

ВЕСЦІ

НАЦЫЯНАЛЬнай АКАДЭМІІ НАВУК БЕЛАРУСІ

СЕРЫЯ ФІЗІКА-ТЭХНІЧНЫХ НАВУК. 2021. Т. 66, №1

ИЗВЕСТИЯ

НАЦИОНАЛЬНОЙ АКАДЕМИИ НАУК БЕЛАРУСИ

СЕРИЯ ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИХ НАУК. 2021. Т. 66, №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)

Г л а в н ы й р е д а к т о р

Сергей Антонович Чижик –

Президиум Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь

Р е д а к ц и о н н а я к о л л е г и я

А. П. Ласковнёв – Президиум Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь (*заместитель главного редактора*)

И. А. Старостина (*ведущий редактор журнала*)

А. В. Белый – Белорусский национальный технический университет, Минск, Беларусь

П. А. Витязь – Президиум Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь

А. Я. Григорьев – Институт механики металлополимерных систем имени В. А. Белого Национальной академии наук Беларуси, Гомель, Беларусь

В. Г. Залесский – Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь

- А. Ф. Ильющенко** – Государственное научно-производственное объединение порошковой металлургии – Институт порошковой металлургии имени академика О. В. Романа, 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
- А. М. Малярович** – Белорусский национальный технический университет, Минск, Беларусь
- Н. К. Мышкин** – Институт механики металлополимерных систем имени В. А. Белого Национальной академии наук Беларуси, Гомель, Беларусь
- О. Г. Пенязков** – Институт тепло- и массообмена имени А. В. Лыкова Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь
- В. М. Федосюк** – Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по материаловедению, Минск, Беларусь
- М. Л. Хейфец** – Институт прикладной физики Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь

Р е д а к ц и о н н ы й с о в е т

- С. Воденичаров** – Болгарская академия 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** – Международная инженерная академия, Технический университет Вены, Вена, Австрия
- 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. 118, 220072, г. Минск, Республика Беларусь.
Тел.: + 375 17 374-02-45; e-mail: ftvesti@mail.ru
vestift.belnauka.by*

ИЗВЕСТИЯ НАЦИОНАЛЬНОЙ АКАДЕМИИ НАУК БЕЛАРУСИ.

Серия физико-технических наук. 2021. Т. 66, № 1

Выходит на русском, белорусском и английском языках

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

Подписано в печать 24.03.2021. Выход в свет 29.03.2021. Формат 60×84 1/8. Бумага офсетная.
Печать цифровая. Усл. печ. л. 14,88. Уч.-изд. л. 16,4. Тираж 72 экз. Заказ 51.
Цена номера: индивидуальная подписка – 12,38 руб., ведомственная подписка – 29,38 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»,
Вестці Нацыянальнай акадэміі навук Беларусі. Серыя фізіка-тэхнічных навук, 2021

PROCEEDINGS OF THE NATIONAL ACADEMY OF SCIENCES OF BELARUS

PHYSICAL-TECHNICAL SERIES, 2021, vol. 66, 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)*

E d i t o r - i n - C h i e f

Sergei A. Chizhik – Presidium of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Belarus

E d i t o r i a l B o a r d

Alexander 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 – Belarusian National Technical University, Minsk, Belarus

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

Andrei Ya. Grigoriev – V. A. Belyi Metal-Polymer Research Institute of the National Academy of Sciences
of Belarus, Gomel, Belarus

Vitali G. Zalesski – Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk,
Belarus

Aliaksandr Ph. Ilyshchanka – State Scientific and Production Association of Powder Metallurgy – Academician
O. V. Roman Institute of Powder Metallurgy, Minsk, Belarus

Sergei 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

Alexander P. Kren – Institute of Applied Physics of National Academy of Science of Belarus, Minsk,
Belarus

Alexander M. Malyarevich – Belarusian National Technical University, Minsk, Belarus

Nikolai K. Myshkin – V. A. Belyi Metal-Polymer Research Institute of the National Academy of Sciences
of Belarus, Gomel, Belarus

Oleg G. Penyazkov – A. V. Luikov Heat and Mass Transfer Institute 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. Kheifetz – Institute of Applied Physics of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Belarus

E d i t o r i a l C o u n c i l

Stephan Vodenicharov – 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 – TU Wien, Wien, Austria
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, Moscow, Russia
Lyubodrag Tanovich – University of Belgrade, Belgrade, Serbia
Boris M. Khrustal'ov – Belarusian National Technical University, Minsk, Belarus

*Address of the Editorial Office:
1, Akademicheskaya Str., room 118, 220072, Minsk, Republic of Belarus.
Tel.: +375 17 374-02-45; e-mail: ftvesti@mail.ru
vestift.belnauka.by*

PROCEEDING OF THE NATIONAL ACADEMY OF SCIENCES OF BELARUS.
Physical-technical series, 2021, vol. 66, no. 1

Printed in Russian, Belarusian and English languages

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

It is sent of the press 24.03.2021. Appearance 29.03.2021. Format 60×84 1/8. Offset paper. The press digital.
Printed pages 14,88. Publisher's signatures 16,4. Circulation 72 copies. Order 51.
Number price: individual subscription – 12,38 byn., departmental subscription – 29,38 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, 2021

ISSN 1561-8358 (Print)
ISSN 2524-244X (Online)

СОДЕРЖАНИЕ

90 ЛЕТ ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКОМУ ИНСТИТУТУ НАЦИОНАЛЬНОЙ АКАДЕМИИ НАУК БЕЛАРУСИ

Ласковнев А. П., Маркевич М. И., Малышко А. Н., Журавлева В. И., Чапланов А. М. Формирование коллоидных растворов наночастиц кремния в этиловом спирте ультракороткими лазерными импульсами . . .	7
Анисович А. Г. Проблемы применения стандартов при оценке микроструктуры металлов и сплавов	12
Вебера И. И., Матальго А. И., Скавыш И. А., Цыкунов П. Ю. Расчет и моделирование параметров поверхностной высокочастотной термообработки труб	20

МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ, МЕТАЛЛУРГИЯ

Бобырь С. В. Неравновесная термодинамическая модель для расчета диффузионных потоков при фазовых превращениях в легированных сталях (<i>на английском языке</i>)	28
Федосюк В. М. Матрицы на основе наноструктурированного пористого анодного оксида алюминия для функциональных применений	37
Сенють В. Т. Спекание композиционных материалов инструментального назначения на основе импактных алмазов в условиях высоких давлений и температур	47

МАШИНОСТРОЕНИЕ, МЕХАНИКА

Витязь П. А., Моисеенко В. И., Сидоренко А. Г., Сотников М. В., Шкатуло Н. Д., Харитончик Д. И. Опыт и перспективы использования конструкционных сталей для азотированных зубчатых колес	58
---	----

ЭНЕРГЕТИКА, ТЕПЛО- И МАССООБМЕН

Акулич П. В., Слижук Д. С. Тепломассоперенос в продуваемом слое растительных материалов при циклическом микроволновом энергоподводе	66
Василевич С. В., Малько М. В., Дегтеров Д. В., Асадчий А. Н. Получение высокопористого углеродного материала с применением термохимической конверсии древесной биомассы под давлением	76
Ольшанский А. И., Гусаров А. М., Жерносек С. В. Тепломассообмен в процессе термической обработки и сушки натуральных кож при конвективном методе энергоподвода	84

ДИАГНОСТИКА И БЕЗОПАСНОСТЬ ТЕХНИЧЕСКИХ И ПРИРОДНЫХ СИСТЕМ

Борботько Т. В., Саванович С. Э. Влияние влагосодержания керамзита на значения коэффициента отражения электромагнитного излучения конструкций экранов, выполненных на его основе	93
Ехилевский С. Г., Потапенко Е. П. Оптимизация теплового режима изолирующего дыхательного аппарата на химически связанном кислороде	101

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И СИСТЕМЫ

Липницкий В. А., Семёнов С. И. Коррекция ошибок в кодах Рида–Соломона с помощью их автоморфизмов	110
Гулай А. В., Зайцев В. М. Функциональное построение интеллектуальной системы: последовательное шкалирование данных в ее трактах	117

CONTENTS

90TH ANNIVERSARY OF THE PHYSICAL-TECHNICAL INSTITUTE OF THE NATIONAL ACADEMY OF SCIENCES OF BELARUS

Laskovnev A. P., Markevich M. I., Malyshko A. N., Zhuravleva V. I., Chaplanov A. M. Formation of colloidal solutions of silicon nanoparticles in ethyl alcohol with ultra-short laser pulses	7
Anisovich A. G. Problems of application of standards in evaluation of microstructure of metals and alloys	12
Vegera I. I., Matalygo A. I., Sakavysh I. A., Tsykunou P. U. Calculation and modeling of surface high-frequency pipe heat treatment parameters	20

MATERIALS ENGINEERING, METALLURGY

Bobyř S. V. Non-equilibrium thermodynamics model for calculating diffusion fluxes under phase transformations in alloy steels	28
Fedosyuk V. M. Matrices, based on nanostructured porous anodic alumina, for functional applications	37
Senyut V. T. Sintering of composite materials for tool appointment, based on impact diamonds, under high pressure and temperatures	47

MECHANICAL ENGINEERING AND MECHANICS

Vitiaz P. A., Moiseenko V. I., Sidorenko A. G., Sotnikov M. V., Shkatulo N. D., Haritonchik D. I. Experience and prospects of use of structural steels for nitridated gears	58
--	----

POWER ENGINEERING, HEAT AND MASS TRANSFER

Akulich P. V., Slizhuk D. S. Heat and mass transfer in the blasted layer of vegetable materials with cyclic microwave power supply	66
Vasilevich S. V., Malko M. V., Degterov D. V., Asadchyi A. N. Obtaining of high porous carbon material using thermochemical conversion of wood biomass under pressure	76
Ol'shanskii A. I., Gusarov A. M., Zhernosek S. V. Heat and mass transfer in the process of heat treatment and drying of natural leather with the convective method of energy supply	84

DIAGNOSTICS AND SAFETY OF TECHNICAL AND ENVIRONMENT SYSTEMS

Borbot'ko T. V., Savanovich S. E. Influence of water content of expanded clay on the reflection coefficient of electromagnetic shield	93
Ekhilevskiy S. G., Potapenko E. P. Optimization of the thermal regime of the insulating breathing apparatus on chemically bound oxygen	101

INFORMATION TECHNOLOGIES AND SYSTEMS

Lipnitsky V. A., Semyonov S. I. Error correction by Reed–Solomon codes using its automorphisms	110
Gulay A. V., Zaitsev V. M. Functional configuration of intelligent system: serial data scaling in its paths	117

**90 ЛЕТ ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКОМУ ИНСТИТУТУ
НАЦИОНАЛЬНОЙ АКАДЕМИИ НАУК БЕЛАРУСИ****90TH ANNIVERSARY OF THE PHYSICAL-TECHNICAL INSTITUTE
OF THE NATIONAL ACADEMY OF SCIENCES OF BELARUS**УДК 539.2
<https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-7-11>Поступила в редакцию 24.07.2020
Received 24.07.2020**А. П. Ласковнев^{1,2}, М. И. Маркевич², А. Н. Малышко², В. И. Журавлева³, А. М. Чапланов**¹*Президиум Национальной академии наук Беларуси, Минск, Республика Беларусь*²*Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси, Минск, Республика Беларусь*³*Военная академия Республики Беларусь, Минск, Республика Беларусь***ФОРМИРОВАНИЕ КОЛЛОИДНЫХ РАСТВОРОВ НАНОЧАСТИЦ КРЕМНИЯ
В ЭТИЛОВОМ СПИРТЕ УЛЬТРАКОРОТКИМИ ЛАЗЕРНЫМИ ИМПУЛЬСАМИ**

Аннотация. Проведено исследование морфологии поверхности мишени кремния после лазерного воздействия, формирование и исследование наночастиц, полученных методом лазерной абляции ультракороткими импульсами инфракрасного диапазона. Для обработки материала использован лазер на алюмоиттриевом гранате (LS-2134D) с длиной волны 1064 нм, генерирующий в двухимпульсном режиме (импульсы разделены временным интервалом 3 мкс, длительность импульсов 10 нс, частота следования импульсов 10 Гц, энергия одиночного импульса ~ 0,05 Дж). Методом лазерной абляции получены спиртовые растворы наночастиц кремния. Показано, что формируется ансамбль частиц разного размера (от 20 нм до 2,5 мкм), которые не имеют огранки. Методом сканирующей электронной микроскопии установлены особенности морфологии поверхности кратера поликристаллического кремния, находящегося в этиловом спирте, при импульсной лазерной обработке в режиме сдвоенных импульсов. Показано, что структура кратера состоит из зерен кремния, отделенных друг от друга канавками, испарение материала происходит по границам зерен, образуются широкие канавки термического травления. Полученные результаты могут быть использованы при создании солнечных элементов.

Ключевые слова: наночастицы, растворы, лазерная абляция, морфология поверхности, растровая микроскопия, элементный анализ, кратер, канавки термического травления

Для цитирования: Формирование коллоидных растворов наночастиц кремния в этиловом спирте ультракороткими лазерными импульсами / А. П. Ласковнев [и др.] // Вест. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2021. – Т. 66, № 1. – С. 7–11. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-7-11>

**Alexander P. Laskovnev^{1,2}, Maria I. Markevich², Alexey N. Malyshko², Valentina I. Zhuravleva³,
Arkady M. Chaplanov**¹*Presidium of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Republic of Belarus*²*Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Republic of Belarus*³*Military Academy of the Republic of Belarus, Minsk, Republic of Belarus***FORMATION OF COLLOIDAL SOLUTIONS OF SILICON NANOPARTICLES IN ETHYL ALCOHOL
WITH ULTRA-SHORT LASER PULSES**

Abstract. The study of surface morphology of a silicon target after laser exposure, the formation and study of nanoparticles, obtained by laser ablation by ultrashort infrared pulses, were conducted. The material was processed using a yttrium aluminum garnet laser (LS-2134D) with a wavelength of 1064 nm, generating in a two-pulse mode (pulses are separated by a time interval of 3 μs, pulse duration is 10 ns, pulse repetition rate is 10 Hz, single pulse energy ~ 0.05 J). Alcohol solutions of silicon nanoparticles were obtained by laser ablation. It is shown that an ensemble of particles of different sizes (from

20 nm to 2.5 μm) is formed, which have no faceting. Using the method of scanning electron microscopy, the features of the morphology of the surface of the crater of polycrystalline silicon, which is in ethyl alcohol during pulsed laser processing in the double pulse mode, have been established. It is shown that the structure of the crater consists of silicon grains separated from each other by grooves; the material evaporates along the grain boundaries, and wide thermal etching grooves are formed. These results can be used to create solar cells.

Keywords: nanoparticles, solutions, laser ablation, surface morphology, scanning microscopy, elemental analysis, crater, thermal etching grooves

For citation: Laskovnev A. P., Markevich M. I., Malyshko A. N., Zhuravleva V. I., Chaplanov A. M. Formation of colloidal solutions of silicon nanoparticles in ethyl alcohol with ultra-short laser pulses. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2021, vol. 66, no. 1, pp. 7–11 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-7-11>

Введение. В настоящее время значительно возрос интерес к изучению наноразмерных частиц. Это связано с новыми возможностями использования наноматериалов в различных областях науки и производства. Наноматериалы успешно применяются при создании элементов микроэлектронных и оптических устройств. Среди методов их получения выделяются методы, основанные на восстановлении ионов металлов в растворах, испарении и конденсации металлов.

Для описанных приложений требуются высокопроизводительные технологии получения наночастиц.

Лазерная абляция открывает широкие возможности для получения наночастиц в растворах, так как эти частицы отличаются высокой чистотой. Это основано на уникальных свойствах лазерного излучения: когерентность, монохроматичность, малая длительность воздействия, высокие плотности энергии в импульсе, отсутствие прямого контакта между материалом и источником энергии, стерильность воздействия, экспрессность метода. Преимуществами абляции материала в жидкостях являются: относительная простота процесса, возможность получения готовых коллоидных растворов из частиц малого размера. Лазерная абляция различных веществ в жидкостях исследовалась в [1–4].

Принципиально важно изучение морфологии и элементного состава образованных наночастиц с целью выбора их для различных применений.

Поэтому целью работы являлось экспериментальное исследование морфологии поверхности мишени кремния после лазерного воздействия, формирования наночастиц, полученных методом лазерной абляции ультракороткими импульсами инфракрасного диапазона.

Синтез наночастиц и методы исследования. В качестве мишени использовали поликристаллический кремний, а в качестве среды, в которой находилась мишень, применяли этиловый спирт. Жидкость принудительно не перемешивали. Для обработки материала использован лазер на алюмоиттриевом гранате (LS-2134D) с длиной волны 1064 нм, генерирующий в двухимпульсном режиме (импульсы разделены временным интервалом 3 мкс, длительность импульсов 10 нс, частота следования импульсов 10 Гц, энергия одиночного импульса $\sim 0,05$ Дж).

Образованная в результате испарения вещества под действием первого импульса абляционная плазма создает в приповерхностном слое область с повышенной температурой и пониженной плотностью частиц, что приводит к более полному использованию энергии второго импульса для лазерной абляции [3, 4]. Образец обрабатывали лазерным излучением в интервале энергий 300–600 Дж при времени экспозиции от 5 до 10 мин. Размеры образцов: длина – 12 мм, ширина – 10 мм, толщина ~ 10 мм.

В процессе получения и во время хранения спиртовых растворов не применяли поверхностно-активные вещества. Исследование морфологии поверхности кратера образца производилось с использованием растрового электронного микроскопа MIRA-3 (Чехия) с системой микроанализаторов фирмы Oxford Instruments (Великобритания). Прибор позволяет одновременно исследовать морфологию поверхности материала, определять распределение химических элементов исследуемого образца, а также получить изображение объекта в широком диапазоне увеличений. Измерения проводились при различных значениях ускоряющего напряжения: от минимального порога чувствительности системы микроанализа (6,4 кВ) до максимального значения ускоряющего напряжения (30 кВ).

Результаты эксперимента и их обсуждение.

При воздействии серии наносекундных лазерных импульсов на поверхность кремниевого образца, находящегося в жидкости, вблизи поверхности образуется область, которая состоит из пересыщенных паров этилового спирта, продуктов эрозионного лазерного факела. Механизмы образования наночастиц в жидких средах рассмотрены в [2].

Обработка серией импульсов была проведена с целью изучения морфологии кратера, из которого происходит выброс наночастиц.

На поверхности мишени образуется кратер в результате многократного импульсного лазерного воздействия. Морфология внутренней поверхности кратера после воздействия приведена на рис. 1.

Видно, что структура кратера состоит из зерен кремния, имеющих размер от 100 нм до 15 мкм. Зерна отделены друг от друга широкими канавками. По-видимому, при воздействии импульсного лазерного излучения на поверхность мишени испарение материала происходит в первую очередь по границам зерен. В результате этого образуются широкие канавки термического травления. Испарение материала происходит как с поверхности мишени, так и через канавки термического травления, образующиеся по границам зерен, более глубоко залегающих слоев материала.

При быстром охлаждении области пересыщенного пара происходит образование жидких капель, которые превращаются в сферические частицы, по-видимому, аморфные.

На поверхности кратера видны частицы размером от 20 нм (рис. 2, *a*) до 2,4 мкм (рис. 2, *b*), которые осели на поверхности кратера из получившегося коллоидного раствора. Образовавшиеся частицы кремния имеют сферическую форму. На поверхности крупных частиц наблюдаются осажденные наночастицы, чей средний размер составляет ~ 20 нм.

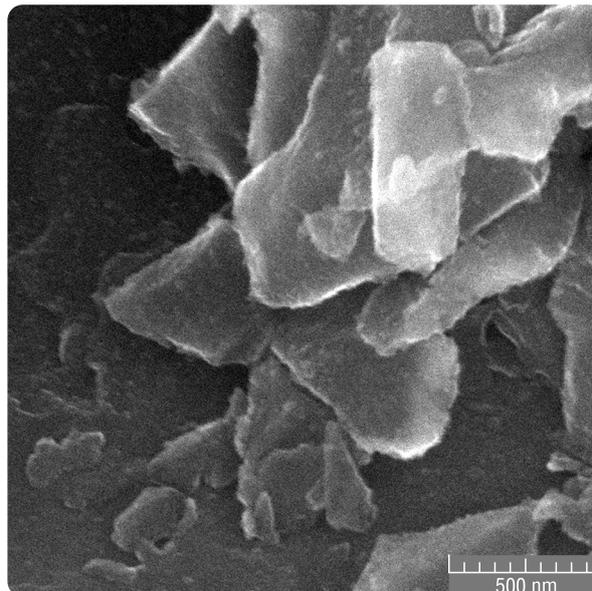


Рис. 1. Морфология поверхности кратера кремниевой мишени после лазерного воздействия

Fig. 1. Surface morphology of a silicon target crater after laser exposure

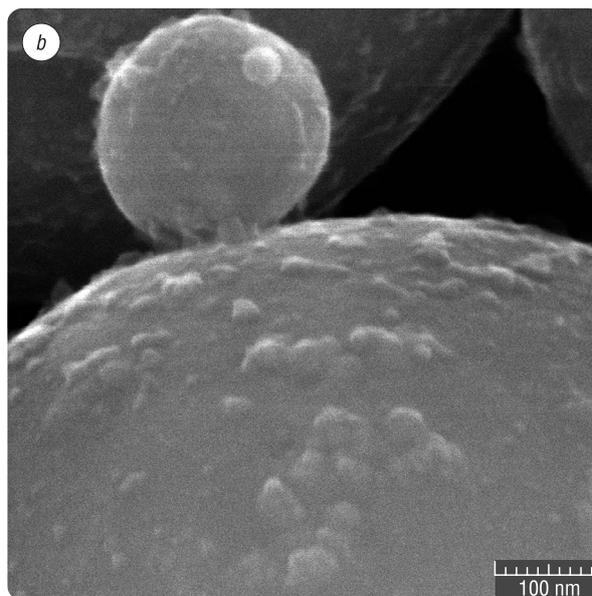
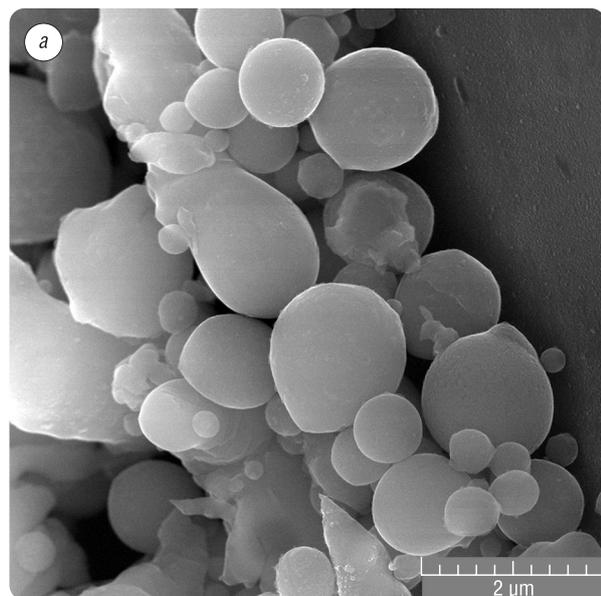


Рис. 2. Морфология поверхности частиц, образовавшихся в результате лазерного воздействия. Вложенная энергия 600 Дж, время воздействия 10 мин

Fig. 2. Morphology of the surface of particles formed as a result of laser exposure. Energy input 600 J, exposure time 10 min

В процессе лазерной абляции в различных средах может происходить изменение химического состава поверхности, подвергнутой лазерному воздействию. Анализ элементного состава производился с помощью энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС). На рис. 3 представлен элементный анализ с поверхности кратера, свидетельствующий об отсутствии фазовых превращений на его поверхности.

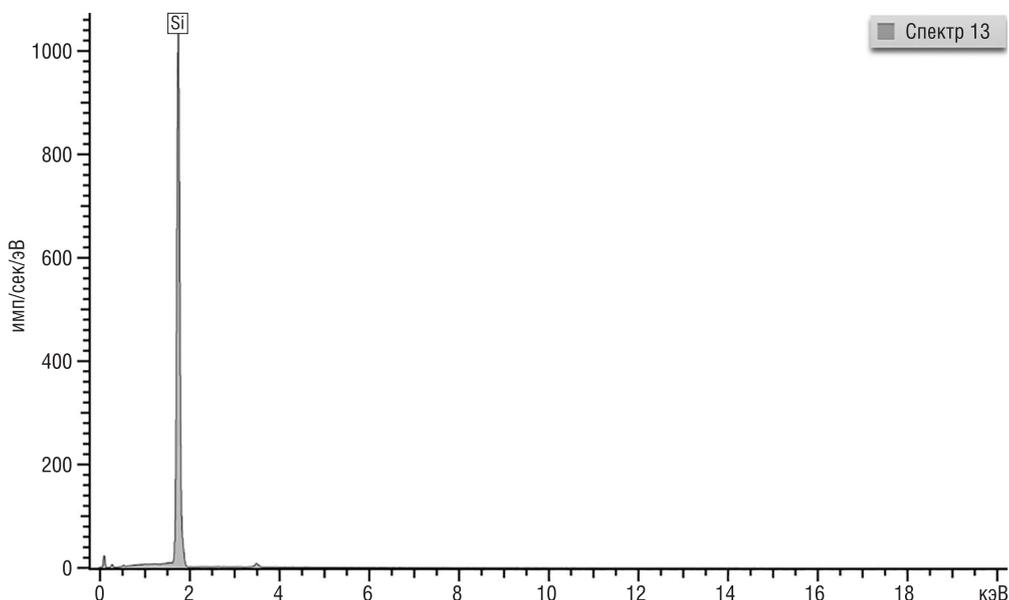


Рис. 3. Элементный анализ поверхности кратера
Fig. 3. Elemental analysis of the crater surface

При выходе эрозионной плазмы, образующейся под действием лазерного импульса в водную среду, происходит ее охлаждение со скоростью более 106 рад/с. При этом образование наночастиц происходит по механизму пар \rightarrow жидкость (п \rightarrow ж), о чем свидетельствует их сферическая форма. Следовательно, частицы находятся в термодинамически неравновесном состоянии и после охлаждения являются аморфными. Ряд наночастиц имеют искаженную сферическую форму (см. рис. 2), что, возможно, обусловлено частичной кристаллизацией внутри частицы [4].

Заключение. Методом лазерной абляции получены спиртовые растворы наночастиц кремния. Показано, что формируется ансамбль частиц разного размера от 20 нм до 2,5 мкм, которые не имеют огранки. Методом сканирующей электронной микроскопии установлены особенности морфологии поверхности кратера поликристаллического кремния, находящегося в этиловом спирте, при импульсной лазерной обработке в режиме сдвоенных импульсов. Показано, что структура кратера состоит из зерен кремния, отделенных друг от друга канавками, испарение материала происходит прежде всего по границам зерен с увеличением ширины канавок термического травления.

