at this temperature for the time required for complete removal of hydrocarbons and water, to cool and condense the steam-gas products, and to cool the solid products. All these processes (heating, holding at a given temperature, cooling, condensation) are associated with the supply of energy (heating and soaking) and energy removal (condensation and cooling of products). On the basis of the law of conservation of energy, the heat transfer equation is formulated and its solution is computed, which makes it possible to calculate the necessary time for the complete course of the thermal decomposition of hydrocarbons.

The new technology is instrumentally designed as a line for processing of oil-containing waste, installed on the territory of the company Industrial-transport corporation LLC (Angarsk, Russia). With the help of this equipment, it was proved

<sup>©</sup> Журавский Г.И., 2019

experimentally under experimental industrial conditions, that as a result of steam thermolysis of oil sludges, the formation of a gasoline fraction occurs, the content of kerosene and diesel fractions increases, and the content of the black oil fraction decreases significantly.

Keywords: organic waste, thermochemical conversion, water steam, fuel, environmental indicators

**For citation:** Zhuravski G. I. Technology and equipment for processing of secondary hydrocarbons. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnych navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2019, vol. 64, no. 1, pp. 81–86 (in Russian). https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-81-86

**Введение.** Анализ динамики образования отходов приводит к выводу, что дальнейшее развитие производства не может осуществляться без учета экологических аспектов, связанных с накоплением отходов. В настоящее время возможно повторно использовать до 2/3 образующихся отходов, а в будущем производство должно базироваться на возобновляемых и вторичных ресурсах.

Одним из видов крупнотоннажных отходов, которые постоянно накапливаются и представляют высокую опасность для окружающей среды, являются нефтяные отходы в виде нефтезагрязненных грунтов и нефтяных шламов. Количество постоянно образующихся нефтяных отходов в среднем составляет около 2,5 % от количества ежегодно добываемой нефти.

Можно выделить шесть наиболее используемых методов переработки данного вида отходов: термические, химические, механические, биологические, сорбционные, методы закачки в пласт. Каждый из этих методов имеет ряд преимуществ и недостатков. В то же время необходимо отметить, что универсального метода переработки нефтяных отходов не существует.

Для создания эффективного метода, позволяющего перерабатывать широкий спектр отходов, наиболее перспективным представляется направление, которое связано с использованием термохимической конверсии [1–5].

Паровой термолиз углеводородсодержащих отходов. В рамках научно-технического сотрудничества между Институтом тепло- и массообмена имени А.В. Лыкова Национальной академии наук Беларуси и ЗАО «НПО Инноватех» (г. Санкт-Петербург, Россия) разработан технологический процесс и оборудование для переработки нефтесодержащих отходов.

Технологический процесс основан на обработке отходов перегретым водяным паром при температурах выше 600 °C, в результате чего протекает термохимическая конверсия (термолиз) органических составляющих отходов с образованием газообразных, твердых и жидких продуктов.

Новая технология аппаратурно оформлена в виде линии для переработки нефтесодержащих отходов (рисунок), которая установлена на территории компании ООО «Промышленнотранспортная корпорация» (г. Ангарск, Россия). С помощью данного оборудования экспериментально в опытно-промышленных условиях обоснована технология термолизной переработки нефтесодержащих отходов.

Технология реализуется следующим образом. Вначале происходит предварительный нагрев нефтяного шлама, для чего используется установленное в узле загрузки 2 специальное оборудование в виде теплообменного аппарата, обогреваемого горячей водой. Нагретый до температуры 80–90 °С нефтяной шлам из узла загрузки подают в контейнеры, установленные на цепи транспортера в реакторе термолиза *1*.

После загрузки нефтяного шлама с помощью специального привода циклически перемещают контейнеры в реакторе термолиза от входа к выходу таким образом, чтобы каждый последующий контейнер установился напротив камеры загрузки.

Из емкости для топлива 3 в топку сжигания 4 подают жидкое топливо и сжигают его. Одновременно из накопителя отстойника жидкой фракции 7 в топку 4 подают воду. В топке данная вода подвергается термической обработке (нагревается и испаряется), в результате которой сгорают находившиеся в воде нефтепродукты. Таким образом, в результате огневой обработки происходит очищение воды.

Подача воды в топку приводит к снижению образования оксидов азота при сжигании топлива в несколько раз, что позволяет не только утилизировать загрязненную нефтепродуктами воду, но и улучшить экологические показатели работы топки (снизить выбросы оксидов азота в атмосферу в несколько раз).

В результате сжигания жидкого топлива и воды образуются дымовые газы с высокой температурой. Они используются для обогрева реактора термолиза *1*.



Аппаратурное оформление технологии: 1 – реактор термолиза, 2 – узел загрузки шлама, 3 – емкость для топлива, 4 – топка сжигания, 5 – конденсатор тяжелой фракции, 6 – конденсатор легкой фракции, 7 – накопитель-отстойник жидкой фракции, 8 – скруббер

Technological design of the technology: 1 – thermolysis reactor, 2 – sludge loading unit, 3 – capacity for fuel, 4 – combustion furnace, 5 – heavy fraction condenser, 6 – light fraction condenser, 7 – liquid fraction storage tank, 8 – scrubber

По мере продвижения шлама в контейнерах в реакторе от загрузки к выгрузке происходит их нагревание, в результате чего вначале испаряются остаточная вода и углеводороды с низкой температурой кипения, а затем при дальнейшем нагреве осуществляется термическое разложение высокомолекулярных соединений с образованием газообразных продуктов.

В реакторе термолиза *1* газообразные продукты, которые выделились из нефтяного шлама, смешиваются с водяным паром, образуя парогазовую смесь. Эта смесь непрерывно выводится из реактора вначале в конденсатор тяжелой фракции *5*, где газообразные продукты термолиза шлама охлаждаются с 650–700 до 400–450 °C.

Охлажденные в конденсаторе тяжелой фракции 5 и очищенные от тяжелых фракций (битума) газообразные продукты при температуре 400–450 °С подаются в конденсатор легкой фракции *6*, где их охлаждают путем теплообмена с водой, которую прокачивают от системы охлаждения через кожух конденсатора.

В конденсаторе легкой фракции 6 полностью конденсируется водяной пар и часть углеводородов, в результате чего образуется жидкая фаза, содержащая воду и жидкие углеводороды.

Смесь водяного конденсата и легкой фракции из конденсатора 6 сливают в накопительотстойник жидкой фракции 7, где происходит отделение жидких продуктов термолиза от воды, то есть образуется загрязненная углеводородами вода, которую утилизируют путем термической обработки в топке сжигания 4. Отделенные от воды жидкие продукты из накопителя подают в специальную емкость.

Неконденсирующиеся углеводороды из конденсатора легкой фракции 6 с помощью насоса подаются в топку сжигания 4. Из реактора *1* твердые продукты термолиза нефтяного шлама через шлюзовую камеру выгрузки с помощью охлаждаемого водой транспортера выгрузки подаются на склад.

Продукты сгорания с помощью дымососа выводятся из рубашки обогрева реактора термолиза и подаются в скруббер 8, где их орошают водой. В результате орошения из продуктов сгорания поглощается пыль и кислые газы.

Из скруббера 8 через дымовую трубу очищенные продукты сгорания выбрасываются в атмосферу. Для реализации термолизной технологии переработки нефтесодержащих отходов следует осуществить нагрев их до заданной температуры (зависит от вида отходов; в нашем случае, как показал эксперимент, необходимая температура составляет 600–650 °C), выдержать отходы при данной температуре в течение времени, необходимого для полного удаления нефтепродуктов и воды, произвести охлаждение и конденсацию парогазовых продуктов, охладить твердые продукты.

Все эти процессы (нагрев, выдержка при заданной температуре, охлаждение, конденсация) связаны с подводом энергии (нагрев и выдержка) и отводом энергии (конденсация и охлаждение продуктов). Реактор термолиза отходов обогревается продуктами сгорания топлива. Необходимый расход топлива  $M_{\rm T}$  для обеспечения работы реактора определяется на основании следующего соотношения:

$$M_T = \frac{Q_R}{\eta_T Q_T},\tag{1}$$

где  $Q_T$  – удельная теплота сгорания топлива,  $Q_R$  – расход энергии на процесс термолиза 1 кг отходов,  $\eta_T$  – коэффициент полезного действия реактора.

Как показывают эксперименты, при термолизе нефтесодержащих отходов образуются горючие газы и жидкие углеводороды. При этом количество горючих газов в среднем не превышает 20 мас.% от количества нефтепродуктов в отходах.

Таким образом, даже при термолизе самых богатых нефтепродуктами шламов образующихся горючих газов недостаточно для полного энергетического обеспечения технологического процесса, и поэтому необходимо добавлять дополнительное топливо.

Количество дополнительного топлива  $M_D$  в общем случае может быть рассчитано по соотношению

$$M_{D} = M_{T} - \frac{0, 2M_{H}Q_{G}}{Q_{D}},$$
(2)

где  $M_{\rm H}$  – количество нефтепродуктов в шламе,  $Q_D$  – удельная теплота сгорания дополнительного топлива,  $Q_G$  – удельная теплота сгорания горючих газов.

Основным параметром, наряду с расходом энергии и топлива, является необходимое время термолиза нефтесодержащих отходов.

На основании закона сохранения энергии запишем

$$C\rho V_0 \frac{dT}{d\tau} = \alpha S \left( T_C - T_S \right) - q_C V_0, \tag{3}$$

где  $C\rho V_0 \frac{dT}{d\tau}$  – расход тепла на нагрев и термолиз отходов,  $\alpha S(T_C - T_S)$  – скорость подвода тепла к отходам,  $q_C V_0$  – скорость расходования тепла на испарение жидкостей (вода и углеводороды) и процесса термолиза углеводородов;  $T_C$  – текущая температура в реакторе;  $T_S$  – текущая температура поверхности отходов.

Из решения этого уравнения следует выражение для расчета необходимого времени термолиза нефтяного шлама

$$\tau_{R} = \frac{T_{R} - T_{0} + \frac{q_{C}(\rho_{0} - \rho_{\kappa})}{(\rho_{0} - \rho_{\kappa})C_{0} - (C_{0} - C_{\kappa})\rho_{0}} \ln \frac{C_{\kappa}\rho_{0}}{C_{0}\rho_{\kappa}}}{\frac{\alpha S_{0}(T_{C} - T_{0})}{V_{0}\{C_{\kappa}\rho_{0} - \rho_{\kappa}C_{0}\}} \left\{ \ln \frac{C_{\kappa}\rho_{0}}{C_{0}\rho_{\kappa}} - \left[\frac{C_{0}}{C_{0} - C_{\kappa}} \ln \left(\frac{C_{\kappa}}{C_{0}}\right) - \frac{\rho_{0}}{\rho_{0} - \rho_{\kappa}} \ln \left(\frac{\rho_{\kappa}}{\rho_{0}}\right)\right] \right\}},$$
(4)

где  $T_R$  – заданная температура термолиза;  $T_0$  – температура поступающих в реактор отходов;  $T_C$  – температура в реакторе термолиза;  $C_0$  – удельная начальная теплоемкость отходов;  $C_{\kappa}$  – удельная конечная теплоемкость отходов (после термолиза);  $V_0$  – начальный объем нефтесодержащих отходов (до термолиза);  $S_0$  – поверхность, ограничивающая объем  $V_0$ ;  $q_C$  – удельная скрытая теплота термолиза;  $\alpha$  – коэффициент теплопередачи к поверхности отходов;  $\rho_0$  – начальная плотность отходов (после термолиза).

Используя следующие исходные данные, выполним расчет необходимого времени термолиза нефтесодержащих отходов  $\tau_R$  для следующих условий:  $T_C = 700$  °C;  $T_0 = 90$  °C;  $\rho_0 = 1955$  кг/м<sup>3</sup>;  $V_0 = 0.033$  м<sup>3</sup>;  $\rho_{\kappa} = 1267$  кг/м<sup>3</sup>;  $C_0 = 1.35$  кДж/кг °C;  $C_{\kappa} = 0.624$  кДж/кг °C;  $q_C = 2767$  кДж/кг;  $S_0 = 0.83$  м<sup>2</sup>;  $T_R = 650$  °C;  $\alpha = 62$  Вт/м<sup>2</sup> °C.

Как следует из расчета для протекания полного термолиза отходов, необходимое время составляет 7144 с (около 2 ч).

Сравнение расчетных данных по (4) с экспериментальными показывает их хорошее согласование, что подтверждает возможность расчета такого важного параметра, как время термолиза, по вышеприведенному соотношению.

При термолизной переработке отходов, содержащих значительные количества механических примесей кроме горючих газов и жидких углеводородов, образуется твердый остаток с содержанием около 2,5 мас.% углерода. Исходя из анализа состава можно сделать вывод, что твердый остаток термолиза нефтесодержащих отходов относится к 4-му классу опасности. Данный твердый остаток может использоваться в строительной отрасли для производства стройматериалов как наполнитель.

В таблице приведены результаты переработки нефтяных шламов.

Проба	Жидкие углеводороды, мас.%			
	Бензин, С <sub>5</sub> –С <sub>10</sub>	Керосин, С <sub>11</sub> -С <sub>13</sub>	Дизтопливо, С <sub>14</sub> –С <sub>20</sub>	Мазут, С <sub>21</sub> –С <sub>35</sub>
АСПО				
исходное сырье	_	3,81	25,87	70,32
продукты термолиза	26,70	20,67	44,10	8,53
Нефтешлам из УНП 1				
исходное сырье	_	6,24	59,98	33,78
продукты термолиза	14,53	17,08	41,85	26,54
Нефтешлам из УПН 2				
исходное сырье	_	1,22	41,74	57,04
продукты термолиза	17,85	16,49	38,46	27,20

Состав отходов и продуктов парового термолиза The composition of the waste and products of steam thermolysis

Как следует из анализа таблицы, в результате парового термолиза нефтяных шламов происходит образование бензиновой фракции, увеличивается содержание керосиновой и дизельной фракций и значительно снижается содержание мазутной фракции.

Воздействие на окружающую среду. С целью определения экологических показателей технологии термохимической переработки органических отходов были выполнены экспериментальные исследования выбросов при переработке органических отходов, содержащих в том числе и нефтяные отходы.

Исследования проводились на территории компании AIRBUS (г. Тулуза, Франция), куда из г. Минска была доставлена экспериментальная установка. Отбор проб выбросов и их изучение выполняла фирма NORISKO (Франция), имеющая соответствующее оборудование и необходимые международные сертификаты для проведения работ подобного рода. Технологический процесс включал паровой термолиз и сжигание газообразных продуктов разложения отходов. Специалисты Института тепло- и массообмена имени А.В. Лыкова Национальной академии наук Беларуси участвовали в проведении исследований, обеспечивая работу оборудования и контроль технологических параметров процесса термической переработки отходов.

Анализ экспериментальных данных показал, что по всем исследованным показателям технологический процесс удовлетворяет требованиям охраны окружающей среды. Особенно необходимо отметить, что процесс соответствует международным нормативам по выбросам диоксинов.

Заключение. Найдены новые технические решения, позволяющие «нейтрализовать» агрессивную среду в реакторе путем подачи водяного пара на стадии термического разложения отходов и тем самым снизить воздействие вредных соединений и их выход в рабочую зону. В результате экспериментов была обоснована концепция «парового термолиза», то есть использования водяного пара как эффективного теплоносителя и инертной среды для снижения образования экологически опасных соединений в процессе термохимического разложения органических отходов и возможности получения ценных конечных продуктов, которые могут быть сертифицированы как топлива, добавки к топливам, сырьевые материалы и компоненты для получения некоторых видов продукции.

Стратегической перспективой развития данного направления является разработка на основе полученных результатов новых технологий переработки нефтесодержащих песков и залежей асфальтитов, запасы которых значительно превышают запасы нефти.

### Список использованных источников

1. Паровой термолиз органических отходов / Г.И. Журавский [и др.]. – Минск: Ин-т тепло- и массообмена им. А.В. Лыкова НАН Беларуси, 2001. – 135 с.

2. Аристархов, Д.В. Технологии и оборудование для переработки резинотехнических отходов / Д.В. Аристархов, Г.И. Журавский. – LAP LAMBERT Academic Publishing GmbH& Co.KG, Germany, 2012. – 124 с.

3. Журавский, Г.И. Получение топлив на основе продуктов парового термолиза органических отходов / Г.И. Журавский, А.С. Матвейчук, П.Л. Фалюшин // Инж.-физ. журн. – 2005. – Т. 78, №4. – С. 58–62.

4. Журавский, Г.И. Топливо из отходов / Г.И. Журавский // Наука и инновации. – 2012. – № 9. – С. 10–13.

5. Журавский, Г.И. Технологии и оборудование для переработки резинотехнических отходов / Г.И. Журавский, Д.В. Аристархов, А.С. Матвейчук // Экология и промышленность России. – 2012. – № 4. – С. 4–7.

### References

1. Zhuravski G. I., Aristarkhov D. V., Egorov N. N., Polesski E. P. *Steam Thermolysis Organic Waste*. Minsk, A. V. Luikov Heat and Mass Transfer Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, 2001. 135 p. (in Russian).

2. Aristarkhov D. V., Zhuravski G.I. *Technology and Hardware for Rubber Waster Recycling*. LAP LAMBERT Academic Publishing GmbH& Co.KG. Germany, 2012. 124 p. (in Russian).

3. Zhuravski G. I., Matveichuk A. C., Falushin P.L. Obtaining of Fuels Based on Products of Organic-Waste Steam Thermolysis. *Journal of Engineering Physics and Thermophysics*, 2005, vol. 78, iss. 4, pp. 684–689. https://doi.org/10.1007/s10891-005-0114-6

4. Zhuravski G. I. Fuel from waste. Nauka i innovazii = Science and Innovations, 2012, no. 9, pp. 10–13 (in Russian).

5. Zhuravski G. I., Aristarkhov D. V., Matveichuk A. C. Technology and hardware for rubber waster recycling. *Ecologiya i promyshlenost' Rossii = Ecology and Industry in Russia*, 2012, no. 4, pp. 4–7 (in Russian).

### Информация об авторе

Журавский Геннадий Иванович – доктор технических наук, главный научный сотрудник, Институт тепло- и массообмена имени А.В. Лыкова Национальной академии наук Беларуси (ул. П. Бровки, 15, 220071, Минск, Республика Беларусь). E-mail: gena.zhuravsky@ gmail.com

### Information about the author

*Gennadi I. Zhuravski* – D. Sc. (Enginering), Chief Researcher, A. V. Luikov Heat and Mass Transfer Institute of the National Academy of Sciences of Belarus (15, P. Brovka Str., 220071, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: gena. zhuravsky@gmail.com ISSN 1561-8358 (Print) ISSN 2524-244X (Online) УДК 532.529 https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-87-97

Поступила в редакцию 07.06.2018 Received 07.06.2018

# Е.А. Пицуха, Э.К. Бучилко, Ю.С. Теплицкий, Д.С. Слижук

Институт тепло- и массообмена имени А.В. Лыкова Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь

# ТЕПЛООБМЕН В ВИХРЕВОЙ ЗОНЕ ЦИКЛОННО-СЛОЕВОЙ КАМЕРЫ ТОПОЧНОГО УСТРОЙСТВА С КИПЯЩИМ СЛОЕМ

Аннотация. Выполнено экспериментальное исследование коэффициента теплоотдачи к сферическому зонду в циклонно-слоевой камере с кипящим слоем в «холодном» и «горячем» режимах. Коэффициент теплоотдачи определялся методом регулярного теплового режима. Установлена зависимость коэффициента теплоотдачи в циклонно-слоевой топке от различных параметров: диаметра пережима, расхода воздуха, доли донного дутья и расположения зонда. Выявлено, что в «холодном» режиме коэффициент теплоотдачи имеет практически постоянное значение в радиальном направлении, почти не зависит от диаметра пережима и доли донного дутья и существенно зависит от расположения зонда по высоте топки и расхода воздуха. Установлено влияние закрутки потока на коэффициент теплоотдачи в циклонно-слоевой камере с кипящим слоем. При горении топлива («горячий» режим) коэффициент теплоотдачи непостоянен в радиальном направлении и принимает максимальные значения в центральной области камеры. При этом доля кондуктивно-конвективной составляющей в суммарном коэффициенте теплоотдачи к шаровому зонду в зависимости от его радиального положения оценивается в 40–70 %. Полученные результаты могут быть использованы при проектировании и создании современных высокоэффективных топочных устройств для сжигания местных твердых биотоплив.

Ключевые слова: циклонно-слоевая топка, кипящий слой, коэффициент теплоотдачи, конвективно-кондуктивный теплообмен, радиационный теплообмен

Для цитирования: Теплообмен в вихревой зоне циклонно-слоевой камеры топочного устройства с кипящим слоем / Е.А. Пицуха [и др.] // Вес. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2019. – Т. 64, № 1. – С. 87–97. https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-87-97

## E. A. Pitsukha, E. K. Buchilko, Yu. S. Teplitskii, D. S. Slizhuk

### A. V. Luikov Heat and Mass Transfer Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Belarus

# HEAT TRANSFER IN THE VORTEX ZONE OF A CYCLONE-BED CHAMBER OF FURNACE UNIT WITH FLUIDIZED BED

Abstract. An experimental investigation of the heat-transfer coefficient to a spherical probe in a cyclone-bed chamber with fluidized bed in the "cold" and "hot" regimes has been carried out. The heat-transfer coefficient was determined by the regular thermal regime. The dependences of the heat-transfer coefficient in the vortex-bed furnace on the various parameters: the diameter of the outlet hole, the air flow rate, the share of the bottom blast and the location of the probe were determined. It is revealed that in the "cold" regime the heat-transfer coefficient has practically constant value in the radial direction, it almost does not depend on the diameter of the outlet hole and the share of the bottom blast and depends significantly on the position of the probe along the height of the furnace and the air flow rate. The effect of flow swirling on the heat-transfer coefficient in a cyclone-bed chamber with fluidized bed is determined. When the fuel burns ("hot" regime), the heat-transfer coefficient is not constant in the radial direction and accept the maximum values in the central area of the chamber. At the same time, the part of conductive-convective component in the total heat-transfer coefficient to the spherical probe, depending on its radial position, is estimated at 40–70 %. The results can be used in the design and creation of modern high-efficiency furnaces for burning local solid biofuels.