Список использованных источников

1. Лазерный синтез наночастиц селена в жидкостях мономеров / Н. А. Зулина [и др.] // Науч.-техн. вестн. информ. технологий, механики и оптики. – 2018. – Т. 18, № 3. – С. 2–25.
2. Формирование наноструктур селена лазерной абляцией / А. С. Подольцев [и др.] // Изв. Гомел. гос. ун-та им. Ф. Скорины. – 2006. – № 6 (39). – Ч. 2. – С. 3–6.
3. Маркевич, М. И. Структурные превращения в тонких металлических пленках при импульсном лазерном воздействии / М. И. Маркевич, А. М. Чапланов // Вес. Нац. акад. наук Беларусі. Сер. фіз.-мат. навук. – 2016. – № 1. – С. 28–35.
4. Markevich, M. I. Pulsed Laser-Induced Synthesis of Metal Sulphides in Sulphurous Liquids Under Action of Shock Waves / M. I. Markevich, F. A. Piskunov // High Power Lasers – Science and Engineering / Klub Academic Publishers Advanced Study Institute. – Published cooperation with NATO Scientific Affairs Division, 1996. – P. 561–565. https://doi.org/10.1007/978-94-015-8725-9_36

5. Формирование коллоидных растворов металлов в воде методом лазерной абляции / В.К. Гончаров [и др.] // Актуальные проблемы физики твердого тела: ФТТ-2009: сб. докл. Междунар. науч. конф., 20–23 окт. 2009 г. – Минск, 2009. – С. 381–382.
6. Исследование коллоидных растворов селена, созданных по лазерной технологии / Е.Е. Казилин [и др.] // Перспективные материалы. – 2008. – №3. – С. 60–63.

References

1. Zulina N. A., Fokina M. I., Cherkashin E. G., Nosenok T. N. Laser synthesis of selenium nanoparticles in liquid monomers. *Nauchno-tekhnicheskii vestnik informatsionnykh tekhnologii, mekhaniki i optiki = Scientific and Technical Journal of Information Technologies, Mechanics and Optics*, 2018, vol. 18, no. 3, pp. 2–25 (in Russian).
2. Podoltsev A. S., Markevich M. I., Ivanov L. I., Kazilin E. E., Kovalenko L. V., Folmanis G. E., Yanushkevich V. A. Formation of selenium nanostructures by laser ablation. *Izvestiya Gomel'skogo gosudarstvennogo universiteta imeni F. Skoriny = Proceedings of Francisk Skorina Gomel State University*, 2006, no. 6 (39), part 2, pp. 3–6 (in Russian).
3. Markevich M. I., Chaplanov A. M. Structural transformations in thin metal films under pulsed laser irradiation. *Vesti Natsyional'noi akademii navuk Belarusi. Seriya fizika-matematychnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physics and Mathematics series*, 2016, no. 1, pp. 28–35 (in Russian).
4. Markevich M. I., Piskunov F. A. Pulsed Laser-Induced Synthesis of Metal Sulphides in Sulphurous Liquids Under Action of Shock Waves. *High Power Lasers – Science and Engineering*. Published cooperation with NATO Scientific Affairs Division, 1996, pp. 561–565. https://doi.org/10.1007/978-94-015-8725-9_36
5. Goncharov V. K., Kozadaev K. V., Markevich M. I., Puzyrev M. V., Chaplanov A. M. The formation of colloidal solutions of metals in water by laser ablation. *Aktual'nye problemy fiziki tverdogo tela: FTT-2009: sbornik dokladov Mezhdunarodnoi nauchnoi konferentsii, 20–23 oktyabrya 2009 g.* [Actual Problems of Solid State Physics. collection of reports of the International Scientific Conference, October 20–23, 2009]. Minsk, 2009, pp. 381–382 (in Russian).
6. Kazilin E. E., Markevich M. I., Konkin S. V., Chaplanov A. M., Folmanis G. E., Ivanov L. I., Kovalenko L. V. Study of colloidal solutions of selenium created by laser technology. *Perspektivnye materialy* [Prospective Materials], 2008, no. 3, pp. 60–63 (in Russian).

Информация об авторах

Ласковнев Александр Петрович – академик Национальной академии наук Беларуси, доктор технических наук, академик-секретарь Отделения физико-технических наук Национальной академии наук Беларуси (пр. Независимости, 66, 220072, Минск, Республика Беларусь); главный научный сотрудник, Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси (ул. Купревича, 10, 220141, Минск, Республика Беларусь).

Маркевич Мария Ивановна – доктор физико-математических наук, профессор, главный научный сотрудник лаборатории микроскопии и структурного анализа, Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси (ул. Купревича, 10, 220141, Минск, Республика Беларусь). E-mail: a.chaplanov@gmail.com

Мальшико Алексей Николаевич – научный сотрудник лаборатории микроскопии и структурного анализа, Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси (ул. Купревича, 10, 220141, Минск, Республика Беларусь). E-mail: malyszko@outlook.com

Журавлева Валентина Илларионовна – кандидат физико-математических наук, доцент кафедры «Физика и общепрофессиональные дисциплины», Военная академия Республики Беларусь (пр. Независимости, 220, 220057, Минск, Республика Беларусь).

Чапланов Аркадий Михайлович – доктор физико-математических наук, профессор. E-mail: a.chaplanov@gmail.com

Information about the authors

Alexander P. Laskovnev – Academician of the National Academy of Sciences of Belarus, D. Sc (Engineering), Academician-Secretary of the Department of Physical and Technical Sciences of the National Academy of Sciences of Belarus (66, Nezavisimosti Ave., 220072, Minsk, Republic of Belarus); Chief Researcher, Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus (10, Kuprevich Str., 220141, Minsk, Republic of Belarus).

Maria I. Markevich – D. Sc. (Physics and Mathematics), Professor, Chief Researcher, Laboratory of Microscopy and Structural Analysis, Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus (10, Kuprevich Str., 220141, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: a.chaplanov@gmail.com

Alexey N. Malyszko – Researcher, Laboratory of Microscopy and Structural Analysis, Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus (10, Kuprevich Str., 220141, Minsk, Republic of Belarus), E-mail: malyszko@outlook.com

Valentina I. Zhuravleva – Ph. D. (Physics and Mathematics), Associate Professor of Department “Physics and General Engineering Disciplines”, Military Academy of the Republic of Belarus (220, Nezavisimosti Ave., 220057, Minsk, Republic of Belarus).

Arkady M. Chaplanov – D. Sc. (Physics and Mathematics), Professor. E-mail: a.chaplanov@gmail.com

ISSN 1561-8358 (Print)

ISSN 2524-244X (Online)

УДК 539.216+669:006

<https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-12-19>

Поступила в редакцию 09.12.2020

Received 09.12.2020

А. Г. Анисович

Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси, Минск, Республика Беларусь

ПРОБЛЕМЫ ПРИМЕНЕНИЯ СТАНДАРТОВ ПРИ ОЦЕНКЕ МИКРОСТРУКТУРЫ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

Аннотация. Рассмотрены проблемы применения некоторых стандартов, содержащих эталонные шкалы структур: ГОСТ 1763-68, 1778-70, 5640-68, 9391-80, 10243-75, 13938.13-93, 22838-77, 3443-87 (материалы: кислородная медь, трубные и конструкционные стали, чугун). Показано, что нормативная база стандартов для металлографического анализа морально устарела. Основной проблемой является несоответствие увеличения эталонов реальным структурам современных сплавов. В основном в эталонах микроструктур используется увеличение 100 крат, в частности, для анализа полосчатости структуры проката, видманштеттовой структуры, фосфидной эвтектики. Для анализа современных материалов требуется увеличение порядка 500...800 крат. Увеличение 360...400 крат, используемое в некоторых шкалах, также является недостаточным, например, для анализа структурно-свободного цементита. Также качество изображений структур, приведенных в стандартах, затрудняет их использование. Общим недостатком рассматриваемых стандартных шкал структур является отсутствие метрики на фотографиях, что не отвечает современному уровню металловедения и доставляет определенные неудобства при сравнении структур. Необходим пересмотр стандартов, регламентирующих структуру металлов и сплавов. Следует проводить исследования по разработке нового поколения стандартов, опираясь на реальные структуры современных промышленных сплавов. Также требуется разработка новых методов анализа структуры. Прежде всего это касается анализа в программах обработки изображений.

Ключевые слова: стандарты, структура, сталь, чугун, металлографический анализ, программы обработки изображений

Для цитирования: Анисович, А. Г. Проблемы применения стандартов при оценке микроструктуры металлов и сплавов / А. Г. Анисович // Вес. Нац. акад. наук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2021. – Т. 66, № 1. – С. 12–19. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-12-19>

Anna G. Anisovich

Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Republic of Belarus

PROBLEMS OF APPLICATION OF STANDARDS IN EVALUATION OF MICROSTRUCTURE OF METALS AND ALLOYS

Abstract. The purpose of this work is to consider the problems of applying some standards containing reference scales of structures: 1763-68, 1778-70, 5640-68, 9391-80, 10243-75, 13938.13-93, 22838-77, 3443-87 (materials: oxygenated copper, pipe and structural steels, cast iron). It is shown that the normative base of standards for metallographic analysis is morally outdated. The main problem is the discrepancy between the increase in standards and real modern structures. Basically, microstructure standards use a magnification of 100 times, in particular, for the analysis of oxygenated copper, banding of the rolled metal structure, Widmanstätt structure, phosphide eutectic. The analysis of modern materials requires an increase of about 500...800 times. The magnification of 360...400 times, used in some scales, is also insufficient, in particular, for the analysis of structurally free cementite. Also, the quality of images of structures makes them difficult to use. A common disadvantage of the considered standard scales of structures is the absence of metrics in photographs, which does not correspond to the modern level of metallurgy and causes certain inconveniences when comparing structures. It is necessary to revise the standards governing the structure of metals and alloys. Research should be carried out to develop a new generation of standards based on the real structures of modern industrial alloys. It is also necessary to develop new methods of structure analysis. This applies primarily to analysis in image processing programs.

Keywords: standards, structure, steel, cast iron, metallographic analysis, image processing programs

For citation: Anisovich A. G. Problems of application of standards in evaluation of microstructure of metals and alloys. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2021, vol. 66, no. 1, pp. 12–19 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-12-19>

Введение. Качество металлических изделий и полуфабрикатов регулируется системой стандартов. Одними из основных являются те стандарты, которые регламентируют химический состав сталей и сплавов, а также их структуру. Именно структура в наибольшей степени ответственна за комплекс механических свойств промышленных металлов и сплавов. Стандарты регламентируют количественное описание структуры путем определения средних характеристик – диаметра или площади зерна, размера включений фаз и т. д. Для количественного анализа в стандартах приводятся процедуры: метод секущих, метод подсчета зерен, планиметрический метод. В данных нормативных документах также содержатся эталонные шкалы, и оценка структуры производится визуальным сравнением структуры образца с этими шкалами. В результате устанавливается соответствие исследуемой структуры определенной шкале ГОСТ; также структуре образца может быть присвоен балл.

Основные стандарты, регламентирующие структуру металлов и сплавов, созданы в 1960–1970-е годы. В настоящее время они являются действующими на территории Содружества Независимых Государств. В частности, непосредственно металлографического контроля структуры касаются следующие нормативные документы:

ГОСТ 1763-68 «Сталь. Методы определения глубины обезуглероженного слоя»;

ГОСТ 1778-70 «Сталь. Металлографические методы определения неметаллических включений»;

ГОСТ 5640-68 «Сталь. Металлографический метод оценки микроструктуры листов и лент»;

ГОСТ 9391-80 «Сплавы твердые спеченные. Методы определения пористости и микроструктуры»;

ГОСТ 10243-75 «Сталь. Методы испытаний и оценки макроструктуры»;

ГОСТ 13938.13-93 «Медь. Методы определения кислорода»;

ГОСТ 22838-77 «Сплавы жаропрочные. Методы контроля и оценки макроструктуры»;

ГОСТ 3443-87 «Отливки из чугуна с различной формой графита. Методы определения структуры», а также некоторые другие.

За последние 40 лет технологии производства металлических материалов существенно продвинулись вперед, и действующие стандарты не могут адекватно регламентировать структуру металлических изделий и полуфабрикатов. Получили широкое применение материалы со структурой высокой дисперсности, которую невозможно исследовать и классифицировать согласно действующим нормативным документам при увеличениях 100 и 200 крат.

ГОСТ 5639-82 «Стали и сплавы. Методы выявления и определения величины зерна», а также ГОСТ 21073.0-75, 21073.1-75, 21073.2-75, 21073.3-75, 21073.4-75 по определению величины зерна цветных сплавов дают численные величины параметров структуры, и их несоответствие современному уровню не столь критично. Устарели некоторые методики определения размера зерна, например метод секущих, планиметрический метод. Но с появлением программ обработки изображений данная проблема снимается. Кроме того, вопрос использования программ обработки изображений требует отдельного рассмотрения [1, 2] не только с учетом принципов стереометрической металлографии [3], но и гостирования компьютерных методов анализа.

Цель данной работы – рассмотрение проблем применения некоторых стандартов, содержащих эталонные шкалы микроструктур промышленных сплавов.

Материалы и методики исследования. Исследуемые материалы: кислородная медь, трубные и конструкционные стали, чугун; рассматриваемые стандарты: 1763-68, 1778-70, 5640-68, 9391-80, 10243-75, 13938.13-93, 22838-77, 3443-87. Изучение микроструктуры проведено на инвертированном металлографическом микроскопе МИ-1. Фотографирование структуры производилось в программе обработки изображений IMAGE-SP; метрический отрезок устанавливался калибровочным узлом программы по аттестованному объект-микрометру.

Результаты и их обсуждение. ГОСТ 13938.13-93 «Медь. Методы определения кислорода» устанавливает порядок определения кислорода в меди методами восстановительного плавления (в электролитической, литой или деформированной при массовой доле кислорода от 0,0003 до 0,5 %) и металлографическим (в литой или деформированной при массовой доле кислорода от 0,01 до 0,15 %). Этот нормативный документ был переиздан в 1993 г. Однако при этом не были переработаны эталонные шкалы микроструктур. Стандарт позволяет определить количество

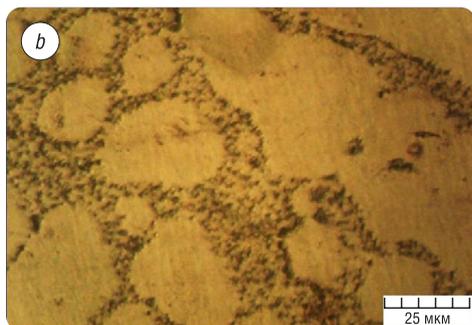
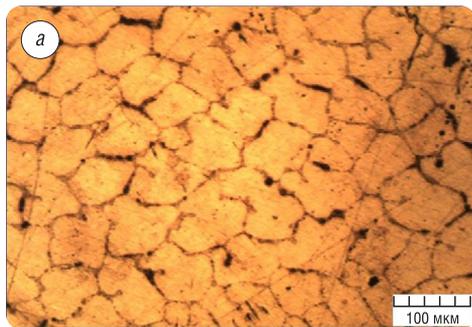


Рис. 1. Структура меди, полученная по способу непрерывного литья: *a* – 200[×], *b* – 800[×]
 Fig. 1. Structure of copper, obtained by the method of continuous casting: *a* – 200[×], *b* – 800[×]

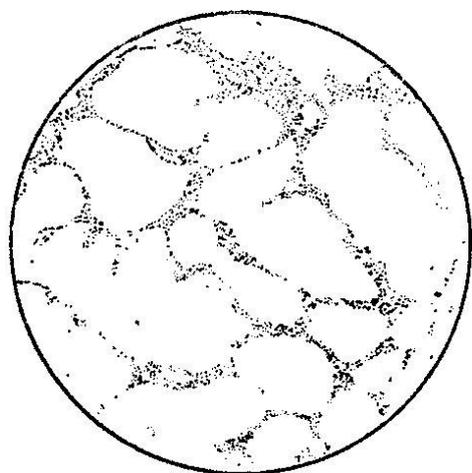


Рис. 2. Эталон № 11 ГОСТ 13938-93; медь содержит 0,09 % кислорода
 Fig. 2. Standard no. 11 of GOST 13938-93; copper contains 0.09 % oxygen

кислорода в литой меди и основан на визуальном сравнении анализируемой структуры с эталонными шкалами, которые даны при 200[×]. В настоящее время при использовании современных способов литья достигнут уровень дисперсности структуры, намного превышающий таковой при «классических» способах литья [4, 5]. На рис. 1 приведены структуры кислородной меди при увеличениях 200 и 800 крат, на рис. 2 – эталон по ГОСТ 13938-93, соответствующий рис. 1, *b*.

Как видно из рисунков, определить содержание кислорода методом сравнения при 200[×] невозможно. Сравнение возможно при 800[×] (рис. 1, *b*, рис. 2). Тем не менее, исходя из требований ГОСТ 13938-93, определение концентрации кислорода при таком увеличении является нарушением стандартной процедуры.

При анализе трубных сталей весьма востребованным является ГОСТ 5640-68 «Сталь. Металлографический метод оценки микроструктуры листов и лент», который включает следующие эталонные шкалы структур:

Шкала 1. *Структурно-свободный цементит*, (360–400)[×];

Шкала 2. *Перлит в малоуглеродистой деформированной стали*, (360–400)[×];

Шкала 3. *Полосчатость феррито-перлитной структуры*, 100[×];

Шкала 4. *Видманитеттова структура*, 100[×].

Шкала 1. *Структурно-свободный цементит*. На рис. 3 показано изображение реальной структуры стали 20 2018 года изготовления и эталон структуры по шкале 1, ряд А, балл 5. Размер стрелки на рис. 3, *b* составляет 200 мкм, что дает представление о несоответствии увеличений эталона и реальной структуры. Структура на рис. 3, *a* получена при 1000[×]. При (360–400)[×], регламентированном ГОСТ, масштаб реальной структуры не соответствует эталону.

Шкала 2. *Перлит в малоуглеродистой деформированной стали*. Для оценки количества и характера расположения перлита в малоуглеродистой деформированной стали с содержанием углерода 0,10–0,30 % шкала сформирована в зависимости от строения перлита (зернистый или сорбитообразный), его количества и характера распределения и состоит из двух рядов и шести баллов. Ряд А предназначен для оценки зернистого перлита в холоднокатаной стали с содержанием углерода 0,1–0,2 %.

При увеличении номера балла укрупняется размер частиц цементита и наблюдается тенденция к образованию полос.

Изображения эталона по ГОСТ 5640-68 и структуры современной стали представлены на рис. 4. Качество изображения структуры эталона низкое (рис. 4, *a*), вид перлита (зернистый) ясен только из описания данного эталона в тексте стандарта. Зернистый перлит на реальном изображении структуры стали возможно идентифицировать при 1000[×] (рис. 4, *b*).

Качество изображений эталонных структур можно оценить из рис. 5. Если зернистый перлит в полосе еще различим, то пластинчатый перлит, скорее, угадывается.

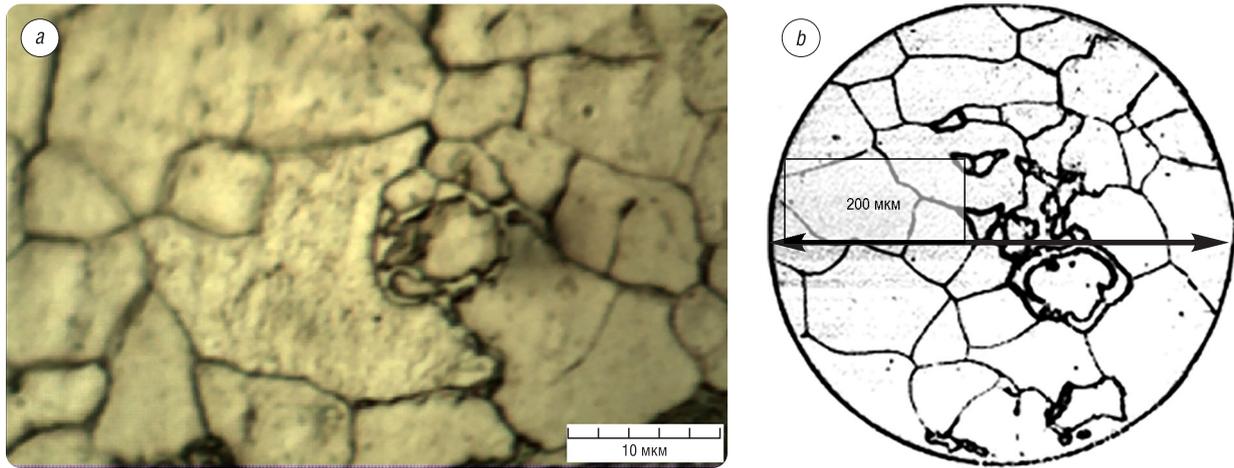


Рис. 3. Структурно-свободный цементит в стали 20 (a) и эталон для определения структурно-свободного цементита (b)

Fig. 3. Structurally free cementite in steel 20 (a) and a standard for determining structurally free cementite (b)

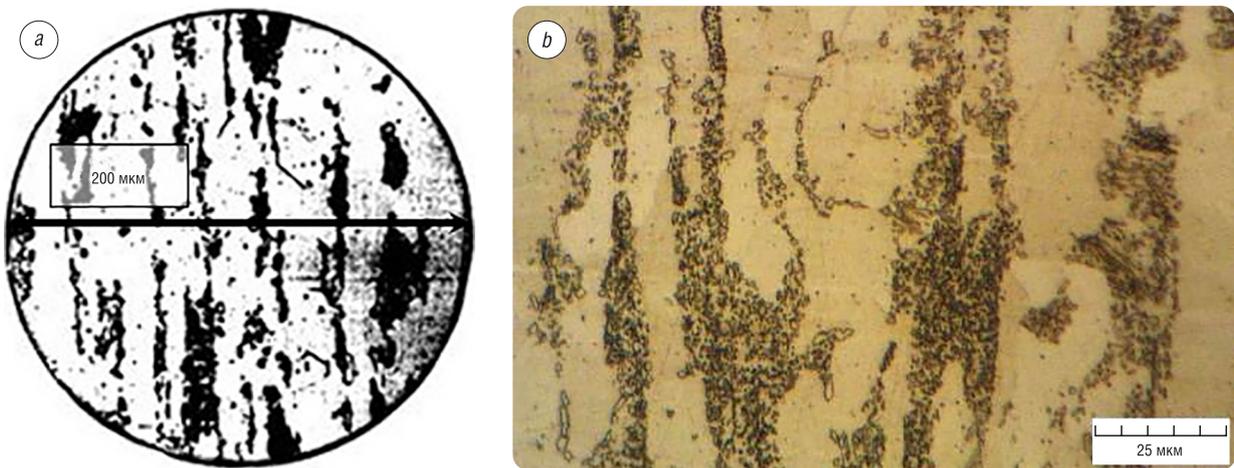


Рис. 4. Эталон структуры по ГОСТ 5640-68, ряд А, балл 4 (a) и полосы зернистого перлита в стали современного производства (b)

Fig. 4. The standard of structure according to GOST 5640-68, row A, point 4 (a) and stripes of granular pearlite in modern steel (b)

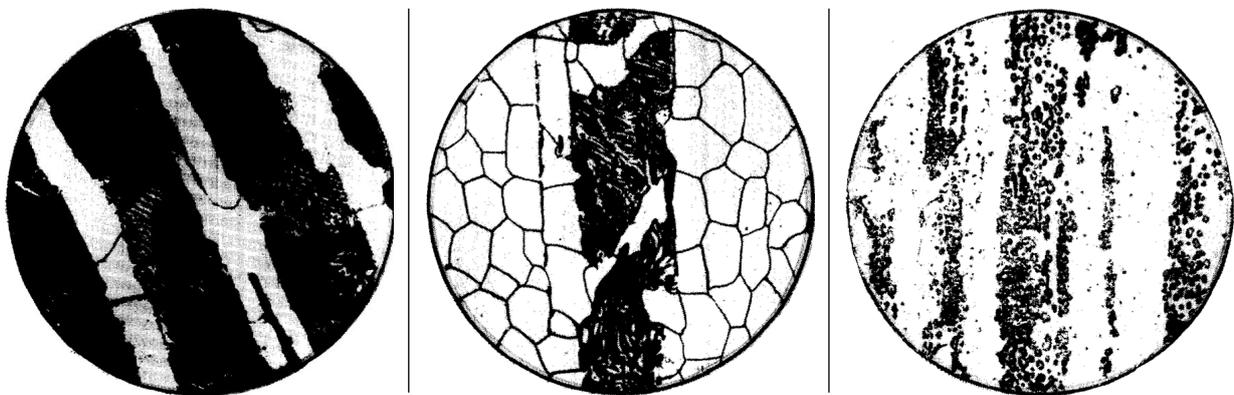


Рис. 5. Эталоны структуры по шкале 2, балл 5; слева направо – ряды А, Б, В
 Fig. 5. Standards of structure on a scale of 2, point 5; from left to right – rows A, B, C

Пример несоответствия реальной структуры и эталона ГОСТ 5640-68 (шкала 3) приведен также на рис. 6. Метрики на изображениях 6, *a* и 6, *b* уравнены. Стандартной шкалой пользоваться весьма сложно в силу несоответствия увеличений. На рис. 6, *c*, *d* полосчатая структура представлена при $200\times$ и $500\times$ соответственно. В данном случае для анализа структуры и установления балла полосчатости реальным увеличением стандартных шкал являлось бы $(300-500)\times$.

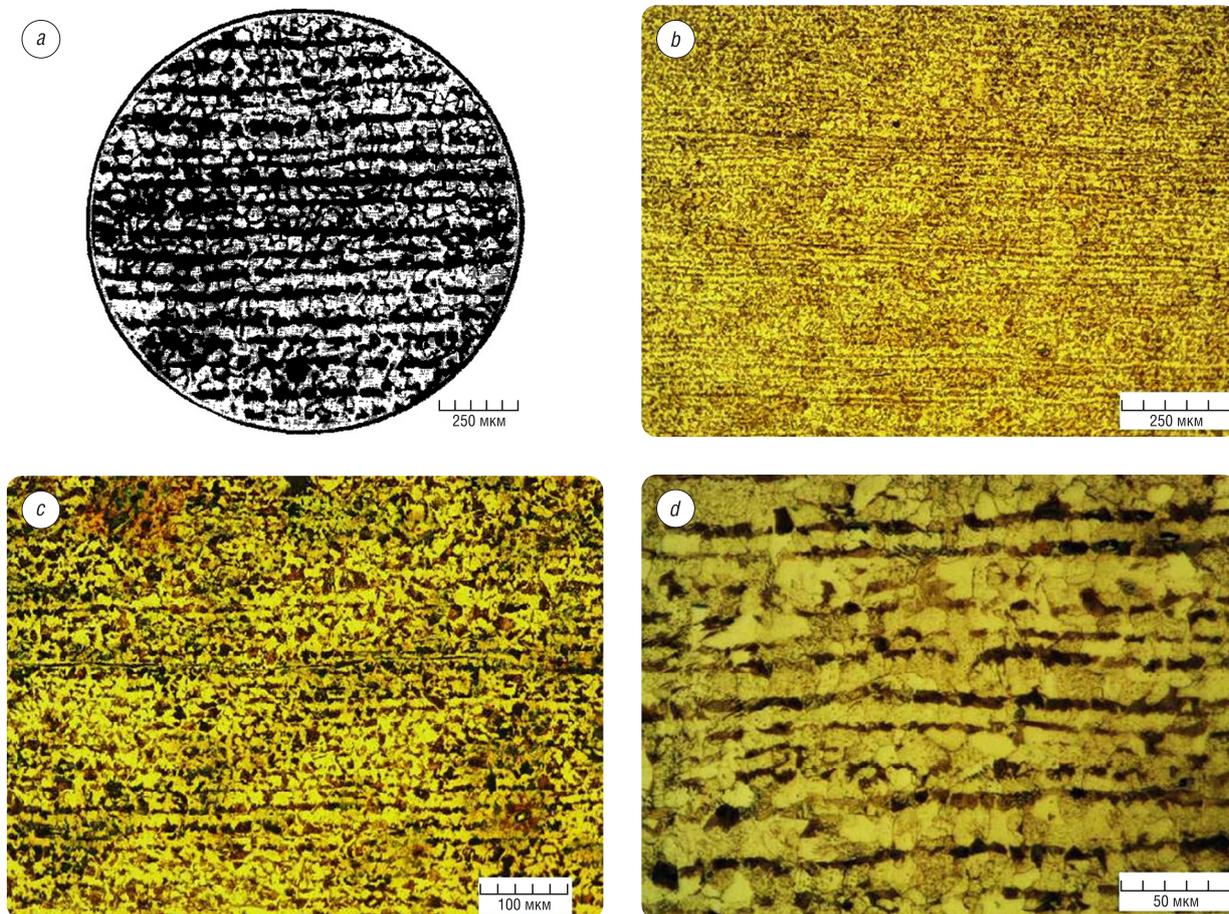


Рис. 6. Эталон структуры ГОСТ 5640-68 (шкала 3) ряд Б, балл 3 (*a*) и изображение структуры стали 17Г1С при $100\times$ (*b*), $200\times$ (*c*) и $500\times$ (*d*)

Fig. 6. The standard of structure GOST 5640-68 (scale 3), line B, point 3 (*a*) and the image of the structure of steel 1.0117 at magnifications of $100\times$ (*b*), $200\times$ (*c*) and $500\times$ (*d*)

На рис. 7 показано несоответствие структуры эталона при $100\times$ (рис. 7, *a*) и *видманитетовой структуры* (шкала 4) сварного шва трубной стали (рис. 7, *b*). Из сравнения эталонной и реальных структур видно, что структуре эталона по масштабу соответствует увеличение порядка $(400-500)\times$ (рис. 7, *c*, *d*).

ГОСТ 1763-68 «Сталь. Методы определения глубины обезуглероженного слоя» регламентирует определение глубины обезуглероженного слоя следующими методами: химическим, металлографическим, замера термоэлектродвижущей силы, а также твердости и микротвердости. Согласно данному нормативному документу зона частичного обезуглероживания характеризуется: для доэвтектоидной стали – феррито-перлитной структурой, содержание феррита в которой больше, чем в основной структуре; для заэвтектоидной стали – зоной феррито-перлитной структуры, зоной пластинчатого перлита при основной структуре зернистого перлита или зоной зернистого перлита, обедненной карбидами.

Некоторые примеры микроструктуры обезуглероженного слоя по ГОСТ 1763-68 (приложение 3) на стали различных марок даны на рис. 8. Поскольку это стандарт 1968 года, то структуры были получены фотографированием на фотопластинки при $100\times$ с последующей печатью.

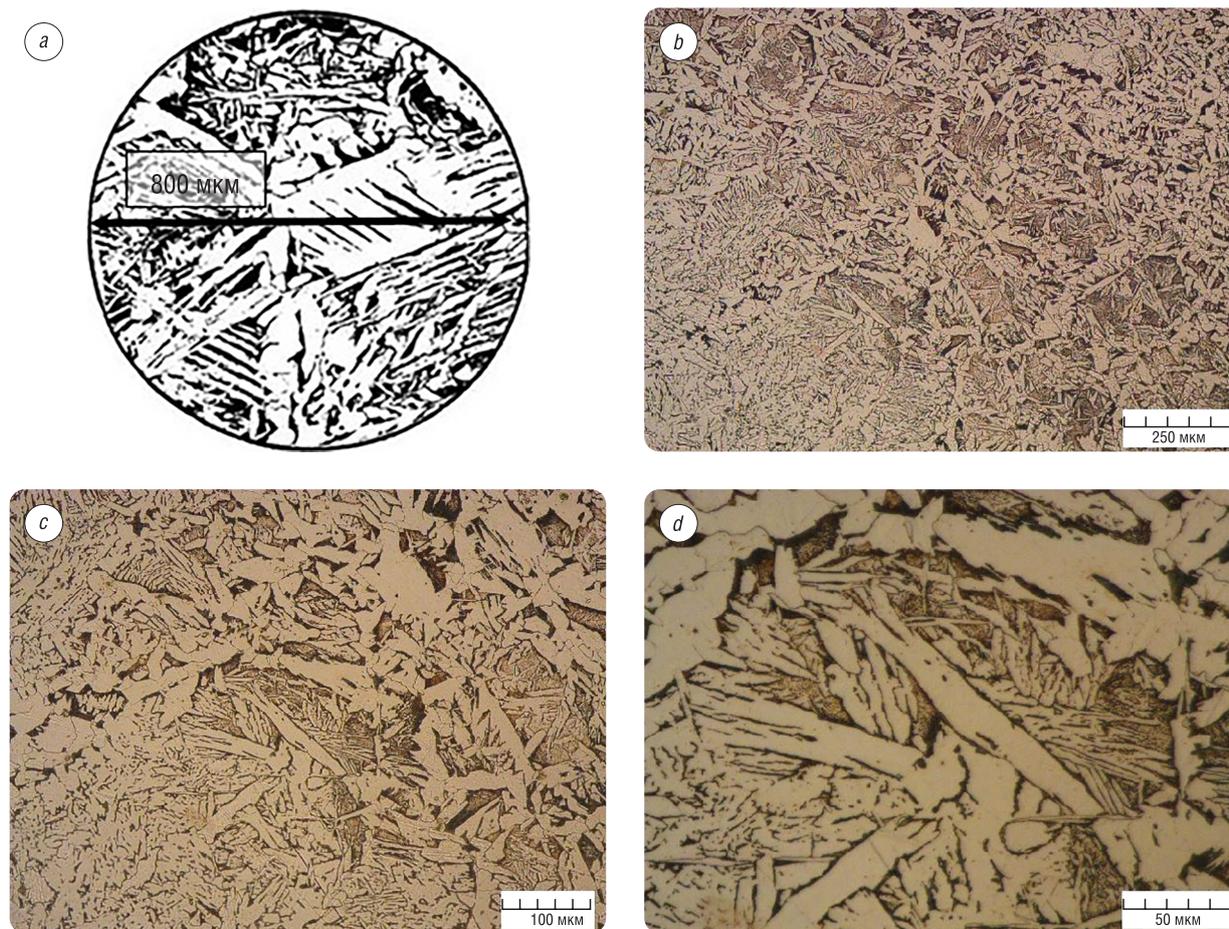


Рис. 7. Эталон видманштеттовой структуры (шкала 4, балл 5) (a) и видманштеттова структура в сварном шве при различных увеличениях: b – 100[×], c – 200[×], d – 500[×]

Fig. 7. Standard of the Widmanstätt structure (scale 4, point 5) (a) and the Widmanstet structure in a welded seam at various magnifications: b – 100[×], c – 200[×], d – 500[×]

Качество печати структур низкое, структурные составляющие видны плохо или же неразличимы вовсе. Неудобство представляет еще и тот факт, что изображения структур по ГОСТ не содержат метрики, а только информацию об увеличении. Использование таких структур неприемлемо. Применение металлографических методов анализа предусматривается в стандартах и технических условиях на металлопродукцию, устанавливающих технические требования на нее. В последнее время с распространением современного оборудования по определению химического состава физическими методами решение вопроса упрощается, и, возможно, для определения глубины обезуглероженного слоя будет достаточно определения химического состава спектральными методами. При сохранении металлографического метода оценки требуется детальная переработка фотозаталонов стандарта.

Проблема неадекватности увеличения существует и в отношении ГОСТ 3443-87 «Отливки из чугуна с различной формой графита. Методы определения структуры».

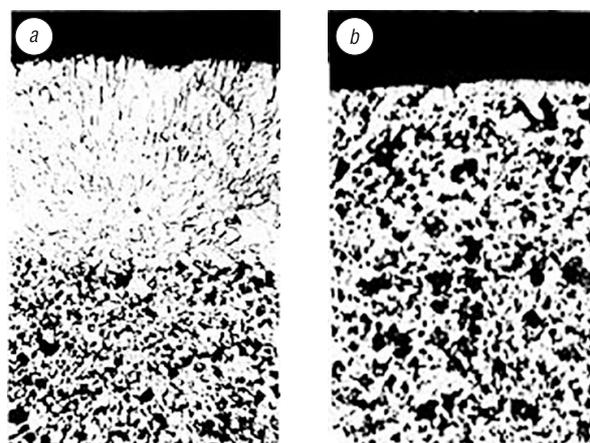


Рис. 8. Обезуглероженные зоны в стали 45 (a) и 40X (b) по ГОСТ 1763-68

Fig. 8. Decarburized zones in carbon steel (0,45 %C) (a) and 37Cr4 (b) in accordance with GOST 1763-68

На рис. 9 представлены изображения эталона структуры фосфидной эвтектики в фосфористом чугуне (Шкала 9. «А. Строение включений фосфидной эвтектики», ряд 1, ФЭЗ-Тройная мелкозернистая) и структура современного материала. Эталон ГОСТ (рис. 9, *a*) сфотографирован при $500\times$, современный материал (рис. 9, *b*) – при $1500\times$.

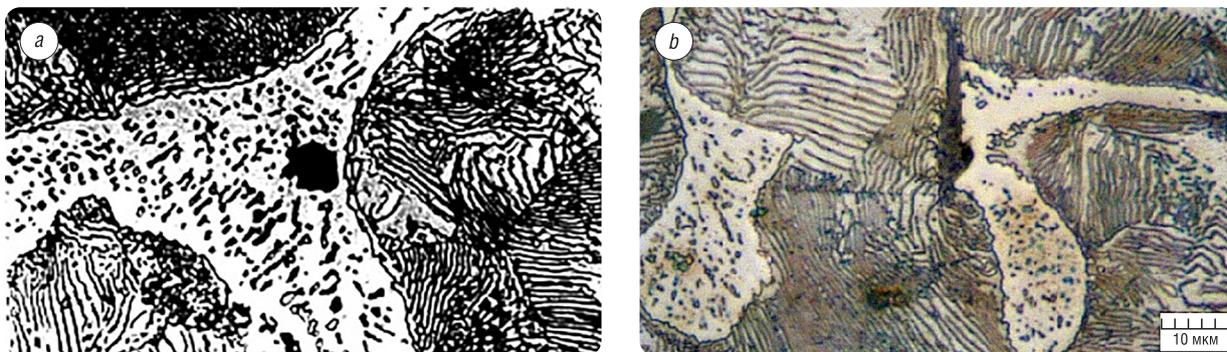


Рис. 9. Изображения фосфидной эвтектики: *a* – по ГОСТ 3443-87, *b* – современное изображение

Fig. 9. Images of phosphide eutectic: *a* – according to GOST 3443-87, *b* – modern image

Что касается эталонных структур по ГОСТ 10243-75, 22838-77, 9391-80, то изображения в них можно считать приемлемыми. Общим недостатком этих и остальных рассматриваемых стандартов является отсутствие метрики на фотографиях, что несовременно и доставляет определенные неудобства при сравнении структур. Проблемы, связанные со стандартами на структуру металлов и сплавов, не ограничиваются ГОСТ, рассмотренными в данной статье.

Выводы

1. Нормативная база для металлографического анализа морально устарела. Основной проблемой является несоответствие увеличения эталонов, представленных в стандартах, современным структурам промышленных сплавов.

2. Общим недостатком стандартов по металлографии является отсутствие метрики на фотографиях.

3. Необходим пересмотр стандартов, регламентирующих структуру металлов и сплавов. Поэтому следует проводить работу по направлениям:

– разработка нового поколения стандартов (в том числе межгосударственных) на металлы и сплавы, опираясь на реальные структуры современных промышленных сплавов;

– разработка новых методов анализа структур. Это касается прежде всего анализа в программах обработки изображений.

Список использованных источников

1. Анисович, А. Г. Определение балла зерна стали компьютерными методами / А. Г. Анисович, И. Н. Румянцева, Л. В. Бислюк // *Литье и металлургия*. – 2010. – №3 – С. 100–104.

2. Разработка методики количественной оценки микроструктурной полосчатости низколегированных трубных сталей с помощью автоматического анализа изображений / А. А. Казаков [и др.] // *Черные металлы*. – 2007. – №7. – С. 31–37.

3. Салтыков, С. А. Стереометрическая металлография / С. А. Салтыков. – М.: Металлургия, 1976. – 375 с.

4. Анисович, А. Г. Определение содержания кислорода в меди методом компьютерного анализа изображений / А. Г. Анисович, И. Н. Румянцева, П. Н. Мисуно // *Литье и металлургия*. – 2010. – №1–2. – С. 306–311.

5. Анисович, А. Г. Определение плотности куприта при анализе кислородной меди / А. Г. Анисович, Т. П. Урбан, А. С. Буйницкая // *Литье и металлургия*. – 2015. – №4. – С. 151–155.

References

1. Anisovich A. G., Rumyantseva I. N., Bisluk L. V. Determination of steel grain grade by computer methods. *Lit'ye i metallurgiya = Foundry Production and Metallurgy*, 2010, no. 3, pp. 100–104 (in Russian).

2. Kazakov A. A., Kiselev D. V., Andreyeva S. V., Chigintsev L. S., Golovin S. V., Yegorov V. A., Markov S. I. Development of a method for quantitative assessment of microstructural banding of low-alloy pipe steels using automatic image analysis. *Chernyye metally*, 2007, no. 7, pp. 31–37 (in Russian).
3. Saltykov C. A. *Stereometric Metallography*. Moscow, Metallurgiya Publ., 1976. 375 p. (in Russian).
4. Anisovich A. G., Rumjantseva I. N., Misuno P. N. Determination of oxygen content in copper by means of computer analysis of images. *Lit'ye i metallurgiya = Foundry Production and Metallurgy*, 2010, no. 1–2, pp. 306–311 (in Russian).
5. Anisovich A. G., Urban T. P., Buynitskaya A. S. Determination of cuprite density by analysis of oxygenous copper. *Lit'ye i metallurgiya = Foundry Production and Metallurgy*, 2015, no. 4, pp. 151–155 (in Russian).

Информация об авторе

Анисович Анна Геннадиевна – доктор физико-математических наук, доцент, Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси (ул. Купревича, 10, 220141, Минск, Республика Беларусь). <https://orcid.org/0000-0003-3732-815X>. E-mail: anna-anisovich@yandex.ru

Information about the author

Anna G. Anisovich – D. Sc. (Mathematics and Physics), Associate Professor, Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus (10, Kuprevich Str., 220141, Minsk, Republic of Belarus). <https://orcid.org/0000-0003-3732-815X>. E-mail: anna-anisovich@yandex.ru

И. И. Вегера, А. И. Маталыго, И. А. Скавыш, П. Ю. Цыкунов

Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси, Минск, Республика Беларусь

РАСЧЕТ И МОДЕЛИРОВАНИЕ ПАРАМЕТРОВ ПОВЕРХНОСТНОЙ ВЫСОКОЧАСТОТНОЙ ТЕРМООБРАБОТКИ ТРУБ

Аннотация. Представлен индукционный закалочный комплекс, предназначенный для поверхностной закалки определенной номенклатуры деталей, который разработан и функционирует в Физико-техническом институте НАН Беларуси. Приведен пример последовательности разработки технологии закалки, начиная от момента получения данных о закаленном слое конкретной детали до определения технологии закалки, типа используемого индуктора и необходимых параметров закалки, включая величину зоны нагрева и охлаждения, скорость взаимного перемещения детали и индуктора, а также тип и давление закалочной жидкости. Представлены примеры результатов моделирования различных процессов нагрева и охлаждения деталей с использованием программы UNIVERSAL 2D, предложен пример анализа полученных данных и возможные пути корректировки параметров нагрева с целью получения закаленных слоев деталей нужного размера и твердости. Отмечается важность этапа моделирования режимов нагрева, когда объектом обработки служат крупные заготовки. Так, недостаточная скорость охлаждения таких деталей может приводить к короблению, что имеет место при слишком высокой температуре закалки и глубине нагрева. Самоотпуск значительно влияет на значения твердости глубинных слоев детали. Различные комбинации режимов нагрева для одного вида деталей подбираются индивидуально – согласно требованию заказчика и типу используемого генератора. Показано, что с увеличением глубины зоны нагрева растет влияние процесса самоотпуска на формирование глубинных слоев.

Ключевые слова: индукционный нагрев, поверхностная закалка, глубинная закалка, моделирование, температурное поле

Для цитирования: Расчет и моделирование параметров поверхностной высокочастотной термообработки труб / И. И. Вегера [и др.] // Вест. Нац. акад. наук Беларуси. Сер. физ.-техн. наук. – 2021. – Т. 66, № 1. – С. 20–27. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-20-27>

Ivan I. Vegeera, Aleksey I. Matalygo, Ilya A. Sakavysh, Pavel U. Tsykunou

Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Republic of Belarus

CALCULATION AND MODELING OF SURFACE HIGH-FREQUENCY PIPE HEAT TREATMENT PARAMETERS

Abstract. This article describes a device developed and manufactured on the basis of the Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, an induction hardening complex, and a range of parts suitable for processing. In addition, the article provides an example of the development of a technology for hardening parts from the moment a drawing of a part is obtained, indicating the required parameters of the hardened layer, until the determination of the technology of hardening, determining the type of inductor used and determining the necessary parameters of hardening, such as: size of the heating zone, size of the cooling zone, speed of mutual movement of the part and inductor, as well as the type and pressure of the quenching fluid. The article also presents examples of simulation results, various processes of heating and cooling parts using the UNIVERSAL 2D program, and offers an example of analysis of the data and possible ways to adjust the heating parameters in order to obtain the desired result, which allows to obtaining hardened layers of parts of the desired size and hardness. The importance of the stage of modeling of heating modes, especially in the case of large workpieces, is noted. Thus, the insufficient cooling rate of such parts can lead to warping, especially at a too high quenching temperature and heating depth. Self-tempering significantly affects the hardness values of the deep layers. Various combinations of heating modes for one type of parts are selected individually, according to the requirement of a customer and the type of generator used. The higher the depth of the heating zone, the higher the effect of self-tempering on the deeper layers is.

Keywords: induction heating, surface hardening, deep hardening, modeling, temperature field

For citation: Vegeera I. I., Matalygo A. I., Sakavysh I. A., Tsykunou P. U. Calculation and modeling of surface high-frequency pipe heat treatment parameters. *Vesti Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2021, vol. 66, no. 1, pp. 20–27 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-20-27>

Введение. Проведенный анализ известных работ по закалке цилиндрических деталей (заготовок) металлоизделий с помощью индукционного нагрева показал перспективность использования для этих целей многовиткового или одновиткового индуктора [1, 2]. Многовитковый индуктор применяется преимущественно для нагрева деталей с большой площадью поверхности или получения закаленных слоев большой толщины h . При этом представляется возможным существенно уменьшить температурный перепад по длине нагреваемой детали L и, следовательно, величину механических напряжений, обеспечив минимальную вариацию толщины закаленного слоя. Одновитковый индуктор может применяться как для закалки локальной зоны поверхности детали, так и по всей длине детали. Во втором случае выбираются оптимальные скорость поступательного движения детали и ее вращения, а также скорость охлаждения, что необходимо для получения мартенситной структуры в закаленном слое. При этом существенно нивелируется коробление детали из-за возникающих термических напряжений [4, 5]. Мощность электроэнергии, подаваемой на индуктор, подбирается в соответствии с необходимой температурой закалки, что обеспечивает требуемое время нагрева зоны под витком. Давление и тип охлаждающей жидкости, а также способ ее подачи (спрейерный, ламинарный) устанавливаются таким образом, чтобы достигнуть скорости охлаждения выше критической.

Результаты исследований и их обсуждение. Приведенные в данной работе результаты получены на закалочной установке ФТИ 3.178.01, разработанной в Физико-техническом институте НАН Беларуси (рис. 1). Являясь устройством для термообработки полуавтоматического действия, она используется для поверхностной закалки деталей при индукционном нагреве. При этом представляется возможным проводить закалку несколькими способами, включая «последовательную» (сканирующую), «одновременную» (полный нагрев всей зоны и последующую закалку как различные стадии) закалку детали, а также последовательную закалку нескольких зон детали. Для работы установки предусмотрено спрейерное охлаждение деталей, позволяющее использовать воду, эмульсии или различные аквапласты в качестве закалочных жидкостей.

Несущая система установки – станина 1, служит для монтажа деталей и узлов. Относительно нее ориентируются и перемещаются подвижные узлы. Также на станине размещены направляющие движения, приводы и моторы, редукторы для осуществления главного движения. Габариты станины прямо пропорциональны максимальной длине обрабатываемой на станке детали. В узел нижнего центра 2 включены бак для слива охлаждающей жидкости, в котором расположен привод вращения, предназначенный для более равномерной закалки поверхности, и нижний центр для центрирования детали и индуктора. Узел верхнего центра 3 состоит из кронштейна, верхнего центра и прижимного устройства. Кронштейн осуществляет перемещение верхнего центра по вертикальным направляющим для поджатия детали и закрепления ее в центрах. Закаливаемая заготовка устанавливается в вертикальном положении в центрах, с помощью которых термообрабатываемая деталь совершает вращательное движение, одновременно с этим вдоль ее оси движется индуктор с генератором.

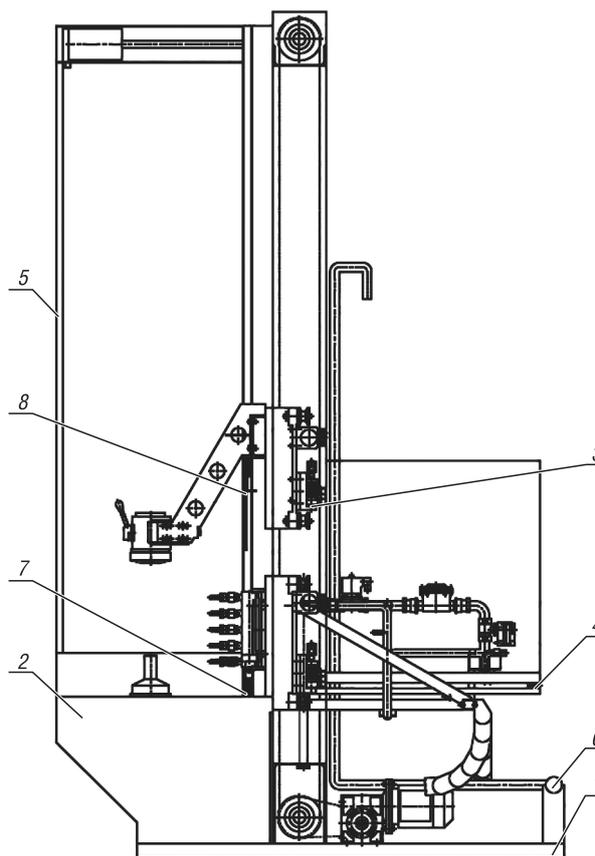


Рис. 1. Общий вид закалочной установки ФТИ 3.178.01: 1 – станина; 2 – узел нижнего центра; 3 – узел верхнего центра; 4 – каретка; 5 – ограждение; 6 – трубопровод напорный; 7, 8 – штора защитная

Fig. 1. General view of the vertical hardening plant ФТИ 3.178.01: 1 – bed; 2 – node of lower center; 3 – node of top center; 4 – carriage; 5 – fence; 6 – pressure pipe; 7, 8 – protective curtain

Т а б л и ц а 1. Установка высокочастотная закалочная ФТИ 3.178.01

Table 1. High-frequency quenching installation FTI 3.178.01

Техническая характеристика	Норма
Напряжение, В	380/220 В, 50 Гц
Мощность потребляемая, кВт	240
Частота рабочая, Гц	2000–66 000
Глубина закаливаемого слоя	До 10 мм
Расход закалочной жидкости, м ³ /ч	16
Расход охлаждающей воды, м ³ /ч	14
Скорость вращения закаливаемой детали, об/мин	30–1200
Скорость рабочего хода, мм/с	0,1–30
Максимальная длина закаливаемой детали, мм	3000
Максимальный диаметр закаливаемой детали, мм	400
Максимальная масса закаливаемой детали, кг	400
Максимальная длина закаливаемой зоны, мм	2500

лочного станка. Для очистки закалочной жидкости в конструкции станции предусмотрен специальный фильтр – магнитный грязевик-шламоотводитель. Слив охлаждающей жидкости из двух баков системы охлаждения станка осуществляется через сливные краны. Заливка новой охлаждающей жидкости производится через заливные горловины в верхних частях резервуаров хранения охлаждающей жидкости. Используемые закалочные жидкости: дисциллированная вода, Бреокс Термо А, Aquatensid BW 3 [6, 7]. Характеристики закалочной установки представлены в табл. 1.

Для моделирования процессов нагрева и охлаждения использовалась программа UNIVERSAL 2D, а в качестве исследуемых образцов – шток и ось спутника. Температурное поле цельной цилиндрической заготовки диаметром 50 мм и длиной 370 мм при непрерывно-последовательном режиме нагрева представлено на рис. 2. Мощность индукционной установки составляла 100 кВт, скорость движения – 10 мм/с. Применялось охлаждение дистиллированной водой с использованием станции подготовки охлаждающей жидкости, входившей в комплект установки, через спрейер, что обеспечивало скорость охлаждения до 100–130 °С/с.