Keywords: vortex-bed furnace, fluidized bed, heat-transfer coefficient, convective-conductive heat transfer, radiation heat transfer

**For citation.** Pitsukha E. A., Buchilko E. K., Teplitskii Yu. S., Slizhuk D. S. Heat transfer in the vortex zone of a cyclone-bed chamber of furnace unit with fluidized bed. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnych navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2019, vol. 64, no. 1, pp. 87–97 (in Russian). https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-87-97

**Введение.** Циклонно-слоевые топки являются высокоэффективными топочными устройствами для сжигания твердых биотоплив [1, 2]. Отличительная особенность этих топок – организация вихревой подачи вторичного воздуха в надслоевое пространство кипящего слоя. Вихревая зона такой топки представляет собой запыленный газовый поток, в котором реализуются большие величины скольжения скоростей газа и частиц, определяющие повышенные значения коэффициента теплообмена между фазами. Исследованиям теплообмена в топках с кипящим слоем посвящено много работ, например [3–9]. Значительно меньше – теплообмену в надслоевом пространстве (см. обзор в [6]). Данные по теплообмену в вихревом надслоевом пространстве кипящего слоя в литературе отсутствуют. В настоящей работе выполнены исследования коэффициента теплоотдачи к сферическому зонду в циклонно-слоевой камере с кипящим слоем в «холодном» и «горячем» режимах.

Экспериментальное исследование. Теплообмен в циклонно-слоевой топке с кипящим слоем исследовался в камере диаметром D = 0,21 м и общей высотой H = 0,452 м. Схема циклоннослоевой камеры приведена на рис. 1.

Высота плотного слоя кварцевого песка составляла  $h_b = 0,115$  м. Размер частиц песка  $d_p = 0,2-0,28$  мм, скорость начала псевдоожижения  $u_{mf} = 0,047$  м/с (для  $d_p = 0,24$  мм, T = 30 °C). Исследования теплообмена в топке выполнялось в «холодном» (30 °C) и «горячем» режимах. В «горячем» режиме осуществлялся подогрев слоя ( $T_b \approx 600$  °C) с помощью спирального электронагревателя, расположенного вокруг слоя, а также выполнялось сжигание древесных пеллет  $Q_{\rm H}^{\rm p} = 16,5$  МДж/кг) с коэффициентами избытка воздуха  $\alpha = 1,25$ ; 1,55; 1,85 и тепловыделением в топке  $N_c = 16-23$  кВт.

Температура кипящего слоя при сжигании топлива составляла  $T_b = 800-820$  °C. Измерения коэффициента теплоотдачи выполнялись методом регулярного теплового режима [10]. В циклонно-слоевую камеру в радиальном и вертикальном направлениях вводился сферический зонд (медный шарик) с термопарой в центре диаметром 15 мм (для «холодного» режима) и 24 мм



Рис. 1. Циклонно-слоевая камера с кипящим слоем: *a* – 3D-модель, *b* – схема расположения зонда для измерения коэффициента теплоотдачи

Fig. 1. Cyclone-bed chamber with fluidized bed: a - 3D model, b - layout of the probe for the heat transfer coefficient measurement

(для «горячего режима»). Узлы для измерений были расположены в кипящем слое, в области всплесков, а также в надслоевом пространстве камеры. Схема расположения узлов приведена на рис. 1, *b*. Относительный диаметр пережима камеры составлял  $d_{out}/D = 0.4$ ; 0,55; 0,7, живое сечение сопел  $\alpha_n = 0.49$ , расход воздуха через камеру Q = 31 и 40 м<sup>3</sup>/ч («холодный» режим), 26 м<sup>3</sup>/ч («горячий» режим), доля донного дутья  $\varphi = 0.35$  и 0,55, скорость истечения воздуха из сопел  $V_n = 3.7-6.8$  м/с. Кроме того был выполнен ряд экспериментов без закрутки ( $\varphi = 1$ ). В этом случае расход воздуха составлял Q = 14 м<sup>3</sup>/ч в «холодном» и 9,1 м<sup>3</sup>/ч в «горячем» режиме. Число псевдоожижения было N = 2.5-5.1 в «холодном» и 10,5–14,9 в «горячем» режиме.

Анализ результатов. «Холодный режим». На рис. 2 показан характерный график распределения коэффициента теплоотдачи к зонду в циклонно-слоевой топке при  $d_{out}/D = 0,4$  и различной доле донного дутья  $\varphi$ . Коэффициент теплоотдачи имеет наибольшую величину непосредственно в кипящем слое и резко падает в зоне всплесков до практически постоянных значений в надслоевом пространстве. Коэффициент теплоотдачи в слое составляет  $\alpha_b = 320-380$  Bt/(м<sup>2</sup> · K), что хорошо согласуется с результатами, полученными рядом авторов [3–9]. В зоне всплесков  $\alpha_{c-c}$  изменяется в диапазоне 60–320 Bt/(м<sup>2</sup> · K). Выше зоны всплесков в надслоевом пространстве с увеличением высоты коэффициент теплоотдачи остается постоянным либо медленно снижается и составляет значения  $\alpha_{c-c} = 40-60$  Bt/(м<sup>2</sup> · K). Из-за более интенсивного кипения зона всплесков для режима с долей донного дутья  $\varphi = 0,55$  более протяженная, чем для  $\varphi = 0,35$ , поэтому в этом режиме коэффициент теплоотдачи имеет более высокие значения непосредственно над слоем z' = 0,25-0,35.

Аналогичные зависимости  $\alpha_{c-c}(z')$  для большего диаметра пережима  $d_{out}/D = 0,55$  практически не отличаются от представленных на рис. 2. Для  $d_{out}/D = 0,7$  измерения проводились непосредственно над слоем (z' = 0,28; 0,33) и  $\varphi = 0,35$ , но и в этом случае значения коэффициента теплоотдачи почти не отличаются от результатов для  $d_{out}/D = 0,4$ . Отсутствие зависимости коэффициента теплоотдачи от  $d_{out}/D$ , по-видимому, связано с небольшой степенью влияния диаметра выхлопного отверстия на уровень скорости в камере при малом живом сечении сопел  $\alpha_n = 0,49$ % в диапазоне  $0,4 \leq d_{out}/D \leq 0,7$  [11]. Кроме того, вероятно, слабо зависит от относительного



Рис. 2. Распределение коэффициента теплоотдачи в циклонно-слоевой камере с кипящим слоем вдоль вертикальной координаты:  $d_{out}/D = 0,4, \alpha = 0,49, Q = 40 \text{ м}^3/\text{ч}, r' = 0$  (1, 3), 0,89 (2, 4);  $\varphi = 0,55$  (1, 2), 0,35 (3, 4), N = 5,1 (1, 2), 3,3 (3, 4)

Fig. 2. The heat-transfer coefficient distribution in the cyclone-bed chamber with fluidized bed along the vertical coordinate:  $d_{out}/D = 0.4$ ,  $\alpha = 0.49$ ,  $Q = 40 \text{ m}^3/\text{h}$ , r' = 0 (1, 3), 0.89 (2, 4);  $\varphi = 0.55$  (1, 2), 0.35 (3, 4), N = 5.1 (1, 2), 3.3 (3, 4)

диаметра пережима и кондуктивная составляющая коэффициента теплоотдачи  $\alpha_{cond}$  к зонду (определяется контактом с выбрасываемой из кипящего слоя твердой фазой). На рис. 2 показаны расчетные графики коэффициента теплоотдачи в надслоевом пространстве кипящего слоя без закрутки потока, определенные по зависимости, приведенной в [6]:

$$\frac{\alpha_{c-c} - \alpha_{conv}}{\alpha_b - \alpha_{conv}} = \exp\left(-0.8\frac{z - h_b}{h_b} \operatorname{Fr}^{-1/3}\right).$$
(1)

Коэффициент теплоотдачи в кипящем слое равен  $\alpha_b = 370 \text{ Br/(m}^2 \cdot \text{K})$ , коэффициент конвективной теплоотдачи в надслоевом пространстве принят  $\alpha_{conv} = 9-14 \text{ Br/(m}^2 \cdot \text{K})$ . Заметим, что расчет  $\alpha_{c-c}$  выполнялся при наличии лишь донного дутья, причем указанные на рисунке скорости фильтрации u = 0,15; 0,24; 0,44 м/с соответствуют режиму с закруткой потока при доле донного дутья  $\phi = 0,35$ ; 0,55; 1,0 и расходом воздуха через камеру  $Q = 40 \text{ м}^3/\text{ч}$ .

Из рис. 2 видно, что для режимов с  $\varphi = 0,35$  и 0,55 коэффициент теплоотдачи в надслоевом пространстве камеры с закруткой потока заметно превышает этот коэффициент для камеры без закрутки, начиная с высоты z' = 0,45 и 0,55 соответственно. Это связано с более высоким коэффициентом конвективной теплоотдачи при закрутке потока.

На рис. 3 и 4 приведены графики радиального распределения коэффициента теплоотдачи в двух сечениях над слоем z = 125 и 150 мм. Видно, что в радиальном направлении коэффициент теплоотдачи изменяется несущественно для принятых в эксперименте диаметров пережима с  $d_{out}/D = 0,4-0,7$ . Значительно отличаются значения  $\alpha_{c-c}$  в зависимости от расхода воздуха Q, что объясняется различной интенсивностью кипения и размерами зоны всплесков, концентрацией твердой фазы в надслоевом пространстве и скоростью омывания зонда.

Для сравнения полученных экспериментальных результатов с существующими данными на рис. 4 приведены графики расчетного коэффициента теплоотдачи в сечении z = 150 мм при различной концентрации твердой фазы для пережима с  $d_{out}/D = 0.5$ , близкого к реализованным



Рис. 3. Распределение коэффициента теплоотдачи в циклонно-слоевой камере с кипящим слоем в сечении z = 125 мм:  $\varphi = 0.35$ ,  $Q = 40 \text{ м}^3/\text{ч}$  (*1*-3), 31 (4-6), N = 3.3 (*1*-3), 2,5 (4-6),  $d_{out}/D = 0.40$  (*1*, 4); 0,55 (2, 5); 0,70 (3, 6)

Fig. 3. The heat-transfer coefficient distribution in the cyclone-bed chamber with fluidized bed in cross section z = 125 mm:  $\varphi = 0.35$ ,  $Q = 40 \text{ m}^3/\text{h}$  (*1*–3), 31 (*4*–6), N = 3.3 (*1*–3), 2.5 (*4*–6),  $d_{out}/D = 0.40$  (*1*, 4); 0.55 (2, 5); 0.70 (3, 6)



Рис. 4. Распределение коэффициента теплоотдачи в циклонно-слоевой камере с кипящим слоем в сечении z = 150 мм:  $\varphi = 0.35$ ,  $Q = 40 \text{ м}^3/\text{ч}$  (*1*–3), 31 (*4*–6), N = 3.3 (*1*–3), 2,5 (*4*–6),  $d_{\text{out}}/D = 0.40$  (*1*, 4); 0,55 (2, 5); 0,70 (3, 6)

Fig. 4. The heat-transfer coefficient distribution in the cyclone-bed chamber with fluidized bed in cross section z = 150 mm::  $\varphi = 0.35$ ,  $Q = 40 \text{ m}^3/\text{h}$  (*l*-3), 31 (4-6), N = 3.3 (*l*-3), 2.5 (4-6),  $d_{\text{out}}/D = 0.40$  (*l*, 4); 0.55 (2, 5); 0.70 (3, 6)

в эксперименте ( $d_{out}/D = 0,4, 0,55, 0,7$ ). Для незапыленного потока Nu вычислялся по формуле Б. Д. Кацнельсона и Ф. А. Тимофеевой-Агафоновой [12]:

$$Nu = 2 + 0.03 Pr^{0.33} Re^{0.5} + 0.35 Pr^{0.36} Re^{0.58}.$$
 (2)

Для двухфазного потока коэффициент теплоотдачи определялся по формуле, приведенной в [13]:

$$Nu_{s} = Nu + 0,202 \operatorname{Re}^{0,47} \left( d_{ps} / d_{p} \right)^{0,35} C_{s}^{0,34} \left( c_{p} / c_{f} \right).$$
(3)

Распределение полной скорости *V* было получено на основании опытных данных по исследованию гидродинамики циклонной камеры [11].

Качественно расчетные кривые  $\alpha_{c-c}$  в большей части радиуса камеры 0,3 < r' < 1, как и в эксперименте (рис. 4), изменяются несущественно. Значения коэффициента теплоотдачи в этой области близки к экспериментальным данным  $\alpha_{c-c} = 75$  Вт/(м<sup>2</sup>·K) при концентрации твердой фазы  $C_s = 0,5-1,0$  кг/м<sup>3</sup>. Такое значение концентрации является характерным для надслоевого пространства с кипящим слоем [6], где, как известно, с ростом высоты происходит резкое снижение концентрации частиц от ~10<sup>3</sup> кг/м<sup>3</sup> около слоя и практически до нуля на выходе из топки.

В циклонно-слоевой камере представляет интерес определить составляющую коэффициента теплоотдачи, обусловленную закруткой потока. С этой целью дополнительно были выполнены эксперименты по охлаждению зонда в камере без закрутки. Результаты этого эксперимента приведены на рис. 5. Заметим, что расход воздуха донного дутья в этом случае составляет  $Q_b = 14 \text{ м}^3/\text{ч}$ , что соответствует расходу донного дутья для режима с общим расходом воздуха  $Q = 40 \text{ м}^3/\text{ч}$  и  $\phi = 0,35$ .

В сечении с z = 125 мм коэффициент теплоотдачи примерно на 10 % меньше, чем для режима с  $Q = 40 \text{ м}^3/\text{ч}$  и  $\varphi = 0.35$  (рис. 3, 5). В сечении  $z = 150 \text{ мм} \alpha_{c-c}$  заметно ниже, чем в режиме с закруткой, и составляет 50 Вт/(м<sup>2</sup> · K) против 75 Вт/(м<sup>2</sup> · K) для вихревого потока (рис. 4, 5). Очевидно, что это обусловлено влиянием закрутки как на полную скорость воздуха, так и на концентрацию твердой фазы в надслоевом пространстве.



Рис. 5. Распределение коэффициента теплоотдачи в циклонно-слоевой камере с кипящим слоем без закрутки потока:  $Q = 14 \text{ м}^3/\text{ч}$ , N = 3,3; z = 125 мм(1, 2), 150(3, 4);  $d_{\text{out}}/D = 0,40(1, 3)$ , 0,55(2, 4)

Fig. 5. The heat-transfer coefficient distribution in the cyclone-bed chamber with fluidized bed without swirling flow:  $Q = 14 \text{ m}^3/\text{h}$ , N = 3.3; z = 125 mm(1, 2), 150(3, 4);  $d_{\text{out}}/D = 0.40(1, 3)$ , 0.55(2, 4)

«*Горячий» режим.* В «горячем» режиме кроме кондуктивно-конвективной составляющей теплообмена учитывается еще и радиационный теплообмен. Суммарный коэффициент теплоотдачи определяется по формуле

$$\alpha_{\Sigma} = \alpha_{c-c} + \alpha_{rad} \,. \tag{4}$$

При измерении коэффициента теплоотдачи в «горячем» режиме сферический зонд вводился в камеру только в горизонтальной плоскости на высоте z = 325 мм от газораспределительной решетки. Коэффициент теплоотдачи определялся при температуре зонда  $T_{pb} = 200-450$  °C в режиме электроподогрева слоя и 250–650 °C при горении биотоплива. При горении топлива доля донного дутья составляла  $\varphi = 0,35$ . На рис. 6 приведены графики распределения коэффициента теплоотдачи  $\alpha_{\Sigma}$  при нагреве и горении с различными коэффициентами избытка воздуха  $\alpha$ , а также расчетные графики  $\alpha_{\Sigma}$ , определенного по формулам (3)–(6). Концентрация твердой фазы при расчете по формуле (3) принималась  $C_s = 1,0$  кг/м<sup>3</sup>. Оценка коэффициента теплоотдачи к зонду  $\alpha_{rad}$  в камере сгорания за счет лучистой составляющей теплового потока выполнялась в соответствии с методикой ВТИ-ЭНИН [14].

Коэффициент радиационной теплоотдачи определялся согласно выражению

$$\alpha_{rad} = \frac{\sigma_0 a_c \left( \left( T_{ef} + 273 \right)^4 - \left( T_{pb} + 273 \right)^4 \right)}{\left( T_{ef} - T_{pb} \right)},\tag{5}$$

где приведенная степень черноты камеры сгорания равна

$$a_{c} = \frac{1}{\frac{1}{a_{rad}} + \chi_{rad} \left(\frac{1}{a_{f}} - 1\right) \delta_{\chi, b}},$$
(6)

 $a_{rad} = 0,85 - эффективная поглощательная способность экранов, <math>a_f \approx 0,11 - эффективная степень$ черноты факела. Данный параметр учитывает объем камеры сгорания и площадь поверхности,



Рис. 6. Коэффициент теплоотдачи в циклонно-слоевой камере при электронагреве слоя (1, 2) и горении древесных пеллет (3–5):  $N_c = 10.5$  кВт (1, 2), 14,9 (3–5);  $\varphi = 1$  (1), 0,35 (2);  $\alpha = 1,25$  (3), 1,55 (4); 1,85 (5)

Fig. 6. Heat-transfer coefficient in the cyclone-bed chamber with electric heating of the bed (1, 2) and wood pellets burning (3-5):  $N_c = 10.5$  kW (1, 2), 14.9 (3-5);  $\varphi = 1$  (1), 0.35 (2);  $\alpha = 1.25$  (3), 1.55 (4); 1.85 (5)

ограничивающей этот объем, характеристики сжигаемого топлива, состав и температуру топочных газов. Величины  $\chi_{rad} = 0,88$  и  $\delta_{\chi,b} = 0,49$  учитывают влияние соотношения площади поверхностей обмуровки, кипящего слоя и тепловоспринимающих поверхностей камеры сгорания.

Приведенная степень черноты камеры сгорания при сжигании древесных пеллет составила  $a_c = 0,21$ . Для средней температуры зонда  $T_{pb} = 450$  °C в диапазоне эффективной температуры топочной среды  $T_{ef} = 800-1000$  °C расчетное значение коэффициента теплоотдачи составляет  $\alpha_{rad} = 36-51$  Вт/(м<sup>2</sup>·K). С учетом этого и величин  $\alpha_{\Sigma}$  (рис. 6) доля конвективно-кондуктивной составляющей  $\alpha_{c-c}/\alpha_{\Sigma}$  в суммарном коэффициенте теплоотдачи к шаровому зонду, в зависимости от его радиального положения, оценивается в 40–70 %.

При использовании электроподогрева слоя для режима с закруткой коэффициент теплоотдачи на периферии камеры примерно на 20 % выше значений в центральной области камеры. При организации закрутки коэффициент теплоотдачи в периферийной области на 9–42 % выше, по сравнению с режимом без закрутки (рис. 6). На оси камеры коэффициенты теплоотдачи с закруткой и без закрутки потока совпадают. Одинаковые значения коэффициента теплоотдачи на оси камеры при работе на двух различных режимах объясняются, вероятно, более высокой концентрацией твердой фазы около оси в режиме без закрутки, так как при наличии закрутки частицы песка отклоняются к периферии камеры.

Экспериментальные графики распределения температуры в рассматриваемом сечении приведены на рис. 7.

При горении коэффициент теплоотдачи существенно выше в большей части рассматриваемого сечения камеры, чем при электроподогреве слоя (см. рис. 6). Однако на периферии около стенки камеры  $\alpha_{\Sigma}$  превышает соответствующую величину в режиме с электроподогревом слоя только на 23 %. Значительно более высокие коэффициенты теплоотдачи при горении топлива связаны прежде всего с излучением факела. Установленные значения коэффициента теплоотдачи несколько выше аналогичных данных, полученных в [9] при исследовании сложного теплообмена в прямоточной топке промышленного котла мощностью 5,7 МВт (рис. 8), по-видимому, из-за конвективной составляющей теплообмена, обусловленной закруткой.



Рис. 7. Температура газов в горизонтальной плоскости (z = 325 мм) при электронагреве без закрутки потока (l), с закруткой (2) и горении с α = 1,25 (3)

Fig. 7. Gas temperature in the horizontal plane (z = 325 mm) with electrical heating without swirling flow (1), with swirling flow (2) and burning with  $\alpha$  = 1.25 (3)



Рис. 8. Изменение коэффициента теплоотдачи к калориметру по высоте топки промышленного котла мощностью 5,7 МВт; цифры у кривых – температура кипящего слоя [9]

Fig. 8. The heat-transfer coefficient change to the calorimeter at the height of the industrial boiler furnace with a capacity of 5.7 MW; the numbers at the curves – the temperature of the fluidized bed [9] Рассчитанные значения суммарного коэффициента теплоотдачи  $\alpha_{\Sigma}$  в большей части рассматриваемого сечения камеры (z = 325 мм) на 10–20 % ниже экспериментальных данных, а на периферии превышают их (см. рис. 6). Такой результат расчетной оценки считается вполне удовлетворительным, учитывая чрезвычайную сложность точного учета всех характеристик теплообмена в такой многопараметрической системе, как циклонно-слоевая топка с кипящим слоем.

Заключение. Установлено распределение коэффициента теплоотдачи к сферическому зонду в циклонно-слоевой камере с кипящим слоем в режиме «холодной» продувки. Наибольшие значения коэффициента теплоотдачи наблюдаются непосредственно в кипящем слое, где имеют значения около 300–380 Вт/(м<sup>2</sup>·K) и зависят от скорости фильтрации. С увеличением продольной координаты коэффициент теплоотдачи резко снижается, принимая в надслоевом пространстве близкие к постоянной величине значения 50–60 Вт/(м<sup>2</sup>·K).

Коэффициент теплоотдачи слабо зависит от безразмерного диаметра пережима для реализованных в эксперименте значений  $d_{out}/D = 0,4-0,7$ , а в области выше зоны всплесков прак-

тически не зависит от доли донного дутья в исследованном диапазоне  $\varphi = 0,35-0,55$ . В наибольшей степени коэффициент теплоотдачи обусловлен расходом воздуха через камеру. В радиальном направлении коэффициент теплоотдачи изменяется незначительно, и его значения можно считать постоянными в горизонтальном сечении.

Расчетные значения коэффициента теплоотдачи в большей части горизонтального сечения камеры, определенные в предположении незапыленного потока, на 30–40 % ниже экспериментальных результатов. Расчет коэффициента теплоотдачи для запыленного потока с концентрацией твердой фазы 0,5–1,0 кг/м<sup>3</sup> дает удовлетворительное совпадение с результатами эксперимента.

В «горячем» режиме при горении топлива суммарный коэффициент теплоотдачи принимает наибольшие значения в центральной области, которые примерно на 25 % больше значений на периферии. Доля кондуктивно-конвективной составляющей в суммарном коэффициенте теплоотдачи к шаровому зонду в зависимости от его радиального положения оценивается в 40–70 %.