Из рис. 2 видно, что заданные параметры мощности индукционной установки, скорости перемещения детали и системы охлаждения позволяют достичь требуемых значений температуры в поверхностном слое для получения мартенситной структуры. При этом наблюдается нагрев за счет тепла внутренних слоев в районе спрейера до температуры начала отпуска мартенсита (200 °С). Данное явление самоотпуска происходит по причине того, что программа не учитывает стекание воды по заготовке, расположенной вертикально. В то же время самоотпуск благотворно сказывается на снятии внутренних напряжений в закаленном слое и снижает риск хрупкого разрушения. Полученные зависимости используются для корректировки процесса закалки деталей различной геометрии. Так, для закалки полого штока диаметром 60 мм и толщиной стенки 10 мм (рис. 3) выбрана мощность $N = 100$ кВт. Относительная же скорость движения детали относительно источника переменного поля, необходимая для упрочнения только ее поверхности, выбрана равной $V = 13$ мм/с.

Первое пересечение кривой 1 и кривой 3 (см. рис. 3) показывает, что температура на поверхности (R) становится значительно ниже температуры на глубине $R/2$. Именно в данной зоне располагается закалочный спрейер. Отсюда следует, что температура поверхности под спрейером охлаждается быстрее, чем глубинные слои относительно радиуса $R \rightarrow 0$. В то же время средняя температура в зоне закалки достаточна для получения нужной структуры металла (рис. 4).

Согласно технологическому процессу закалка деталей производится с использованием закалочных жидкостей, что зависит от теплофизических, физико-механических свойств объекта обработки, а также его геометрии. Например, дистиллированная, деминерализованная или техническая вода используется для закалки среднеуглеродистых сталей типа 35, 40, 45, 40Х. Водные же растворы полимеров, аквапластов либо других закалочных жидкостей используются для закалки легированных сталей типа 40ХН, 45ХН2МФА, 35ХГСА или деталей сложной геометрической формы с концентраторами напряжений в виде шлицев, шпонок, острых кромок и т. д. Для обеспечения этого условия станция подготовки закалочной жидкости (не изображенная на рис. 1, но входящая в состав оборудования) имеет два бака-накопителя. Подача закалочной жидкости к спрейеру и щекам (креплениям к генератору) индуктора осуществляется насосами, расположенными на станции подготовки закалочной жидкости, а насосы откачки размещены на станине зака-

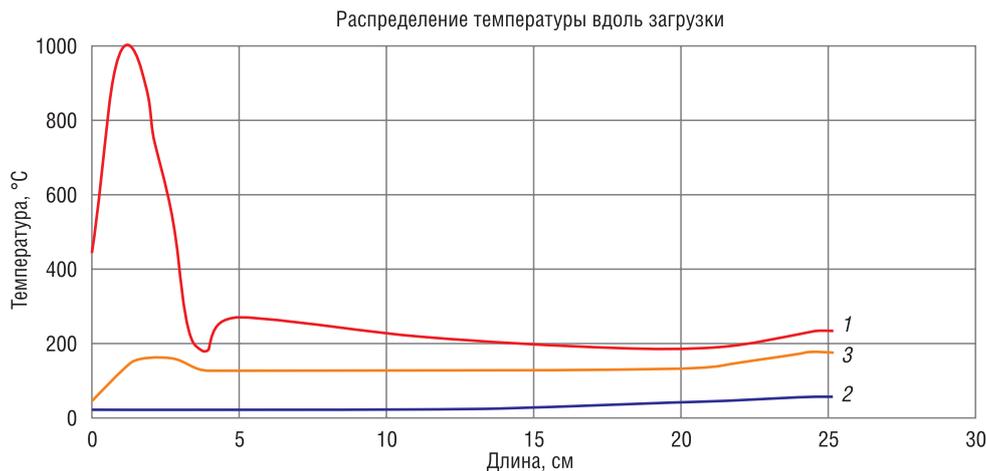


Рис. 2. Температурное поле заготовки при непрерывном режиме нагрева на конечной стадии: 1 – температура на поверхности заготовки, 2 – в окрестности ее оси, 3 – средняя температура $R/2$ (R – относительный радиус цилиндра в диапазоне от центра (0) до поверхности (1))

Fig. 2. Temperature field of the workpiece during continuous heating at the final stage: 1 – surface temperature; 2 – temperature in the center, 3 – average temperature $R/2$ (R is the relative radius of the cylinder in the range from center (0) to surface (1))



Рис. 3. Температурное поле штока в конечный момент времени при непрерывной закалке: 1 – температура на поверхности заготовки, 2 – в окрестности ее оси, 3 – средняя температура $R/2$ (где R – относительный радиус цилиндра в диапазоне от центра (0) до поверхности (1))

Fig. 3. Temperature field of the rod at a finite point in time during continuous hardening: 1 – surface temperature, 2 – temperature in the center, 3 – average temperature $R/2$ (R is the relative radius of the cylinder in the range from center (0) to surface (1))

С увеличением диаметра нагреваемой детали возрастает мощность индукционной установки. На продолжительность процесса также влияет толщина стенки трубы (детали, заготовки). Для тонкостенных же труб с толщиной стенки 5 ± 1 мм во многих случаях выполняется сквозная закалка. Для труб с толщиной стенки 10 мм и более – поверхностная или глубинная (в зависимости от требований чертежа). На эффективности процесса закалки также сказывается и наружный диаметр трубы. В табл. 2 представлены сравнительные параметры технологического процесса поверхностной закалки труб с наружным радиусом $R = 20\text{--}100$ мм и толщиной стенки $h = 5\text{--}18$ мм.

При закалке на глубину 3–5 мм прежде всего необходимо понижение рабочей частоты генератора f , что сопровождается увеличением толщины скин-слоя и выделением тепла в более глубоких слоях детали. К примеру, для такой детали, как ось спутника, может быть использована рабочая частота генератора в диапазоне $f = 10\text{--}20$ кГц. Для прогрева детали на нужную глубину требуется повышение времени выдержки и снижение мощности нагрева. Если же объектом



Рис. 4. Температурное поле штока

Fig. 4. Temperature field of the rod

Таблица 2. Параметры нагрева под закалку труб различного радиуса и толщины стенки

Table 2. Heating parameters for hardening pipes of various radius and wall thickness

Геометрические размеры, мм	Частота, кГц	Мощность генератора, кВт	Скорость перемещения, мм/с	Требуемая величина закаленного слоя, мм
$R = 20$ мм, $h = 5$ мм	70	120	25	1,2–1,7 мм
$R = 40$ мм, $h = 8$ мм	70	150	20	1,2–1,7 мм
$R = 40$ мм, $h = 25$ мм	30	100	7	2,5–4,0 мм
$R = 50$ мм, $h = 10$ мм	60	150	21	≥ 2 мм
$R = 80$ мм, $h = 10$ мм	30	170	12	1,5–2,2 мм
$R = 80$ мм, $h = 18$ мм	10	100	2	3–5 мм
$R = 100$ мм, $h = 31$ мм	10	160	3	≥ 3 мм

Альтернативным вариантом может быть нагрев детали при мощности 110 кВт и величине $f = 10$ кГц при скорости перемещения детали $V = 1,8$ мм/с (рис. 6). Однако при закалке следует учесть и возможное удлинение заготовки. Неизменность частоты генератора (в сравнении с предыдущим вариантом) обусловлена глубиной закаливаемого слоя. Причем при такой скорости перемещения необходимо применение охлаждающей жидкости (или режима охлаждения) с более высоким коэффициентом теплоотдачи для достаточно быстрого охлаждения глубоких слоев детали.

Полученные в ходе экспериментальных исследований результаты позволили установить оптимальные режимы нагрева всей номенклатуры деталей для закалки токами высокой частоты (ТВЧ) на разработанном оборудовании. Проведены тестовые испытания с последующим исследованием структуры и физико-механических свойств упрочненных деталей на предмет соответствия техническому заданию. В настоящее время нами разрабатывается система автоматизации с учетом возможных режимов (диапазонов) термообработки деталей указанной спецификации.

Необходимо отметить, что при разработке технологии рассматриваемого способа закалки деталей и повышенных требованиях к качеству их упрочнения непосредственно в процессе

закалки является деталь в виде полого цилиндра, то при глубинной закалке стенки детали мощность генератора и его частоту понижают более значительно. На рис. 5 показано температурное поле в зоне индуктор–спрейер по истечении 90 с нагрева. Параметры нагрева: мощность 25 кВт, скорость перемещения детали относительно индуктора 0,4 мм/с, $f = 5$ кГц, охлаждение спрейерное.

При данных параметрах обеспечивается нагрев детали на глубину до 5 мм. Охлаждение детали производится не только в зоне расположения спрейера, но и вне ее. Однако с увеличением диаметра (а следовательно, и массы) сплошной заготовки наблюдается соразмерное снижение к.п.д. оборудования. Это обусловлено отводом тепла вглубь заготовки, что делает нагрев зоны закалки достаточно длительным. В таких случаях рекомендуется применять многвитковые индукторы или использовать предварительный нагрев детали.

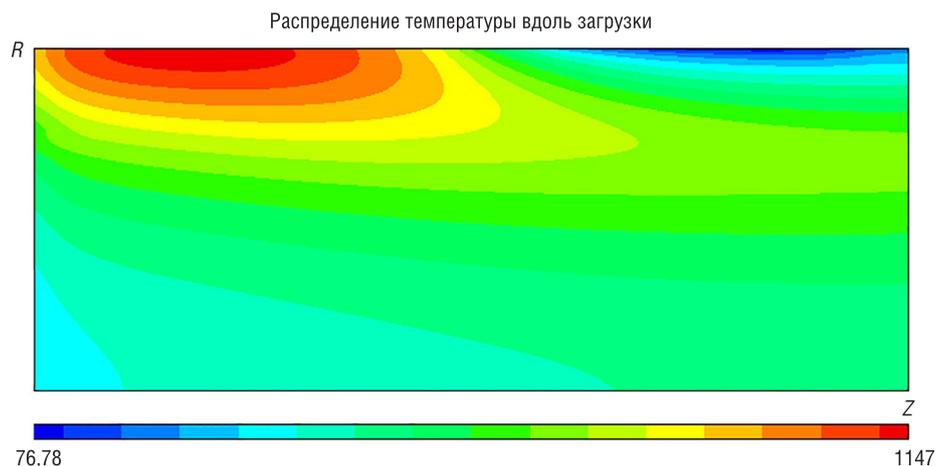


Рис. 5. Температурное поле стальной заготовки радиусом 60 мм, применяемое для создания закаленных слоев большой глубины

Fig. 5. Temperature field of the steel billet with a radius of 60 mm when heated under deep quenching

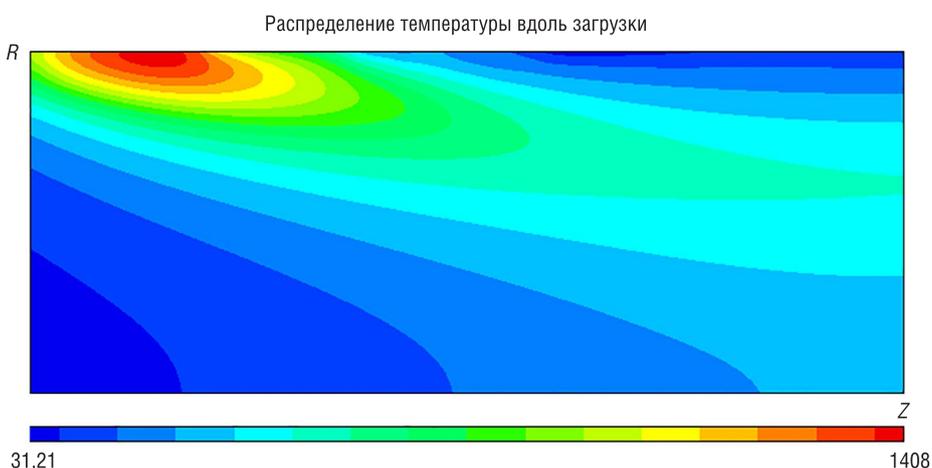


Рис. 6. Альтернативный вариант нагрева цилиндрической детали радиусом 60 мм для получения большой толщины упрочненного закалкой токами высокой частоты слоя металла.

Fig. 6. An alternative option for heating the part with a radius of 60 mm for deep hardening

производства рекомендуется использовать методы неразрушающего контроля. Как показывают данные проведенного нами информационного поиска и опытных испытаний, наиболее перспективным является именно ультразвуковой метод диагностирования глубины упрочненных слоев, разработанный в лаборатории ультразвуковых методов диагностики Института прикладной физики НАН Беларуси [8, 9]. Этот метод может быть использован не только для контроля упрочнения деталей закалкой ТВЧ, но и цементированием, лазерным отжигом, азотированием и др. Суть его заключается в наличии стабильной корреляции между изменением твердости металла $\Delta B = B_0 - B(z)$ (где $B(z)$ – твердость на глубине z) и скорости поверхностной волны (ПАВ) $\Delta C_{\text{ПАВ}} = C_0 - C(z)$ (где $C(z)$ – скорость волны на глубине z) по высоте упрочненного слоя, где $\Delta C_{\text{ПАВ}}$ зависит от частоты f или длины зондирующей волны $\lambda_{\text{ПАВ}}$. Причем в [9] показана принципиальная возможность восстановления зависимости $B(z)$ исходя из скорости ПАВ, измеренной на характерных частотах f_i .

Реализованный в виде ультразвукового прибора (типа ИЧ) метод внедрен на ряде предприятий России, Беларуси и Южной Кореи. Погрешность измерения глубины упрочненного слоя от 0,3 мм и выше составляет 10–15 %. Контролируемая же поверхность может иметь форму цилиндра радиусом от 5 мм и более, галтельного перехода, зубчатого колеса, лезвия и др. Кроме того,

в [9] показана принципиальная возможность восстановления зависимости изменения твердости упрочняемого слоя по его глубине $B(z)$ по данным скорости поверхностной волны (ПАВ) на характерных частотах f_i . Другой же путь заключается в проведении анализа изменения спектра импульсного сигнала, прошедшего характерное расстояние L между двумя приемными преобразователями.

Заключение. Представлены результаты разработки и функционирования индукционного закалочного комплекса, предназначенного для поверхностной закалки деталей цилиндрической формы разной геометрии. Приведены примеры моделирования процессов термообработки деталей с использованием программы UNIVERSAL 2D, начиная от момента получения данных о закаленном слое конкретной детали до момента определения технологии закалки, типа используемого индуктора и необходимых параметров закалки, включая частоту и амплитуду возбуждаемого тока в индукторе, величину зоны нагрева и охлаждения, скорость взаимного перемещения детали и индуктора, а также тип и давление закалочной жидкости. В зависимости от условий предложены возможные пути корректировки параметров индукционного нагрева для получения глубины и твердости упрочненных слоев и деталей нужного размера. В особенности это касается этапа моделирования режимов нагрева, когда объектом обработки служат крупные заготовки. Разработанную установку и режимы можно использовать для индукционной термообработки различной номенклатуры стальных изделий во всех областях промышленности. В том числе возможна обработка сложных поверхностей (плоских, шаровых, многогранных) при наличии физической возможности доступа и специально разработанной оснастки.

Список использованных источников

1. Demidovich, V.B. Control of inductors for formation of the required temperature profile in tasks of control and design / V. B. Demidovich, F. V. Chmilenko, I. I. Rastvorova // IOP Conf. Ser.: Earth Environ. Sci. – 2018. – Vol. 194. – Art. 062029. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/194/6/062029>
2. Demidovich, V. B. A combined method of simulation of an electric circuit and field problems in the theory of induction heating / V. B. Demidovich, I. I. Rastvorova // Russ. Electr. Engin. – 2014. – Vol. 85, №8. – P. 536–540. <https://doi.org/10.3103/S1068371214080057>
3. Головин, Г. Ф. Технология термической обработки металлов с применением индукционного нагрева / Г. Ф. Головин, Н. В. Зимин. – Л.: Машиностроение, 1979. – 120 с.
4. Горбунов, А. Д. Расчет нестационарных температур и термических напряжений при вычислении коэффициента теплообмена, учитывающего излучение / А. Д. Горбунов, С. В. Уклеина // Проблемы региональной энергетики. – 2016. – №2. – С. 69–76.
5. Андрушкевич, В. В. Энергоэффективные технологии с применением индукционного нагрева в трубной промышленности: дис. ... канд. техн. наук : 05.09.10 / В. В. Андрушкевич. – СПб., 2016. – 141 л.
6. Гуль, Ю. П. Современные аспекты закалочного охлаждения стали / Ю. П. Гуль, В. С. Чмелева, В. В. Кириченко // Металловедение и термическая обработка металлов. – 1989. – №9. – С. 2–6.
7. Totten, G. E. Canale L. C. F. Polymer Quenchants / G. E. Totten // Encyclopedia of Materials: Science and Technology. – Elsevier, 2005. – P. 1–11. <https://doi.org/10.1016/b0-08-043152-6/02036-2>
8. Особенности возбуждения ПАВ в металлах с поверхностным упрочненным слоем / А. П. Баев [и др.] // Неразрушающий контроль и диагностика. – 2012. – №3. – С. 12–16.
9. Особенности распространения поверхностных и подповерхностных волн в объектах со слоистой структурой. Ч. 2. Упрочненный неоднородный поверхностный слой / А. П. Баев [и др.] // Приборы и методы измерений. – 2019. – Т. 10, №1. – С. 69–79. <https://doi.org/10.21122/2220-9506-2019-10-1-69-79>

References

1. Demidovich V. B., Chmilenko F. V., Rastvorova I. I. Control of inductors for formation of the required temperature profile in tasks of control and design. *IOP Conference. Series: Earth and Environmental Science*, 2018, vol. 194, art. 062029. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/194/6/062029>
2. Demidovich V. B., Rastvorova I. I. A combined method of simulation of an electric circuit and field problems in the theory of induction heating. *Russian Electrical Engineering*, 2014, vol. 85, no. 8, pp. 536–540. <https://doi.org/10.3103/S1068371214080057>
3. Golovin G. F., Zimin N. V. *Technology of Heat Treatment of Metals with the Use of Induction Heating*. Leningrad, Mashinostroenie Publ., 1979. 120 p. (in Russian)
4. Gorbunov A. D. Calculation of non-stationary temperatures and thermal stresses in the calculation of the heat-transfer coefficient taking radiation into account. *Problemy regional'noi energetiki = Problems of the Regional Energetics*, 2016, no. 2, pp. 69–76 (in Russian).

5. Andrushkevich V. V. *Energy-Efficient Technologies with the Use of Induction Heating in the Pipe Industry*. St. Petersburg, 2016. 141 p. (in Russian).
6. Gul Y. P., Chmелеva V. S., Kirichenko V. V. Modern aspects of quenching of steel cooling. *Metalovedenie i termicheskaya obrabotka metallov = Metal Science and Heat Treatment*, 1989, no. 9, pp. 2–6 (in Russian).
7. Totten G. E., Canale L. C. F. Polymer Quenchants. *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*. Elsevier, 2005. Pp. 1–11. <https://doi.org/10.1016/b0-08-043152-6/02036-2>
8. Baev A. R., Mayorov A. L., Asadchaya M. V., Konvalov G. E. Peculiarities of surfactant excitation in metals with a surface hardened layer. *Nerazrushayushchii kontrol' i diagnostika [Non-Destructive Testing and Diagnostics]*, 2012, no. 3, pp. 12–16 (in Russian).
9. Baev A. R., Mayorov A. L., Levkovich N. V., Asadchaya M. V. Features of the Surface and Subsurface Waves Application for Ultrasonic Evaluation of Physicomechanical Properties of Solids. Part 2. Strengthened Inhomogeneous Surface Layer. *Pribory i metody izmerenii = Devices and Methods of Measurements*, 2019, vol. 10, no. 1, pp. 69–79 (in Russian). <https://doi.org/10.21122/2220-9506-2019-10-1-69-79>

Информация об авторах

Вегера Иван Иванович – кандидат технических наук, доцент, заведующий отделом индукционных технологий и термической обработки, Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси (ул. Купревича, 10, 220141, Минск, Республика Беларусь). E-mail: smtotut.by

Матальго Алексей Игоревич – магистр технических наук, младший научный сотрудник лаборатории «Технологии и оборудование индукционного нагрева», Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси (ул. Купревича, 10, 220141, Минск, Республика Беларусь). E-mail: matalyshka@mail.ru

Скавыш Илья Александрович – магистр технических наук, младший научный сотрудник лаборатории «Технологии и оборудование индукционного нагрева», Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси (ул. Купревича, 10, 220141, Минск, Республика Беларусь). E-mail: Ilja.skawish@gmail.com

Цыкунов Павел Юрьевич – магистр технических наук, младший научный сотрудник лаборатории «Технологии и оборудование индукционного нагрева», Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси (ул. Купревича, 10, 220141, Минск, Республика Беларусь). E-mail: zamaranthz@mail.ru

Information about the authors

Ivan I. Vegeera – Ph. D. (Engineering), Head of the Department of Induction Technologies and Heat Treatments, Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus (10, Kuprevich Str., 220141, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: smtotut.by

Aleksey I. Matalygo – Master (Engineering), Junior Researcher of the Laboratory of Induction Heating Technology and Equipment, Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus (10, Kuprevich Str., 220141, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: matalyshka@mail.ru

Ilya A. Skavysh – Master (Engineering), Junior Researcher of the Laboratory of Induction Heating Technology and Equipment, Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus (10, Kuprevich Str., 220141, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: Ilja.skawish@gmail.com

Pavel Yu. Tsykunov – Master (Engineering), Junior Researcher of the Laboratory of Induction Heating Technology and Equipment, Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus (10, Kuprevich Str., 220141, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: zamaranthz@mail.ru

МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ, МЕТАЛЛУРГИЯ
MATERIALS ENGINEERING, METALLURGY

UDC 669.12+669.784:539.219.3
<https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-28-36>

Received 07.12.2020
Поступила в редакцию 07.12.2020

Serhii V. Bobyr

Iron and Steel Institute of Z. I. Nekrasov of the National Academy of Sciences of Ukraine, Dnipro, Ukraine

**NON-EQUILIBRIUM THERMODYNAMICS MODEL FOR CALCULATING DIFFUSION
FLUXES UNDER PHASE TRANSFORMATIONS IN ALLOY STEELS**

Abstract. The phase transformations in alloyed iron-carbon alloys is largely related to diffusion of components, foremost to the carbon. For the analysis of diffusive processes in alloy steels, it is possible to use the mathematical methods of non-equilibrium thermodynamics. The equation for the diffusive fluxes of the system contains unknown in general case of coefficients activity of elements and vacancies, and their derivatives for to the concentrations, that extraordinarily makes it difficult being of values of cross coefficients. In the article a non-equilibrium thermodynamics methodology of calculation of diffusive fluxes at presence of two phases in alloy steels is described. It allows one to calculate both direct- and cross coefficients in the Onsager equations. Formulas for calculation of thermodynamics forces in the alloy steel – for iron, alloying element of substitution – chrome, of element of introduction – carbon and vacancies, are presented. Common expressions are suggested for calculation of cross-factors, motive forces and fluxes in the Onsager's equations for a multicomponent thermodynamic system. The example of using the developed model to find changes in concentrations and diffusion fluxes over time is given. For the model system used, it was established that at the stage of predominant diffusion of carbon in the alloy steel, cementite inclusions with a size of about 18 nm are formed rather quickly (within ~ 200 s). The technique developed in the article allows one to perform diffusion kinetics calculations in multicomponent thermodynamic systems, which are also iron-carbon alloys and to control the size of the phases formed, for example, of carbide nanoparticles.

Keywords: non-equilibrium thermodynamics, phase transformations, diffusion fluxes, motive forces, cross-factors, alloy steels, nanoparticle

For citation: Bobyr S. V. Non-equilibrium thermodynamics model for calculating diffusion fluxes under phase transformations in alloy steels. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2021, vol. 66, no. 1, pp. 28–36 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-28-36>

С. В. Бобырь

Институт черной металлургии имени З. И. Некрасова Национальной академии наук Украины, Днепр, Украина

**НЕРАВНОВЕСНАЯ ТЕРМОДИНАМИЧЕСКАЯ МОДЕЛЬ ДЛЯ РАСЧЕТА ДИФFUЗИОННЫХ ПОТОКОВ
ПРИ ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЯХ В ЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЯХ**

Аннотация. Фазовые превращения в легированных сплавах железа с углеродом в значительной степени связаны с диффузией компонентов, в первую очередь с углеродом. Для анализа диффузионных процессов в легированных сталях можно использовать математические методы неравновесной термодинамики. Уравнения для диффузионных потоков системы содержит неизвестные в общем случае коэффициенты активности элементов и вакансий и их производные по концентрациям, что чрезвычайно затрудняет определение значений перекрестных коэффициентов. В статье разработана неравновесная термодинамическая методика расчета диффузионных потоков при наличии двух фаз в легированных сталях. Она позволяет рассчитать в уравнениях Онзагера как прямые, так и перекрестные коэффициенты. Приведены формулы расчета термодинамических сил для легированной стали – железа, легирующего элемента замещения – хрома, элемента введения – углерода и вакансий. Предложены общие выражения для расчета перекрестных коэффициентов, движущих сил и потоков в уравнениях Онзагера для многокомпонентной

термодинамической системы. Приведен пример использования разработанной модели для поиска изменений концентраций и диффузионных потоков во времени. Для используемой модельной системы установлено, что на стадии преимущественной диффузии углерода в легированной стали включения цементита размером около 18 нм образуются довольно быстро (в течение ~ 200 с). Разработанная в статье методика позволяет проводить расчеты диффузионной кинетики в многокомпонентных термодинамических системах, которыми также являются сплавы железо-углерод, и контролировать размер образующихся фаз, например наночастиц карбидов.

Ключевые слова: неравновесная термодинамика, фазовые превращения, диффузионные потоки, движущие силы, перекрестные коэффициенты, легированные стали, наночастицы

Для цитирования: Бобырь С. В. Неравновесная термодинамическая модель для расчета диффузионных потоков при фазовых превращениях в легированных сталях / С. В. Бобырь // Вест. Нац. акад. наук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2021. – Т. 66, № 1. – С. 28–36. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-28-36>

Introduction. The phase transformations in the alloyed iron-carbon alloys is largely related to diffusion of components, foremost to the carbon [1, 2]. For the analysis of diffusive processes in alloy steels [3–5] it is possible to use the mathematical methods of non-equilibrium thermodynamics. In general case, thermodynamics equations of motion look like [3]:

$$J_i = \sum_{k=1}^N L_{ik} X_k \quad (i = 1, \dots, N), \quad (1)$$

where J_i are fluxes; X_k is thermodynamics forces; $L_{ik} = L_{ki}$ is kinetic Onsager's coefficients [5]; i, k are numbers of charges (substrate of transfer). Basic motive forces of the phase transformations in non-equilibrium thermodynamics are gradients of chemical potentials μ_i for components of the system [3–5]:

$$X_i = -\nabla \mu_i. \quad (2)$$

The theory of diffusion in metallic alloys with the vacancy mechanism of migration of atoms was developed by Darken [6]. Basic limitations of this theory are related to the necessity of diagonal matrix of Onsager and condition of equilibrium of concentration of vacancies [7]. In work [8] the considered kinetics of diffusion is in the bimetallic system, taking into account the non-diagonal coefficients of Onsager's matrix. Thermodynamics potentials in this work are presented in a kind:

$$\mu_i = \mu_i^0 = RT \ln(\gamma_i c_i), \quad (3)$$

where c_i – concentration of element i ; γ_i – coefficient of activity of element i , what is considered as dependency upon one concentration of c_i .

Equation for the diffusive fluxes of the system contains coefficients of activity of elements and vacancies, unknown in general case, and their derivatives for the concentrations, that extraordinarily makes it a difficult being of values of lines and cross coefficients. In work [8] expressions of cross coefficients are found for an ideal solid solution.

Using this method for calculation of fluxes at presence of formation of phases in the system is a very difficult task. Therefore, at consideration of the interrupted systems, I mean systems, that contain a few phases, the fluxes of elements and vacancies pass between that as thermodynamics forces, it is possible to use the eventual finite differences of chemical potentials ($-\Delta\mu_i$) [9, 10]. If, for example, we use two sizes – concentrations of carbon and iron, as degrees of process of graphitization, concordantly (1), equations of motion look like:

$$J_1 = L_{11}X_1 + L_{12}X_2, \quad (4.1)$$

$$J_2 = L_{21}X_1 + L_{22}X_2, \quad (4.2)$$

where J_1 is a flux of carbon that characterizes speed of process of graphitization; J_2 is a flux of iron; $X_1 = (-\Delta\mu_{Fe})$, $X_2 = (-\Delta\mu_C)$ are thermodynamics forces of iron and carbon. The finite difference of potential between two phases has a sign “+” at its increase, and the flux is directed towards the reduction of potential, so the expression for the forces has a sign “–”.

In works [10, 11] it is shown that in the complex process with two fluxes of charges, an increase of one potential takes place, which means one process “conducts”, and the other is a “derivative”. The “derivative” process itself, which is separated from the “leading”, is impossible, since thermodynamically it is not expedient.

In the system of equations (2) thermodynamics force ($-\Delta\mu_{Fe}$) is negative and it slows down the process overall. The diffusion of iron is induced in a process, and diffusion of carbon is leading.

Thus, process of formation of phase (to the carbide, intermetallic) in the triple system Fe–C– X (alloying element), by analogy with the process of graphitization [10, 12], must be accompanied by the intensive enough transfer of solid solution (alloyed iron). That provides the possibility of growing a phase with a lower density – carbide or intermetallic in it. This condition can be executed as a result of iron flux growing due to cross kinetic coefficient of L_{21} [10].

At presence of alloying element in the triple system, for example, chrome, the equation of motion must contain additional components that characterize diffusion of this element [13].

The non-equilibrium thermodynamic theory of multicomponent systems continues to develop successfully, see, for example [14, 15]. However, obtaining direct kinetic equations for the concentrations and fluxes of system elements is difficult, because of unknown values of cross coefficients. Therefore, the problem of successive theoretical description of diffusive phase-to-phase fluxes in the alloy steels remains.

The aim of work is development of non-equilibrium thermodynamics methodology of calculation over time of diffusive fluxes, kinetic coefficients and thermodynamics forces in the multicomponent alloy steels.

Formulation of the problem and basic ratios. Will consider the process of phase formation in the alloy steel. From the point of view of thermodynamics such a process is a transition from metastable to the stable state with formation of a new phase K . We take into account that in the system Fe–C– X (alloying element) there are two phases – alloyed α -phase (F) and formed phase (K), the fluxes of carbon (J_C), iron (J_{Fe}), alloying element (J_X) and vacancies (J_V) (Figure 1). The flux of vacancies in a formed phase will be considered equal to the flux of vacancies in a ferrite.

Let us consider that the volume of the system can change in general case, which is the reason that the condition of complete equality of streams to 0 is not executed:

$$J_{Fe} + J_X + J_C + J_V \neq 0.$$

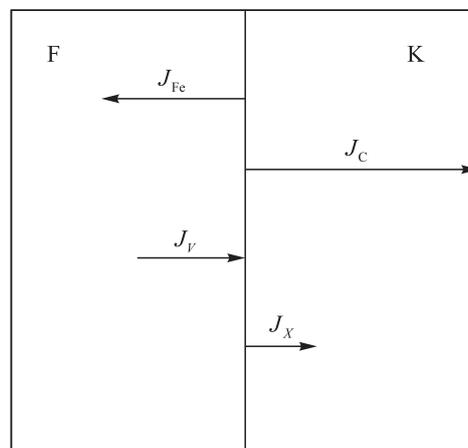


Fig. 1. Scheme of the phase formation (K – carbide) in the alloy steel

According to (1), the thermodynamic equations for the fluxes take the form:

$$J_{Fe} = -L_{11}\Delta\mu_{Fe} - L_{12}\Delta\mu_C - L_{13}\Delta\mu_X - L_{14}\Delta\mu_V, \quad (5.1)$$

$$J_C = -L_{21}\Delta\mu_{Fe} - L_{22}\Delta\mu_C - L_{23}\Delta\mu_X - L_{24}\Delta\mu_V, \quad (5.2)$$

$$J_X = -L_{31}\Delta\mu_{Fe} - L_{32}\Delta\mu_C - L_{33}\Delta\mu_X - L_{34}\Delta\mu_V, \quad (5.3)$$

$$J_V = -L_{41}\Delta\mu_V - L_{42}\Delta\mu_C - L_{43}\Delta\mu_X - L_{44}\Delta\mu_V, \quad (5.4)$$

where J_{Fe} , J_C , J_X , J_V – fluxes of iron, carbon, alloying element and vacancies accordingly. On the base of generals of non-equilibrium thermodynamics, it is possible to find the value of kinetic coefficients, the same as it was executed in process [13]. In the conditions of complete equilibrium

$$\Delta\mu_{Fe} = 0, \Delta\mu_C = 0, \Delta\mu_X = 0 \text{ and } \Delta\mu_V = 0.$$

However, for the linear thermodynamics system there is also a possibility of dynamic equilibrium, at that all fluxes are equal 0, but some thermodynamics forces in the system do not equal to zero (there are their variations) [4, 13]. For the first time such an opportunity is considered by the author in the work [12] for the double system, and then for the triple system [13]. Will consider this possibility for the 4-component thermodynamics system. From equations (5) follows, that near-by an equilibrium, at presence of variations of thermodynamics forces, next terms must be executed:

$$J_{\text{Fe}} = 0 \Rightarrow L_{11}\delta\mu_{\text{Fe}} + L_{12}\delta\mu_{\text{C}} + L_{13}\delta\mu_{\text{Cr}} + L_{14}\delta\mu_{\text{V}} = 0, \quad (6.1)$$

$$J_{\text{C}} = 0 \Rightarrow L_{21}\delta\mu_{\text{Fe}} + L_{22}\delta\mu_{\text{C}} + L_{23}\delta\mu_{\text{X}} + L_{24}\delta\mu_{\text{V}} = 0, \quad (6.2)$$

$$J_{\text{X}} = 0 \Rightarrow L_{31}\delta\mu_{\text{Fe}} + L_{32}\delta\mu_{\text{C}} + L_{33}\delta\mu_{\text{X}} + L_{34}\delta\mu_{\text{V}} = 0, \quad (6.3)$$

$$J_{\text{V}} = 0 \Rightarrow L_{41}\delta\mu_{\text{Fe}} + L_{42}\delta\mu_{\text{C}} + L_{43}\delta\mu_{\text{X}} + L_{44}\delta\mu_{\text{V}} = 0, \quad (6.4)$$

where the variations of thermodynamics forces that provide the dynamic equilibrium of the system are marked by an index $\delta\mu_i$.

From the first equalization (6.1) we establish a connection between variations of forces:

$$\delta\mu_{\text{Fe}} = -(L_{12}/L_{11})\delta\mu_{\text{C}} - (L_{13}/L_{11})\delta\mu_{\text{X}} - (L_{14}/L_{11})\delta\mu_{\text{V}}. \quad (7.1)$$

Substituting (7.1) into equations (6.2)–(6.4), we find:

$$J_{\text{C}} = (L_{22} - L_{21}L_{12}/L_{11})\delta\mu_{\text{C}} + (L_{23} - L_{21}L_{13}/L_{11})\delta\mu_{\text{Cr}} + (L_{24} - L_{21}L_{14}/L_{11})\delta\mu_{\text{V}} = 0, \quad (7.2)$$

$$J_{\text{X}} = (L_{32} - L_{31}L_{12}/L_{11})\delta\mu_{\text{C}} + (L_{33} - L_{31}L_{13}/L_{11})\delta\mu_{\text{Cr}} + (L_{34} - L_{31}L_{14}/L_{11})\delta\mu_{\text{V}} = 0, \quad (7.3)$$

$$J_{\text{V}} = (L_{42} - L_{41}L_{12}/L_{11})\delta\mu_{\text{C}} + (L_{43} - L_{41}L_{13}/L_{11})\delta\mu_{\text{Cr}} + (L_{44} - L_{41}L_{14}/L_{11})\delta\mu_{\text{V}} = 0. \quad (7.4)$$

At arbitrary variations $\delta\mu_{\text{C}}$, $\delta\mu_{\text{X}}$ and $\delta\mu_{\text{V}}$ the linear system of equations (7.2)–(7.4) is commensurate, if coefficients at $\delta\mu_{\text{C}}$, $\delta\mu_{\text{X}}$ and $\delta\mu_{\text{V}}$ equal 0, from what it is possible to find the partial decision of the system of equations (6) and (7). For the diagonal components of the system of equations (7.2)–(7.4) it is possible to write down:

$$L_{ik}L_{ki} = L_{ii}L_{kk}, \quad i, k = 1 \dots 4.$$

Taking into account Onsager's ratio, we find connection between kinetic coefficients:

$$L_{ik} = L_{ki} = \pm\sqrt{L_{ii}L_{kk}}, \quad i, k = 1 \dots 4 \quad (8)$$

The sign in front of the root is selected, based on the sign (direction) of the considered fluxes (see Figure 1). It is possible to insure a simple substitution, that undiagonal components of system of equations (7.2)–(7.4) also transform in 0. If we choose the sign of “–” for one of cross kinetic coefficients, then signs of other cross coefficients must be consistent. We found that a partial solution system of equations (6) is the same with unknown cross coefficients. Partial solution (8) of the linear 4-component system of equations (7) it is possible to generalize the component of linear thermodynamics system on N , so as a system of equations (7) has the same kind for the number of components of $n = 2, 3, 4, N$. Therefore, the correlation (8) for cross kinetic coefficients is executed at the number of components of $n = 2, N$.

Such approach allows finding cross coefficients in Onsager's equations since direct kinetic coefficients are expected. Thus, the equation (8) is correct for the systems, not too distant from an equilibrium, and for the real system, it is approximate.

General expressions for thermodynamics forces that operate in the system. We shall find general expressions for thermodynamics forces that operate in our system. For an example we will use steel of the system Fe–C–Cr with 0.15 % C and 5.0 % Cr, that is tempered and annealed at 600 °C with formation of the alloyed carbide [13]. Consider that first there is a chrome with the concentration $C_{\text{Cr}} = 0.05$, carbon with the concentration of $C_{\text{C}} = 0.007$, concentration of iron egale $C_{\text{Fe}} = 0.943$ in solid α -solution of this steel. After annealing during two hours concentration of iron in a solid α -solution rises to $C'_{\text{Fe}} = 0.9574$, the concentration of chrome goes down to $C'_{\text{Cr}} = 0.0425$. In the carbide of cementite there are chrome with mass part ~ 20 % (by the concentration of $C_{\text{Cr}}^{\text{K}} = 0.20$) and carbon with the concentration of $C_{\text{C}}^{\text{K}} = 0.25$, concentration of iron in the carbide $C_{\text{Fe}}^{\text{K}} = 0.55$. Concentration of vacancies C_{V} in a solid α -solution, is equal to 10^{-4} .

Thermodynamics force for a carbon can be written by the formula [16]

$$-\Delta\mu_C = -RT \ln \frac{a_C^K}{a_C^\alpha}, \quad (9)$$

where R – universal gas constant, T – a temperature of alloy, a_C^K is a size of thermodynamics activity of carbon in cementite, a_C^α is a size of thermodynamics activity of carbon in α -solution.

Variation of thermodynamics activity of carbon in an alloy at melting its component is possible to find on methodology [16, 17] from equation:

$$\ln(a_C / a_{C_0}) = \beta_i N_i, \quad (10)$$

where a_{C_0} is thermodynamics activity of carbon for an alloy in the standard state, β_i is a coefficient of influence of element on thermodynamics activity of carbon in an alloy, N_i is content of element in an alloy in atomic parts. We will consider that for our steel in the standard state $a_{C_0}^\alpha = a_{C_0}^K = a_{C_0}$, we mean cementite in steel with 0.15 % C is stable and is in an equilibrium with a solid solution at an endurance temperature 600 °C [10]. Using this condition and equation (9) and (10), find:

$$\ln\left(\frac{a_C^K}{a_C^\alpha}\right) = \beta_{Cr}^K N_{Cr}^K - \beta_{Cr}^\alpha N_{Cr}^\alpha. \quad (11)$$

The value of β_i is calculated by the coefficient of the phase distribution of the alloying element $K_i = N_i(K)/N_i(\alpha)$ and the atomic particle of carbon in the N_C alloy in the general form [16, 17]:

$$\beta_i = -\frac{(K_i - 1) + (N_C(K) - K_i N_C(\alpha))}{(K_i - 1)N_C + (N_C(K) - K_i N_C(\alpha))}. \quad (12)$$

With a small error for low-alloy alloys it is possible to accept $N_C(K) = 0.25$, content of carbon in α -phase of steel, taken for the diagram of the state of Fe–C $N_C(\alpha) \approx 0.001$. Using the coefficient K_{Cr} of distribution of chrome between α -phase and the carbide, equal 4, we can find equation for the calculation of coefficients of influence β_{Cr} :

$$\beta_{Cr} = -3.246/(3.0N_C + 0.246), \quad (13)$$

where $\beta_{Cr}^\alpha = -12.16$; $\beta_{Cr}^K = -3.26$.

Then from the expressions (9), (10) and (11) we can find values:

$$\ln\left(\frac{a_C^K}{a_C^\alpha}\right) = -0.6085 + 0.652 = 0.0425 \text{ and } -\Delta\mu_C = 308.47 \text{ J}. \quad (14)$$

The work, executed at diffusion of carbon from α -phase in a carbide, is positive. The difference of thermodynamics potentials at diffusion of alloying element from solid α - solution in the carbide can be estimated after a formula

$$-\Delta\mu_X = -RT \ln \frac{a'_X}{a_X}, \quad (15)$$

where a_X is a size of thermodynamics activity of alloying element in solid α - solution before the beginning of the process, that equals its concentration of C_X^α approximately; a'_X is a size of thermodynamics activity of alloying element in solid α -solution after completion of the process, that equals its concentration of $C_X'^\alpha$ approximately. If an alloying element in our system is a chrome, then $a_{Cr} = C_{Cr}$ and $a'_{Cr} = C'_{Cr}$. The difference of thermodynamics potentials at diffusion of chrome from solid α -solution in a carbide can be found by the formula:

$$-\Delta\mu_{Cr} = -RT \ln \frac{a'_{Cr}}{a_{Cr}} = -7258 \ln \frac{0.0425}{0.05} = 1180 \text{ J}. \quad (16)$$

In work [13], the difference of thermodynamics potentials was expected for chromium after its activity at a carbide. The same value of thermodynamics force was got, as well as it is expected after a formula (16). For diffusion of iron, the difference of thermodynamics potentials can be expected from data of change to the concentration of iron from the initial concentration of C_{Fe} (0.943) to the final concentration of C'_{Fe} (stable state) [10]. From experimental data and thermodynamics of process it is known that diffusion of carbon conducts, diffusion of chrome accompanies diffusion of carbon, and diffusion of iron

forces, directed towards an increase in iron concentration in ferrite of steel [10]. A final concentration of C'_{Fe} is concentration of iron in steel on completion of process of formation of phase. Then the difference of thermodynamics potentials for iron can be found by a formula:

$$-\Delta\mu_{\text{Fe}} = -RT \ln \frac{C'_{\text{Fe}}}{C_{\text{Fe}}} = -7,258 \ln \frac{0.9574}{0.943} = -116.7 \text{ J.} \quad (17)$$

And, in the end, for the difference of thermodynamics potentials of vacancies there also a formula, similar to (17) [18]:

$$-\Delta\mu_V = -RT \ln \frac{C'_V}{C_V}, \quad (18)$$

where C'_V is an unknown value of concentration of vacancies for completion of process. In process [12] it values for the process of graphitization are found from additional physical suppositions for the process of diffusion of vacancies – its stationary or equilibrium thermodynamic forces. The value of thermodynamics force for vacancies in our case will be expected below from additional physical supposition about invariability of volume of alloy on the initial stage.

General expressions for kinetic coefficients and fluxes. Taking into account the obtained correlations, one can find the value of kinetic coefficients in Onsager's equations. As known from [8, 19], direct kinetic coefficients of L_{ii} are related to the diffusion coefficients D_i by correlation:

$$L_{ii} = C_i D_i / RT, \quad (19)$$

where C_1 is a concentration of iron in an alloy (0.943); C_2 is a concentration of carbon in an alloy (0.007); C_3 is a concentration of chrome in an alloy (0.05).

Dependencies of coefficients of diffusion of chrome and carbon in the ferrite, alloyed by a chrome, from a temperature look like [19]:

$$D_{\text{Fe}}^\alpha = 2.910 \cdot 10^{-4} \exp \left[\frac{-251,000}{RT} \right] \text{ cm}^2/\text{s}, \quad (20.1)$$

$$D_{\text{C}}^\alpha = 0.177 \exp \left[\frac{-88,230}{RT} \right] \text{ cm}^2/\text{s}, \quad (20.2)$$

$$D_{\text{Cr}}^\alpha = 3.05 \exp \left[\frac{-358,000}{RT} \right] \text{ cm}^2/\text{s}. \quad (20.3)$$

At a temperature of 600 °C:

$$D_1 = D_{\text{Fe}}^\alpha \approx 3.03 \cdot 10^{-19} \text{ cm}^2/\text{s}; D_2 = D_{\text{C}}^\alpha \approx 1.02 \cdot 10^{-6} \text{ cm}^2/\text{s}; D_3 = D_{\text{Cr}}^\alpha \approx 1.38 \cdot 10^{-21} \text{ cm}^2/\text{s}.$$

The value of direct kinetic coefficient for vacancies with the sufficient degree of accuracy can be found based on the next considerations. We'll consider fluxes in α -phase in ideal case – to formation of additional phase and their cooperation. The volume of the system here is unchanging, which is why for fluxes in α -phase the equation is correct:

$$J_{\text{Fe}} + J_{\text{Cr}} + J_V = 0. \quad (21)$$

So as equation (21) is correct at the arbitrary values of thermodynamics forces of iron and chrome, then the ratio can be obtained by direct coefficients:

$$L_{44} = -L_{11} \text{sign}(-\Delta\mu_{\text{Fe}}) - L_{33} \text{sign}(-\Delta\mu_{\text{Cr}}), \quad (22)$$

where $\text{sign}(-\Delta\mu_{\text{Fe}})$ and $\text{sign}(-\Delta\mu_{\text{Cr}})$ are signs of corresponding thermodynamic forces.

Using correlation (8), (19) and (22), we can find the expressions of cross kinetic coefficients for our system:

$$L_{ik} = L_{ki} = \pm \frac{\sqrt{C_i D_i \cdot C_k D_k}}{RT}, \quad (23)$$

where the concentrations of the elements C_i and the Onsager coefficients change in time.

Using correlation (19), (22) and (23), the calculated value of kinetic coefficients for our system at the initial moment of time are:

$$L_{11} = 0.394 \cdot 10^{-22}; L_{22} = 0.984 \cdot 10^{-13}; L_{12} = -1.97 \cdot 10^{-17}; L_{33} = 0.95 \cdot 10^{-26}; L_{13} = -0.611 \cdot 10^{-24},$$

$$L_{23} = 0.306 \cdot 10^{-19}, L_{44} = 0.393 \cdot 10^{-22}, L_{14} = -0.3935 \cdot 10^{-22}; L_{24} = 1.97 \cdot 10^{-17}; L_{34} = 0.611 \cdot 10^{-24}.$$

Equation (21) allows us to find the value of thermodynamics force for vacancies, if thermodynamics forces of iron (17) and alloying element are known (16). The simple substitution of values of thermodynamics forces and kinetic coefficients:

$$-\Delta\mu_V = (-L_{11}(-\Delta\mu_{Fe}) - L_{33}(-\Delta\mu_{Cr}))/L_{44} = 116.71 \text{ J.} \quad (24)$$

The value of thermodynamics force for vacancies almost equals the value of thermodynamics force of iron with the sign of “-”, because contribution of chrome is a few orders below, than compatible diffusion of iron. Thus, the system of equations (5) can be obtained:

$$J_{Fe} = 0.394 \cdot 10^{-22}(-\Delta\mu_{Fe}) - 1.97 \cdot 10^{-17}(-\Delta\mu_C) - 0.611 \cdot 10^{-24}(-\Delta\mu_{Cr}) - 0.3935 \cdot 10^{-22}(-\Delta\mu_V), \quad (25.1)$$

$$J_C = -1.97 \cdot 10^{-17}(-\Delta\mu_{Fe}) + 0.984 \cdot 10^{-13}(-\Delta\mu_C) + 0.306 \cdot 10^{-19}(-\Delta\mu_{Cr}) + 1.97 \cdot 10^{-17}(-\Delta\mu_V), \quad (25.2)$$

$$J_{Cr} = -0.611 \cdot 10^{-24}(-\Delta\mu_{Fe}) + 0.306 \cdot 10^{-19}(-\Delta\mu_C) + 0.95 \cdot 10^{-26}(-\Delta\mu_{Cr}) + 0.611 \cdot 10^{-24}(-\Delta\mu_V), \quad (25.3)$$

$$J_V = -0.3935 \cdot 10^{-22}(-\Delta\mu_{Fe}) + 1.97 \cdot 10^{-17}(-\Delta\mu_C) + 0.611 \cdot 10^{-24}(-\Delta\mu_{Cr}) + 0.393 \cdot 10^{-22}(-\Delta\mu_V). \quad (25.4)$$

In equations (25) well-known values of all thermodynamics forces that operate in the system are presented. From the system of equations (25) follows, that the values of fluxes of iron, chrome and vacancies substantially grow through the large values of cross coefficients of L_{12} , L_{32} , L_{42} and considerable size of thermodynamics force $(-\Delta\mu_C)$. Size of carbon flux, that has a positive sign, determined, mainly, by the own coefficient of L_{22} . Direct calculations allow us to find the value of diffusive fluxes on the initial stage of formation of additional phase at the initial moment of time:

$$J_{Fe} = -6.08 \cdot 10^{-15} \text{ cm}^2/\text{s}; J_C = 3.04 \cdot 10^{-11} \text{ cm}^2/\text{s}; J_{Cr} = 0.94 \cdot 10^{-17} \text{ cm}^2/\text{s}; J_V = 6.07 \cdot 10^{-15} \text{ cm}^2/\text{s}.$$

As possible to see, in the case of cooperation of fluxes, equation (21) is also true. So as a flux of chrome has a considerably less value, than flux of iron, then the flux of vacancies has the same value as flux of iron practically, with the sign of “-”.

Kinetic equations for calculation of concentration and fluxes in the system. As already shown, the proposed equations for the calculation of diffusion fluxes depend on the concentrations of alloying elements, and those, in turn, vary over time. For a complete calculation of the kinetics of a multiphase thermodynamic system, a system of first-order differential equations should be used, in the form of continuity equations for each element of the system under consideration [19]:

$$\frac{\partial K_1}{\partial t} = J_1 S, \dots,$$

$$\frac{\partial K_i}{\partial t} = J_i S, \dots, \quad (26)$$

$$\frac{\partial K_N}{\partial t} = J_N S, \quad i=1, \dots, N.$$

where K_i is the amount of each element in the system ($dK_i = dC_i \Delta V$).

The system of differential equations (26) allows us to find the change in concentrations and fluxes of a multicomponent system over time. For the particular case of our system represented by fluxes (25), the following relations and simplifications can be introduced at the stage of determining carbon diffusion.

At the stage of carbon diffusion, which has a very high diffusion coefficient, the thermodynamic force for carbon will be decisive.

Its expression can be found from relations (9) and (13):

$$-\Delta\mu_C = -RT \left(\beta_{Cr}^K N_{Cr}^K - \beta_{Cr}^\alpha N_{Cr}^\alpha \right) = -RT \left(-0.652 + \frac{3.246 C_{Cr}}{3C_C + 0.246} \right). \quad (27)$$

Thermodynamic force (27) is the difference of thermodynamic potentials for carbon in α -phase and carbide. For calculations using the system of equations (26), we must calculate the flux expressed through the gradient of the thermodynamic potential:

$$-\nabla\mu_C = -\frac{\Delta\mu_C}{a}, \tag{28}$$

where a is the distance that carbon diffuses. Usually, this distance is assumed to be equal to the interplanar distance between the atoms in the alloy ($a \sim 3 \cdot 10^{-8}$ cm) [19].

The expressions for the carbon and chromium fluxes at this stage in the first approach are:

$$J_C = C_C D_C^\alpha (-\nabla\mu_C) / RT, \tag{29.1}$$

$$J_{Cr} = \frac{(-\nabla\mu_C) \sqrt{C_C D_C^\alpha \cdot C_{Cr} D_{Cr}^\alpha}}{RT}. \tag{29.2}$$

Also, in the expressions for the fluxes, we used element concentrations expressed in atomic or volume fractions, because of which the dimension of the flux previously had the dimension of diffusion coefficients cm^2/s and in expression (29) it had the dimension cm/s . To recalculate fluxes to commonly used units ($\text{mol}/\text{cm}^2 \cdot \text{s}$) [15], flows should be multiplied by a constant conversion factor:

$$J_i^0 = \frac{\rho}{N_i} J_i \left(\frac{\text{mol}}{\text{cm}^2 \cdot \text{s}} \right), \tag{30}$$

where N_i is the atomic number of the diffusing element ($\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$); ρ is the alloy density ($\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$).