## Обозначения

*a*<sub>c</sub> – приведенная степень черноты камеры сгорания; *V*<sub>о</sub> – тангенциальная составляющая скорости, м/с;  $c_f$  – удельная теплоемкость воздуха, Дж/(кг·К) α – коэффициент избытка воздуха; *с*<sub>*p*</sub> – удельная теплоемкость материала частиц  $\alpha_{\Sigma} = \alpha_{c-c} + \alpha_{rad} -$ сложный коэффициент теплоотдачи,  $BT/(M^2 \cdot K);$ (кварцевого песка), Дж/(кг · К);  $C_s$  – концентрация твердой фазы, кг/м<sup>3</sup>;  $\alpha_{c-c} = \alpha_{conv} + \alpha_{cond}$  – конвективно-кондуктивный *D* – диаметр циклонно-слоевой камеры, м; коэффициент теплоотдачи, Вт/(м<sup>2</sup> · K);  $D_b = 0.18 \text{ м} -$ диаметр газораспределительной решетки, м; α<sub>cond</sub> – кондуктивный коэффициент теплоотдачи,  $BT/(M^2 \cdot K);$  $d_{out}$  – диаметр пережима, м; *d*<sub>*pb*</sub> – диаметр сферического зонда, м; *α<sub>conv</sub>* – коэффициент теплоотдачи конвекцией,  $BT/(M^2 \cdot K);$  $Fr = (u - u_{mf})^2 / gh_b$  – число Фруда;  $F_s = \pi D H -$  площадь боковой поверхности циклонной  $\alpha_{rad}$  – коэффициент теплоотдачи излучением, Вт/(м<sup>2</sup> · K); камеры, м<sup>2</sup>;  $\alpha_n = f_n / F_s$  – безразмерная площадь входного сечения  $f_n$  – площадь входного сечения сопел, м<sup>2</sup>; (живое сечение сопел); *H* = 0,452 м – высота циклонно-слоевой камеры;  $\lambda_f$  – теплопроводность воздуха, Bt/(м·K);  $g = 9,81 \text{ м/c}^2 -$ ускорение свободного падения;  $v_f$  – коэффициент кинематической вязкости, м<sup>2</sup>/с;  $h_b$  – высота слоя инерта в неподвижном (плотном)  $\rho_f$  – плотность газа, кг/м<sup>3</sup>; состоянии, м;  $\sigma_0 = 5,67 \cdot 10^8 \text{ Bt/(м}^2 \cdot \text{K}^4)$  – постоянная Стефана –  $h_n = 0.55H$  – высота расположения сопел вторичного Больцмана; дутья, м;  $\phi$  – доля донного дутья;  $N = u/u_{mf}$  – число псевдоожижения; z – продольная координата, м; Nu =  $\alpha_{c-c} d_{pb} / \lambda_f$  – число Нуссельта; z' = z/H -безразмерная продольная координата. *N<sub>c</sub>* – тепловыделение в топке, кВт; Pr – число Прандтля; Индексы: *О* – объемный расход воздуха через циклонно-слоевую *b* – слой; камеру, м<sup>3</sup>/ч; *с* – камера (топка);  $Q_b$  – объемный расход воздуха донного дутья, м<sup>3</sup>/ч; ef-эффективный; *О*<sup>р</sup><sub>н</sub> – низшая теплота сгорания, МДж/кг; f-газ; факел;  $\text{Re} = V d_{pb} / v_f -$  число Рейнольдса; с-с-кондуктивно-конвективный; r – радиальная координата, м; cond – кондуктивный; r' = 2r/D – безразмерная радиальная координата; *conv* – конвективный; T – температура газа в камере, °C; *mf*-начало псевдоожижения; *T<sub>ef</sub>* – эффективная температура топочной среды *n* – сопло; (в камере сгорания), °С; out - на выходе (выхлопное отверстие);  $T_{pb}$  – температура зонда, °С; *pb* – зонд сферический;  $T_b$  – температура кипящего слоя, °С; rad - радиационный (лучистый); u – скорость фильтрации, м/с; s – твердая фаза, боковой; *u<sub>mf</sub>* - скорость начала псевдоожижения, м/с; z – продольный; *V<sub>z</sub>* – продольная составляющая скорости, м/с; Σ-суммарный (сложный);

 $V_n$  – скорость истечения воздуха из сопел, м/с;

### Благодарности

Работа выполнена при финансовой поддержке Белорусского республиканского фонда фундаментальных исследований (проект T16K-018). The work was supported by the Belarusian Republican Foundation for Fundamental Research (project T16K-018).

Acknowledgments

ф – тангенциальный.

### Список использованных источников

1. Пицуха, Е.А. Особенности гидродинамики и сжигания твердых биотоплив в циклонно-слоевой топке котла малой мощности [Электронный ресурс] / Е.А. Пицуха, Ю.С. Теплицкий, В.А. Бородуля // Горение топлива: теория, эксперимент, приложения: тез. докл. IX Всерос. конф. с междунар. участием, Новосибирск, 16–18 нояб. 2015 г. – Новосибирск: Изд-во Ин-та теплофизики СО РАН, 2015. – Режим доступа: http://www.itp.nsc.ru/conferences/gt-2015/ Files/D2 S3-5.pdf – Дата доступа: 01.06.2018.

2. Пицуха, Е.А. Новый высокоэффективный метод двухстадийного сжигания твердых биотоплив в кипящем слое / Е.А. Пицуха, Ю.С. Теплицкий, Э.К. Бучилко // Энергоэффективность. – 2017. – № 3. – С. 28–31.

3. Кунии, Д. Промышленное псевдоожижение / Д. Кунии, О. Левеншпиль. – М.: Химия, 1976. – 448 с.

4. Тодес, О.М. Аппараты с кипящим зернистым слоем / О.М. Тодес, О.Б. Цитович. – Л.: Химия, 1981. – 296 с.

5. Забродский, С.С. Высокотемпературные установки с псевдоожиженным слоем / С.С. Забродский. – М.: Энергия, 1971. – 328 с.

6. Аббас Фалих Хасан. Теплоперенос к гладким и оребренным поверхностям в надслоевом объеме псевдоожиженных слоев моно- и полидисперсного материала применительно к топочным устройствам: дис. ... канд. техн. наук: 05.14.04 / Аббас Фалих Хасан. – Минск, 1992. – 205 с.

7. Исследование теплообмена шахматных пучков гладких и оребренных труб в кипящем слое / И.В. Житомирская [и др.] // Теплоэнергетика. – 1982. – № 1. – С. 49–51.

8. Ильченко, А. А. Теплообмен одиночной гладкой и оребренной профилированной трубы в псевдоожиженном слое / А. А. Ильченко, А. Ф. Редько // Изв. вузов СССР. Энергетика. – 1986. – № 6. – С. 105–108.

9. Баскаков, А.П. Котлы и топки с кипящим слоем / А.П. Баскаков, В.В. Мацнев, И.В. Распопов. – М.: Энергоатомиздат, 1996. – 352 с.

10. Исаченко, В.П. Теплопередача / В.П. Исаченко, В.А. Осипова, А.С. Сукомел. – 4-е изд. – М.: Энергоиздат, 1981. – 416 с.

11. Пицуха, Е.А. Закрученные течения в циклонных камерах с соплами малого живого сечения. / Е.А. Пицуха, Ю.С. Теплицкий // Инж.-физ. журн. – 2017. – Т. 90, № 4. – С. 850–861.

12. Кутателадзе, С.С. Теплопередача и гидродинамическое сопротивление: справ. пособие / С.С. Кутателадзе. – М.: Энергоатомиздат, 1990. – 367 с.

13. Горбис, З. Р. Теплообмен дисперсных сквозных потоков / З. Р. Горбис. – М. ; Л.: Энергия, 1964. – 296 с.

14. Тепловой расчет котельных агрегатов (Нормативный метод) / под ред. Н.В. Кузнецова [и др.]. – 2-е изд. – М.: Энергия, 1973. – 295 с.

### References

1. Pitsuha E. A., Teplitskii Yu. S., Borodulya V. A. Features of hydrodynamics and combustion of solid biofuels in the vortex-bed furnace of a low-power boiler. *Gorenie topliva: teoriya, eksperiment, prilozheniya: tezisy dokladov IX Vserossiiskoi konferentsii s mezhdunarodnym uchastiem, Novosibirsk, 16–18 noyabrya 2015 g.* [Fuel combustion: theory, experiment, application: Abstracts of the IX All-Russian Conference with International Participation, Novosibirsk, November 16–18, 2015]. Novosibirsk, Institute of Thermal Physics, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, 2015 (in Russian). Available at: http://www.itp.nsc.ru/conferences/gt-2015/Files/D2 S3-5.pdf (accessed 01 Yune 2018).

2. Pitsuha E. A., Teplitskii Yu. S., Buchilko E. K. A new highly effective method of two-stage combustion of solid biofuels in the fluidized bed. *Energoeffektivnost'* [Energy Efficiency], 2017, no. 3, pp. 28–31 (in Russian).

3. Kunii D., Levenshpil' O. Industrial Fluidization. Moscow, Khimiya Publ., 1976. 448 p. (in Russian).

4. Todes O. M., Tsitovich O. B. Fluidized Granular Bed Apparatus. Leningrad, Khimiya Publ., 1968. 296 p. (in Russian).

5. Zabrodskii S. S. High Temperature Installations with the Fluidized Bed. Moscow, Energiya Publ., 1971. 328 p. (in Russian).

6. Abbas Falikh Khasan. Heat Transfer to Smooth and Finned Surfaces in the Over-Bed Volume of Fluidized Beds of Mono- and Polydispersed Material with Respect to Combustion Devices. Minsk, 1992. 205 p. (in Russian).

7. Zhitomirskaya I. V. Investigation of heat exchange of chess beams of smooth and finned tubes in the fluidized bed. *Teploenergetika = Thermal Engineering*, 1982, no. 1, pp. 49–51 (in Russian).

8. Il'chenko A. A., Red'ko, A. F. Heat exchange of a single smooth and finned profiled tube in a fluidized bed. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedenii SSSR. Energetika* [News of Higher Educational Institutions of the USSR. Power Industry], 1986, no. 6, pp. 105–108 (in Russian).

9. Baskakov A. P., Matsnev V. V., Raspopov I. V. *Boilers and Furnaces with a Fluidized Bed*. Moscow, Energoatomizdat Publ., 1996. 352 p. (in Russian).

10. Isachenko V. P., Osipova V. A., Sukomel A. S. Heat Transfer. Moscow, Energoizdat Publ., 1981. 416 p. (in Russian).

11. Pitsuha E. A., Teplitskii Yu. S. Swirling flows in cyclone chambers with nozzles of small flow section. *Journal of Engineering Physics and Thermophysics*, 2017, vol. 90, no. 4, pp. 806–818. https://doi.org/10.1007/s10891-017-1629-3

12. Kutateladze S. S. *Heat Transfer and Hydrodynamic Resistance. Reference Manual.* Moscow, Energoatomizdat Publ., 1990. 367 p. (in Russian).

13. Gorbis Z. R. Heat Transfer of Disperse Through Flows. Moscow; Leningrad, Energiya Publ., 1964. 296 p. (in Russian).

14. Kuznetsov N. V., Mitor V. V., Dubovskii I. E., Karasina E. S., Rubin M. M., Blokh A. G., Marshak Yu. L., Petrosyan R. A., Lokshin V. A., Mochan S. I., Kendys' P. N. *Thermal Prediction of Boiler Units (Normative Method)*. Moscow, Energiya Publ., 1973. 295 p. (in Russian).

## Информация об авторах

Пицуха Евгений Александрович – кандидат технических наук, старший научный сотрудник, Институт тепло- и массообмена имени А.В. Лыкова Национальной академии наук Беларуси (ул. П. Бровки, 15, 220072, Минск, Республика Беларусь). E-mail: pit.ea@mail.ru

Теплицкий Юрий Семенович – доктор технических наук, главный научный сотрудник, Институт теплои массообмена имени А.В. Лыкова Национальной академии наук Беларуси (ул. П. Бровки, 15, 220072, Минск, Республика Беларусь). E-mail: tep@hmti.ac.by

Бучилко Эдуард Казимирович – научный сотрудник, Институт тепло- и массообмена имени А.В. Лыкова Национальной академии наук Беларуси (ул. П. Бровки, 15, 220072, Минск, Республика Беларусь). E-mail: ebuchilko@gmail.com

Слижук Дмитрий Станиславович – научный сотрудник, Институт тепло- и массообмена имени А.В. Лыкова Национальной академии наук Беларуси (ул. П. Бровки, 15, 220072, Минск, Республика Беларусь).

## Information about the authors

*Evgenii A. Pitsuha* – Ph. D. (Engineering), Senior Researcher, A. V. Luikov Heat and Mass Transfer Institute of the National Academy of Sciences of Belarus (15, P. Brovka Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: pit.ea@ mail.ru

*Yurii S. Teplitskii* – D. Sc. (Engineering), Chief Researcher, A. V. Luikov Heat and Mass Transfer Institute of the National Academy of Sciences of Belarus (15, P. Brovka Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: tep@ hmti.ac.by

*Eduard K. Buchilko* – Researcher, A. V. Luikov Heat and Mass Transfer Institute of the National Academy of Sciences of Belarus (15, P. Brovka Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: ebuchilko@gmail.com

*Dmitrij S. Slizhuk* – Researcher, A. V. Luikov Heat and Mass Transfer Institute of the National Academy of Sciences of Belarus (15, P. Brovka Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus). ISSN 1561-8358 (Print) ISSN 2524-244X (Online)

# РАДИОЭЛЕКТРОНИКА И ПРИБОРОСТРОЕНИЕ

RADIOELECTRONICS AND INSTRUMENT-MAKING

УДК 621.396.96 https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-98-109 Поступила в редакцию 13.07.2018 Received 13.07.2018

# В.К. Железняк<sup>1</sup>, В.Б. Толубко<sup>2</sup>, Л.П. Крючкова<sup>2</sup>, А.П. Провозин<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Полоцкий государственный университет, Новополоцк, Беларусь <sup>2</sup>Государственный университет телекоммуникаций, Киев, Украина <sup>3</sup>Научно-исследовательский институт электромеханических приборов, Киев, Украина

# ОБОСНОВАНИЕ ПАРАМЕТРОВ ИЗМЕРИТЕЛЬНОГО ПРЕОБРАЗОВАТЕЛЯ В ТЕХНОЛОГИИ RFID С ИНДУКТИВНОЙ СВЯЗЬЮ

Аннотация. Рассмотрена технология радиочастотной идентификации объектов с индуктивной связью, использующая в качестве идентификационных признаков объекта пассивные электрические колебательные контуры, настроенные на фиксированные частоты из рабочего диапазона частот. Выбор первичного измерительного преобразователя и информативного параметра произведен на основании известных из теории радиотехнических цепей результатов анализа системы индуктивно связанных активного и пассивного электрических колебательных контуров. Обоснованы параметры измерительного преобразователя, обеспечивающие выполнение заданных технологическими условиями требований к идентификации и локализации объектов. Рассмотрены факторы, потенциально опасные в отношении снижения информационной надежности измерительного преобразователя, и возможности сведения их влияния до минимума. Сформулированы задачи экспериментальных исследований. Показано, что анализ может производиться путем программной дискретной перестройки первичного измерительного преобразователя и питающего его генератора. При этом задача повышения быстродействия сводится к снижению длительности шага перестройки первичного измерительного преобразователя. Требуемая достоверность идентификации объектов достигается: обеспечением высокой стабильности частот генератора, питающего первичный измерительный преобразователь; точностью и стабильностью настройки первичного измерительного преобразователя на частоты питающего генератора; защитой первичного измерительного преобразователя от влияния помех, создаваемых внешними источниками и другими измерительными преобразователями системы идентификации объектов (электромагнитная совместимость системы идентификации объектов); достаточной величиной отклика первичного измерительного преобразователя на внесение пассивных электрических колебательных контуров; достаточным частотным интервалом настройки пассивных электрических колебательных контуров; точностью и стабильностью настройки пассивных электрических колебательных контуров; стабильностью порога обнаружения относительно начального уровня информативного параметра. Электромагнитная совместимость измерительных преобразователей, чувствительные элементы которых находятся в зоне взаимного влияния, обеспечивается путем синхронизации работы измерительных преобразователей с шунтированием неактивных чувствительных элементов, экранирования, взаимной ориентации и территориального разноса чувствительных элементов.

Ключевые слова: RFID-технология, бесконтактная идентификация, пассивный электрический колебательный контур, измерительный преобразователь

Для цитирования: Обоснование параметров измерительного преобразователя в технологии RFID с индуктивной связью / В.К. Железняк [и др.] // Вес. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2019. – Т. 64, № 1. – С. 98–109. https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-98-109

## V. K. Zheleznyak<sup>1</sup>, V. B. Tolubko<sup>2</sup>, L. P. Kriuchkova<sup>2</sup>, A. P. Provozin<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Polotsk State University, Novopolotsk, Belarus <sup>2</sup>State University of Telecommunications, Kyiv, Ukraine <sup>3</sup>Scientific Research Institute of Electromechanical Devices, Kyiv, Ukraine

### RATIONALE FOR THE PARAMETERS OF THE MEASURING TRANSDUCER IN RFID TECHNOLOGY WITH INDUCTIVE COUPLING

**Abstract.** In the work the technology of radio-frequency identification of objects with inductive coupling is considered, using passive electric oscillating circuits tuned to fixed frequencies from the working frequency range as identification features of the object. The choice of the primary measuring transducer and the informative parameter is based on the

results of the analysis of the system of inductively coupled active and passive electric oscillation circuits, known from the theory of radio engineering circuits. The parameters of the measuring transducer ensuring the fulfillment of the requirements for identification and localization of objects specified by technological conditions are substantiated. Factors that are potentially dangerous with respect to reducing the information reliability of the measuring transducer are considered, as well as the possibility of reducing their influence to a minimum. The problems of experimental research are formulated. It is shown that the analysis can be performed by software discrete adjustment of the primary measuring transducer and the generator feeding it. In this case, the task of increasing the speed is targeted at decreasing the duration of the step of tuning the primary measuring transducer. The required reliability of object identification is achieved by: ensuring high stability of the frequencies of the generator supplying the primary measuring transducer; accuracy and stability of tuning of the primary measuring transducer to the frequencies of the supplying generator; protection of the primary measuring transducer from the influence of interference generated by external sources and other measuring converters of the object identification system (electromagnetic compatibility of the object identification system); sufficient magnitude of the response of the primary measuring transducer to the introduction of passive electrical oscillation circuits; sufficient frequency tuning interval for passive electric oscillation circuits; accuracy and stability of tuning of passive electric oscillation circuits; stability of the detection threshold relative to the initial level of the informative parameter. Electromagnetic compatibility of measuring transducers, whose sensing elements are in the zone of mutual influence, is provided by synchronizing the operation of measuring transducers with shunting of inactive sensors, screening, mutual orientation and spacing of sensing elements.

Keywords: RFID technology, contactless identification, passive electric oscillation circuit, measuring transducer

**For citation:** Zheleznyak V. K., Tolubko V. B., Kriuchkova L. P., Provozin A. P. Rationale for the parameters of the measuring transducer in RFID technology with inductive coupling. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnych navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2019, vol. 64, no. 1, pp. 98–109 (in Russian). https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-98-109

**Введение.** В настоящее время во многих областях человеческой деятельности существует потребность в высокоточных системах бесконтактной идентификации и пространственной локализации объектов в закрытых пространствах, например при поиске и отслеживании объектов внутри помещений. При этом широко используемые глобальные навигационные спутниковые системы часто оказываются непригодными для решения такой задачи (особенно при необходимости локализации объектов в подземных помещениях).

Перспективным направлением бесконтактной идентификации и пространственной локализации объектов в закрытых пространствах является применение технологии радиочастотной идентификации (Radio Frequency Identification, RFID). В технологии RFID с индуктивной связью в качестве идентификационных признаков объекта используются пассивные электрические колебательные контуры (ПЭК), настроенные на фиксированные частоты из рабочего диапазона частот. Данные признаки относятся к разряду логических (присутствует или отсутствует конкретный ПЭК на объекте) и при достаточных величине разноса частот настройки ПЭК  $\Delta f_{ПЭК}$ и разрешающей способности первичного измерительного преобразователя обладают высокой информативностью.

Первичный измерительный преобразователь (ПП) в технологии RFID с индуктивной связью представляет собой электрический колебательный контур, настроенный в резонанс на частоту питающего генератора. Чувствительным элементом ПП является индуктивность, выполненная в виде рамки. В качестве информативного параметра ПП используется энергетический параметр – амплитуда выходного напряжения первичного измерительного преобразователя [1].

Местоположение объектов может определяться путем анализа информации, получаемой распределенными в пространстве измерительными преобразователями от идентификационных признаков объекта.

Целью данной статьи является обоснование параметров измерительного преобразователя, обеспечивающих выполнение заданных технологическими условиями требований, анализ факторов, потенциально опасных в отношении снижения информационной надежности измерительного преобразователя, и исследование возможностей сведения их влияния до минимума. При этом под информационной надежностью понимается правильность протекания информационных процессов в измерительном преобразователе в заданном интервале времени при заданных внешних условиях (в том числе при воздействии помех) в предположении полной работоспособности аппаратуры.

Обоснование параметров измерительного преобразователя. Главным показателем для оценки качества системы идентификации объектов (СИдО) следует считать достоверность результатов идентификации, выражаемую вероятностью правильного определения идентификационного кода объекта. Правомерность вероятностного подхода при оценке качества СИдО объясняется случайным характером процессов, происходящих при идентификации, когда вследствие влияния дестабилизирующих факторов и случайных внешних возмущений изменяются параметры как измерительных средств, так и самих идентификационных признаков объектов. Результаты идентификации при этом рассматриваются как случайные события, с определенной вероятностью соответствующие реальным идентификационным признакам объектов.

Важнейшей составной частью СИдО, предопределяющей параметры системы в целом, является ПП. Исходя из требований к СИдО [2], ПП должен иметь высокое быстродействие, чувствительность к первичному информативному параметру и стабильность характеристик в условиях воздействия дестабилизирующих факторов. Указанные характеристики тесно взаимосвязаны, причем улучшение одной, как правило, приводит к ухудшению других. Так, повышение точности измерения информативного параметра ведет к снижению быстродействия, и наоборот, при повышении быстродействия ПП снижается точность измерения. В связи с этим необходимо решать компромиссную задачу выбора оптимальных соотношений данных параметров. Следует также отметить, что вопрос точности измерения – категория экономическая: чем точнее измеряется информативный параметр, тем эффективнее полученная информация может быть использована, однако стоимость ее получения возрастает.

Анализ опубликованных работ позволяет выделить два основных направления совершенствования характеристик измерительных преобразователей. Цель первого (технологического) – построение преобразователей путем создания чувствительных элементов с высоким быстродействием, чувствительностью к измеряемой величине и стабильностью характеристик. Второе направление (кибернетическое) предусматривает разработку структурных схем, обеспечивающих высокие метрологические характеристики даже при использовании инерционных чувствительных элементов с характеристиками, нестабильными во времени и изменяющимися при воздействии параметров окружающей среды. Оба направления актуальны и взаимно дополняют друг друга.