Numerical simulation of the system allows you to find the change in diffusion fluxes and concentrations of elements over time. Calculations were carried out per unit area of 1 cm^2 and unit volume of steel 1 cm^3 . The obtained dependencies are shown in Figure 2 and Figure 3. The size calculations of the formed carbides were carried out according to the method described in [13].

The established dependencies and the performed calculations show that at the initial stage the magnitude of the diffusion flux of chromium substantially depends on the thermodynamic force for carbon (see Figure 2). Carbon is very quickly removed from a solid solution of alloy steel, leading to the formation of cementite-type nanoparticles with a size of about 18 nm (see Figure 3).

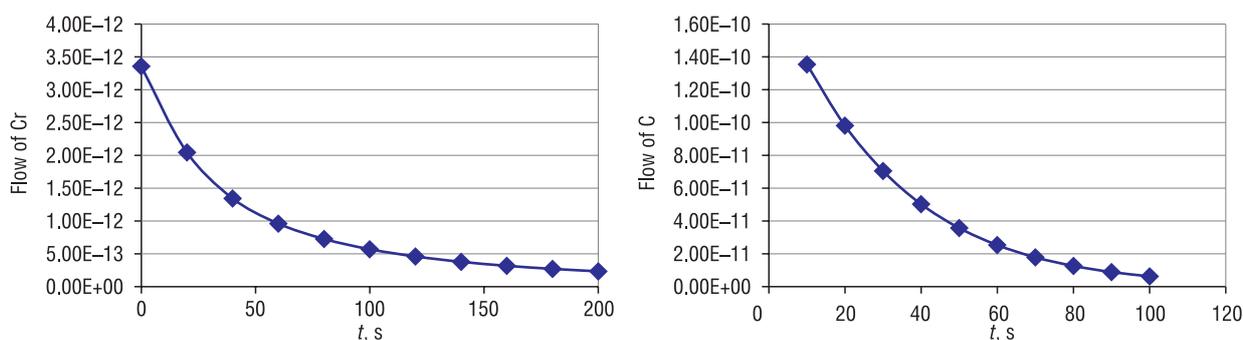


Figure 2. Estimated time-dependent changes in the fluxes of Cr and C ($\text{mol}/\text{cm}^2 \cdot \text{s}$)

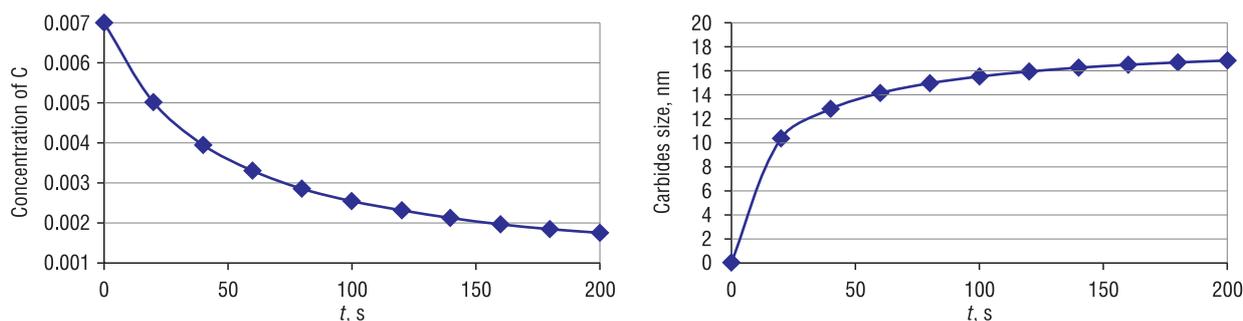


Figure 3. Estimated time-dependent changes of carbon concentration in α -phase and carbides size

Conclusions. The non-equilibrium thermodynamics methodology of calculation of diffusive fluxes is offered at presence of two phases in alloy steels. That allows expecting both line- and cross coefficients in equations. Formulas for calculation of thermodynamics forces are presented for alloy steel – for iron, alloying element of substitution – chrome, for element of introduction – carbon and vacancies. Common expressions are suggested for calculation of cross-factors, motive forces and fluxes in the Onsager's equations for a multicomponent thermodynamic system.

The examples of using the developed method to find changes in concentrations and diffusion fluxes over time are given. For the model system used, it was established that at the stage of predominant diffusion of carbon in the alloy steel, cementite inclusions with a size of about 18 nm are formed rather quickly (within ~ 200 s).

The technique developed in the article allows one to perform diffusion kinetics calculations in multicomponent thermodynamic systems, which are also iron-carbon alloys and to control the size of the phases formed, for example, carbide nanoparticles.

References

1. Kurdyumov G. V., Utevskiy L. M., Entin R. I. *Transformations in Iron and Steel*. Moscow, Nauka Publ., 1977. 238 p. (in Russian).
2. Mel'nik P. I. *Diffusion Saturation of Iron and Solid-Phase Transformations in Alloys*. Moscow, Metallurgiya Publ., 1993. 128 p. (in Russian).
3. Prigozhin I. *Introduction to the Thermodynamics of Irreversible Processes*. Moscow, Inostrannaya literatura Publ., 1960. 119 p. (in Russian).
4. Groot S. de, Mazur P. *Non-equilibrium Thermodynamics*. Mineola, N. Y., Dover Publications Inc., 1984. 528 p.
5. Onsager L. Reciprocal Relations in Irreversible Processes. I. *Physical Review*, 1931, vol. 37, no. 4, pp. 405–426. <https://doi.org/10.1103/physrev.37.405>
6. Darken L. Diffusion, Mobility and Their Interrelation through Free Energy in Binary Metallic Systems. *Transactions of the AIME*, 1948, no. 175, p. 184.
7. Gertsriken S. D., Dekhtyar I. Y. *Solid-Phase Diffusion in Metals and Alloys*. Moscow, Fizmatgiz Publ., 1960. 564 p. (in Russian).
8. Eremeev V. S. Kinetics of diffusion in a bimetallic system with allowance for off-diagonal coefficients of the Onsager matrix. *Fizika metallov i metallovedeniye = Physics of Metals and Metallography*, 1978, vol. 45, no. 1, p. 19 (in Russian).
9. Veinik A. I. *Thermodynamics*. Moscow, Metallurgiya Publ., 1965. 376 p. (in Russian).
10. Zhukov A. A., Snezhnoy R. L. *Diffusion Processes in Metals*. Kiev, Naukova dumka Publ., 1966. 195 p. (in Russian).
11. Krishtal M. A., Zhukov A. A., Snezhnoy R. L., Titenskiy E. G. *Thermodynamics, Physical Kinetics of Structure Formation and Properties of Cast Iron and Steel. Issue 4*. Moscow, Metallurgiya Publ., 1971. 470 p. (in Russian).
12. Bobyr', S. V. Analysis of the graphitization process in iron alloys using thermodynamics of irreversible processes. *Metallofizika i noveishie tekhnologii = Physics of Metals and Advanced Technologies*, 2013, vol. 35, iss. 2, pp. 199–208 (in Russian).
13. Bobyr' S. V. Nonequilibrium thermodynamic analysis of the formation of chromium carbides in steel during tempering. *Metallofizika i noveishie tekhnologii = Physics of Metals and Advanced Technologies*, 2014, vol. 36, no. 10, pp. 1385–1397 (in Russian).
14. Jou D., Cases-Vezquez J., Lebon G. *Extended Irreversible Thermodynamics*. London, Springer, 2010. 438 p. <https://doi.org/10.1007/978-90-481-3074-0>
15. Bobyr S. V. Using the principles of nonequilibrium thermodynamics for the analysis of phase transformations in iron-carbon alloys. *Non-Equilibrium Particle Dynamics*. London, Intechopen, 2019, pp. 95–140. <https://doi.org/10.5772/intechopen.83657>
16. Silman G.I. Method of Calculating the Phase Diagrams of Ternary Systems by Using the Interphase Distribution Coefficients of the Elements. I. Two-phase diffusion equilibrium. *Russian Journal of Physical Chemistry*, 1983, no. 57, pp. 307–313.
17. Silman G.I. Carbon Equivalents of Elements in Cast Iron. *Metal Science and Heat Treatment*, 2002, vol. 44, no. 1–2, pp. 28–31.
18. Bokshcheyn B. S. *Diffusion in Metals*. Moscow, Metallurgiya Publ., 1978. 248 p. (in Russian).
19. Larikov L. N., Isaychev V. I. *Diffusion in Metals and Alloys*. Kiev, Naukova dumka Publ., 1987. 512 p. (in Russian).

Information about the author

Serhii V. Bobyr – D. Sc. (Engineering), Leading Researcher, Iron and Steel Institute of Z.I. Nekrasov of the National Academy of Sciences of Ukraine (1, Square of Academician Starodubov, 49107, Dnipro, Ukraine). E-mail: svbobyр@rambler.ru

Информация об авторе

Бобырь Сергей Владимирович – доктор технических наук, ведущий научный сотрудник, Институт черной металлургии им. З.И. Некрасова Национальной академии наук Украины (1, площадь Академика Стародубова, 49107, Днепр, Украина). E-mail: svbobyр@rambler.ru

ISSN 1561-8358 (Print)

ISSN 2524-244X (Online)

УДК 621.382.822

<https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-37-46>

Поступила в редакцию 04.02.2021

Received 04.02.2021

В. М. Федосюк*Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по материаловедению,
Минск, Республика Беларусь*

МАТРИЦЫ НА ОСНОВЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАННОГО ПОРИСТОГО АНОДНОГО ОКСИДА АЛЮМИНИЯ ДЛЯ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ПРИМЕНЕНИЙ

Аннотация. Методом электрохимического двухстадийного анодирования изготовлены матрицы на основе пористого анодного оксида алюминия (МПАОА). Диаметр пор после селективного травления барьерного слоя составлял 70; 50–75; 100–200 нм для толщин матриц 1,3–2,5; 70,0; 13,5–60,0 мкм соответственно. Заполнение пор матриц осуществлялось методом электрохимического осаждения Ni и Cu/CoNi. Исследования морфологии, магнитных, электрохимических свойств и удельного сопротивления магнитных структур в матрице проводили методом сканирующей электронной микроскопии, вибрационной магнитометрии, вольтамперометрии (линейная поляризация) и четырехзондовым методом соответственно. Исследование магнитных характеристик Ni-нанопроволок показало, что нанопроволоки в МПАОА обладают ферромагнитными свойствами, коэрцитивная сила достигает более 750 кЭ, а коэффициент прямоугольности – до 0,65. Изучение экспериментальных поляризационных кривых позволило сделать вывод, что МПАОА не только является основой для шаблонного синтеза, но и выполняет защитные функции. Многослойные Cu/CoNi нанопроволоки в матрицах МПАОА характеризуются отрицательным гигантским магнитосопротивлением (ГМС), которое критически зависит от соотношения «длина/толщина» нанопроволок, количества слоев и их толщины, качества границ раздела чередующихся слоев, химической чистоты. Результаты исследований продемонстрировали перспективность применения матриц из пористого анодного оксида алюминия в качестве основы для шаблонного синтеза функциональных ферромагнитных наноматериалов для использования в биомедицине, сенсорике, микро- и нанoeлектронике.

Ключевые слова: матрицы, анодирование, пористый анодный оксид алюминия, упорядоченная структура, наноматериалы, шаблонный синтез

Для цитирования: Федосюк, В. М. Матрицы на основе наноструктурированного пористого анодного оксида алюминия для функциональных применений / В. М. Федосюк // Вест. Нац. акад. наук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2021. – Т. 66, № 1. – С. 37–46. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-37-46>

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

MATRICES, BASED ON NANOSTRUCTURED POROUS ANODIC ALUMINA, FOR FUNCTIONAL APPLICATIONS

Abstract. Two-step electrochemical anodization was used for obtaining matrices based on porous anodic alumina (MPAA). Three series of experimental samples were made: 1 – PAAM with thickness 1.3–2.5 μm and 70 nm diameter, 2 – 70.0 μm thickness and 50–75 nm diameter and 3 – 13.5–60.0 μm thickness and 100–200 nm diameter. The pore filling of MPAA was realized using electrochemical deposition. As a result Ni nanopillars, Ni and multilayered Cu/CoNi nanowires were formed. The scanning electron microscopy, vibrating magnetometry, voltammetry techniques and four-probe method were used for experimental samples investigations. The magnetic characteristics of Ni nanowires showed that nanowires in MPAA have ferromagnetic properties, since the coercitivity reaches up to 750 kOe and squareness ratio up to 0.65. The study of the electrochemical behavior of the Ti/Al₂O₃/Ni nanocomposite material in the potential range from –450 to +450 mV in 0.9 % NaCl aqueous solution demonstrated its high corrosion resistance properties. The correlation of the GMR of multilayered Cu/CoNi nanowires to the topological parameters of MPAA, the number of layers, the MPAA and partial layers thickness, and chemical purity has been determined. Thus, it has been demonstrated the prospects of use of matrices based on porous anodic alumina as a base material for the template synthesis of functional ferromagnetic nanomaterials for various practical applications.

Keywords: matrices, anodizing, porous anodic alumina, ordered structure, nanomaterials, templated synthesis

For citation: Fedosyuk V. M. Matrices, based on nanostructured porous anodic alumina, for functional applications. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2021, vol. 66, no. 1, pp. 37–46 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-37-46>

Введение. В настоящее время интерес к наноструктурированным материалам не ослабевает из-за их необычных свойств, которые используются во многих функциональных устройствах [1, 2]. Шаблонный синтез – один из наиболее удобных и перспективных методов формирования наноструктур. Наноструктурированный пористый анодный оксид алюминия обладает уникальной упорядоченной сотовой структурой гексагональных ячеек. Отличительной особенностью оксида является потенциальная возможность его синтеза с высокоупорядоченной структурой [3]. Матрицы на основе пористого анодного оксида алюминия (МПАОА) характеризуются регулярным расположением пор, высокой плотностью пор в интервале 10^9 – 10^{11} см⁻² и длиной каналов пор от десятков нанометров до сотен микрометров. Микроструктурные параметры матриц (диаметр, плотность, длина, толщина стенок и пористость) могут контролироваться режимами электрохимического анодирования (напряжение анодирования, кислотность и температура электролита). МПАОА обычно используются для изготовления новых наноструктурированных композитов на основе наноразмерных структур [4–6].

Магнитные упорядоченные массивы ферромагнитных нанопроволок (наностолбиков), сформированные в МПАОА, представляют интерес для практического применения в биомедицине, сенсорике, гибкой электронике и нанoeлектронике [4, 6, 7]. Использование наноматериалов в биомедицине достигло значительных успехов в диагностике, профилактике и терапии большого количества заболеваний. В этой перспективной области используются различные типы наноструктур (нанопроволоки, нанотрубки, наностолбики, наночастицы и др.) [4–6]. Магнитные наноструктуры применяются в адресной доставке лекарств, контролируемой внешним магнитным полем [6–8]. Однако исследования коррозионных свойств нанокompозитов на основе Ni ограничены [9, 10]. Электрохимическое поведение ферромагнитных наноструктур в МПАОА в искусственном физиологическом растворе не исследовалось. О коррозионно-защитных покрытиях из тонких Ni-нанопроволок говорится лишь в единичных статьях [11, 12].

Немаловажным является и исследование магнитных свойств наноматериалов, сформированных в МПАОА, что обуславливает использование таких структур не только в биомедицине, но и в различных сенсорных устройствах [13–15]. Принято считать, что магнитные свойства зависят от кристаллической структуры (кристаллическая анизотропия) и топологических параметров (анизотропия формы). Эти параметры изменяются в зависимости от длины, диаметра и расстояния между наноструктурами, то есть фактически зависят от топологических параметров МПАОА (аспектное соотношение). В свою очередь их длина критически зависит от условий электрохимического синтеза: плотности тока (потенциала) и продолжительности осаждения [16, 17]. Влияние режимов синтеза на кристаллическую структуру ферромагнитных наноматериалов (Ni, Co, NiFe) было установлено, однако данные в опубликованных работах различаются и противоречат друг другу [18]. По-видимому, это связано с тем, что, как правило, для исследований используются самодельные мембраны с диаметром пор от 20 до 80 нм и значениями толщины не более 30–50 мкм либо коммерческие алюмооксидные мембраны компании Whatman Plc с диаметром пор в сотни нанометров и толщиной 50–100 мкм [19].

Таким образом, *целью данной работы* является показать перспективность использования матриц из пористого анодного оксида алюминия в качестве основы для шаблонного синтеза функциональных ферромагнитных наноматериалов для практического применения.

Методика эксперимента. Формирование матриц на основе пористого анодного оксида алюминия осуществляли двухстадийным анодированием в 4%-ном растворе щавелевой кислоты (C₂H₂O₄) при температуре электролита 11–14 °С. Для исследования функциональных свойств были получены три серии образцов. Первая серия для исследования магнитных свойств – матрица толщиной 70 мкм и диаметром пор 70 нм, сформированная при напряжении 40 В, с электроосажденными Ni-нанопроволоками. Вторая серия для исследования электрохимических свойств – композиционный материал на основе Ti/Al₂O₃/Ni (наностолбики), полученный методом электрохимического осаждения Ni в МПАОА толщиной 1,3–2,5 мкм (диаметр пор 50–75 нм) с токопроводящим слоем Ti на Si/SiO₂-подложке. Формирование слоя Ti толщиной 450 ± 50 нм проводили путем электронно-лучевого напыления на установке «Оратория-9». Третья серия для исследования магнетотранспортных свойств – матрицы МПАОА толщиной 13,5–60,0 мкм и диаметром пор 100–200 нм с электроосажденными многослойными Cu/CoNi-нанопроволоками. Толщина ферромагнитных слоев составляла 25 нм, а диамагнитных – 2–12 нм. Для всех серий

образцов осуществляли селективное химическое травление барьерного слоя в 4%-ном водном растворе ортофосфорной кислоты (H_3PO_4) при температуре 35 °С.

Электрохимическое осаждение Ni для формирования нанопроволок и наностолбиков проводили в следующем электролите: 140 г/л $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 30 г/л $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 25 г/л H_3BO_3 , 60 г/л Na_2SO_4 . Кислотность электролита определяли с помощью pH-метра Hanna HI83141 и доводили до уровня 5,2 путем добавления NaOH. Температура осаждения равнялась 20 °С. Плотность тока составляла 1,5 мА/см². Электроосаждение многослойных Cu/CoNi-нанопроволок осуществляли из следующего электролита: $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ – 100–280 г/л, $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ – 20–100 г/л, $\text{NiCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ – 10 г/л, H_3BO_3 – 30 г/л, сахарин – 1 г/л, $\text{CuSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ – 2 г/л. Нанопроволоки CoNi, содержащие 30 ат.% Co и 70 ат.% Ni, осаждали в потенциостатическом режиме при потенциалах $\varphi_{\text{NiCo}} = -(1,2-1,9)$ В и $\varphi_{\text{Cu}} = -(0,3-0,4)$ В. Температура электролита равнялась 20–25 °С, кислотность pH 2,4, в качестве анода был выбран никель.

Морфологические параметры полученных экспериментальных образцов исследовали методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) (Philips XL30SFEG) при ускоряющем напряжении 15,0 кВ. Магнитные свойства, температурные и полевые зависимости коэффициента гигантского магнитосопротивления (ГМС) измеряли методом вибрационной магнитометрии с помощью универсальной измерительной установки (Cryogenic LTD) в диапазоне температур от –269 до +27 °С и магнитном поле до 14 Тл. Относительная погрешность измерения удельного электросопротивления не превышала 1,5 %. Измерение удельного электросопротивления проводилось четырехзондовым методом в геометрии «ток параллелен магнитному полю и перпендикулярен плоскости матрицы». Электрохимическое поведение композиционного материала Ti/Al₂O₃/Ni исследовалось с помощью потенциостата-гальваностата (AUTOLAB PGSTAT302n) в трехэлектродной ячейке с Ag/AgCl электродом сравнения. Изучение коррозионной стойкости проводили в физиологическом растворе (ФР) (0,9 % NaCl). Данный раствор (ФР–NaCl – 8,5 г, дистиллированная вода – 1000 мл) аналогичен раствору «Тирод», который представляет собой имитацию биологической жидкости [20]. Кислотность ФР составляла $6,14 \pm 0,01$.

Результаты и обсуждение. Магнитные свойства Ni-нанопроволок в МПАОА. На рис. 1 показаны СЭМ-изображения МПАОА с типичной для сформированного двухстадийным анодированием оксида алюминия. Каждая ячейка состоит из поры в середине и после травления отделена от алюминия барьерным слоем оксида алюминия (рис. 1 *правая вставка* – до травления барьерного слоя, *левая вставка* – после травления).

Видно, что каждая ячейка имеет шесть соседних ячеек и гексагональный пространственный порядок в распределении нанопор в данном образце вполне идеален. Из рис. 1 заметно, что диаметр Ni-нанопроволок равен диаметру поры и нанопроволоки заполняют каждую из пор. Полученные данные СЭМ демонстрируют, что топологические характеристики Ni-нанопроволок (плотность, толщина, однородность и регулярность) зависят от параметров синтеза нанопроволок, а также от морфологии МПАОА.

Нами проведено исследование магнитных свойств Ni-нанопроволок в МПАОА, таких как зависимость удельной намагниченности (M) от напряженности магнитного поля (H) и температуры (рис. 2). Магнитные характеристики экспериментальных образцов сравнивались с характеристиками объемного Ni и данными других работ [22, 23]. Исследования Ni-нанопроволок в МПАОА показывают, что магнитные свойства материала являются функцией геометрических параметров нанопроволок [21], которые зависят от условий синтеза [22].

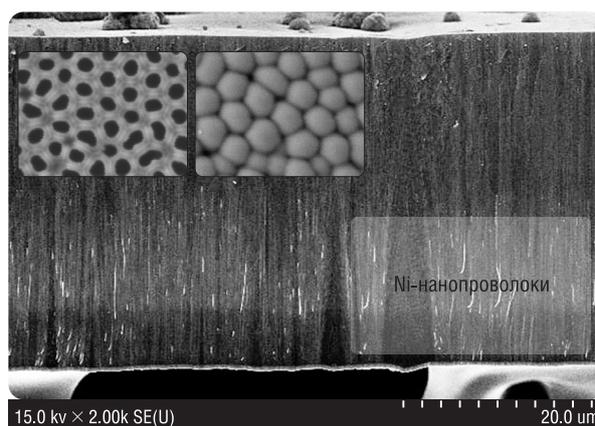


Рис. 1. Поперечное СЭМ-изображение Ni-нанопроволок в матрице на основе пористого анодного оксида алюминия и поверхности барьерного слоя до (*правая вставка*) и после (*левая вставка*) проведения химического травления

Fig. 1. Cross-section SEM image of Ni nanowires in a matrix based on porous anodic alumina and the surface of the barrier layer before (*right inset*) and after (*left inset*) chemical etching

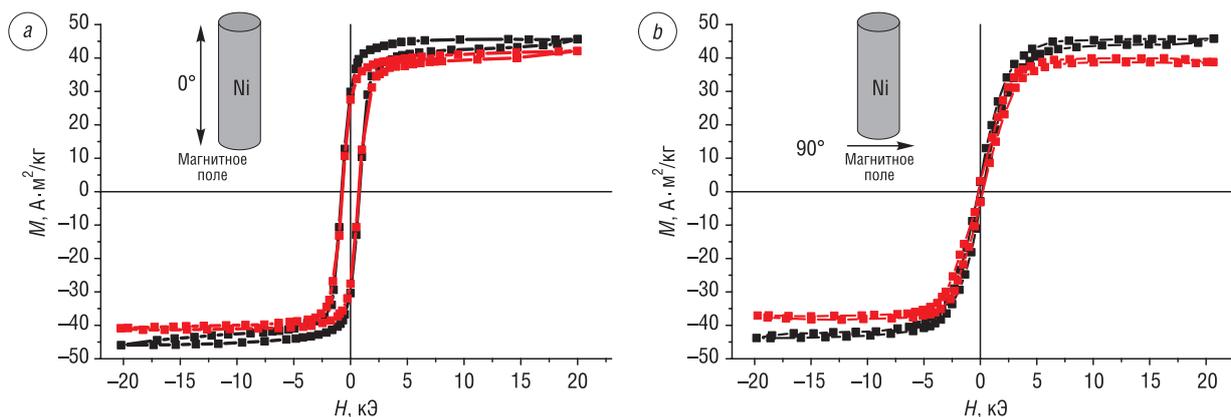


Рис. 2. Петли гистерезиса Ni-нанопроволок при параллельном (а) и перпендикулярном (b) направлении магнитного поля относительно ориентации образца при температуре 27 °С (красные линии) и -269 °С (черные линии)

Fig. 2. Hysteresis loops of Ni nanowires with parallel (a) and perpendicular (b) directions of the magnetic field relative to the sample orientation at temperatures of 27 °C (red lines) and -269 °C (black lines)

Из петель гистерезиса были рассчитаны основные магнитные характеристики (H_c – коэрцитивная сила, M_r – остаточная намагниченность, M_s – намагниченность насыщения). Следует отметить, что измерения незаполненной матрицы проводились в тех же условиях для более точного расчета магнитных параметров. Затем полученные данные удельной намагниченности вычитали из экспериментальных данных Ni-нанопроволок в МПАОА.

Из рис. 2 видно, что квадратная форма и расширение петель гистерезиса больше, когда поле приложено параллельно оси Ni-нанопроволок. Никелевые нанопроволоки имеют характерное поведение удельной намагниченности из-за одноосной анизотропии формы. Анизотропия формы приводит к наличию двух устойчивых ориентаций магнитного момента, особенно в параллельном или антипараллельном направлении оси нанопроволоки [18].

Описание магнитных параметров Ni-нанопроволок в МПАОА в сравнении с объемным кристаллическим Ni и нанопроволоками из [22, 23] представлено в таблице.

Геометрические параметры для нанопроволок Ni взяты из [22]: Ni-нанопроволоки с диаметром $d = 70$ нм и с толщиной матрицы 50 мкм; объемный Ni [23] – тонкая пленка толщиной 2–3 мкм. Перпендикулярное направление приложенного магнитного поля к поверхности МПАОА соответствует направлению, параллельному оси образца (рис. 2, а). Когда Ni-нанопроволоки с трудом намагничивались в параллельном направлении, коэрцитивная сила достигала более 750 кЭ. Когда нанопроволоки намагничивались в перпендикулярном направлении, H_c достигала 167 кЭ. Нами установлено, что коэрцитивная сила и отношение прямоугольности M_r/M_s Ni-нанопроволок больше, чем у объемного Ni [23], и практически сопоставимы с такими же параметрами для Ni-нанопроволок в шаблоне из анодного оксида алюминия в [23].