При идентификации объектов используются квазидетерминированные сигналы – сигналы с известным характером закона изменения, но неизвестным по значению одним или несколькими параметрами (серый ящик). Известно [3], что информация, получаемая в результате измерения, определяется степенью согласованности вероятностных свойств измерительного преобразователя и измеряемой величины, которую принято характеризовать эквивалентным числом надежно различаемых преобразователем уровней измеряемой величины *N*. Поэтому для достоверной идентификации объектов необходимо обеспечить наиболее высокую степень согласованности вероятностных свойств ПП и измеряемой величины.

Следует отметить, что при улучшении качества преобразователя точность измерения возрастает не беспредельно, а до величины, определяемой дисперсией самого информативного параметра [3]. Поэтому информативность признака определяется как качеством принятого ПП, так и свойствами информативного параметра.

**Обоснование информативного параметра.** Схема взаимодействия ПП и ПЭК в технологии RFID с индуктивной связью представлена на рис. 1. Математическую модель процесса взаимодействия ПП с ПЭК объекта можно представить следующим образом [1]:

$$\dot{U} = \dot{E} \frac{\left(r_{1} + \frac{\omega^{2}M^{2}}{|Z_{2}|^{2}}r_{2}\right) + j\left(x_{L_{1}} - \frac{\omega^{2}M^{2}}{|Z_{2}|^{2}}x_{2}\right)}{\left(r_{1} + \frac{\omega^{2}M^{2}}{|Z_{2}|^{2}}r_{2}\right) + j\left(x_{1} - \frac{\omega^{2}M^{2}}{|Z_{2}|^{2}}x_{2}\right)},$$
(1)

где  $\dot{E}$  – источник э.д.с.;  $r_1$  и  $r_2$  – собственные потери в контуре источника поля и ПЭК;  $Z_2 = r_2 + j \left(\omega L_2 - \frac{1}{\omega C_2}\right)$  – комплексное сопротивление контура ПЭК;  $\omega$  – круговая частота источника э.д.с.  $\dot{E}$ ; M – коэффициент взаимной индукции между катушками  $L_1$  и  $L_2$ ;  $x_1$  и  $x_2$  – реактивника э.д.с.

ные сопротивления контуров источника поля и ПЭК;  $x_{L_1}$  – реактивное сопротивление источника поля  $L_1$ .

Максимальный радиус считывания *R* ограничивается величиной ближней зоны электромагнитного поля [2]:  $R < \lambda/2\pi$ , где  $\lambda$  – длина волны электромагнитного поля, создаваемого источником поля.



Рис. 1. Схема взаимодействия контура источника поля (ПП) и ПЭК:  $L_1$  – источник поля;  $L_1C_1$  – контур источника поля;  $\dot{E}$  – генератор напряжения, питающий контур источника поля;  $L_2C_2$  – ПЭК;  $\dot{U}$  – информативный параметр; M – коэффициент взаимной индукции между катушками  $L_1$  и  $L_2$ ; x, y, z – координаты внесения ПЭК; k – поле значений частот настройки ПЭК

Fig. 1. Scheme of interaction of the source field outline (primary converter) and passive electric oscillatory circuit (PEC):  $L_1$  – the source of the field;  $L_1C_1$  – the field source outline;  $\dot{E}$  – voltage generator, feeding the field source outline;  $L_2C_2$  – PEC;  $\dot{U}$  – the informative parameter; M – the coefficient of mutual induction between the coils  $L_1$  and  $L_2$ ; x, y, z – the coordinates of the PEC application; k – the field of the frequency values of the PEC setting

Анализ выражения (1) показывает, что изменение напряжения на источнике поля определяется изменением знаменателя. Увеличение активного сопротивления контура источника поля приводит к уменьшению напряжения на источнике поля  $L_1$ . Следовательно, по уменьшению напряжения на источнике поля  $\dot{U}$ , вызванному увеличением необратимых потерь энергии, можно судить о наличии на объекте ПЭК, частота настройки которого совпадает с частотой поля.

Очевидно, что для обеспечения достоверного определения частот настройки, закрепленных на объекте ПЭК, необходимо обеспечить достаточно эффективную связь катушки ПЭК с чувствительным элементом.

Отбор энергии пассивным контуром, а значит, и уменьшение напряжения на источнике поля тем значительнее, чем больше связь между чувствительным элементом и катушкой ПЭК и чем меньше собственные потери в контуре источника поля  $r_1 = \rho_1/Q_{13кB}$  и ПЭК  $r_2 = \rho_2/Q_2$  ( $\rho_1$  и  $\rho_2$  – волновое сопротивление соответственно ПП и ПЭК,  $Q_{13кB}$  и  $Q_2$  – добротность соответственно ПП и ПЭК).

Ближние поля электромагнитных излучателей имеют сложную пространственную структуру [4], поэтому теоретический анализ волновых процессов вблизи излучателей производится путем компьютерного моделирования излучателей с заданными размерами при заданной длине волны. Нами были определены пространственные распределения поля чувствительного элемента ПП [1] (рис. 2).

В силу того, что отклик ПЭК выражается в виде необратимых потерь энергии генерируемых колебаний, поле излучения ПП, также выражающееся в необратимых потерях энергии ПП, должно быть сведено к минимуму.

**Временные параметры ПП.** Для обеспечения необходимой информационной емкости СИдО в зоне идентификации необходимо создать электромагнитное поле, содержащее колебания всех фиксированных (*k*) частот настройки ПЭК, и обеспечить анализ взаимодействия этого поля с ПЭК объекта.

Как известно [5], частотный анализ может выполняться параллельным или последовательным методом. Иногда используются различные сочетания этих методов (комбинированные методы).

Суть параллельного частотного анализа состоит в том, что все частотные составляющие в определенной полосе частот (полосе обзора) определяются одновременно. Осуществляется такой анализ путем использования большого количества резонаторов со смещенными резонанс-



Рис. 2. Фрагменты пространственного распределения поля чувствительного элемента ПП

Fig. 2. Fragments of the spatial distribution of the field of the sensitive element of the primary converter

ными частотами. Все элементы кодирования объекта при данном методе анализа могут быть определены практически мгновенно, однако размеры зоны размещения источников поля в пространстве не удовлетворяют требованию локализации объектов.

Суть последовательного частотного анализа состоит в том, что элементы кодирования объекта в определенной полосе обзора определяются поочередно (последовательно). Для осуществления такого анализа достаточно одного резонатора, однако необходимо обеспечить его последовательную перестройку в полосе обзора. Процесс фиксации результатов анализа должен быть согласован по времени с перестройкой ПП и питающего его генератора. Способ перестройки ПП определяет структуру измерительного преобразователя СИдО.

Для обеспечения необходимого быстродействия СИдО перестройка ПП даже в широких пределах изменения его параметров должна осуществляться за минимально возможное время. В связи с тем что фиксированные частоты настройки ПЭК заведомо известны, анализ может производиться путем программной дискретной перестройки ПП и питающего его генератора. Возбуждение колебаний в ПП независимым источником обеспечивает функциональную устойчивость системы ПП – ПЭК.

Программная дискретная перестройка ПП обеспечивается выбором и подключением к чувствительному элементу дискретного конденсатора  $C_1$  (см. рис. 1), необходимого для настройки ПП в резонанс на частоту питающего генератора. Вследствие того что в качестве информативного параметра выбран энергетический параметр – амплитуда выходного напряжения ПП, длительность шага перестройки должна быть большей времени установления начальной амплитуды колебаний в ПП [5], а время переходных процессов, возникающих при перестройке ПП, должно быть исключено из анализа.

Так как в основе работы рассмотренного ПП лежит явление резонанса, его разрешающая способность, под которой понимают способность преобразователя различать две соседние частотные составляющие спектра, в итоге будет обусловливаться параметрами ПП и методом частотного анализа. Количественно разрешающая способность ПП может быть определена как минимальный интервал по частоте между двумя ПЭК, при котором ПП способен их различить.

При последовательном анализе разрешающая способность определяется динамической характеристикой резонансной системы [5]. Чем шире динамическая характеристика, тем ниже разрешающая способность. Очевидно, что пассивные электрические контуры, частотный интервал между которыми меньше ширины динамической характеристики ПП, не могут быть выявлены.

Ширина динамической характеристики (динамическая полоса пропускания) зависит от формы и ширины статической резонансной кривой и скорости изменения частоты (скорости анализа) [5]. Таким образом, частотный интервал настройки ПЭК и, следовательно, диапазон рабочих частот измерительного преобразователя определяются добротностью ПП и скоростью анализа.

В связи с тем что момент попадания объекта в зону чувствительности ПП является случайным, одного цикла перестройки ПП в диапазоне рабочих частот недостаточно для его идентификации. Следовательно, алгоритм работы измерительного преобразователя СИдО должен предусматривать, как минимум, два цикла перестройки ПП. Время идентификации объекта  $t_{ид.}$ при этом определяется как сумма длительностей шагов перестройки  $t_{ш.п.}$  двух полных циклов «пробега» диапазона рабочих частот

$$t_{\rm HZ.} = 2T_{\rm H} = 2kt_{\rm HI.II.}$$
 (2)

Очевидно, что длительность шага перестройки существенно влияет на время идентификации объекта. Поэтому задача повышения быстродействия измерительного преобразователя сводится к снижению длительности шага перестройки ПП.

Анализ переходных процессов в перестраиваемой колебательной системе (см. рис. 1) показывает, что на скорость перестройки данного ПП влияют следующие факторы: быстродействие управляющего элемента; динамические свойства ПП; способ перестройки ПП.

Уменьшение длительности шага перестройки  $t_{\text{ш.п.}}$  определяется (при условии применения электронных ключей) продолжительностью переходных процессов в ПП. Следует отметить, что кроме быстродействия к электронным ключам предъявляются требования малости активного сопротивления в открытом состоянии и емкости в закрытом состоянии.

Известно [5], что скорость нарастания тока в контуре зависит от полосы пропускания. Чем полоса пропускания больше, тем быстрее растет амплитуда тока и устанавливается стационарный режим. Наоборот, в колебательной системе с узкой полосой пропускания (добротность контура велика) переходные процессы продолжительны и амплитуда колебаний тока при включении источника нарастает медленно.

Таким образом, для уменьшения времени переходных процессов необходимо использовать ПП с малой добротностью. В то же время малая добротность ПП приводит к снижению величины его отклика на внесение ПЭК. Решение данного противоречия достигается демпфированием ПП на время переходных процессов.

Уровень порога обнаружения ПЭК. Задача сравнения информативного параметра с его контролируемым значением обусловливает наличие в структуре измерительного преобразователя компаратора и необходимого для его работы амплитудного детектора. Для уменьшения мешающего влияния переходных процессов на информативный параметр необходимо повышать постоянную времени нагрузки амплитудного детектора, что также накладывает ограничение на частоту импульсов коммутации и, следовательно, на быстродействие системы. Одним из путей решения данной проблемы является принудительное обнуление емкости детектора. Этим достигается необходимое быстродействие измерительного преобразователя при практически идеально сглаженных пульсациях информативного параметра (рис. 3).

ПЭК «срабатывает», когда остаточное значение информативного параметра достигает контролируемого уровня.

Зона выбора контролируемого уровня информативного параметра, задающегося опорным (пороговым) значением напряжения компаратора  $U_n$ , ограничивается зоной нестабильности начального значения информативного параметра ПП (рис. 4). Следовательно, требование «срабатывания» ПЭК на расстоянии

$$U_{\text{oct.}} \Big|_{Z_{\text{offul}}} < U_{\text{II}} \tag{3}$$

должно удовлетворяться путем обеспечения достаточной величины отклика ПП на внесение ПЭК (зона остаточного значения информативного параметра, см. рис. 3).

На практике параметры основных стационарных средств измерительного преобразователя можно считать детерминированными. К ним относятся: питающее напряжение; пороговое напряжение; электрические параметры входящих в систему физических элементов (резисторы, конденсаторы, микросхемы и т. д.).



Рис. 3. Фотография осциллограммы начальных и остаточных значений информативного параметра на выходе детектора. Вторым лучом отмечен уровень нуля Fig. 3. The photograph of the oscillogram of the informative parameter initial and residual values at the detector output. The second beam marks the zero level

Тем не менее при взаимодействии чувствительного элемента и ПЭК информативный параметр носит случайный характер. Это вызвано тем, что, с одной стороны, имеет место разброс значений центральных частот настройки, добротностей и характеристик полей взаимодействия чувствительного элемента и ПЭК, а с другой – воздействие внешних электромагнитных полей на зону взаимодействия.

В результате выбор параметров измерительного преобразователя, равно как и расчет его информационной надежности (достоверности опознания), должен производиться на основе вероятностной модели, которая учитывает случайный характер процессов, имеющих место при опознавании. Для построения такой модели процесс опознавания целесообразно представить как задачу принятия статистических решений в соответствии с некоторым оптимальным в заданном смысле критерием [6].

При использовании в качестве элементов



Рис. 4. Графики условных плотностей распределения информативного параметра:  $f_1(U)$  – условная плотность распределения остаточного значения информативного параметра,  $f_2(U)$  – условная плотность распределения начального значения информативного параметра

Fig. 4. Graphs of conditional densities of the informative parameter distribution:  $f_1(U)$  – the conditional density of the distribution of the informative parameter residual value:  $f_2(U)$  – the conditional density of the distribution of the informative parameter initial value

кодирования объектов пассивных электрических колебательных контуров и программной перестройке первичного измерительного преобразователя информация о состоянии идентификационного признака представляется в дискретной форме «1» – «0», указывая соответственно на нахождение идентификационного признака в состояниях  $\Pi_1$  и  $\Pi_2$  (находится или отсутствует конкретный ПЭК на объекте). Состояния  $\Pi_1$  и  $\Pi_2$  идентификационного признака не могут быть достоверно предсказаны заранее, поэтому можно считать, что они соответствуют гипотезам  $H_1$  и  $H_2$  о нахождении идентификационного признака в состояниях  $\Pi_1$  и  $\Pi_2$ .

Таким образом, задачей измерительного преобразователя является отождествление каждой конкретной реализации идентификационного признака с состоянием  $\Pi_1$  и  $\Pi_2$  идентификационного признака, то есть установление истинности гипотез  $H_1$  и  $H_2$ .

В двухальтернативной ситуации принятие решений всегда сопровождается ошибками двух родов [6]:

ошибка первого рода (ложная тревога) – гипотеза *H*<sub>1</sub> отвергается тогда, когда в действительности она верна;

ошибка второго рода (пропуск цели) – отвергается гипотеза H<sub>2</sub>, в то время как она верна.

Указанные ошибочные решения характеризуются соответственно вероятностями  $P_{\text{ош.1}}$  и  $P_{\text{ош.2}}$ . Принятие правильных решений о состояниях идентификационного признака при нахождении его в состояниях  $\Pi_1$  и  $\Pi_2$  характеризуется соответственно вероятностями  $P_{\text{B1}}$  и  $P_{\text{B2}}$ , причем  $P_{\text{B1}} + P_{\text{ош.1}} = 1$  и  $P_{\text{B2}} + P_{\text{ош.2}} = 1$ , поскольку возможные исходы, соответствующие каждому из состояний идентификационного признака, составляют полную группу событий.

Обобщенно измерительный преобразователь может быть представлен в виде двух функциональных частей: первичного измерительного преобразователя и решающего устройства. Первичный измерительный преобразователь обладает аналоговой статической характеристикой и осуществляет преобразование значений опознавательного признака в некоторый выходной электрический сигнал U.

Задачей решающего устройства является отождествление случайного значения (реализации) выходного сигнала первичного измерительного преобразователя с одним из состояний идентификационного признака в соответствии с введенным в решающее устройство критерием K (правилом принятия решения). Из двух гипотез  $H_1$  и  $H_2$  решающее устройство выбирает ту, которая в заданном смысле предпочтительнее. В качестве критерия принятия решения может быть выбран критерий «идеального наблюдателя» (критерий Котельникова), являющийся частным случаем критерия минимального среднего риска Байеса. Указанный критерий минимизирует вероятность суммарной ошибки принятия решения

$$P_{\text{our.}} = P_{a}(\Pi_{1}) \int_{U_{n}}^{\infty} f_{1}(U) dU + P_{a}(\Pi_{2}) \int_{-\infty}^{U_{n}} f_{2}(U) dU, \qquad (4)$$

где  $P_a(\Pi_1)$  и  $P_a(\Pi_2)$  – априорные вероятности нахождения опознавательного признака в состояниях  $\Pi_1$  и  $\Pi_2$  (находится или отсутствует конкретный ПЭК на объекте);  $f_1(U)$  и  $f_2(U)$  – функции плотностей вероятностей случайных значений информативного параметра ПП, соответствующих состояниям  $\Pi_1$  и  $\Pi_2$  идентификационного признака (см. рис. 4);  $U_{\Pi}$  – порог принятия решения решающего устройства.

Достоинством данного критерия является возможность раздельного учета вероятностей ошибок первого и второго рода, определяемых выражениями:

$$P_{\text{out.1}} = \int_{U_{\pi}}^{\infty} f_1(U) dU, \qquad (5)$$

$$P_{\text{out},2} = \int_{-\infty}^{U_{\text{II}}} f_2(U) dU,$$
 (6)

что является весьма важным, поскольку в общем случае вероятности этих ошибок могут существенно различаться. Кроме того, аналитическое выражение для критерия таково, что в него могут быть введены величины, характеризующие как параметры случайных значений информативного параметра, так и основные параметры решающего устройства. Это позволяет произвести их рациональный выбор и определить точностные характеристики, обеспечивающие максимальную или заданную достоверность результатов идентификации.

Определение состояния идентификационного признака сводится в данном случае к выбору порогового значения  $U_{\rm n}$ , находящегося между двумя пиковыми значениями  $f_1(U)$  и  $f_2(U)$ (см. рис. 4). Тогда, если при функционировании ПП будет определено значение информативного параметра U такое, что  $U < U_{\rm n}$ , будет принято решение о том, что ПЭК с данной частотой настройки находится на объекте, в противном случае – что он отсутствует.

Порог обнаружения для каждого конкретного набора параметров СИдО, синтезированных и практически эксплуатируемых, будет индивидуальным для каждой из систем. Разброс пороговых напряжений от системы к системе станет тем меньшим, чем меньшими окажутся разбросы значений параметров ингредиентов систем. Поскольку при получении данных исходным аппаратным информативным параметром является продетектированное напряжение на выходе чувствительного элемента, а соотношение между его максимальным и минимальным значениями определяется, главным образом, свойствами чувствительного элемента и ПЭК, включая динамику их пространственного расположения, при выборе оптимального порога оказывается достаточным иметь только два распределения. Первое из них характеризует поведение начального уровня информативного параметра  $f_2(U)$ , а второе – поведение остаточного уровня информативного 4).

Оптимальность определения состояния опознавательного признака при условии распределения начальных и остаточных значений информативного параметра по нормальному закону обеспечивает значение [7]

$$U_{\rm m} = \frac{\sigma_2^2 m_1 - \sigma_1^2 m_2 \pm \sigma_1 \sigma_2 \sqrt{(m_2 - m_1)^2 + (\sigma_2^2 - \sigma_1^2) \ln(\lambda_0^2 \sigma_2^2 / \sigma_1^2)}}{\sigma_2^2 - \sigma_1^2},\tag{7}$$

где  $\lambda_0 = \frac{P_a(\Pi_1)(c_{12} - c_{11})}{P_a(\Pi_2)(c_{21} - c_{22})}$  – пороговое (критическое) значение коэффициента правдоподобия,

обеспечивающее минимальные потери при идентификации;  $c_{11}$  и  $c_{22}$  – потери при правильных решениях;  $c_{12}$  и  $c_{21}$  – потери при ошибочных решениях.

При этом должны быть обеспечены такие параметры распределений начального и остаточного значений информативного параметра  $m_1,\sigma_1$  и  $m_2,\sigma_2$ , при которых достигается требуемая вероятность правильной идентификации объектов.

Решение задачи аналитического описания параметров распределения начальных и остаточных значений информативного параметра на полях значений параметров носителей кодов, ПП, геометрии взаимодействия чувствительного элемента с элементами кодирования объекта не представляется возможным из-за отсутствия статистик распределения указанных параметров. Поэтому целесообразно воспользоваться экспериментально полученными статистиками результирующих начального и остаточного значений информативного параметра и ограничиться нахождением такой совокупности параметров ПП, ПЭК и решающего устройства, приемлемой с точки зрения возможности их реализации, которая обеспечивала бы требуемую достоверность идентификации.

Указанные статистики могут быть получены как в лабораторных, так и в реальных условиях эксплуатации экспериментальных образцов СИдО. Важным является набор статистик на множестве ПЭК, множестве ПП и множестве носителей кодов объектов.

Анализ рассмотренного метода идентификации показывает, что нестабильность начального уровня информативного параметра обусловливается: нестабильностью частот генератора, питающего ПП; неточностью и нестабильностью настройки ПП на частоты питающего генератора; влиянием оборудования на ПП; взаимным влиянием ПП системы.

Разброс остаточного значения информативного параметра обусловливается, помимо перечисленных факторов, неточностью и нестабильностью настройки ПЭК.

Так как достоверность идентификации определяется стабильностью положения уровня порога обнаружения относительно начального уровня первичного информативного параметра, необходимо, чтобы порог обнаружения отслеживал изменения начального уровня информативного параметра.

Таким образом, для достижения требуемой достоверности идентификации необходимо обеспечить: высокую стабильность частот генератора, питающего ПП; точность и стабильность настройки ПП на частоты питающего генератора; защиту ПП от влияния помех, создаваемых оборудованием и другими ПП СИдО (электромагнитная совместимость СИдО); достаточную величину отклика ПП на внесение ПЭК; достаточный частотный интервал настройки ПЭК; точность и стабильность настройки ПЭК; стабильность порога обнаружения относительно начального уровня информативного параметра.

Электромагнитная совместимость измерительных преобразователей СИдО, чувствительные элементы которых находятся в зоне взаимного влияния, может быть обеспечена рядом технических, технологических и организационных мер, например, путем синхронизации работы измерительных преобразователей с шунтированием неактивных чувствительных элементов, экранирования, взаимной ориентации и территориального разноса чувствительных элементов.

В результате проведенных исследований определены следующие задачи дальнейших (экспериментальных) исследований:

определение статистических характеристик распределения начального и остаточного значений информативного параметра и нахождение оптимального по достоверности идентификации порога обнаружения ПЭК;

определение статистических функций распределения расстояния обнаружения ПЭК;

установление адекватности теоретически определенных информационных параметров СИдО статистикам экспериментальных распределений.

Заключение. Установлено, что величина отклика ПП на внесение ПЭК определяется эквивалентной добротностью ПП, добротностью ПЭК и величиной взаимной индуктивности между катушками индуктивности ПП и ПЭК.

Оперативная автоматическая оценка правильности идентификации объекта обеспечивается путем кодирования объекта одинаковым числом пассивных контуров и контроля числа откликов ПП при идентификации объекта; информационная емкость системы при этом определяется числом сочетаний принятого числа пассивных контуров на объекте из принятого числа фиксированных частот настройки пассивных контуров.

При реализации последовательного анализа переходные процессы, возникающие при перестройке ПП, существенно искажают вид его резонансной характеристики, поэтому время переходных процессов должно быть исключено из анализа.

Демпфирование ПП на время переходных процессов при перестройке существенно уменьшает продолжительность переходных процессов и, следовательно, время идентификации без снижения величины отклика ПП на внесение пассивных контуров.

Принудительное стробированное обнуление емкости детектора повышает быстродействие ПП при практически идеально сглаженных пульсациях информативного параметра.

Применение следящего порога обнаружения повышает достоверность опознавания при воздействии дестабилизирующих факторов в условиях эксплуатации.

Оптимальность основных параметров носителей идентификационных признаков и ПП по критерию «максимум достоверности опознавания – минимум времени измерения» достигается вариабельностью значений рабочей частоты, эквивалентной добротности элементов системы, пространственной зоны чувствительности и порога обнаружения для фиксированных распределений вероятностей нестабильности начального, контролируемого и остаточного значений информативного параметра.

#### Список использованных источников

1. Крючкова, Л.П. Дослідження просторових характеристик ближнього поля рамкових антен / Л.П. Крючкова // Сучасний захист інформації. – 2018. – № 1. – С. 17–22.

2. Дшхунян, В.Л. Электронная идентификация. Бесконтактные электронные идентификаторы и смарт-карты / В.Л. Дшхунян, В.Ф. Шаньгин. – М.: АСТ : НТ Пресс, 2004. – 695 с.

3. Орнатский, П.П. Теоретические основы информационно-измерительной техники. – 2-е изд. – Київ: Вища школа. Головн. изд-во, 1983. – 455 с.

4. Електродинаміка та поширення радіохвиль. Ч. 2. Випромінювання та поширення електромагнітних хвиль : підручник для студентів ВНЗ / В.М. Шокало [та ін.]. – Харків: ХНУРЕ : Колегіум, 2010. – 435 с.

5. Мартынов, В.А. Панорамные приемники и анализаторы спектра / В.А. Мартынов, Ю.И. Селихов; под ред. Г.Д. Заварина. –2-е изд., перераб. и доп. – М. : Совет. радио, 1980. – 352 с.

6. Тихонов, В.И. Статистический анализ и синтез радиотехнических устройств и систем: учеб. пособие для вузов / В.И. Тихонов, В.Н. Харисов. – М.: Радио и связь, 1991. – 608 с.

7. Генкин, В.Л. Системы распознавания автоматизированных производств / В.Л. Генкин, И.Л. Ерош, Э.С. Москалев. – Л.: Машиностроение. Ленинград. отд-ние, 1988. – 246 с.

## References

1. Krychkova L. P. Research of the spatial characteristics of the near field of frame antennas. *Sovremennaya zashchita informatsii* [Modern Information Security], 2018, no. 1, pp. 17–22 (in Ukranian).

2. Dshkhunyan V. L., Shan'gin V. F. *Electronic Identification. Contactless Electronic Identifiers and Smart Cards.* Moskow, AST Publ., NT Press Publ., 2004. 695 p. (in Russian).

3. Ornatskii P. P. *Theoretical Foundations of Information and Measuring Equipment*. Kiev, Vishcha shkola Publ., 1983. 455 p. (in Russian).

4. Shokalo V. M., Pravda V. I., Usin V. A., Vuntesmeri V. S., Gretskikh D. V. *Electrodynamics and the Propagation of Radio Waves. Part 2. Radiation and Propagation of Electromagnetic Waves.* Kharkiv, Kharkiv National University of Radio Electronics, Kolegium Publ., 2010. 435 p. (in Ukrainian).

5. Martynov V. A., Selikhov Yu. I. Zavarin G. D. (ed.). *Panoramic Receivers and Spectrum Analyzers*. Moskow, Sovetskoe radio Publ., 1980. 352 p. (in Russian).

6. Tikhonov V. I., Kharisov V. N. Statistical Analysis and Synthesis of Radio Devices and Systems. Moskow, Radio i svyaz' Publ., 1991. 608 p. (in Russian).

7. Genkin V. L., Erosh I. L., Moskalev E. S. *Recognition Systems for Automated Productions*. Leningrad, Mashinostroenie Publ., 1988. 246 p. (in Russian).
# Информация об авторах

Железняк Владимир Кириллович – доктор технических наук, профессор, профессор Полоцкого государственного университета (ул. Блохина, 30, 211440, Новополоцк, Республика Беларусь). E-mail: zheleznjak@psu.by

*Толубко Владимир Борисович* – доктор технических наук, профессор, ректор Государственного университета телекоммуникаций (ул. Соломенская, 7, 03110, Киев, Украина). E-mail: 090289@ukr.net

Крючкова Лариса Петровна – доктор технических наук, доцент, профессор кафедры «Системы информационной и кибернетической защиты», Государственный университет телекоммуникаций (ул. Соломенская, 7, 03110, Киев, Украина). E-mail: alara54@ukr.net. http://orcid.org/0000-0002-8509-6659

Провозин Александр Петрович – заместитель председателя правления, Публичное акционерное товарищество «Научно-исследовательский институт электромеханических приборов» (ул. Академика Крымского, 27, 03680, Киев, Украина). E-mail: pap30151@gmail.com

# Information about the authors

Vladimir K Zheleznyak – D. Sc. (Engineering), Professor, Professor of Polotsk State University (30, Blokhin Str., Novopolotsk, 211440, Vitebsk region, Republic of Belarus). E-mail: v.zheleznjak@psu.by

*Vladimir B. Tolubko* – D. Sc. (Engineering), Professor, Rector of the State University of Telecommunications (7, Solomenskaya Str., Kyiv, 03110, Ukraine). E-mail: 090289@ukr.net

Larisa P. Kriuchkova – D. Sc. (Engineering), Associate Professor, Professor of the Department of Information and Cyber Security Systems, State University of Telecommunications (7, Solomenskaya Str., Kyiv, 03110, Ukraine). E-mail: alara54@ukr.net. http://orcid.org/0000-0002-8509-6659

Aleksandr P. Provozin – Deputy Chairman of the Board, Public Joint Stock Company "Scientific Research Institute of Electromechanical Devices" (27, Academician Crimsky Str., Kyiv, 03680, Ukraine). E-mail: pap30151@gmail.com ISSN 1561-8358 (Print) ISSN 2524-244X (Online)

# ИНФОРМАЦИОННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И СИСТЕМЫ

**INFORMATION TECHNOLOGIES AND SYSTEMS** 

УДК 512 (075.8) https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-110-117 Поступила в редакцию 25.01.2018 Received 25.01.2018

# В.А. Липницкий<sup>1</sup>, Е.В. Середа<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Военная академия Республики Беларусь, Минск, Беларусь <sup>2</sup>Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники, Минск, Беларусь

# СВОЙСТВА *G*-ОРБИТ ТРОЙНЫХ ОШИБОК И ИХ ИНВАРИАНТОВ В КОДАХ БОУЗА – ЧОУДХУРИ – ХОКВИНГЕМА *C*<sub>7</sub>

Аннотация. Данная работа является дальнейшим развитием теории норм синдромов (THC): расширяется теория полиномиальных инвариантов G-орбит ошибок относительно группы G автоморфизмов двоичных циклических кодов Боуза – Чоудхури – Хоквингема (БЧХ-кодов), получаемой присоединением к группе  $\Gamma$  степеней циклотомической подстановки и практически исчерпывающей группу автоморфизмов БЧХ-кодов. Определено, что для БЧХ-кодов с конструктивным расстоянием пять полиномиальные инварианты, как и нормы синдромов, имеют скалярный характер и являются взаимно-однозначными характеристиками своих орбит. Для примитивных циклических БЧХ-кодов с конструктивным расстоянием семь вслед за нормами синдромов, становящимися уже векторными величинами, вводятся соответствующие векторные полиномиальные инварианты, исследуются их основные свойства. Установлено, что нарушается свойство взаимной однозначности: существуют G-орбиты-изомеры, различные, но имеющие одинаковые векторные полиномиальные инварианты. Обосновано и на примерах демонстрируется, что это обстоятельство незначительно осложняет алгоритмы декодирования ошибок на основе полиномиальных инвариантов.

**Ключевые слова:** помехоустойчивое кодирование, циклические линейные коды, примитивные БЧХ-коды, автоморфизмы кодов, орбиты ошибок, синдромы ошибок, нормы синдромов, полиномиальные инварианты орбит ошибок

Для цитирования: Липницкий, В.А. Свойства *G*-орбит тройных ошибок и их инвариантов в кодах Боуза – Чоудхури – Хоквингема  $C_7$  / В.А. Липницкий, Е.В. Середа // Вес. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2019. – Т. 64, № 1. – С. 110–117. https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-110-117

# V.A. Lipnitski<sup>1</sup>, A.U. Serada<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Military Academy of the Republic of Belarus, Minsk, Belarus <sup>2</sup>Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics, Minsk, Belarus

# PROPERTIES OF TRIPLE ERROR ORBITS G AND THEIR INVARIANTS IN BOSE – CHAUDHURI – HOCQUENGHEM CODES $C_7$

Abstract. This work is the further development of the theory of norms of syndromes: the theory of polynomial invariants of *G*-orbits of errors expands with the group *G* of automorphisms of binary cyclic BCH codes obtained by joining the degrees of cyclotomic permutation to the group  $\Gamma$  and practically exhausting the group of automorphisms of BCH codes. It is determined that polynomial invariants, like the norms of syndromes, have a scalar character and are one-to-one characteristics of their orbits for BCH codes with a constructive distance of five. The paper introduces the corresponding vector polynomial invariants for primitive cyclic BCH codes with a constructive distance of seven, next to the norms of the syndromes that are already vector quantities; the basic properties of the vector polynomial invariants are investigated. It is established that the property of mutual unambiguity is violated: there are *G*-orbit-isomers, which are different, but have the same vector polynomial invariants. It is substantiated and demonstrated by examples that this circumstance greatly complicates error decoding algorithms based on polynomial invariants.

**Keywords:** noise-immune encoding, cyclic linear codes, primitive BCH codes, code automorphism, orbit of errors, syndrome of errors, norm of syndrome, polynomial invariant of orbit of errors

© Липницкий В.А., Середа Е.В., 2019

**For citation:** Lipnitski V. A., Serada A. U. Properties of triple error orbits G and their invariants in Bose – Chaudhuri – Hocquenghem codes  $C_7$ . Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnych navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series, 2019, vol. 64, no. 1, pp. 110–117 (in Russian). https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-110-117

**Введение.** Созданная на рубеже XX–XXI вв. теория норм синдромов [1–3] дала норменный метод декодирования ошибок. Этот метод в реверсивных кодах и в кодах Боуза – Чоудхури – Хоквингема (БЧХ-кодах) действует на порядок быстрее иных синдромных методов, легко реализуется на ПЛИС, отличается усеченной процедурой поиска корректируемой ошибки, конструктивными возможностями расширения спектра исправляемых ошибок [2].

В семействе циклических БЧХ-кодов нечетной длины автоморфизм Фробениуса поля определения кода порождает автоморфизмы – циклотомические подстановки, которые вместе с группой Г циклических сдвигов координат векторов образуют некоммутативную группу G автоморфизмов БЧХ-кодов [2–4]. G-орбиты ошибок состоят из специальным образом взаимосвязанных Г-орбит векторов-ошибок [2, 3]. Открытие полиномиальных инвариантов G-орбит ошибок [5, 6] создает хорошие перспективы к декодированию больших спектров ошибок. В данной работе расширяется понятие полиномиальных инвариантов, исследуются дальнейшие свойства G-орбит ошибок и свойства новых полиномиальных инвариантов

**БЧХ-коды.** Рассмотрим циклические примитивные двоичные БЧХ-коды C длиной  $n = 2^m - 1$ , задаваемые проверочными матрицами вида

$$H = [\alpha^{i}, \alpha^{3i}, \alpha^{5i}]^{T}, \quad 0 \le i \le n-1,$$

$$\tag{1}$$

где  $\alpha$  – корень примитивного неприводимого над Z/2Z полинома степени  $m, m \ge 3$  [2–4]. Минимальное расстояние данных кодов d равно 7 [4], что позволяет им корректировать одиночные, двойные и тройные ошибки, дать рассматриваемым БЧХ-кодам более точное обозначение  $C_7$ .

Пусть инфокоммуникационная система (ИКС), основанная на БЧХ-коде  $C_7$ , приняла сообщение  $\bar{x}$ . Приемное устройство ИКС в обязательном порядке вычисляет синдром ошибок  $S(\bar{x}) = H \cdot \bar{x}^T = (s_1, s_2, s_3)^T$ . Здесь  $s_1, s_2, s_3$  – элементы поля Галуа  $GF(2^m)$  из  $2^m$  элементов. Условие d = 7 влечет попарное различие синдромов векторов-ошибок весом 1–3. Неравенство  $S(\bar{x}) \neq \bar{0}$ свидетельствует о наличии ошибок в принятом сообщении:  $\bar{x} = \bar{c} + \bar{e}$ , где  $\bar{c}$  – истинное передаваемое сообщение;  $\bar{e}$  – вектор ошибок, который наложился на сообщение в процессе передачи  $\bar{c}$  в канале с шумами. Поскольку  $H \cdot \bar{c}^T = \bar{0}$ , то  $S(\bar{x}) = S(\bar{e})$  зависит только от вектора-ошибки  $\bar{e}$ . Координаты вектора-ошибки  $\bar{e}$  весом 3 находятся, как правило, решением следующей системы  $[x + y + z = s_1,$ 

алгебраических уравнений:  $\begin{cases} x^3 + y^3 + z^3 = s_2, \text{ которая преобразуется к кубическому уравнению} \\ x^5 + y^5 + z^5 = s_3, \end{cases}$ 

(см. [2, 3]). Над полями Галуа характеристики 2 не существует достаточно эффективных алгоритмов решения алгебраических уравнений, а имеющиеся трудоемки в реализации (см., к примеру, [2, п. 9.2; 3, п. 2.9; 7, гл. 5]).

Перспективной альтернативой синдромному методу алгебраических уравнений является применение автоморфизмов кодов [1–3]. Перейдем к рассмотрению сути метода автоморфизмов применительно к примитивным циклическим БЧХ-кодам.

**Г-орбиты ошибок, их спектры и нормы синдромов.** Группа Г состоит из степеней циклической подстановки  $\sigma$ , действующей на каждый вектор  $\bar{x} = (x_1, x_2, ..., x_n)$  по правилу

$$\sigma(\bar{x}) = (x_n, x_1, x_2, \dots, x_{n-1}).$$
(2)

Таким образом, группа Г является коммутативной циклической группой порядка *n*. Она принадлежит группе автоморфизмов любого циклического кода длиной *n*, в частности БЧХ-кода с проверочной матрицей (1).

Для всякой вектор-ошибки  $\overline{e} = (e_1, e_2, \dots, e_n)$  ее Г-орбита описывается выражением

$$\langle \overline{e} \rangle_{\Gamma} = \langle \overline{e} \rangle = \left\{ \overline{e}, \, \sigma(\overline{e}), \, \dots, \, \sigma^{\nu-1}(\overline{e}) \right\},\tag{3}$$

где v – наименьшее натуральное число с условием:  $\sigma^{v}(\bar{e}) = \bar{e}$ . При этом v делит *n* или же v = n. Во втором случае Г-орбита  $\langle \bar{e} \rangle$  имеет максимально возможную мощность и потому называется полной.

Действие  $\sigma$  на вектор  $\overline{e}$  по формуле (2) в БЧХ-коде *C* с проверочной матрицей (1) синхронно сопровождается столь же четким изменением синдрома [1–3]: если  $S(\overline{e}) = H \cdot \overline{e}^T = (s_1, s_2, s_3)^T$ , то

$$S(\sigma(\overline{e})) = H \cdot (\sigma(\overline{e}))^T = (\alpha \cdot s_1, \alpha^3 \cdot s_2, \alpha^5 \cdot s_3)^T.$$
(4)

Равенство (4) послужило основой для определения нормы синдрома в БЧХ-коде  $C_7$  как вектора  $\overline{N} = \overline{N}(S(\overline{e})) = (N_1, N_2, N_3)$  с тремя координатами, задаваемыми следующими формулами:

$$N_1 = s_2/s_1^3; \quad N_2 = s_3/s_1^5; \quad N_3 = s_3^3/s_2^5.$$
 (5)

При  $N_1 \neq 0$  (что возможно лишь при условиях:  $s_1 \neq 0$ ,  $s_2 \neq 0$ ) компонента  $N_3$  однозначно выражается через первые две компоненты:  $N_3 = N_2^3/N_1^5$  и, следовательно, ее можно не принимать в расчет. Если же  $s_1 = 0$ , то компоненты  $N_1$  и  $N_2$  вектора  $\overline{N}$  становятся вырожденными и информационную нагрузку начинает нести только компонента  $N_3$ . Вычисленная по формулам (5) норма  $\overline{N}$  не меняется при действии подстановки  $\sigma$ , является инвариантом для векторов-ошибок каждой отдельно взятой Г-орбиты, а потому называется нормой самой Г-орбиты векторов-ошибок.

Достаточно стройная система свойств норм синдромов (см. [1-3]), в частности предложение 5.4 [3] о попарном различии норм Г-орбит ошибок весом 1, 2, 3 и предложение 5.2 [3] о том, что в примитивном БЧХ-коде из равенства норм двух полных Г-орбит ошибок следует совпадение их спектров синдромов, послужила основой перестановочных норменных методов коррекции ошибок в рассматриваемых и более широких классах БЧХ-кодов. Специфика этих методов в том, что вместо поиска ошибки с вычисленным синдромом во множестве всех исправляемых ошибок проводится поиск вычисленной нормы в более узком списке норм декодируемых Г-орбит ошибок. Таким образом, поисковые процедуры в норменном декодере сокращаются, как минимум, в *n* раз.

Стимулируемое потребностями приложений увеличение хотя бы на единицу параметра m практически удваивает основной параметр n, что тянет за собой рост остальных параметров кода, включая и количество декодируемых Г-орбит ошибок. Через несколько подобных итераций приходим к невероятному росту всех данных о применяемом коде. Выход – в разумном ограничении параметров применяемых кодов и в применении для декодирования более крупных объединений ошибок. – G-орбит векторов-ошибок.

Специфика синдромов и Г-орбит тройных ошибок. У двойных ошибок первая компонента синдрома всегда отлична от нуля. У тройных же ошибок любая из трех компонент синдрома может принимать любое значение из поля  $GF(2^m)$ , в частности может быть равной нулю. Случаи, когда две компоненты синдрома одновременно равны нулю, исследованы в [2, предложение 3.15]:

если  $s_1 = 0$ , то  $s_2 \neq 0$ ;

равенство  $S(\overline{e}) = (0, s_2, 0), s_2 \neq 0$ , возможно только в случае n = 3l для единственной Г-орбиты ошибок <(1, l+1, 2l+1)> мощностью l, порожденной вектором-ошибкой с единицами на указанных позициях;

синдром  $S(\overline{e}) = (s_1, 0, 0)$   $s_2 \neq 0$ , возможен только при m = 3l и в этом случае только для векторов-ошибок единственной полной Г-орбиты ошибок <(1, 2a+1, 2b+1)>, где  $\alpha^a = t_1$  – корень уравнения  $t^3 + t^2 + 1 = 0$ ,  $\alpha^b = t_2$  для  $t_2 = t_1 + t_1^2$ ; здесь  $\overline{s} = s$  для целых  $s, 1 \leq s \leq n, \overline{s} = s - n$  для целых  $s, n + 1 \leq s \leq 2n$ .

Как и для двойных ошибок, все Г-орбиты тройных ошибок полные, за исключением единственного отмеченного выше случая Г-орбиты  $J = \langle (1, l+1, 2l+1) \rangle$  при n = 3l, то есть при  $m = 2\mu$  – четном. Все Г-орбиты должны иметь попарно различные спектры синдромов, одинаковые с орбитами по мощности благодаря условию d = 7. В силу отмеченных свойств нормы всех Г-орбит ошибок весом 1–3 также должны быть попарно-различными.

Таким образом, в примитивном БЧХ-коде  $C_7$  имеется  $\lambda_{\Gamma} = C_n^3/n = (n-1)(n-2)/6$  полных Г-орбит тройных ошибок для n = 3l + 1 и n = 3l + 2; в случае n = 3l имеется  $[C_n^3/n]$  полных Г-орбит плюс одна Г-орбита  $J = \langle (1, l+1, 2l+1) \rangle$  мощностью l. Здесь [a/b] – целая часть рационального числа a/b.