Электрохимические свойства Ni-наностолбиков в МПАОА. На рис. 3 представлено изображение поперечного сечения МПАОА и Ni-наностолбиков (рис. 3, вставка), сформированных в порах матрицы.

Сравнение магнитных свойств экспериментальных образцов Ni-нанопроволок в МПАОА с данными из [22, 23]

Comparison of the magnetic properties of the experimental samples of Ni nanowires in a PAAM matrix with data from works [22, 23]

Тип образца	Температура, °С	H_c , Э	H_c ⊥, Э	M_r/M_s	M_r/M_s ⊥
Ni в МПАОА	-269	769	167	0,65	0,06
	27	724	184	0,65	0,08
[22]	27	580	162	0,49	0,06
[23]	27	100	–	0,049	0

На вставке рис. 3 видно, что при осаждении Ni на постоянном токе в порах МПАОА образуются плотные наностолбики Ni с гладкой поверхностью. Их высота зависит от времени осаждения, необходимого для формирования Ni по обычному механизму электрохимического осаждения – «снизу вверх» (от дна поры к поверхности). Рост массива Ni-наностолбиков с высокой плотностью показывает, что барьерный слой на дне пор был полностью удален в результате химического травления, а Ti-подслой является проводящим и поры МПАОА открыты.

Для изучения электрохимических процессов, происходящих на поверхности композитного материала $\text{Ti}/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}$, использовались методы линейной поляризации (вольтамперометрия) или метод потенциодинамической поляризации. На рис. 4 показаны потенциодинамические поляризационные кривые электрода $\text{Ti}/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}$ (a) и $\text{Ti}/\text{Al}_2\text{O}_3$ до селективного травления барьерного слоя матрицы (b) в 0,9%-ном водном растворе NaCl (ФР). Фактически второй образец представляет собой границу раздела матрица–электролит, то есть характеризует электрохимическое поведение Al_2O_3 . Из потенциодинамической кривой (см. рис. 4) были определены параметры пассивации матрицы: начальный потенциал пассивации ($E_{\text{пп}} = -0,5$ В по отношению к Ag/AgCl электроду), полный потенциал пассивации ($E_{\text{пп}} = -0,37$ В), плотность тока пассивации ($J_{\text{п}} = 7,0 \cdot 10^{-2}$ мкА/см²). Матрица в данном диапазоне потенциалов является пассивной и вносит незначительный вклад в коррозионный ток образца. Кроме того, в этих экспериментальных условиях, когда мог быть реализован электрохимический механизм коррозии во время создания гальванопары (Ti/Ni), потенциал коррозии ($E_{\text{кор}}$) незначителен.

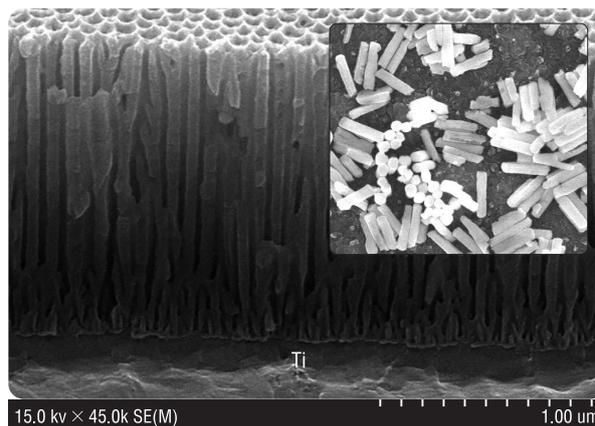


Рис. 3. СЭМ-изображение МПАОА и Ni-наностолбиков (вставка)

Fig. 3. SEM image of MPAOA and Ni nanopillars (inset)

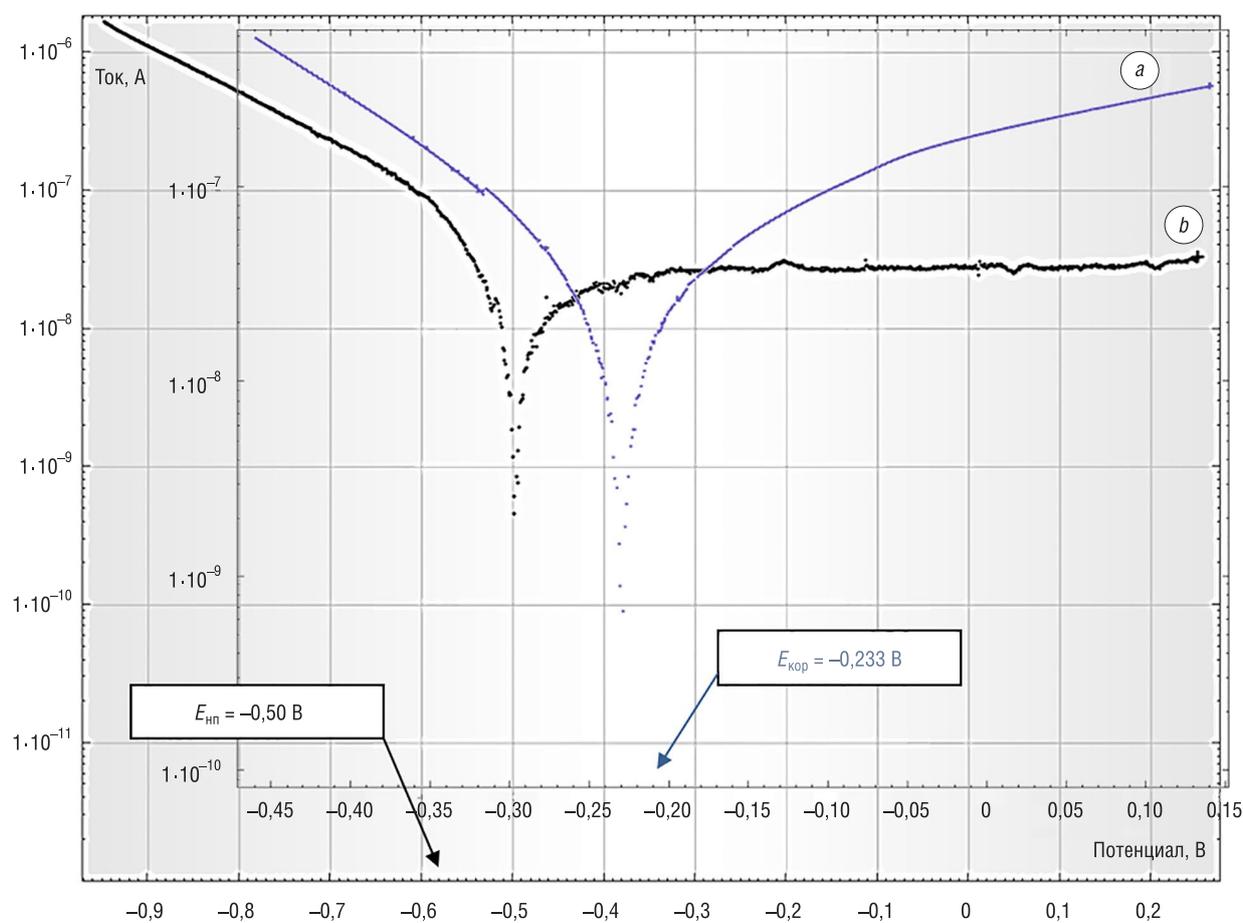


Рис. 4. Вольтамперометрические поляризационные кривые композиционного материала $\text{Ti}/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}$ (a) и $\text{Ti}/\text{Al}_2\text{O}_3$ (b) относительно Ag/AgCl -электрода

Fig. 4. Voltamperometric polarization curves of the $\text{Ti}/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}$ (a) and $\text{Ti}/\text{Al}_2\text{O}_3$ (b) composite materials relative to the Ag/AgCl electrode

Есть несколько причин, по которым электрохимическое поведение композитного пористого электрода отличается от поведения идеального гладкого электрода с двойным электрическим слоем на границе раздела с электролитом. Во-первых, в этом случае реакции Фарадея и омическое сопротивление (возникающее в результате диффузии электролита вглубь пористого электрода) влияют на поведение композитного материала. Одна из окислительно-восстановительных реакций Фарадея обусловлена переходом Ni^{2+} в Ni^{3+} (с образованием тонкого слоя NiO на поверхности Ni) в процессе вольтамперометрических исследований. Во-вторых, на результат влияет и смачиваемость электрода. Гидрофобная поверхность гладкого металлического электрода уменьшает доступную площадь электрода, и разбавленный водный раствор NaCl не может полностью его смочить. Развитая поверхность матрицы на основе пористого оксида алюминия с узкими глубокими порами также может иметь разную степень гидрофильности [4]. Кроме того, не исключена возможность образования плотной защитной оксидной пленки на поверхности Ni -наностолбиков, препятствующей проникновению активных ионов агрессивной среды и растворению материала.

Магнитотранспортные свойства Cu/CoNi многослойных нанопроволок в МПАОА. Образцы нескольких типов были изготовлены с двумя основными переменными параметрами: толщиной МПАОА (переменное геометрическое соотношение «длина/толщина») и толщиной диамагнитных слоев (Cu). С целью установления влияния изменения длины нанопроволок и толщины диамагнитного слоя на коэффициент ГМС диаметр пор был установлен на уровне 100 нм (рис. 5, *b*), а толщина ферромагнитного слоя зафиксирована на уровне 25 нм.

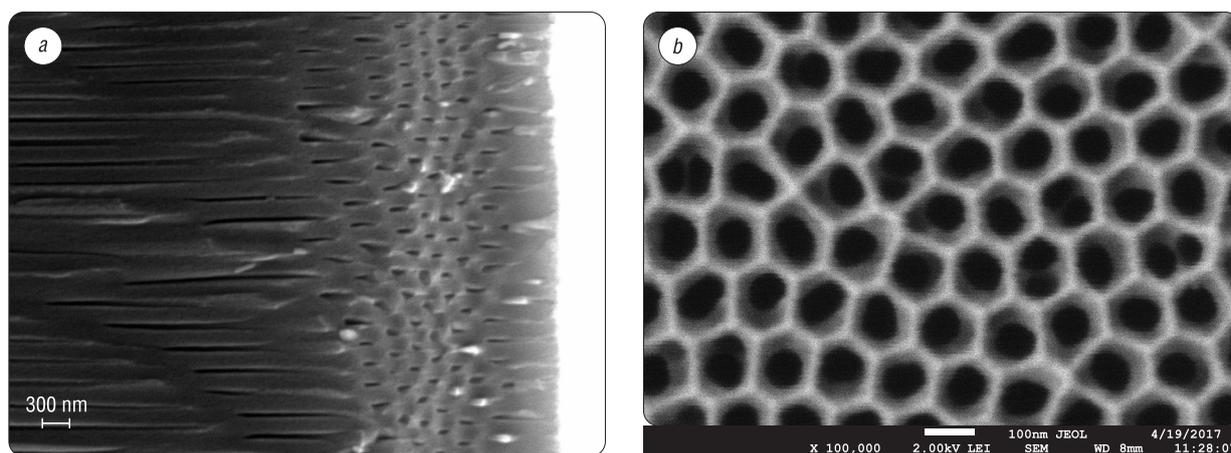


Рис. 5. СЭМ-изображения морфологии МПАОА: *a* – поперечное сечение матрицы, *b* – поверхность матрицы
Fig. 5. SEM images of MPAOA matrix morphology: *a* – matrix cross-section, *b* – matrix surface

Во всех образцах многослойных нанопроволок Cu/CoNi наблюдалось плотное равномерное заполнение пор. Максимальное соотношение коэффициента ГМС для многослойных нанопроволок, электроосажденных в матрицу с наименьшей толщиной (13,5 мкм) и максимальной толщиной диамагнитных слоев (12 нм), составило 1,9 % в магнитном поле 130 мТл при 300 К. На рис. 6 представлены полевые зависимости коэффициентов ГМС для многослойных нанопроволок в МПАОА с различной толщиной матрицы (h) и диамагнитных слоев (d_{Cu}): $h = 13,5$ мкм, $d_{\text{Cu}} = 12$ нм (*a*); $h = 20$ мкм, $d_{\text{Cu}} = 5$ нм (*b*); $h = 40$ мкм, $d_{\text{Cu}} = 5$ нм (*c*); $h = 40$ мкм, $d_{\text{Cu}} = 2$ нм (*d*); $h = 60$ мкм, $d_{\text{Cu}} = 2$ нм (*e*).

Полевые зависимости коэффициентов ГМС Cu/NiCo -нанопроволок, показанные на рис. 6, имеют симметричную форму, обусловленную простой формой многослойной нанопроволоки, состоящей только из двух чередующихся слоев. Отчетливо видно монотонное увеличение абсолютного значения коэффициента ГМС в магнитном поле 130 мТл при 300 К от 1,9 % до 18,3 % при увеличении отношения «длина нанопроволоки/толщина диамагнитного слоя» от 1 до 30. Коэффициент магнитного рассеяния, как известно, пропорционален общему количеству ферромагнитных/диамагнитных границ раздела в пределах длины нанопроволоки, которая линейно зависит от указанного. Подходит такое же объяснение и для роста фактора ГМС при умень-

шении толщины диамагнитного слоя. Между тем уменьшенная толщина диамагнитного слоя вызывает более сильное взаимодействие спин-поляризованных электронов в магнитных слоях через Рудермана–Киттеля–Касуя–Иосиды (РККИ) обменное взаимодействие. В подтверждение нашего предположения нанопроволока с максимальным отношением ее длины к толщине диамагнитного слоя обладает наибольшим коэффициентом ГМС 18,3 % в 130 мТл (см. рис. 6, e).

В [25] также были показаны зависимости эффекта ГМС от толщины для CoNiCu/Cu-нанопроволок с фиксированной номинальной толщиной слоя CoNiCu и различной толщиной слоя Cu. Толщина ферромагнитного слоя была зафиксирована на уровне 3,3 нм, а диамагнитного слоя варьировалась от 6,6 до 2,0 нм. Как и в нашем случае, авторы [25] также отметили, что коэффициент ГМС увеличивается с уменьшением толщины Cu, как и ожидалось в соответствии с моделью Вале–Ферта (ВФ), поскольку уменьшение толщины Cu снижает составляющую сопротивления, которая не зависит от намагниченности [26].

Исследованы полевые зависимости ГМС нанопроволок Cu (2 нм)/CoNi в МПАОА толщиной 60 мкм. На рис. 7 представлены полевые зависимости во внешнем магнитном поле 0–200 мТл и в интервале температур от –263 до +27 °С.

Видно, что коэффициент ГМС увеличивается с понижением температуры вследствие уменьшения вклада тепловых флуктуаций, которые приводят к увеличению степени магнитного порядка ферромагнитных слоев и, соответственно, к процентному увеличению спин-поляризованных носителей заряда.

Выводы

1. Показана перспективность использования матриц на основе пористого анодного оксида алюминия в качестве основы для шаблонного синтеза функциональных магнитных структур. Сочетание методики двухстадийного электрохимического анодирования с последующим удалением барьерного слоя и осаждением магнитных наноматериалов в упорядоченные поры открывает перспективы использования композитных материалов в микро- и нанoeлектронике, сенсорике и биомедицине.

2. Исследование функциональных свойств магнитных композиционных материалов на основе Ni и Cu/NiCo показало, что Ni-нанопроволоки, сформированные в МПАОА обладают ферромагнитными свойствами. Значения коэффициентов коэрцитивности и прямоугловности зависят от плотности Ni-нанопроволок, что свидетельствует о магнитной анизотропии и взаимном взаимодействии нанопроволок. Коэрцитивная сила достигала более 750 кЭ, а коэффициент

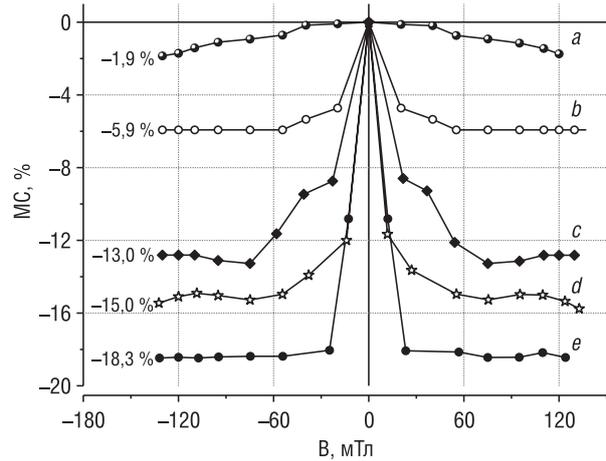


Рис. 6. Полевые зависимости коэффициентов ГМС многослойных Cu/NiCo нанопроволок в МПАОА. Толщина матрицы и диамагнитных слоев составляет: a – $h \sim 13,5$ мкм, $d_{Cu} \sim 12$ нм; b – $h \sim 20$ мкм, $d_{Cu} \sim 5$ нм; c – $h \sim 40$ мкм, $d_{Cu} \sim 5$ нм; d – $h \sim 40$ мкм, $d_{Cu} \sim 2$ нм; e – $h \sim 60$ мкм, $d_{Cu} \sim 2$ нм

Fig. 6. Field dependences of GMR coefficients of the multilayered Cu/NiCo nanowires in MPAOA. The thicknesses of matrices and diamagnetic layers are: a – $h \sim 13,5$ μm , $d_{Cu} \sim 12$ nm; b – $h \sim 20$ μm , $d_{Cu} \sim 5$ nm; c – $h \sim 40$ μm , $d_{Cu} \sim 5$ nm; d – $h \sim 40$ μm , $d_{Cu} \sim 2$ nm; e – $h \sim 60$ μm , $d_{Cu} \sim 2$ nm

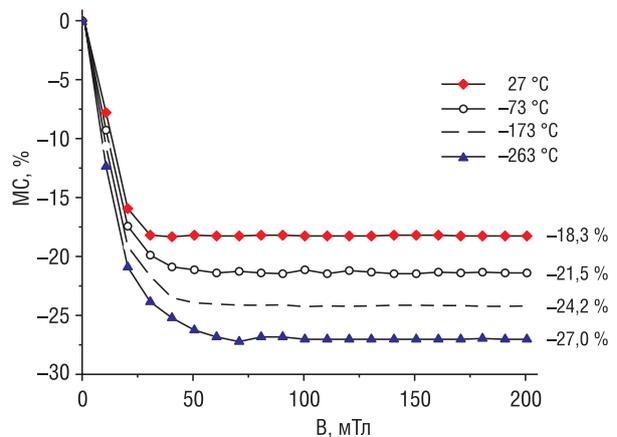


Рис. 7. Полевые зависимости коэффициента ГМС образца Cu (2 нм)/CoNi в МПАОА толщиной 60 мкм в интервале температур от –263 до +27 °С

Fig. 7. Field dependences of the GMR coefficient of a Cu (2 nm)/CoNi in a 60 μm MPAOA in the temperature range from –263 to +27 °C

прямоугольности – до 0,65 при предложенных оптимальных условиях синтеза Ni-нанопроволок. Магнитные параметры упорядоченных массивов Ni-нанопроволок позволяют использовать их в магнитных носителях записи, жестких дисках, системах хранения информации и сенсорах. Кроме того, такие структуры представляют значительный фундаментальный интерес для исследований магнетизма в наноматериалах, который существенно отличается от магнитных свойств объемных и тонкопленочных материалов.

3. Рассмотрен метод формирования композиционного материала на основе Ni-наностолбиков (диаметр пор 50–75 мкм), внедренных в пористую матрицу оксида алюминия. Изучение экспериментальных поляризационных кривых показало, что МПАОА является не только основой для шаблонного синтеза, но и выполняет защитные функции. Коррозионная стойкость композитного Ti/Al₂O₃/Ni материала обусловлена защитными свойствами матрицы, которая является нейтральным и защитным компонентом композита в диапазоне потенциалов от –450 до +450 мВ. Механизм электрохимической коррозии гальванопары Ti/Ni также не реализуется, так как в компактном композиционном материале отсутствуют поры или трещины, а массоперенос ионов Ti или Al в жидкую фазу практически невозможен. Полученные результаты исследований показали, что нанокompозитный материал в МПАОА может быть использован в биомедицине в качестве объекта-носителя для адресной доставки лекарств.

4. Экспериментальные образцы, полученные поочередным осаждением слоев Cu/CoNi в МПАОА (диаметр пор 0,1–0,2 мкм), характеризуются отрицательным ГМС. Величина эффекта ГМС в многослойных структурах зависит от многих факторов: соотношения «длина/толщина» нанопроволок, количества ферромагнитных и диамагнитных слоев и их толщины, качества границ раздела чередующихся слоев, химической чистоты отдельных слоев (наличие диамагнитных примесей в ферромагнитных слоях снижает коэффициент спиновой поляризации носителей заряда) и температуры. Такие структуры могут быть использованы для создания датчиков магнитного поля, биосенсоров, устройств МЭМС и устройств хранения информации с высокой плотностью записи (перпендикулярный тип записи).

Благодарности

Автор статьи благодарит ведущего научного сотрудника НИЛ 4.2 НИЧ БГУИР кандидата технических наук Аллу Ильиничну Воробьеву и заведующего НИЛ 4.2 Дмитрия Леонидовича Шимановича за содействие в проведении исследований.

Acknowledgements

The author of the article is grateful to Leading Researcher of Research Laboratory 4.2 of BSUIR, Ph. D. (Engineering) Alla I. Vorobjova and Head of Research Laboratory 4.2 Dmitry L. Shimanovich for assistance in research.

Список использованных источников

1. Ferry, D.K. Nanowires in nanoelectronics / D.K. Ferry // *Science*. – 2008. – Vol. 319. – P. 579–580. <https://doi.org/10.1126/science.1154446>
2. Long term stability of nanowire nanoelectronics in physiological environments / W. Zhou [et al.] // *Nano Lett.* – 2014. – Vol. 14. – P. 1614–1619. <https://doi.org/10.1021/nl500070h>
3. Шиманович, Д.Л. Методы электрохимического формирования однослойных и двухслойных мембранных структур на основе наноструктурированного анодного оксида алюминия / Д.Л. Шиманович, В.А. Сокол, Д.И. Чушкова // *Вест. Нац. акад. наук Беларуси. Сер. физ.-техн. наук.* – 2014. – №2. – С. 19–23.
4. Zhou, Z. Progress in nanoporous templates: beyond anodic aluminum oxide and towards functional complex materials / Z. Zhou, S.S. Nonnenman // *Nanomater.* – 2019. – Vol. 12. – P. 2535. <https://doi.org/10.3390/ma12162535>
5. Toward mechano-spintronics: Nanostructured magnetic multilayers for the realization of microcantilever sensors featuring wireless actuation for liquid environments / A. Chiolerio [et al.] // *J. Intell. Mater. Syst. Struct.* – 2012. – Vol. 24, iss. 18. – P. 2189–2196. <https://doi.org/10.1177/1045389X12445031>
6. FeNi nanotubes: Perspective tool for targeted delivery / E. Kaniukov [et al.] // *Appl. Nanosci.* – 2019. – Vol. 9, iss. 5. – P. 835–844. <https://doi.org/10.1007/s13204-018-0762-4>
7. Novel Fabrication Method for a High-Performance Soft-Magnetic Composite Composed of Alumina-Coated Fe-Based Metal Powder / S. Choi [et al.] // *J. Electronic Mater.* – 2021. – Vol. 50, iss. 2. – P. 664–674. <https://doi.org/10.1007/s11664-020-08607-8>
8. FeCo nanotubes: Possible tool for targeted delivery of drugs and proteins / A. Kozlovskiy [et al.] // *Appl. Nanosci.* – 2019. – Vol. 9, iss. 5. – P. 1091–1099. <https://doi.org/10.1007/s13204-018-0889-3>
9. High corrosion-resistance nanocrystalline Ni coating on AZ91D magnesium alloy / C. Gu [et al.] // *Surf. Coat. Technol.* – 2006. – Vol. 200, iss. 18–19. – P. 5413–5418. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2005.07.001>
10. Grain size effect in corrosion behavior of electrodeposited nanocrystalline Ni coatings in alkaline solution / L. Wang [et al.] // *Scr. Mater.* – 2006. – Vol. 55, iss.7. – P. 657–660. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2006.04.009>

11. Composite electrodeposition to obtain nanostructured coatings / L. Benea [et al.] // *J. Electrochem. Soc.* – 2001. – Vol. 148, №7. – P. C461–C465. <https://doi.org/10.1149/1.1377279>
12. Danişman, M. Effect of Cr content on mechanical and electrical properties of Ni-Cr thin films / M. Danişman, N. Cansever // *J. Alloys Compd.* – 2010. – Vol. 493, – P. 649–653. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2009.12.180>.
13. Structure and magnetic properties of ferromagnetic nanowires in self-assembled arrays / H. Zeng [et al.] // *Phys. Rev. B.* – 2002. – Vol. 65, iss.13. – P. 1–8. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.65.134426>
14. A comparison of the magnetic properties of Ni and Co nanowires deposited in different templates and on different substrates / O. Yalçın [et al.] // *J. Magn. Magn. Mater.* – 2015. – Vol. 373. – P. 207–212. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2014.04.004>
15. Fabrication and magnetic properties of nickel nanowires / S.W. Lin [et al.] // *J. Magn. Magn. Mater.* – 2004. – Vol. 282. – P. 28–31. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2004.05.023>
16. Magnetic behaviour of densely packed hexagonal arrays of Ni nanowires: Influence of geometric characteristics / M. Vázquez [et al.] // *J. Magn. Magn. Mater.* – 2005. – Vol. 294. – P. 174–181. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2005.03.032>
17. Targeting and retention of magnetic targeted carriers (MTCs) enhancing intra-arterial chemotherapy / S. Goodwin [et al.] // *J. Magn. Magn. Mater.* – 1999. – Vol. 194, iss. 1–3. – P. 132–139. [https://doi.org/10.1016/S0304-8853\(98\)00584-8](https://doi.org/10.1016/S0304-8853(98)00584-8)
18. Sellmyer, D.J. Magnetism of Fe, Co and Ni nanowires in self-assembled arrays / D.J. Sellmyer, M. Zheng, R. Skomski // *J. Phys. Condens. Matter.* – 2001. – Vol. 13, iss. 25. – P. R433–R460. <https://doi.org/10.1088/0953-8984/13/25/201>
19. Osmanbeyoglu, H.U. Thin alumina nanoporous membranes for similar size biomolecule separation / H.U. Osmanbeyoglu, T.B. Hur, H.K. Kim // *J. Memb. Sci.* – 2009. – Vol. 343, iss. 1–2. – P. 1–6. <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2009.07.027>
20. Corrosion behaviour of biomaterials in synthetic biological solutions / R. Nagalakshmi [et al.] // *Eur. Chem. Bull.* – 2013. – Vol. 2, iss. 4. – P. 171–179.
21. Magnetic properties of Ni nanowires in self-assembled arrays / M. Zheng [et al.] // *Phys. Rev. B.* – 2000. – Vol. 62, iss. 18. – P. 12282–12286. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.62.12282>
22. Fabrication and magnetic properties of metallic nanowires via AAO templates / S. Thongmee [et al.] // *J. Magn. Magn. Mater.* – 2009. – Vol. 321, iss. 18. – P. 2712–2716. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2009.03.074>
23. Magnetic properties of graphitically encapsulated nickel nanocrystals / J.-H. Hwang [et al.] // *J. Mater. Res.* – 1997. – Vol. 12, iss. 4. – P. 1076–1082. <https://doi.org/10.1557/JMR.1997.0150>
24. Srinivasan, V. An Electrochemical Route for Making Porous Nickel Oxide Electrochemical Capacitors / V. Srinivasan, J.M. Weidner // *J. Electrochim. Soc.* – 1997. – Vol. 144, iss. 8. – P. L210–L213. <https://doi.org/10.1149/1.1837859>
25. GMR in multilayered nanowires electrodeposited in track-etched polyester and polycarbonate membranes / F. Nasirpouria [et al.] // *J. Magn. Magn. Mater.* – 2007. – Vol. 308, iss. 1. – P. 35–39. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2006.04.035>
26. Arrays of nanowires of magnetic metals and multilayers: Perpendicular GMR and magnetic properties / L. Piroux [et al.] // *J. Magn. Magn. Mater.* – 1997. – Vol. 175, iss. 1. – P. 127–136. [https://doi.org/10.1016/S0304-8853\(97\)00157-1](https://doi.org/10.1016/S0304-8853(97)00157-1)