**G-орбиты тройных ошибок и их полиномиальные инварианты.** Группа G некоммутативна, имеет порядок mn, получается присоединением к группе Г циклотомической подстановки  $\varphi$ , переставляющей координаты векторов n-мерного (n нечетно) пространства по правилу  $(2i-1, 2i-1 \le n,$ 

 $\phi(i) = \begin{cases} 2i-1, 2i-1 \le n, \\ 2i-1-n, 2i-1 > n. \end{cases}$  При этом подстановка  $\phi$  имеет порядок  $m, \phi \sigma = \sigma^2 \phi$ , всякую Г-орбиту

 $<\!\!\bar{e}\!\!>$ подстановка <br/>  $\phi$  преобразует в Г-орбиту, поэтому для каждого вектора-<br/>ошибки  $\bar{e}$ БЧХ-кода  $C_7$ е<br/>еG-орбита имеет вид

$$\langle \overline{e} \rangle_G = \left\{ \langle \overline{e} \rangle_{\Gamma}, \, \varphi(\langle \overline{e} \rangle_{\Gamma}), \, \dots, \, \varphi^{\mu-1}(\langle \overline{e} \rangle_{\Gamma}) \right\},\tag{6}$$

где  $\mu$  – наименьшее натуральное число с условием:  $\varphi^{\mu}(\langle \bar{e} \rangle_{\Gamma}) = \langle \bar{e} \rangle_{\Gamma}$ . При этом  $\mu$  делит *m* или же  $\mu = m$ . При условии  $\mu = m$  *G*-орбита  $\langle \bar{e} \rangle_G$  называется полной при условии, что и Г-орбита  $\langle \bar{e} \rangle_{\Gamma}$  – полная. Циклотомическая подстановка замечательна следующим свойством: если синдром  $S(\bar{e}) = H \cdot \bar{e}^T = (s_1, s_2, s_3)^T$ , то  $S(\varphi(\bar{e})) = (s_1^2, s_2^2, s_3^2)^T$ . Аналогично преобразуется и норма синдрома:  $\overline{N}(S(\varphi(\bar{e}))) = (N_1^2, N_2^2, N_3^2)$  (детали см. в [2, гл. 3, 4; 3, гл. 4, 5]). Повторное применение подстановки  $\varphi$  к вектору-ошибке приведет к повторному возведению в квадрат компонент ее синдрома и компонент нормы синдрома. Таким образом, вся *G*-орбита  $\langle \bar{e} \rangle_G$ , построенная по формуле (6) как цикл, «круг» переходящих друг в друга Г-орбит, имеет синхронный и адекватный образ в спектре норм этих Г-орбит в виде трех 2-примарных последовательностей компонент этих норм:

$$\left\{ (N_1, N_2, N_3); (N_1^2, N_2^2, N_3^2), \dots, (N_1^{2^{\mu-1}}, N_2^{2^{\mu-1}}, N_3^{2^{\mu-1}}) \right\}, \text{ где } N_i^{2^{\mu}} = N_i.$$
(7)

Отображение  $f: x \to x^2$  в любом поле Галуа  $GF(2^m)$  характеристики 2 есть автоморфизм Фробениуса этого поля. Поэтому для каждого i = 1, 2, 3 взятое из (7) множество

$$\left\{N_{i}, N_{i}^{2}, \dots, N_{i}^{2^{\mu-1}}\right\}$$
(8)

при наименьшем натуральном  $\mu$  с условием  $N_i^{2^{\mu}} = N_i$  является полной системой элементов, сопряженных с  $N_i$ . Тогда три полинома

$$p_{\mu}(N_i, x) = p(x) = (x - N_i) (x - N_i^2) \cdots (x - N_i^{2^{\mu-1}})$$
(9)

имеют, согласно теореме Виета, коэффициенты, принадлежащие Z/2Z; они являются неприводимыми над Z/2Z полиномами и каждый из них – единственный полином степени µ, содержащий все корни множества (8) [7, гл. 4; 8]. По традиции, начатой в [5, 6], введем следующее

*Определение 1.* Тройка  $P(\langle \bar{e} \rangle_G)$  полиномов (9) называется векторным полиномиальным инвариантом *G*-орбиты (6) в коде  $C_7$ .

Перечисленные свойства названной тройки полиномов служат полным оправданием и обоснованием такого определения. Множество этих троек совпадает с количеством *G*-орбит и примерно в *m* раз меньше числа  $\lambda_{\Gamma} = C_n^3/n = (n-1)(n-2)/6$ . Если все три компоненты нормы  $\overline{N}$  являются ненулевыми элементами поля  $GF(2^m)$ , что чаще всего и бывает, то третья компонента  $N_3$  однозначно алгебраически выражается через первые две компоненты нормы  $\overline{N}$ , как уже отмечено. Следовательно, в данном случае в тройке  $P(\langle \overline{e} \rangle_G)$  третий полином можно не учитывать. Если же у синдрома  $S(\overline{e})$  компонента  $s_1 = 0$ , то в тройке  $P(\langle \overline{e} \rangle_G)$  третий полином можно не запись полинома  $p(x) = c_{\mu}x^{\mu} + c_{\mu-1}x^{\mu-1} + \ldots + c_0$  в компьютере выражается набором ( $c_{\mu}c_{\mu-1}...c_0$ ) из  $\mu+1$  коэффициентов этого полинома, в данном случае из элементов 0, 1. Очевидно,  $c_{\mu} = 1$  в силу неприводимости полинома  $c_0 = 1$ , и количество единиц в наборе должно быть нечетным.

Каждый элемент поля *GF*(2<sup>*m*</sup>) является алгебраическим над *Z*/2*Z*. Следовательно, еще на фазе формирования поля можно составить списки неприводимых полиномов для каждого из элементов этого поля.

Пример I. В БЧХ-коде  $C_7$  длиной 31 имеется  $\lambda_{\Gamma} = C_{31}^3/31 = 30 \cdot 29/6 = 145$  Г-орбит тройных ошибок, что составляет 145/5 = 29 полных G-орбит ошибок. В табл. 1 приведен список образующих  $\bar{e}_i$  всех 29 названных G-орбит, синдромов образующих  $S(\bar{e}_i)$  в БЧХ-коде  $C_7$  с проверочной матрицей (1) для  $\alpha$  – корня полинома  $x^5 + x^2 + 1$ , норм синдромов  $\bar{N}_i = \bar{N}(S(\bar{e}_i))$ , а также полиномиальных инвариантов  $P(<\bar{e}>_G)$ .

Таблица 1. Список G-орбит тройных ошибок в БЧХ-коде длиной 31 с проверочной матрицей  $H = [\alpha^i, \alpha^{3i}, \alpha^{5i}]^T$ , где  $\alpha$  – корень полинома  $x^5 + x^2 + 1$ , их образующих  $\overline{e}_i$ , синдромов  $S(\overline{e}_i)$  и норм  $\overline{N}_i = \overline{N}(S(\overline{e}_i))$ T a b l e 1. A list of G-orbits of triple errors in the BCH code of length 31 with a check matrix

$H = [\alpha^i \ \alpha^{3i} \ \alpha^{5i}]^T$ where $\alpha$ is the root of the $r^5 + r^2 + r^2$	1 nolynomial its generators $\overline{e}$ , the syndromes $S(\overline{e})$ and the norms
If $[\alpha, \alpha, \alpha]$ , where $\alpha$ is the root of the $x + x$	
	$N_i = N(S(\bar{e}_i))$

№ п/п	Образующая $\bar{e_i}$ Г-орбиты	Синдром $S(\overline{e}_i)$	Норма <i>N</i> Г-орбиты	$p_{\mu}(N_1, x)$	$p_{\mu}(N_2, x)$	$p_{\mu}(N_3, x)$
1	(1, 2, 3)	$(\alpha^{11}, \alpha^{18}, \alpha^{22})$	$(\alpha^{16}, \alpha^{29}, \alpha^7)$	$x^5 + x^2 + 1$	$x^5 + x^3 + 1$	$x^5 + x^3 + x^2 + x + 1$
2	(1, 2, 12)	$(\alpha^2, \alpha^8, \alpha^9)$	$(\alpha^2, \alpha^{30}, \alpha^{18})$	$x^5 + x^2 + 1$	$x^5 + x^3 + 1$	$x^5 + x^4 + x^2 + x + 1$
3	(1, 2, 15)	$(\alpha^{24}, \alpha^{12}, \alpha^{29})$	$(\alpha^2, \alpha^2, )$	$x^5 + x^2 + 1$	$x^5 + x^2 + 1$	
4	(1, 2, 6)	$(\alpha^{19}, \alpha^{28}, \alpha^{14})$	$(\alpha^2, \alpha^{12}, )$	$x^5 + x^2 + 1$	$x^5 + x^4 + x^3 + x^2 + 1$	
5	(1, 6, 11)	$(\alpha^{22}, \alpha^{20}, \alpha^{24})$	$(\alpha^{16}, \alpha^7, )$	$x^5 + x^2 + 1$	$x^5 + x^3 + x^2 + x + 1$	
6	(1, 2, 4)	$(\alpha^{27}, \alpha^{17}, \alpha^{16})$	$(\alpha^{29}, \alpha^5, \ldots)$	$x^5 + x^3 + 1$	$x^5 + x^3 + x^2 + x + 1$	
7	(1, 2, 13)	$(\alpha^8, \alpha^{20}, \alpha^8)$	$(\alpha^{27}, \alpha^{30}, \alpha^{17})$	$x^5 + x^3 + 1$	$x^5 + x^3 + 1$	$x^5 + x^4 + x^3 + x^2 + 1$
8	(1, 4, 10)	$(\alpha^{17}, \alpha^4, \alpha^{18})$	$(\alpha^{15}, \alpha^{26}, )$	$x^5 + x^3 + 1$	$x^5 + x^4 + x^3 + x + 1$	
9	(1, 7, 10)	$(\alpha^{10}, \alpha^{29}, \alpha^{12})$	$(\alpha^{30}, \alpha^{24}, )$	$x^5 + x^3 + 1$	$x^5 + x^4 + x^3 + x^2 + 1$	
10	(1, 4, 7)	$(\alpha^{18}, \alpha^{21}, \alpha^{20})$	$(\alpha^{29}, \alpha^{23}, \alpha^{17})$	$x^5 + x^3 + 1$	$x^5 + x^3 + 1$	$x^5 + x^4 + x^3 + x^2 + 1$
11	(1, 2, 5)	$(\alpha^{17}, \alpha^{11}, \alpha^3)$	$(\alpha^{22}, \alpha^{11}, )$	$x^5 + x^4 + x^3 + x + 1$	$x^5 + x^4 + x^3 + x + 1$	
12	(1, 8, 11)	$(\alpha^2, \alpha^{27}, \alpha^{26})$	$(\alpha^{21}, \alpha^{16}, \alpha^5)$	$x^5 + x^4 + x^3 + x + 1$	$x^5 + x^2 + 1$	$x^5 + x^4 + x^2 + x + 1$
13	(1, 5, 8)	$(\alpha^5, \alpha^{26}, \alpha^{14})$	$(\alpha^{11}, \alpha^{20}, )$	$x^5 + x^4 + x^3 + x + 1$	$x^5 + x^4 + x^2 + x + 1$	
14	(1, 7, 12)	$(\alpha^{20}, \alpha^{19}, \alpha^8)$	$(\alpha^{21}, \alpha, \alpha^{22})$	$x^5 + x^4 + x^3 + x + 1$	$x^5 + x^2 + 1$	$x^5 + x^4 + x^3 + x + 1$
15	(1, 2, 7)	$(\alpha^{29}, \alpha^6, \alpha^{28})$	$(\alpha^{12}, \alpha^7, )$	$x^5 + x^4 + x^3 + x^2 + 1$	$x^5 + x^3 + x^2 + x + 1$	
16	(1, 4, 14)	$(\alpha^{22}, \alpha^{28}, \alpha^{28})$	$(\alpha^{24}, \alpha^{11}, )$	$x^5 + x^4 + x^3 + x^2 + 1$	$x^5 + x^4 + x^3 + x + 1$	
17	(1, 3, 14)	$(\alpha^{25}, \alpha^{19}, \alpha^{21})$	$(\alpha^6, \alpha^{20}, )$	$x^5 + x^4 + x^3 + x^2 + 1$	$x^5 + x^4 + x^2 + x + 1$	
18	(1, 3, 4)	$(\alpha^8, \alpha^{10}, \alpha^8)$	$(\alpha^{17}, \alpha^{30}, )$	$x^5 + x^4 + x^3 + x^2 + 1$	$x^5 + x^3 + 1$	
19	(1, 2, 10)	$(\alpha^9, \alpha, \alpha^{21})$	$(\alpha^5, \alpha^7, \alpha^{27})$	$x^5 + x^4 + x^2 + x + 1$	$x^5 + x^3 + x^2 + x + 1$	$x^5 + x^3 + 1$
20	(1, 3, 12)	$(\alpha, \alpha^{23}, \alpha^{12})$	$(\alpha^{20}, \alpha^7, \alpha^{14})$	$x^5 + x^4 + x^2 + x + 1$	$x^5 + x^3 + x^2 + x + 1$	$x^5 + x^3 + x^2 + x + 1$
21	(1, 4, 5)	$(\alpha^{25}, \alpha^{22}, \alpha^{30})$	$(\alpha^9, \alpha^{29}, )$	$x^5 + x^4 + x^2 + x + 1$	$x^5 + x^3 + 1$	
22	(1, 10, 18)	$(\alpha^3, \alpha^{19}, \alpha^{17})$	$(\alpha^{10}, \alpha^2, \dots)$	$x^5 + x^4 + x^2 + x + 1$	$x^5 + x^2 + 1$	
23	(1, 3, 8)	$(\alpha^{10}, \alpha^{17}, 0)$	$(\alpha^{18}, 0, )$	$x^5 + x^4 + x^2 + x + 1$	x	
24	(1, 3, 10)	$(\alpha^{15}, 0, \alpha^8)$	$(0, \alpha^{26}, )$	x	$x^5 + x^4 + x^3 + x + 1$	
25	(1, 2, 11)	$(\alpha^{30}, \alpha^{16}, \alpha)$	$(\alpha^{19}, \alpha^6, \ldots)$	$x^5 + x^3 + x^2 + x + 1$	$x^5 + x^4 + x^3 + x^2 + 1$	
26	(1, 4, 11)	$(\alpha^{21}, \alpha^{29}, \alpha^{26})$	$(\alpha^{28}, \alpha^{14}, )$	$x^5 + x^3 + x^2 + x + 1$	$x^5 + x^3 + x^2 + x + 1$	
27	(1, 2, 8)	$(\alpha^{26}, \alpha^{10}, \alpha^7)$	$(\alpha^{25}, \alpha, )$	$x^5 + x^3 + x^2 + x + 1$	$x^5 + x^2 + 1$	
28	(1, 3, 6)	$(0, \alpha^7, \alpha^{29})$	$(, , \alpha^{23})$			$x^5 + x^4 + x^3 + x + 1$
29	(1, 12, 20)	$(0, \alpha^{30}, \alpha^{16})$	$(, , \alpha^{16})$			$x^5 + x^2 + 1$

Свойства полиномиальных инвариантов. Изучение данных табл. 1 приводит к ряду интересных заключений. По значениям первого полинома  $p_{\mu}(N_1, x)$  множество всех *G*-орбит тройных ошибок разбилось на семь примерно равномощных подмножеств. В большинстве случаев значения второго полинома  $p_{\mu}(N_2, x)$  определяют в подмножестве конкретную *G*-орбиту. Исключение составляют четыре пары *G*-орбит, в трех парах из них *G*-орбиты индивидуализируются по значениям третьего полинома  $p_{\mu}(N_3, x)$ . Вторая же пара *G*-орбит – 7-я и 10-я – имеет полностью одинаковые полиномиальные инварианты:  $P(\langle \bar{e}_7 \rangle_G) = P(\langle \bar{e}_{10} \rangle_G)$ . Приведенное наблюдение служит оправданием того, чтобы ввести следующее

Определение 2. G-орбиты называются орбитами-изомерами (полными изомерами), если у них одинаковы основные полиномиальные инварианты  $p_{\mu}(N_1, x)$  и  $p_{\mu}(N_2, x)$  или же  $p_{\mu}(N_3, x)$  при отсутствии первых двух (совпадают тройки полиномов  $P(<\overline{e}>_G)$ ).

К примеру, анализируя табл. 4.3 из [2] G-орбит тройных ошибок в БЧХ-коде длиной 15, можно убедиться в наличии там двух пар полных орбит-изомеров. Существование G-орбит-изомеров нельзя считать чем-то исключительным. Оно определяется существованием G-орбит с нормами – различными парами корней заданных полиномов  $p_{\mu}(N_1, x)$  и  $p_{\mu}(N_2, x)$ . Поэтому максимальное количество G-орбит-изомеров с фиксированными полиномами  $p_{\mu}(N_1, x)$  и  $p_{\mu}(N_2, x)$  степеней  $\mu_1$  и  $\mu_2$  соответственно равно числу  $\mu_1 \cdot \mu_2$ . В реальной практике такое количество G-орбитизомеров вряд ли достижимо.

Таким образом, в отличие от кодов С5, где полиномиальные инварианты состоят из единственного полинома  $p_{\mu}(N_1, x)$  и однозначно характеризуют свою G-орбиту, векторные полиномиальные инварианты  $P(\langle \bar{e} \rangle_G)$  потеряли свойство однозначной характеризации и допускают наличие G-орбит-изомеров. Но главное назначение полиномиальных инвариантов – разделять *G*-орбиты на примерно равные подмножества – выполняется.

Коррекция тройных ошибок в БЧХ-кодах С7 с помощью полиномиальных инвариантов. Для организации функционирования декодера необходимо провести подготовительную работу. Следует разбить образующие всех G-орбит корректируемой совокупности на группы с одинаковым значениям полиномиального инварианта  $p_{\mu}(N_1, x)$ . Внутри каждой группы проводится более детальное деление по значениям инварианта  $p_{\mu}(N_2, x)$ . При наличии в группах ряда G-орбит с одинаковыми парами ( $p_{\mu}(N_1, x), p_{\mu}(N_2, x)$ ) проводится их дальнейшая сортировка по значениям третьего инварианта  $p_{\rm u}(N_3, x)$ . Конечно, списки образующих должны быть дополнены синдромами образующих, нормами синдромов образующих и полиномиальными инвариантами, которым принадлежат компоненты норм синдромов. Табл. 1 иллюстрирует пример подобного списка.

В процессе работы декодера необходимо использовать полный список образующих Г-орбит ошибок, входящих в ту или иную G-орбиту или группу G-орбит-изомеров, вместе с синдромами и нормами синдромов. Эти дополнительные списки (серия аналогов, табл. 2) либо заранее составляются и хранятся в памяти, либо составляются непосредственно по мере необходимости.

При получении очередного блока-сообщения  $\bar{x}$  работа декодера начинается с традиционного вычисления синдрома ошибок  $S(\bar{x}) = S(\bar{e}) = H \cdot \bar{e}^T = (s_1, s_2, s_3)$ . При  $S(\bar{e}) \neq (0, 0, 0)$  вычисляется норма синдрома  $\overline{N}_{Bbly} = \overline{N}(S(\overline{e})) = (N_1, N_2, N_3)$ , для вычисленных компонент  $N_1, N_2, N_3$  находится тройка полиномов  $P(<\bar{e}>_{G})$ , содержащих каждую из компонент в качестве своих корней. Найденная тройка сравнивается с данными уже названного списка. Тем самым определяется G-орбита или группа G-орбит-изомеров, имеющая этот же полиномиальный инвариант.

Далее переходим к списку 2 образующих Г-орбит ошибок, входящих в найденную G-орбиту или группу G-орбит-изомеров. В этом списке находим единственную Г-орбиту  $\langle \bar{e}_i \rangle_{\Gamma}$  с нормой  $N_{\text{выч}} = (N_1, N_2, N_3)$ . Сравнивая вычисленный синдром  $S(\overline{e}) = (s_1, s_2, s_3)$  с синдромом  $S(\overline{e}_i)$ , находим величину v циклического сдвига, такую, что  $\sigma^{v}(\overline{e_i}) = \overline{e}$ . Тогда вектор  $\overline{c} = \overline{x} + \overline{e}$  будет правильным переданным сообщением.

Пример 2. Пусть ИКС на основе БЧХ-кода С7 длиной 31 с данными из примера 1 приняла сообщение  $\bar{x}$  с синдромом ошибок  $S(\bar{x}) = S(\bar{e}) = (\alpha, \alpha^2, \alpha^{26})$ . Вычисляем норму полученного синдрома  $\overline{N}_{\text{выч}} = (\alpha^{23}, \alpha^{30}, \alpha^{6}):$ норма  $N_1 = \alpha^{23}$  является корнем неприводимого над Z/2Z полинома  $p_5(N_1, x) = x^5 + x^3 + 1;$ 

норма  $N_2 = \alpha^{30}$  является корнем того же неприводимого над Z/2Z полинома  $p_5(N_2, x) = x^5 + x^3 + 1$ ; норма  $N_3 = \alpha^6$  является корнем неприводимого над Z/2Z полинома  $p_5(N_3, x) = x^5 + x^4 + x^3 + x^2 + 1$ . Сравнивая полученную тройку полиномов с данными табл. 1, видим, что данная тройка полиномов совпадает с тройкой полиномиальных инвариантов пары G-орбит-изомеров  $<(1, 2, 13)>_{G}$  и  $<(1, 4, 7)>_{G}$ . Составим табл. 2 образующих Г-орбит данных G-орбит, синдромов и норм синдромов этих образующих.

Сравниваем с данными табл. 2 вычисленный норменный вектор  $\overline{N}_{\text{выч}} = (\alpha^{23}, \alpha^{30}, \alpha^{6}).$ Он совпадает с данными восьмой Г-орбиты. Вычисляем частное от деления первой компоненты Таблица 2. Образующие Г-орбит из G-орбит  $<(1, 2, 13)>_G u <(1, 4, 7)>_G$ , синдромы и нормы синдромов образующих в БЧХ-коде из примера 1 T a b l e 2. Generators of Г-orbits from G-orbits  $<(1, 2, 13)>_G$  and  $<(1, 4, 7)>_G$ , the syndromes and the norms of syndromes of generators in BCH code from example 1

№ п/п	Образующая $\bar{e}_i$ Г-орбиты	Синдром $S(\overline{e}_i)$	Норма N Г-орбиты
1	(1, 2, 13)	$(\alpha^8, \alpha^{20}, \alpha^8)$	$(\alpha^{27}, \alpha^{30}, \alpha^{17})$
2	(1, 3, 25)	$(\alpha^{16}, \alpha^9, \alpha^{16})$	$(\alpha^{23}, \alpha^{29}, \alpha^3)$
3	(1, 5, 18)	$(\alpha, \alpha^{18}, \alpha)$	$(\alpha^{15}, \alpha^{27}, \alpha^6)$
4	(1, 4, 9)	$(\alpha^2, \alpha^5, \alpha^2)$	$(\alpha^{30}, \alpha^{23}, \alpha^{23})$
5	(1, 7, 17)	$(\alpha^4, \alpha^{10}, \alpha^4)$	$(\alpha^{29}, \alpha^{15}, \alpha^{24})$
6	(1, 4, 7)	$(\alpha^{18}, \alpha^{21}, \alpha^{20})$	$(\alpha^{29}, \alpha^{23}, \alpha^{17})$
7	(1, 7, 13)	$(\alpha^5, \alpha^{11}, \alpha^9)$	$(\alpha^{27}, \alpha^{15}, \alpha^3)$
8	(1, 13, 25)	$(\alpha^{10}, \alpha^{22}, \alpha^{18})$	$(\alpha^{23}, \alpha^{30}, \alpha^6)$
9	(1, 17, 25)	$(\alpha^{20}, \alpha^{13}, \alpha^5)$	$(\alpha^{15}, \alpha^{29}, \alpha^{12})$
10	(1, 4, 18)	$(\alpha^9, \alpha^{26}, \alpha^{10})$	$(\alpha^{30}, \alpha^{27}, \alpha^{24})$

вычисленного синдрома на первую компоненту синдрома образующей восьмой Г-орбиты:  $\alpha^{24}/\alpha^{10} = \alpha^{14}$ . Следовательно, искомый векторошибок в сообщении  $\bar{x}$  получается циклическим сдвигом на 14 позиций координат вектора  $\bar{e}_7 : \bar{e} = \sigma^{14}(\bar{e}_7) = \sigma^{14}((1, 13, 25)) = (8, 15, 27).$ 

Приведенный алгоритм сохранил вычисления, присущие норменным методам, а именно вычисление нормы синдрома, а также величины циклического сдвига образующей Г-орбиты до получения искомой вектор-ошибки. Главное отличие данного алгоритма от норменного – в реструктуризации и сокращении однообразного поиска нужной нормы в длинном списке норм всех Г-орбит корректируемой совокупности векторов-ошибок. Проводились переборный поиск лишь в небольшого набора G-орбит отдельного небольшого набора G-орбит-изомеров, а также усеченный последовательный покоординатный поиск во множестве векторных полиномиальных инвариантов.

Заключение. В работе развита теория полиномиальных инвариантов на БЧХ-коды, конструктивное расстояние которых равно семи. Как и нормы синдромов, полиномиальные инварианты в этих кодах приобретают векторный характер. Работа с полиномиальными инвариантами становится более громоздкой. Более того, они теряют свойство однозначной характеризации *G*-орбит. Но сохраняется их основное предназначение – закономерное разделение класса *G*-орбит декодируемой совокупности на примерно равномощные непересекающиеся классы.

Метод векторных полиномиальных инвариантов – весьма эффективное средство коррекции больших массивов ошибок. Он повторяет вычисления в полях Галуа, присущие норменным методам, не способствуя их увеличению. Этот метод сокращает переборные процедуры, разделяет их на два этапа: 1) последовательный покоординатный поиск вычисленного векторного полиномиального инварианта в упорядоченном списке таких инвариантов корректируемой совокупности *G*-орбит; 2) поиск вычисленной нормы в списке норм найденной *G*-орбиты или *G*-орбит-изомеров. Данный метод имеет все признаки на успешные приложения.

#### Список использованных источников

1. Конопелько, В.К. Теория норм синдромов и перестановочное декодирование помехоустойчивых кодов / В.К. Конопелько, В.А. Липницкий. – Изд. 2-е. – М.: Едиториал УРСС, 2004. – 176 с.

2. Липницкий, В.А. Норменное декодирование помехоустойчивых кодов и алгебраические уравнения / В.К. Конопелько, В.А. Липницкий. – Минск: Изд. центр БГУ, 2007. – 240 с.

3. Липницкий, В.А. Теория норм синдромов / В.А. Липницкий. – Минск: БГУИР, 2011. – 96 с.

4. Мак-Вильямс, Ф. Дж. Теория кодов, исправляющих ошибки / Ф. Дж. Мак-Вильямс, Н. Дж. А. Слоэн. – М.: Связь, 1979. – 744 с.

5. Липницкий, В.А. Полиномиальные инварианты *G*-орбит ошибок БЧХ-кодов и их применение / В.А. Липницкий, Е.В. Середа // Докл. БГУИР. – 2017. – № 5(107) – С. 62–69.

6. Липницкий, В.А. Полиномиальные инварианты автоморфизмов семейства БЧХ-кодов и их приложения / В.А. Липницкий, Е.В. Середа // Комплексная защита информации: материалы XXII Белорус.-Рос. науч.-практ. конф., Полоцк, 16–19 мая 2017 г. – Новополоцк, 2017. – С. 117–120.

7. Муттер, В.М. Основы помехоустойчивой телепередачи информации / В.М. Муттер. – Л.: Энергоатомиздат, 1990. – 286 с.

#### References

1. Konopel'ko V. K., Lipnickij V. A. *The Norm of Syndrome Theory and Permutation Decoding of Noise-Immune Codes*. Second edition. Moscow, Editorial URSS Publ., 2004. 176 p. (in Russian).

2. Lipnickij V. A., Konopel'ko V. K. Norm Decoding of Noise-Immune Codes and Algebraic Equations. Minsk, Publishing Center of the Belarusian State University, 2007. 240 p. (in Russian).

3. Lipnickij V. A. *The Norm of Syndrome Theory*. Minsk, Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics, 2011. 96 p. (in Russian).

4. Mak-Vil'jams F. Dzh., Slojen N. Dzh. A. *The Theory of Error-Correcting Codes*. Moscow, Svjaz' Publ., 1979. 744 p. (in Russian).

5. Lipnickij V. A., Sereda E. V. Polinomial invariants of errors' *G*-orbit of BCH codes and its application. *Doklady BGUIR* = *Doklady BSUIR*, 2017, no. 5 (107), pp. 62–69 (in Russian).

6. Lipnickij V. A., Sereda E. V. Polynomial invariant of automorphisms of BCH code family and its application. *Materialy XXII Belorussko-Rossijskoj nauchno-prakticheskoj konferencii "Kompleksnaja zashhita informacii"* [Proc. of the XXII Belarusian-Russian Scientific and Practical Conference "Complex information security"]. Novopolock, 2017, pp. 117–120 (in Russian).

7. Mutter V. M. Fundamentals of Noise-Immune Telecasting of Information. Leningrad, Energoatomizdat Publ., 1990. 286 p. (in Russian).

### Информация об авторах

# Липницкий Валерий Антонович – доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой высшей математики, Военная академия Республики Беларусь (пр. Независимости, 220, 220057, Минск, Республика Беларусь). E-mail: valipnitski@yandex.ru

Середа Елена Владимировна – магистр, аспирант кафедры защиты информации, Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники (ул. П. Бровки, 10, 220013, Минск, Республика Беларусь). E-mail: elen.vt@gmail.com

### Information about the authors

Valery A. Lipnitski – D. Sc. (Engineering), Professor, Head of the Department of Higher Mathematics, Military Academy of the Republic of Belarus (220, Nezavisimosti Ave., 220057, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: valipnitski@yandex.ru

Alena U. Serada – Master of Engineering Science, Postgraduate Student at the Department of Information Security, Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics (10, P. Brovka Str., 220013, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: elen.vt@gmail.com ISSN 1561-8358 (Print) ISSN 2524-244X (Online) УДК 620.179.14 https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-118-126

Поступила в редакцию 28.12.2017 Received 28.12.2017

# А.В. Чернышев, И.Е. Загорский, В.И. Шарандо

Институт прикладной физики Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь

# МНОГОЧАСТОТНЫЙ МЕТОД КОНТРОЛЯ ДЛЯ ВИХРЕТОКОВОЙ ТОЛЩИНОМЕТРИИ

Аннотация. При вихретоковой толщинометрии одним из мешающих факторов, обусловливающим погрешности определения толщины проводящего покрытия на проводящей ферромагнитной или неферромагнитной подложке, являются вариации электромагнитных параметров покрытия и подложки, наблюдаемые при перемещении преобразователя от точки к точке по поверхности контролируемого изделия, при переходе от одного изделия к другому, при наличии термообработки или другого термического воздействия на контролируемое изделие после нанесения покрытия. В работе приведены результаты экспериментальных исследований влияния вариаций электромагнитных параметров проводящей ферромагнитной подложки на фазу вносимой в накладной преобразователь ЭДС. Показано, когда достигается минимальное влияние таких вариаций на указанную фазу. В результате для уменьшения влияния вариаций электромагнитных параметров на точность определения толщины покрытия при фазовом способе контроля предложено использовать многочастотный метод. Он состоит в том, что частоту тока возбуждения преобразователя, установленного на контролируемое изделие, при проведении измерений дискретно уменьшают от некоторой максимальной до определенной минимальной частоты. При высокой частоте производится учет удельной электрической проводимости материала покрытия, при уменьшении частоты определяется такое ее значение, когда на формирование фазы начинают оказывать влияние электромагнитные параметры подложки. Затем с использованием калибровочной зависимости, полученной с образцов из того же материала покрытия и подложки, что и контролируемое изделие, и имеющих известную толщину покрытий, определяют искомую толщину покрытия на контролируемом изделии.

Ключевые слова: толщиномер, вихретоковый метод, удельная электрическая проводимость, проводящее по-крытие, толщина слоя, погрешность определения толщины

Для цитирования: Чернышев, А.В. Многочастотный метод контроля для вихретоковой толщинометрии / А.В. Чернышев, И.Е. Загорский, В.И. Шарандо // Вес. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2019. – Т. 64, № 1. – С. 118–126. https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-118-126

### A. V. Chernyshev, I. E. Zagorskiy, V. I. Sharando

Institute of Applied Physics of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Belarus

#### MULTI-FREQUENCY METHOD OF CONTROL FOR EDDY CURRENT THICKNESS MEASUREMENT

Abstract. When eddy-current thickness measurement is carried out, one of the disturbing factors leading to an error in determining the thickness of the conductive coating on a conducting ferromagnetic or non-ferromagnetic substrate are the variations of the electromagnetic parameters of the coating and the substrate observed when the transducer moves from point to point along the surface of the controlled product, when moving from one product to another, at presence of heat treatment or other thermal effects on the controlled product after coating. The paper presents the results of experimental studies of the influence of variations in the electromagnetic parameters of a conducting ferromagnetic substrate on the phase of the emf, introduced into the superimposed transducer. It is shown, when the minimum influence of such variations on the specified phase is achieved. As a result, it was suggested to use the multi-frequency method to reduce the influence of variations of electromagnetic parameters of the excitation current of the transducer, mounted on the monitored product, is discretely reduced from a certain maximum to a certain minimum frequency during measurements. At the high frequency, the specific electric conductivity of the coating material is taken into account, with decreasing frequency, such a value is determined when the electromagnetic parameters of the substrate begin to affect the phase formation. Then, using the calibration curve obtained from samples from the same coating material and substrate as the controlled article and having a known coating thickness, the desired coating thickness on the product to be tested is determined.

Keywords: thickness gauge, eddy current method, conductivity, conductive coating, layer thickness, thickness measurement error

<sup>©</sup> Чернышев А.В., Загорский И.Е., Шарандо В.И., 2019

**For citation:** Chernyshev A. V., Zagorskiy I. E., Sharando V. I. Multi-frequency method of control for eddy current thickness measurement. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnych navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series, 2019, vol. 64, no. 1, pp. 118–126 (in Russian). https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-1-118-126* 

Введение. При вихретоковой толщинометрии двухслойной структуры, состоящей из проводящего верхнего слоя (покрытия), который расположен на проводящем ферромагнитном или немагнитном основании (подложке), эффективным является контроль, основанный на измерениях фазы  $\varphi$  вносимой в накладной преобразователь ЭДС [1, 2]. По ее значению определяют толщину покрытия *d*. Отсчет фазы  $\varphi$  часто ведется относительно тока возбуждения преобразователя, изменяющегося по гармоническому закону. Фаза вносимой в измерительную обмотку ЭДС зависит от геометрических параметров преобразователя, частоты тока возбуждения *f*, зазора между преобразователем и объектом контроля (OK), удельных электрических проводимостей покрытия  $\sigma_1$ и основания  $\sigma_2$ , а также от относительной магнитной проницаемости основания  $\mu_2$  (если оно ферромагнитное) и толщины покрытия *d*.

На практике часто наблюдаются вариации величин  $\sigma_1$ ,  $\sigma_2$  и  $\mu_2$  при перемещении от точки к точке по поверхности ОК или при переходе от одного ОК к другому. Это обусловливает вариации  $\phi$  при неизменном значении d, что в результате приводит к погрешности определения d. При этом амплитудная, фазовая, амплитудно-фазовая отстройки от влияния вариаций  $\sigma_1$  на результаты измерения d практически невозможны [3]. Уменьшить влияние вариаций величин  $\sigma_1$  и  $\sigma_2$  на показания вихретокового толщиномера можно путем понижения частоты f [1], однако в этом случае препятствующими факторами могут стать вариации толщины подложки и вариации значения  $\mu_2$ .

Снизить влияние вариаций  $\sigma_1$  на точность определения *d* вихретоковым толщиномером возможно при последовательном воздействии двух рабочих частот преобразователя – высокой и низкой [4]. При использовании высокой частоты фаза вносимого в преобразователь напряжения  $\varphi_1$  зависит только от  $\sigma_1$  из-за относительно малой глубины проникновения электромагнитного поля возбуждения в ОК, в результате чего влияние электромагнитных параметров подложки на  $\varphi_1$  отсутствует. При низкой частоте поля возбуждения фаза  $\varphi$  вносимого в преобразователь напряжения зависит уже не только от  $\sigma_1$ , но и от *d* (при постоянстве всех остальных параметров) ввиду большей глубины проникновения электромагнитного поля возбуждения в ОК. На основе измеренного значения  $\varphi$  с учетом введения определенной корректировки, основанной на определенном значении  $\sigma_1$ , находится величина *d*. Аналогичный способ уменьшения погрешности определения толщины никелевого покрытия применен в вихретоковом толщиномере «Константа К6С» [5] с той лишь разницей, что в этом приборе достигается отстройка от влияния вариаций на результат определения *d* относительной магнитной проницаемости покрытия, при этом полагается, что  $\sigma_1$  постоянна.

При низкой f вихретокового толщиномера, при которой величина  $\varphi$  обусловлена d,  $\varphi$ аза тока возбуждения зависит и от электромагнитных параметров материала подложки  $\sigma_2$  и  $\mu_2$ . При наличии вариаций этих параметров наблюдается появление дополнительной погрешности определения d на основе измерения  $\varphi$ . Для устранения данного мешающего  $\varphi$ актора применяется предварительное измерение  $\varphi$  при установке вихретокового преобразователя толщиномера на подложку при отсутствии на ней покрытия. Однако это не всегда может обеспечить отстройку от влияния вариаций электромагнитных параметров подложки на результаты определения d. Например, если после нанесения покрытия изделие подвергается какому-либо термическому воздействию (например, отжигу, отпуску), то электромагнитные параметры подложки после этого могут измениться относительно первоначальных значений, которые были до нанесения покрытия. Следовательно, зависимость  $\varphi$  от d, полученная до термического воздействия на OK.

В статье представлена методика применения многочастотного метода для учета вариаций удельной электрической проводимости покрытия и сведения к минимуму влияния вариаций электромагнитных параметров подложки на фазу вносимой в преобразователь ЭДС, в результате чего повышается точность определения толщины покрытия при вихретоковой толщинометрии.

Экспериментальное исследование влияния вариаций электромагнитных параметров подложки на фазу вносимой ЭДС вихретокового преобразователя. В качестве накладного преобразователя нами использовался трехобмоточный трансформаторный преобразователь с ферритовым сердечником, измерительная и компенсационная обмотки которого включены между собой дифференциально. Для повышения чувствительности обмотка возбуждения подключалась к генератору синусоидального напряжения по резонансной схеме [6], частота генератора в процессе измерений дискретно изменялась от некоторого максимального до определенного минимального значения. При выбранных фиксированных значениях частоты  $f_i$  измерялась величина фазового сдвига  $\phi$  между выходным напряжением преобразователя и током возбуждения, проходившим по его обмотке возбуждения. Абсолютная погрешность при измерениях  $\phi$  составляла ±0,05°. Наружный диаметр обмоток преобразователя был равен 4 мм.

Рассмотрим пример, как на величину  $\varphi$  влияют вариации электромагнитных параметров подложки из никеля, на котором расположено проводящее покрытие. В качестве подложки применялись две никелевые пластины размером  $300 \times 300 \times 0.3$  мм. Обе подложки были получены посредством электрохимического осаждения, одна из них подвергалась в течение 4 ч отпуску в вакууме при температуре 400 °C. Как известно, в слое никеля при его электрохимического осаждения, одна из них подвергалась в течение 4 ч отпуску в вакууме при температуре 400 °C. Как известно, в слое никеля при его электрохимическом осаждении возникают механические напряжения [7], которые уменьшаются при отпуске. Так как напряжения оказывают влияние на плотности точечных дефектов кристаллов металла, дислокаций, то они воздействуют и на величины магнитной проницаемости и удельной электропроводности, зависящие от плотности указанных дефектов [8, 9]. Соответственно, указанные электромагнитные параметры у подвергнутой отпуску и без отпуска никелевых пластин будут различны. При установке вихретокового преобразователя последовательно на указанные пластины (без покрытия)  $\varphi$  будут иметь различные значения. Например, при f = 925 кГц различие между абсолютными значениями  $\varphi$ , измеренными на двух указанных пластинах, составляет 1,3° (имеется в виду абсолютное значение этой разности). Обозначим это различие как  $\Delta \varphi$ .



Рис. 1. Зависимость абсолютного значения разности фаз Δφ выходного напряжения преобразователя от толщины покрытия *d* при измерениях на никелевых подложках с разными электромагнитными параметрами

Fig. 1. Dependence of the absolute value of the phase difference  $\Delta \varphi$  of the output voltage of transducer on the coating thickness *d* for measurements on nickel substrates with different electromagnetic parameters



Рис. 2. Зависимость абсолютного приращения фазы  $\Delta \phi_1$  выходного напряжения преобразователя от толщины покрытия *d* на никелевой подложке

Fig. 2. Dependence of the absolute phase increment  $\Delta \varphi_1$  of the output voltage of transducer on the thickness of the coating *d* on a nickel substrate

Рассмотрим, как эти различия в электромагнитных параметрах подложек, которыми являются указанные две пластины никеля, обнаружатся при измерении  $\varphi$  в случае, когда на этих подложках имеются проводящие покрытия. Проводящие покрытия различной толщины имитировались наложением на пластины никеля разного количества алюминиевых пластин тех же размеров 300 × 300 мм, толщина одной пластины составляла 10 мкм. Измерения проводились при f =925 кГц. Теперь  $\Delta \varphi$  обозначает различие между абсолютными значениями  $\varphi$ , измеренными на двух указанных пластинах никеля при наличии на них покрытия. Результаты измеренной зависимости  $\Delta \varphi$  от толщины покрытия d показаны на рис. 1. Видно, что наибольшее влияние вариации электромагнитных параметров подложки на величину  $\varphi$  имеют при  $d \leq 20$  мкм. При d > 60 мкм влияние вариаций электромагнитных параметров подложки на  $\varphi$  отсутствует ввиду наличия затухания амплитуды электромагнитного поля возбуждения по мере проникновения в глубину рассматриваемого образца.

Рассмотрим зависимость  $\varphi$  от *d* в случае, когда в качестве подложки используется только одна пластина из никеля, например подвергнутая отпуску (при прежнем значении f = 925 кГц). Для удобства возьмем не абсолютное значение  $\varphi$ , а приращение абсолютного значения  $\varphi$  при установке преобразователя на образец с покрытием относительно того абсолютного значения  $\varphi$ , которое имеет место при установке преобразователя на подложку без покрытия. Обозначим значение фазы в этом случае как  $\varphi_0$ . Таким образом, указанное приращение фазы  $\Delta\varphi_1$  определяется как  $\Delta\varphi_1 = ||\varphi| - |\varphi_0||$ . Зависимость  $\Delta\varphi_1$  от *d* показана на рис. 2. Видно, что максимальная чувствительность  $\Delta\varphi_1$  к *d* наблюдается на том же интервале  $d \leq 20$  мкм, где отмечается наибольшее влияние вариации электромагнитных параметров подложки на  $\Delta\varphi$  (см. рис. 1).

Сравнив рис. 1 и 2, можно сделать вывод, что возможна практически полная (в пределах погрешности измерения фазы) отстройка от влияния вариаций электромагнитных параметров подложки (в пределах указанной погрешности измерения  $\phi$ ) на результаты измерения d, что наблюдается при значениях d в интервале от 60 до 80 мкм. Однако при этом отмечается минимальная чувствительность величины  $\Delta \phi_1$  к d по сравнению с той, которая наблюдалась при d < 60 мкм.



Рис. 3. Зависимость приращения абсолютного значения фазы  $\Delta \phi_2$  выходного напряжения преобразователя (относительно образца со слоем хрома d = 343 мкм) от f при различных толщинах d хрома: l - d = 43 мкм; 2 - d = 109 мкм; 3 - d = 208 мкм

Fig. 3. Dependence of the increment in the absolute value of phase  $\Delta \varphi_2$  of the output voltage of transducer (relative to the sample with a chromium layer  $d = 343 \ \mu\text{m}$ ) from f for different thicknesses d of chromium:  $1 - d = 43 \ \mu\text{m}$ ;  $2 - d = 109 \ \mu\text{m}$ ;  $3 - d = 208 \ \mu\text{m}$ 

Возможность определения толщины проводящего покрытия на проводящей подложке при многочастотном способе контроля. Из предыдущего раздела следует вывод, что при фазовом способе контроля при определенной частоте тока возбуждения накладного вихретокового преобразователя возможна практически полная отстройка от влияния вариаций электромагнитных параметров подложки на результаты измерения d. Такая частота зависит от электромагнитных параметров покрытия и его толщины. Это объясняется следующим. Максимальное влияние вариаций электромагнитных параметров подложки на  $\phi$  будет наблюдаться при минимальной толщине покрытия. По мере роста d увеличивается вклад в формирование значения  $\phi$  удельной электропроводности покрытия и уменьшается вклад от электромагнитных параметров подложки ввиду затухания амплитуды поля возбуждения по мере его проникновения в двухслойный образец, частота f полагается при этом постоянной. Начиная с относительно большой толщины покрытия, вклад от электромагнитных параметров подложки в формирование  $\phi$  станет практически равным нулю. На основе этого и разработана предлагаемая методика определения d на основе фазовых измерений при применении последовательно нескольких частот тока возбуждения вихретокового преобразователя.

Первоначальные измерения проводятся при такой относительно высокой частоте  $f_h$ , при которой формирование  $\varphi$  происходит только под действием вихревых токов в покрытии, зависящих от  $\sigma_1$ . После этого частота f уменьшается до некоторого фиксированного значения  $f_1$ , снова проводятся измерения  $\varphi$ , затем f уменьшается до значения  $f_2$  и так далее, до достижения некоторой минимальной частоты  $f_1$ . В результате получаем набор из n значений фазы  $\varphi$ , соответствующих определенным n значениям частоты тока возбуждения, а именно  $f_h, f_1, f_2, \ldots f_{n-2}, f_1$ . При некоторой частоте  $f_i$  вклад в формирование  $\varphi$  начинают оказывать не только вихревые токи, наводимые в покрытии, но и возникающие в подложке. Фиксация этого момента и позволяет определить d, однако предварительно необходимо получить калибровочные зависимости. Для этого надо провести аналогичные измерения  $\varphi$  при изменениях f от  $f_h$  до  $f_1$  на калибровочных образцах с известными значениями толщин покрытий на их поверхности. Материалы покрытия и подложки калибровочных образцов должны быть такими же, как и у подлежащих контролю изделий. Рассмотрим пример нахождения калибровочных зависимостей с использованием четырех образцов, у которых на никелевую подложку нанесен слой хрома. Образец имеет латунное основание размером  $40 \times 40$  мм и толщиной 9 мм. На одну из сторон латунного основания сначала электрохимическим способом наносился слой никеля толщиной 200 мкм, а поверх него – слой хрома. Толщина *d* хрома у образцов составляла 43, 109, 208 и 343 мкм. Максимальная частота поля возбуждения  $f_h$  была выбрана равной 13 МГц, при которой величина  $\varphi$  при измерениях на указанных калибровочных образцах зависит только от удельной электрической проводимости хрома. Измерения на всех четырех калибровочных образцах показали, что при  $f = f_h$  величина  $\varphi$  одинакова (в пределах погрешности измерений) для всех образцов. Следовательно, можно считать, что  $\sigma_1$  хромового покрытия на всех четырех калибровочных образцах также одинакова.

Результаты измерений φ на указанных четырех калибровочных образцах при различных f представлены на рис. 3. При этом по оси ординат приведена величина  $\Delta \varphi_2$ , определяемая как  $\Delta \varphi_2 = ||\varphi_{343}| - |\varphi_d||$ , где  $|\varphi_{343}|$  – абсолютное значение фазы при измерениях на калибровочном образце с самой большой толщиной хрома d = 343 мкм,  $|\phi_d|$  – абсолютное значение фазы при измерениях на каком-либо другом калибровочном образце. Зависимость  $\Delta \phi_2$  от *f*, соответствующая измерениям на калибровочном образце с толщиной хрома d = 343 мкм (в этом случае  $\Delta \varphi_2 = 0$ ) представлена линией *ab*. Зависимость  $\Delta \phi_2$  от *f*, полученная при измерениях на калибровочном образце с d = 43 мкм, обозначена кривой *l*, зависимость с калибровочного образца, у которого d = 109 мкм, показана кривой 2 и зависимость с калибровочного образца, у которого d = 208 мкм, обозначена кривой 3. Видно, что по мере уменьшения f от величины  $f_h$  (и увеличении при этом глубины проникновения электромагнитного поля в образец) при значении f, меньшем 9,4 МГц (точка *с* на рис. 3), на формирование  $\phi$  у калибровочного образца с d = 43 мкм начинают оказывать влияние вихревые токи, наводимые в никелевой подложке. В результате  $\Delta \varphi_2$  становится отличной от нуля, при последующем уменьшении f величина  $\Delta \varphi_2$  будет изменяться по кривой l. При измерениях на калибровочном образце с d = 109 мкм вихревые токи, наводимые в никелевой подложке, начнут оказывать влияние на формирование  $\phi$  при *f*, меньшей 4,4 МГц. Для калибровочного образца с d = 208 мкм такое влияние будет наблюдаться при f < 1.9 МГц.

Из приведенных результатов следует, что на основе анализа зависимости  $\Delta \varphi_2$  от *f*, определенной при дискретных изменениях *f* в заданном диапазоне частот, можно получить информацию о толщине *d* проводящего покрытия на проводящей подложке. Эта информация содержится в значении *f*, при которой величина  $\Delta \varphi_2$  начинает отличаться от нулевой.

Методика определения толщины проводящего покрытия на проводящей подложке при многочастотном способе контроля. Рассмотрим, как на практике осуществить контроль толщины проводящего покрытия на проводящей ферромагнитной или неферромагнитной подложке, основываясь на приведенных экспериментальных данных. Для этого необходимо иметь набор калибровочных образцов с различными (известными) толщинами покрытий, которые характеризуются близкими между собой значениями  $\sigma_1$ . Материалы покрытия и подложки на калибровочных образцах должны соответствовать материалам, из которых изготовлены подлежащие контролю изделия. Минимальная  $d_{\min}$  и максимальная  $d_{\max}$  толщины покрытий на калибровочных образцах должны быть такими, чтобы толщины покрытий на подлежащих контролю изделиях находились в пределах интервала  $d_{\min} \div d_{\max}$ .

Исходя из значения  $d_{\min}$  и предполагаемого значения  $\sigma_1$  покрытия (например, взятого из справочной литературы), выбирается значение частоты  $f_h$ . После проведения измерения  $\varphi$  при  $f = f_h$  на всех имеющихся калибровочных образцах, следует убедиться, что фаза  $\varphi$  имеет одина-ковое (в пределах погрешности измерений) значение  $\varphi_{hk}$ .

Затем в процессе уменьшения f от  $f_h$  при определенном фиксированном значении  $f_i$  необходимо измерить значения  $\varphi$  при установке преобразователя на калибровочные образцы. В результате для каждого калибровочного образца получаем набор из n значений  $\varphi$ , соответствующих определенным частотам  $f_i$ :  $f_h$ ,  $f_1$ ,  $f_2$ , ...  $f_{n-2}$ ,  $f_1$ . После этого для каждого калибровочного образца при фиксированном значении  $f_i$  необходимо определить величину  $\Delta \varphi_2$ . В данном случае  $\Delta \varphi_2$ определяется из выражения  $\Delta \varphi_2 = ||\varphi_{dmax}| - |\varphi_d||$ , где  $\varphi_{dmax} - \varphi_{asa}$ , измеренная на калибровочном образце, который имеет максимальную толщину  $d_{max}$  покрытия;  $\varphi_d$  – значение  $\varphi_{asa}$  при измерениях на калибровочном образце с толщиной покрытия, равной d. Обе  $\varphi_{asa}$  измеряются при одном и том же значении частоты  $f_i$ . С учетом всех найденных значений  $\Delta \varphi_2$  необходимо построить зависимость  $\Delta \varphi_2$  от *f* в интервале частот от  $f_h$  до  $f_1$ , подобную приведенной на рис. 3. Она является основой для определения толщины покрытий на подлежащих впоследствии контролю изделиях.

Рассмотрим, как на основе полученной при измерениях на калибровочных образцах зависимости  $\Delta \varphi_2$  от *f* определить толщину покрытия на подлежащем контролю изделии. Если при  $f = f_h$ фаза  $\varphi$ , измеренная на покрытии контролируемого изделия, имеет величину  $\varphi_{hk}$  (то есть такую же, как у калибровочных образцов, с учетом погрешности измерений), то зависимость  $\Delta \varphi_2$  от *f*, полученную на калибровочных образцах, можно использовать для определения толщины покрытия на этом изделии. Для этого необходимо, как и ранее, при уменьшении *f* от  $f_h$  до  $f_1$  произвести при определенных дискретных значениях  $f_i$  измерения фазы  $\varphi_s$ , после чего по выражению  $\Delta \varphi_2 = ||\varphi_{dmax}| - |\varphi_s||$  найти величину  $\Delta \varphi_2$ . Затем, построив зависимость  $\Delta \varphi_2$  от *f* в интервале от  $f_h$ до  $f_1$ , следует определить частоту  $f_s$ , при которой  $\Delta \varphi_2$  начинает возрастать от нулевого значения в процессе уменьшения *f* от величины  $f_h$  (например, как в точке *c* на рис. 3). Зная величину  $f_s$ , по зависимости  $\Delta \varphi_2$  от *f*, полученной с калибровочных образцов, можно определить толщину покрытия на контролируемом изделии.

Если же при  $f = f_h$  фаза  $\varphi$ , измеренная на поверхности контролируемого изделия, отличается от  $\varphi_{hk}$  и равна  $\varphi_{hs}$ , то это означает, что удельная электропроводность  $\sigma_{1s}$  покрытия изделия отличается от  $\sigma_1$  покрытия калибровочных образцов. Отметим, что вариации величины электропроводности покрытия, изготовленного из одного и того же материала, часто наблюдаются на практике. Измерения на образцах, у которых на никелевое основание нанесен слой хрома, показали, что если, например, абсолютное значение разности  $\varphi_{hk} - \varphi_{hs}$  равно 1°, то в ходе последующих измерений при более низких f это значение разности  $\varphi_{as}$ , измеренных на калибровочных и контролируемых образцах, сохраняется равным 1° до такой частоты, при которой на формирование  $\varphi$  начнут оказывать влияние электромагнитные параметры подложки. Следовательно, определив для контролируемого изделия, как и прежде, зависимость  $\Delta \varphi_2$  от f при уменьшении f от  $f_h$  до  $f_1$ , получим зависимость, сходную по характеру с показанной на рис. 3. Но теперь для определения d нельзя использовать полученную ранее на калибровочных образцах зависимость  $\Delta \varphi_2$  от f ввиду того, что  $\sigma_{1s} \neq \sigma_1$ . Для определения d в этом случае необходимо иметь дополнительный калибровочный образец, у которого известна толщина  $d_k$  покрытия, а удельная электропроводность покрытия равна  $\sigma_{1s}$ .

Для такого дополнительного калибровочного образца также необходимо определить зависимость  $\Delta \varphi_2$  от f при уменьшении f от  $f_h$  до  $f_1$ . Обозначим теперь приращение  $\Delta \varphi_2$  как  $\Delta \varphi_{2k}$ . Оно определяется выражением  $\Delta \varphi_{2k} = ||\varphi_{dmax}| - |\varphi_{dk}||$ , где  $\varphi_{dk} - \varphi_{asa}$ , измеренная на дополнительном калибровочном образце. По полученной зависимости  $\Delta \varphi_{2k}$  от f определяем, при какой частоте  $f_k$  электромагнитные параметры подложки дополнительного калибровочного образца начинают оказывать влияние на формирование  $\varphi$ , то есть когда начинается рост  $\Delta \varphi_{2k}$  относительно величины, определенной при  $f = f_h$ . По зависимости  $\Delta \varphi_2$  от f, полученной ранее с набора калибровочных образцов, устанавливаем, какая толщина  $d_{er}$  соответствовала бы частоте  $f_k$ , если бы удельная электропроводность покрытия равнялась  $\sigma_1$ . Однако в действительности  $\sigma_{1s} \neq \sigma_1$ , поэтому определенная вспомогательная величина  $d_{er}$  отлична от известного значения  $d_k$  дополнительного калибровочного образца. Определим поправочный коэффициент k как  $k = d_k/d_{er}$ .

В результате для определения толщины покрытия на изделии, у которого удельная электропроводность  $\sigma_{1s}$  материала покрытия отличается от  $\sigma_1$  калибровочных образцов (при одинаковых материалах покрытия и основания у изделия и калибровочных образцов), необходимо, как и ранее, при уменьшении f от  $f_h$  до  $f_1$  произвести при определенных дискретных значениях  $f_i$ измерения фазы  $\varphi_s$ , после чего по выражению  $\Delta \varphi_2 = ||\varphi_{dmax}| - |\varphi_s||$  найти величину  $\Delta \varphi_2$ . Затем, построив зависимость  $\Delta \varphi_2$  от f в интервале от  $f_h$  до  $f_1$ , следует определить частоту  $f_s$ , при которой  $\Delta \varphi_2$  начинает возрастать относительно того значения, которое было при  $f = f_h$  в процессе уменьшения f от максимального значения  $f_h$ . Теперь, зная величину  $f_s$ , по зависимости  $\Delta \varphi_2$  от f, полученной с калибровочных образцов, следует определить вспомогательное значение толщины  $d_{er}$ . Действительная толщина покрытия d на контролируемом изделии определится из выражения  $d = k \cdot d_{er}$ . Заключение. В ходе проведенных исследований нами установлено, что уменьшить влияние вариаций удельной электрической проводимости материала покрытия и электромагнитных параметров материала подложки двуслойного изделия на точность определения толщины этого покрытия вихретоковым толщиномером, использующим фазовый способ контроля, можно, проводя измерения при различных дискретных частотах тока возбуждения накладного преобразователя. Интервал используемых частот определяется электромагнитными параметрами материалов покрытия и подложки, а также диапазоном возможных толщин покрытия.

Сначала, при относительно высокой частоте получают информацию только об электропроводности покрытия контролируемого образца или изделия. Затем, понижая частоту и проводя при определенных фиксированных ее значениях измерения фазы, вносимой в преобразователь ЭДС, определяют частоту, при которой вклад в формирование фазы начинают вносить электромагнитные параметры материала подложки. Сопоставляя полученные результаты с аналогичными зависимостями, полученными предварительно при измерениях на наборе калибровочных образцов с известными толщинами покрытий, определяют толщину покрытия на исследуемом образце или изделии.

Приведен пример определения калибровочной зависимости, полученной при измерениях на калибровочных образцах, у которых на никелевую подложку нанесено покрытие из хрома. При такой методике определения толщины проводящего покрытия удается за счет учета вариации удельной электрической проводимости покрытия и сведения к минимуму влияния вариаций электромагнитных параметров подложки на фазу вносимой в преобразователь ЭДС повысить точность измерения толщины покрытия вихретоковым толщиномером.

### Список использованных источников

1. Рубин, А.Л. Реакция ферромагнитного полупространства с немагнитным слоем на датчик накладного типа / А.Л. Рубин, В.Г. Пахомов // Дефектоскопия. – 1974. – № 3. – С. 36–40.

2. Ноймайер, П. Вихретоковый фазовый метод измерения толщины гальванических покрытий / П. Ноймайер // В мире неразрушающего контроля. – 2008. – № 2 (40). – С. 29–30.

3. Бакунов, А.С. Развитие вихретоковой толщинометрии защитных покрытий / А.С. Бакунов, В.А. Калошин // Контроль. Диагностика. – 2016. – № 1 (211). – С. 27–31.

4. Дорофеев, А.Л. Индукционная толщинометрия / А.Л. Дорофеев, А.И. Никитин, А.Л. Рубин. – М.: Металлургия, 1978. – 184 с.

5. Сясько, В.А. Измерение толщины напыляемых никелевых покрытий на крупногабаритных чугунных изделиях / В.А. Сясько // Зап. Горн. ин-та. – 2016. – Т. 221. – С. 712–716.

6. Дорофеев, А.Л. Индукционная структуроскопия / А.Л. Дорофеев. – М.: Энергия, 1973. – 176 с.

7. Кудрявцева, О.В. Техническая гальванопластика / О.В. Кудрявцева. – СПб.: Политехника, 2010. – 148 с.

8. Петрова, Л.Г. Электротехнические материалы / Л.Г. Петрова, М.А. Потапов, О.В. Чудина. – М.: МАДИ (ГТУ), 2008. – 198 с.

9. García-Martín, J. Non-Destructive Techniques Based on Eddy Current Testing / J. García-Martín, J. Gómez-Gil, E. Vázquez-Sánchez // Sensors. – 2011. – Vol. 11. – P. 2525–2565. https://doi.org/10.3390/s110302525

#### References

1. Rubin A. L., Pahomov V. G. Reaction of a ferromagnetic half-space with a non-magnetic layer on superimpose transducer. *Defektoskopija = Russian Journal of Nondestructive Testing*, 1974, no. 3, pp. 36–40 (in Russian).

2. Neumaier P. Eddy current phase method for measuring the thickness of galvanic coatings. *V mire nerazrushayushche-go kontrolya* = *NDT World*, 2008, no. 2 (40), pp. 29–30 (in Russian).

3. Bakunov A. S. Development of eddy current thickness measurement of coatings. *Kontrol'. Diagnostika = Testing. Diagnostics*, 2016, no. 1, pp. 27–31. https://doi.org/10.14489/td.2016.01.pp.027-031 (in Russian).

4. Dorofeev A. L. Induction thickness measurement. Moscow, Metallurgiya Publ., 1978. 184 p. (in Russian).

5. Sjas'ko V. A. Measurement of the thickness of the sprayed nickel coatings on large-sized cast iron products. *Zapiski Gornogo instituta = Journal of Mining Institute*, 2016, vol. 221, pp. 712–716. http://dx.doi.org/10.18454/pmi.2016.5.712 (in Russian).

6. Dorofeev A. L. Induction Structuroscopy. Moscow, Energyiya Publ., 1973. 176 p. (in Russian).

7. Kudrjavceva O. V. Technical Electroforming. Saint Petersburg, Polytechnic Publ., 2010. 148 p. (in Russian).

8. Petrova L. G., Potapov M. A., Chudina O. V. *Electrotechnical Materials*. Moscow, Moskow Automobile and Road Construction State Technical University (MADI), 2008. 198 p. (in Russian).

9. García-Martín J., Gómez-Gil J., Vázquez-Sánchez E. Non-Destructive Techniques Based on Eddy Current Testing. Sensors, 2011, vol. 11, pp. 2525–2565. https://doi.org/10.3390/s110302525

# Информация об авторах

Чернышев Алексей Всеволодович – кандидат технических наук, доцент, ведущий научный сотрудник, Институт прикладной физики Национальной академии наук Беларуси (ул. Академическая, 16, 220072, Минск, Республика Беларусь). E-mail: lab5@iaph.bas-net.by

Загорский Иван Евгеньевич – старший научный сотрудник, Институт прикладной физики Национальной академии наук Беларуси (ул. Академическая, 16, 220072, Минск, Республика Беларусь). E-mail: lab5@iaph.bas-net.by

Шарандо Владимир Иванович – кандидат технических наук, ведущий научный сотрудник, Институт прикладной физики Национальной академии наук Беларуси (ул. Академическая, 16, 220072, Минск, Республика Беларусь). E-mail: sharando@iaph.bas-net.by

# Information about the authors

Alexey V. Chernyshev – Ph. D. (Engineering), Associate Professor, Leading Researcher, Institute of Applied Physics of the National Academy of Sciences of Belarus (16, Akademicheskaja Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: lab5@iaph.bas-net.by

*Ivan E. Zagorskiy* – Senior Researcher, Institute of Applied Physics of the National Academy of Sciences of Belarus (16, Akademicheskaja Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: lab5@iaph.bas-net.by

Vladimir I. Sharando – Ph. D. (Engineering), Leading Researcher, Institute of Applied Physics of the National Academy of Sciences of Belarus (16, Akademicheskaja Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: sharando@ iaph.bas-net.by ISSN 1561-8358 (Print) ISSN 2524-244X (Online)

# УЧЕНЫЕ БЕЛАРУСИ

SCIENTISTS OF BELARUS

# АЛЕКСАНДР ПЕТРОВИЧ ЛАСКОВНЁВ

# (К 70-летию со дня рождения)

23 марта исполнилось 70 лет известному белорусскому ученому в области материаловедения, машиностроения и порошковой металлургии, академику Национальной академии наук Беларуси, доктору технических наук Александру Петровичу Ласковнёву.

А.П. Ласковнёв родился 23 марта 1949 г. в п. Россоны Витебской области в семье школьных учителей. В 1967 г. поступил на машиностроительный факультет Белорусского политехнического института, который окончил в 1972 г.

После службы в армии (1972–1974 гг.) Александр Петрович работал инженером-конструктором в отделе новой техники Минского часового завода. В 1975 г. перешел на работу в Физикотехнический институт АН БССР, где проработал более 40 лет в должности старшего инженера, младшего научного сотрудника, научного сотрудника, старшего научного сотрудника, заведующего лабораторией, заместителя директора по научной работе



(с 2003 г.). Необыкновенная работоспособность, высокий профессионализм и ответственность, умение работать с людьми — это удивительное сочетание человеческих качеств позволили Александру Петровичу добиваться выдающихся результатов и успеха на каждой из занимаемых должностей.

С переводом А.П. Ласковнёва в 2014 г. на работу в Президиум НАН Беларуси в качестве академика-секретаря Отделения физико-технических наук НАН Беларуси начался новый этап в трудовой биографии. Указом Президента Республики Беларусь от 18.08.2014 г. он введен в состав Президиума НАН Беларуси.

Александр Петрович Ласковнёв – известный ученый в области создания и обработки композиционных и порошковых материалов на основе алюминия. В 1987 г. ему была присвоена ученая степень кандидата технических наук за работу «Разработка процессов получения легированных алюминиевых порошков методом центробежного распыления расплава и полуфабрикатов из них», а в 2004 г. присуждена ученая степень доктора технических наук за работу «Развитие теории и технологических основ малоотходного производства композиционных материалов с использованием алюминиевых порошков». Ученым впервые доказана принципиальная возможность получения композиционных силуминов с высоким содержанием кремния и включениями частиц, имеющих слоистую структуру (графит, дисульфид молибдена), с использованием процессов литья и обработки давлением. Обосновано применение схемы всестороннего неравномерного сжатия для формирования материала с высокими антифрикционными свойствами и низкой пластичностью.

А.П. Ласковнёв впервые показал возможность применения процесса анодного микродугового оксидирования днища и камеры сгорания поршня двигателя внутреннего сгорания из эвтектического силумина с подавлением реакционной активности кремния, что обеспечило увеличение ресурса работы поршня в 2,5–3 раза. Ученый рассмотрел и реализовал принципиально новые подходы для модификации поверхностных свойств материалов и улучшения их эксплуатационных характеристик, сформулировал физические принципы синтеза поверхностных градиентных наноструктурированных слоев с управляемой структурой в алюминиевых сплавах, которые синтезируются в условиях сверхвысоких скоростей нагрева и охлаждения, инициированных воздействием высокоинтенсивных импульсных электронных пучков и компрессионных плазменных потоков.

На основе проведенных А.П. Ласковнёвым исследований разработаны и внедрены в производство новые антифрикционные сплавы, а также нормативная база применения композиционных материалов (Межгосударственный стандарт ГОСТ 30598), что позволило применять новые материалы при проектировании узлов трения машин и механизмов. На Европейском конкурсе интеллектуальной собственности разработки ученого в области антифрикционных материалов были отмечены дипломом «Гений – 96», а также получили широкое промышленное применение при создании объектов новой техники. Под непосредственным руководством А.П. Ласковнёва созданы участки на Минском моторном заводе по производству композиционных подшипников скольжения, производству биметаллических поршней, по переработке стружечных отходов с производством порошков, композиционных и керамических материалов, а также разработана и внедрена первая в Беларуси установка электрошлакового переплава инструментальных сталей на Минском тракторном заводе.

Ученым опубликовано свыше 200 печатных работ, в том числе 4 монографии, 35 авторских свидетельств и патентов. Накопленный опыт Александр Петрович передавал студентам, читая курсы лекций на машиностроительном факультете Белорусского национального технического университета. А.П. Ласковнёв активно участвует в подготовке кадров высшей квалификации: под его научным руководством успешно защищаются диссертации, он является заместителем председателя советов по защите докторских диссертаций при Физико-техническом институте НАН Беларуси и Белорусском национальном техническом университете, членом экспертного совета Министерства промышленности Республики Беларусь, а также государственного научно-технического экспертного совета по машиностроению и металлообработке.

Научные достижения ученого высоко оценены в Национальной академии наук Беларуси. В 2009 г. Александр Петрович избран членом-корреспондентом, а в 2014 г. – академиком Национальной академии наук Беларуси.

За вклад в развитие отечественной науки и новых производств А.П. Ласковнёв отмечен рядом наград. Премии Министерства промышленности Республики Беларусь (2002, 2003 и 2006 гг.), нагрудный знак «За вклад в развитие порошковой металлургии» (2010 г.), Премия НАН Беларуси (2013 г.), премия имени академика В.А. Коптюга (2014 г.), памятный знак «У гонар 90-годдзя Нацыянальнай акадэміі навук Беларусі», нагрудный знак отличия имени В.М. Игнатовского Национальной академии наук Беларуси – вот далеко не полный перечень наград Александра Петровича.

Мы искренне поздравляем Александра Петровича Ласковнёва с юбилеем. Желаем ему крепкого здоровья, благополучия и творческих успехов!

Отделение физико-технических наук НАН Беларуси, Физико-технический институт НАН Беларуси