References

1. Ferry D.K. Nanowires in nanoelectronics. *Science*, 2008, vol. 319, pp. 579–580. <https://doi.org/10.1126/science.1154446>
2. Zhou W., Dai X., Fu T.-M., Xie C., Liu J., Lieber C.M. Long term stability of nanowire nanoelectronics in physiological environments. *Nano Letters*, 2014, vol. 14, pp. 1614–1619. <https://doi.org/10.1021/nl500070h>
3. Shimanovich D. L., Sokol V. A., Chushkova D.I. Methods of electrochemical formation of single-layer and double-layer membrane structures based on nanostructured anodic alumina *Vesti Natsyynal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2014, no. 2, pp. 19–23 (in Russian).
4. Zhou Z., Nonnenman S.S. Progress in nanoporous templates: beyond anodic aluminum oxide and towards functional complex materials. *Nanomaterials*, 2019, vol. 12, 2535. <https://doi.org/10.3390/ma12162535>
5. Chiolerio A., Ferrante I., Ricci A., Marasso S. L., Tiberto P., Canavese G., Ricciardi C., Allia P. Toward mechatronics: Nanostructured magnetic multilayers for the realization of microcantilever sensors featuring wireless actuation for liquid environments. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 2012, vol. 24, iss. 18, pp. 2189–2196. <https://doi.org/10.1177/1045389X12445031>
6. Kaniukov E., Shumskaya A., Yakimchuk B., Kozlovskiy A., Korolkov I., Ibragimova M., Zdorovets M., Kadyrzhanov K., Rusakov V., Fadeev M. et al. FeNi nanotubes: Perspective tool for targeted delivery. *Applied Nanoscience*, 2019, vol. 9, iss. 5, pp. 835–844. <https://doi.org/10.1007/s13204-018-0762-4>
7. Sungjoon Choi, Sunwoo Lee, Chris Yeajoon Bon, KangHyuk Lee, Seong Jin Choi & Sang-Im Yoo. Novel Fabrication Method for a High-Performance Soft-Magnetic Composite Composed of Alumina-Coated Fe-Based Metal Powder. *Journal of Electronic Materials*, 2021, vol. 50, iss. 2, pp. 664–674. <https://doi.org/10.1007/s11664-020-08607-8>
8. Kozlovskiy A., Zdorovets M., Kadyrzhanov K., Korolkov I., Rusakov V., Nikolaevich L., Fesenko O., Budnyk O., Yakimchuk D., Shumskaya A. et al. FeCo nanotubes: Possible tool for targeted delivery of drugs and proteins. *Applied Nanoscience*, 2019, vol. 9, iss. 5, pp. 1091–1099. <https://doi.org/10.1007/s13204-018-0889-3>
9. Gu C., Lian J., He J., Jiang J., Jiang Q. High corrosion-resistance nanocrystalline Ni coating on AZ91D magnesium alloy. *Surface and Coatings Technology*, 2006, vol. 200, iss. 18–19, pp. 5413–5418. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2005.07.001>
10. Wang L., Zhang J., Gao Y., Xue Q., Hu L., Xu T. Grain size effect in corrosion behavior of electrodeposited nanocrystalline Ni coatings in alkaline solution. *Scripta Materialia*, 2006, vol. 55, iss. 7, pp. 657–660. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2006.04.009>

11. Benea L., Bonora P. L., Borello A., Martelli F., Wenger F., Pontiaux P., Galland J. Composite electrodeposition to obtain nanostructured coatings. *Journal of The Electrochemical Society*, 2001, vol. 148, no. 7, pp. C461–C465. <https://doi.org/10.1149/1.1377279>
12. Danişman M., Cansever N. Effect of Cr content on mechanical and electrical properties of Ni-Cr thin films. *Journal of Alloys and Compounds*, 2010, vol. 493, iss. 1–2, pp. 649–653. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2009.12.180>
13. Zeng H., Skomski R., Menon L., Liu Y., Bandyopadhyay S., Sellmyer D.J. Structure and magnetic properties of ferromagnetic nanowires in self-assembled arrays. *Physical Review B: Covering Condensed Matter and Materials Physics*, 2002, vol. 65, iss.13, pp. 1–8. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.65.134426>
14. Yağın O., Kartopu G., Çetin H., Demiray A. S., Kazan S. A comparison of the magnetic properties of Ni and Co nanowires deposited in different templates and on different substrates. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2015, vol. 373, pp. 207–212. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2014.04.004>
15. Lin S. W., Chang S. C., Liu R. S., Hu S. F., Jan N. T. Fabrication and magnetic properties of nickel nanowires. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2004, vol. 282, pp. 28–31. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2004.05.023>
16. Vázquez M., Pirota K., Torrejón J., Navas D., Hernández-Vélez M. Magnetic behaviour of densely packed hexagonal arrays of Ni nanowires: Influence of geometric characteristics. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2005, vol. 294, pp. 174–181. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2005.03.032>
17. Goodwin S., Peterson C., Hoh C., Bitther K. Targeting and retention of magnetic targeted carriers (MTCs) enhancing intra-arterial chemotherapy. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 1999, vol. 194, iss. 1–3, pp. 132–139. [https://doi.org/10.1016/S0304-8853\(98\)00584-8](https://doi.org/10.1016/S0304-8853(98)00584-8)
18. Sellmyer D. J., Zheng M., Skomski R. Magnetism of Fe, Co and Ni nanowires in self-assembled arrays. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 2001, vol. 13, iss. 25, pp. R433–R460. <https://doi.org/10.1088/0953-8984/13/25/201>
19. Osmanbeyoglu H. U., Hur T. B., Kim H.K. Thin alumina nanoporous membranes for similar size biomolecule separation. *Journal of Membrane Science*, 2009, vol. 343, iss. 1–2, pp. 1–6. <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2009.07.027>
20. Nagalakshmi R., Rajendran S., Sathiyabama O., Pandiarajan M., Christy J.L. Corrosion behaviour of biomaterials in synthetic biological solutions. *European Chemical Bulletin*, 2013, vol. 2, iss. 4, pp. 171–179.
21. Zheng M., Menon L., Zeng H., Liu Y., Bandyopadhyay S., Kirby R. D., Sellmyer D.J. Magnetic properties of Ni nanowires in self-assembled arrays. *Physical Review B: Covering Condensed Matter and Materials Physics*, 2000, vol. 62, iss. 18, pp. 12282–12286. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.62.12282>
22. Thongmee S., Pang H. L., Ding J., Lin J.Y. Fabrication and magnetic properties of metallic nanowires via AAO templates. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2009, vol. 321, iss. 18, pp. 2712–2716. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2009.03.074>
23. Hwang J.-H., Dravid V. P., Teng M. H., Host J. J., Elliott B. R., Johnson D. L., Mason T.O. Magnetic properties of graphitically encapsulated nickel nanocrystals. *Journal of Materials Research*, 1997, vol. 12, iss. 4, pp. 1076–1082. <https://doi.org/10.1557/JMR.1997.0150>
24. Srinivasan V, Weidner J.M. An Electrochemical Route for Making Porous Nickel Oxide Electrochemical Capacitors. *Journal of The Electrochemical Society*, 1997, vol. 144, iss. 8, pp. L210–L213. <https://doi.org/10.1149/1.1837859>
25. Nasirpouria F., Southern P., Ghorbani M., Irajizad A., Schwarzacher W. GMR in multilayered nanowires electro-deposited in track-etched polyester and polycarbonate membranes. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2007, vol. 308, iss. 1, pp. 35–39. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2006.04.035>
26. Piraux L., Dubois S., Duvaill J.L., Ounadjela K., Fert A. Arrays of nanowires of magnetic metals and multilayers: Perpendicular GMR and magnetic properties. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 1997, vol. 175, iss. 1, pp. 127–136. [https://doi.org/10.1016/S0304-8853\(97\)00157-1](https://doi.org/10.1016/S0304-8853(97)00157-1)

Информация об авторе

Федосюк Валерий Михайлович – член-корреспондент Национальной академии наук Беларуси, доктор физико-математических наук, генеральный директор, заведующий лабораторией физики магнитных пленок, Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по материаловедению (ул. П. Бровки, 19, 220072, Минск, Республика Беларусь). E-mail: fedosyuk@physics.by

Information about the author

Valery M. Fedosyuk – Corresponding Member of the National Academy of Sciences of Belarus, D. Sc. (Physics and Mathematics), General Director, Head of the Laboratory of the Magnetic Films Physics, Scientific-Practical Materials Research Center of the National Academy of Sciences of Belarus (19, P. Brovka Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: fedosyuk@physics.by

ISSN 1561-8358 (Print)

ISSN 2524-244X (Online)

УДК 621.762:621.921

<https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-47-57>

Поступила в редакцию 01.12.2020

Received 01.12.2020

В. Т. Сенюць*Объединенный институт машиностроения Национальной академии наук Беларуси, Минск, Республика Беларусь*

СПЕКАНИЕ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ ИНСТРУМЕНТАЛЬНОГО НАЗНАЧЕНИЯ НА ОСНОВЕ ИМПАКТНЫХ АЛМАЗОВ В УСЛОВИЯХ ВЫСОКИХ ДАВЛЕНИЙ И ТЕМПЕРАТУР

Аннотация. Представлены результаты исследования композиционных материалов на основе порошка алмаз-лонсдейлитового абразива (АЛА) и различных связующих (механокомпозит Fe–Ti, карбид кремния SiC). С использованием импактных алмазов и наномеханокомпозита Fe–Ti получен металл-матричный композиционный материал с мультимодальной нано- и микроуровневой структурой, характеризующийся повышенной адгезией алмазных зерен к связке. Показано, что использование импактных алмазов по сравнению с синтетическими алмазами позволяет снизить давление термобарической обработки на 30–50 % при тех же температурах спекания. Применение композитов Fe–Ti–АЛА в процессе магнитно-абразивного полирования (МАП) позволяет повысить в 1,5–2 раза скорость съема материала на основе кремния и на 30 % сократить продолжительность обработки по сравнению с ферроабразивным порошком (ФАП) на основе синтетических алмазов. Исследовано влияние добавки карбида кремния на процесс получения сверхтвердого композиционного материала импактный алмаз – SiC. Выяснено, что добавка SiC способствуют снижению дефектности материала и повышению однородности его структуры по сравнению с материалом без добавки связующего. При этом увеличение содержания SiC и Si приводит также к инверсии типа структуры сверхтвердого композита с поликристаллической на матричную. Установлено, что дополнительное использование сажи аморфной и бора влияет на измельчение структуры матрицы композиционного материала вследствие формирования карбида бора и вторичного мелкодисперсного карбида кремния.

Ключевые слова: композиционные материалы, алмаз-лонсдейлитовый абразив, импактные алмазы, химико-термическое модифицирование, высокие давления и температуры, спекание

Для цитирования: Сенюць, В. Т. Получение композиционных материалов инструментального назначения на основе импактных алмазов в условиях высоких давлений и температур / В. Т. Сенюць // Вест. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2021. – Т. 66, № 1. – С. 47–57. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-47-57>

Vladimir T. Senyut*Joint Institute of Mechanical Engineering of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Republic of Belarus*

SINTERING OF COMPOSITE MATERIALS, BASED ON IMPACT DIAMONDS, UNDER HIGH PRESSURES AND TEMPERATURES FOR TOOL APPOINTMENT

Abstract. The article presents the results of a study of composite materials based on diamond-lonsdaleite abrasive (DLA) and various binders (Fe–Ti mechanocomposite, silicon carbide SiC). A metal-matrix composite material with a multimodal nano- and microlevel structure, characterized by increased adhesion of diamond grains to the binder, is obtained on the basis of impact diamonds and a Fe–Ti nano-mechanical composite. It is shown that the use of impact diamonds in comparison with synthetic diamonds makes it possible to reduce the pressure of thermobaric treatment by 30–50 % at the same sintering temperatures. The use of Fe–Ti–DLA composites in the process of magnetic-abrasive polishing (MAP) makes it possible to increase the removal rate of material based on silicon by 1.5–2 times and reduce the processing time by 30 % compared to ferroabrasive powder (FAP) based on synthetic diamonds. The effect of adding of silicon carbide on the process of obtaining a superhard composite material impact diamond – SiC is investigated. It is found that adding of SiC helps to reduce the defectiveness of the material and increase the homogeneity of its structure in comparison with the material without adding of a binder. In this case, an increase in the content of SiC and Si also leads to an inversion of the structure type of the superhard composite from polycrystalline to matrix. It is found that the additional use of amorphous soot and boron affects the refinement of the matrix structure of the composite material due to the formation of boron carbide and secondary finely dispersed silicon carbide.

Keywords: composite materials, diamond-lonsdaleite abrasive, impact diamonds, chemical-thermal modification, high pressures and temperatures, sintering

For citation: Senyut V. T. Sintering of composite materials, based on impact diamonds, under high pressures and temperatures for tool appointment. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnykh navuk* = *Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2021, vol. 66, no.1, pp. 47–57 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-47-57>

Введение. Традиционно задачами в области синтеза новых алмазных композиционных материалов (КМ) и поликристаллических сверхтвердых материалов (ПСТМ) является повышение их физико-механических характеристик, снижение себестоимости получения, улучшение эксплуатационных параметров алмазного инструмента и расширение областей его использования [1].

Как правило, при создании алмазных материалов применяют порошки синтетического алмаза с достаточно низким порогом графитизации, обусловленным присутствием в них примесей металлов-катализаторов [2]. Другая проблема заключается в значительной хрупкости порошков синтетического алмаза, что приводит к скалыванию режущей кромки, ухудшению качества поверхности обрабатываемого материала и преждевременному выходу из строя алмазного инструмента.

Расширению диапазона технологических режимов термобарической обработки и активации процессов взаимодействия алмаза со связующими при спекании под давлением будут способствовать исключение из состава алмазных КМ и ПСТМ связующих, которые катализируют обратное превращение алмаз–графит, наряду с подготовкой поверхности алмазных порошков, а также применение термостойких микро- и нанопорошков алмаза. Это позволит получать в производственных условиях алмазные и алмазосодержащие материалы с повышенными свойствами [3].

Использование наноструктурированных порошков импактных алмазов, характеризующихся отсутствием катализаторов графитизации в качестве альтернативного алмазного сырья, предполагает существенное повышение физико-механических свойств и эксплуатационных характеристик алмазных материалов и инструментов на их основе [4].

Импактные алмазы, а точнее, алмаз-лонсдейлитовый абразив (АЛА) Попигайского месторождения (Россия), – новый вид минерального сырья, не представленный на рынке и потому пока никак не используемый. Между тем АЛА обладает выдающимися технологическими свойствами, прежде всего абразивной способностью, которая в 1,5–2 раза превосходит абразивную способность природных технических и синтетических алмазов. АЛА представляет собой наноразмерный поликристаллический композиционный материал на основе алмазной и лонсдейлитовой фаз, благодаря чему он имеет преимущество перед обычными алмазами, чьи частицы представляют собой монокристаллы [5].

Для того чтобы оценить рыночную перспективу импактных алмазов, необходимо провести исследования по определению наиболее перспективных направлений использования данного вида алмазного сырья, изучить его физико-механические и технологические свойства, разработать составы реакционных шихт и гомогенных смесей на его основе для синтеза сверхтвердых композитов в широком диапазоне давлений и температур.

Цель работы – исследование влияния технологических параметров термобарического спекания и модифицирования алмазных порошков, а также добавок связующих на структуру и свойства композиционных и поликристаллических материалов инструментального назначения на основе импактных алмазов Попигайского месторождения.

Оборудование, материалы и методики исследований. Термобарическую обработку шихты выполняли в аппарате высокого давления (АВД) типа «наковальня с лункой» при давлениях 2,5–5,5 ГПа в диапазоне температур 1200–2000 °С. Для оценки уровня давления в камере синтеза использовали метод калибровки при комнатной температуре, основанный на сопоставлении усилия пресса и давления полиморфного превращения в реперном веществе, в качестве которого применяли Vi . Контроль температуры проводили с помощью хромель-алюмелевой и платина-платинородиевой термопар.

Для управления заданными параметрами синтеза и спекания СТМ использовался контроллер, разработанный на базе РС-совместимой промышленной рабочей станции со встроенным графическим LCD-дисплеем и клавиатурой.

Рентгеновские исследования порошков выполнены на дифрактометре D8 ADVANCE (фирма Bruker) в Cu-K_α излучении в автоматическом режиме съемки. Структурные исследования модифицированных алмазных порошков и спеченных композитов осуществляли на сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) высокого разрешения Mira (фирма Tescan) и на сканирующем электронном микроскопе VEGA II LMU.

На атомно-силовом микроскопе (АСМ) NT-206 (ОДО «МикроТестМашины», Беларусь) в контактном режиме исследовали морфологию поверхности и излома полученных образцов. Для изучения исходных порошков и микроструктуры полученных образцов использовали оптический микроскоп Микро 200 (НПО «Планар», Беларусь).

Микротвердость наноструктурных композитов определялась на микротвердомере ПМТ-3 алмазным индентором по шкале Виккерса с нагрузкой на индентор 100 г. Плотность образцов исследовали методом гидростатического взвешивания в четыреххлористом углероде. Термостойкость материала определяли по степени графитизации композита в результате его термической обработки при определенных температурах.

В качестве основы КМ применяли порошок импактных алмазов Попигайского кратера зернистостью 40–400 мкм. При получении металл-алмазного КМ был использован наноструктурный механокомпозит состава Fe – 20 % Ti [6].

Для спекания поликристаллического сверхтвердого материала алмаз – карбид кремния применяли карбид кремния SiC марки M7 с зернистостью основной фракции 7 мкм, а также микропорошок кремния Si дисперсностью менее 40 мкм. Для реакционного спекания использовали также добавки технического углерода (сажи) (ГОСТ 7885-86) и аморфного бора (ТУ 2112-001-49 534 204-2003) с размером частиц 5–20 мкм.

Результаты и их обсуждение. Модифицирование порошков импактных алмазов. На рис. 1 представлен внешний вид исследуемого порошка импактного алмаза.

В ходе проведенных исследований нами установлено, что удельная поверхность ($S_{уд}$) исходных порошков АЛА зернистостью от 150 до 400 мкм колеблется в пределах 0,7–0,8 м²/г. Сравнение полученных результатов с данными измерений $S_{уд}$ порошков АСМ показало [7], что удельная поверхность импактных алмазов на порядок выше $S_{уд}$ шлифпорошка АСМ 160/120 ($S_{уд} = 0,06$ м²/г) и в 2–5 раз выше, чем у значительно более дисперсных микропорошков АСМ (например, $S_{уд}$ микропорошка АСМ 14/10 – 0,42 м²/г; $S_{уд}$ микропорошка АСМ 60/40 – 0,15 м²/г). Это свидетельствует о развитости поверхности и высокой адсорбционной способности, определяющей эффективность процесса химико-термического модифицирования данной разновидности алмазов.

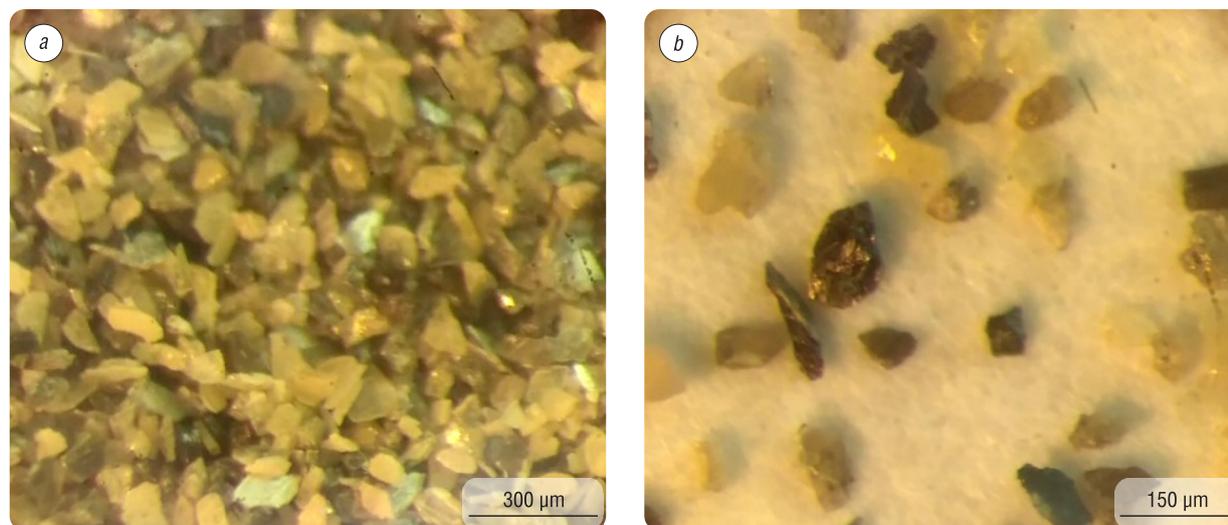


Рис. 1. Исходный порошок импактного алмаза: *a* – внешний вид порошка, *b* – отдельные зерна импактного алмаза
Fig. 1. Initial impact diamond powder: *a* – powder appearance, *b* – individual grains of the impact diamond

Проведенный электронно-микроскопический анализ структуры АЛА (рис. 2) позволил выявить ряд характерных деталей, указывающих на специфику их роста. В частности, на поликристаллическое строение импактных алмазов указывает большое количество кристаллитов микронных размеров удлиненной или эллипсоидной формы на поверхности частиц.

Наличие значительного количества микропор на поверхности АЛА в сочетании с микротрещиноватостью отражает высокую степень ее дефектности. Размеры микропор обычно составляют единицы микрон. В целом пористый микрорельеф поверхности импактных алмазов напоминает лунный ландшафт [8].

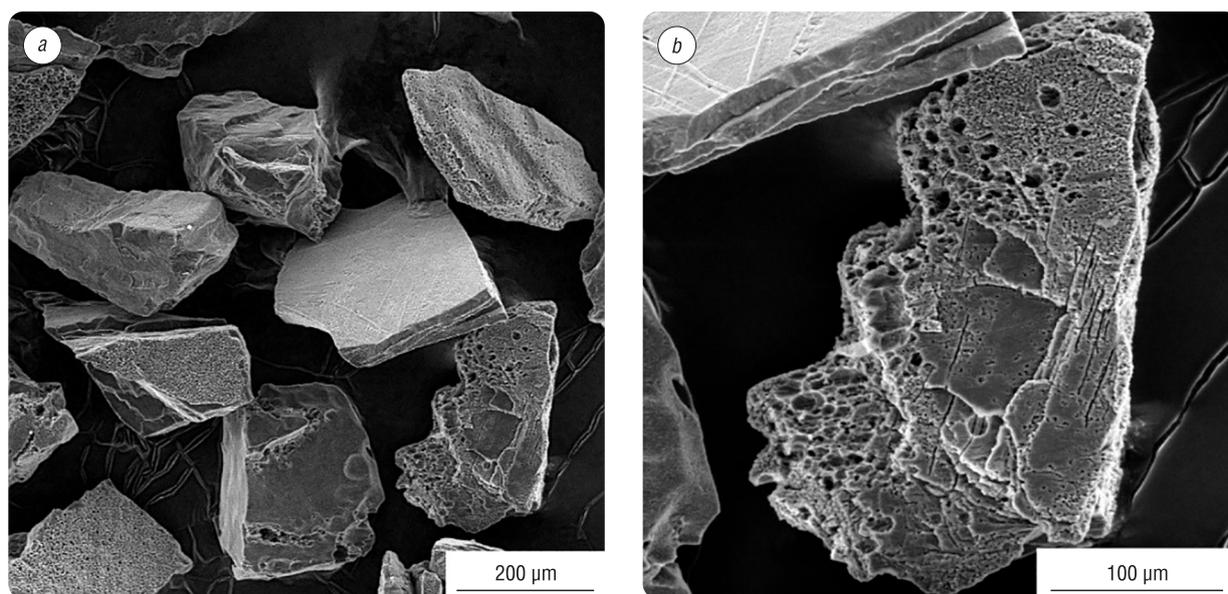


Рис. 2. Морфология частиц и структура поверхности импактных алмазов: *a* – морфологические типы зерен, *b* – структура поверхности отдельного зерна

Fig. 2. Particle morphology and the surface structure of the impact diamonds: *a* – morphological types of grains, *b* – surface structure of an individual grain

Был разработан процесс химико-термического модифицирования порошков импактного алмаза кремнием и титаном, заключающийся в отжиге порошков в восстановительной атмосфере диссаммиака, содержащей хлориды соответствующих соединений в температурном интервале 750–950 °С [7].

Схема процесса модифицирования порошка импактного алмаза кремнием и титаном представлена на рис. 3.

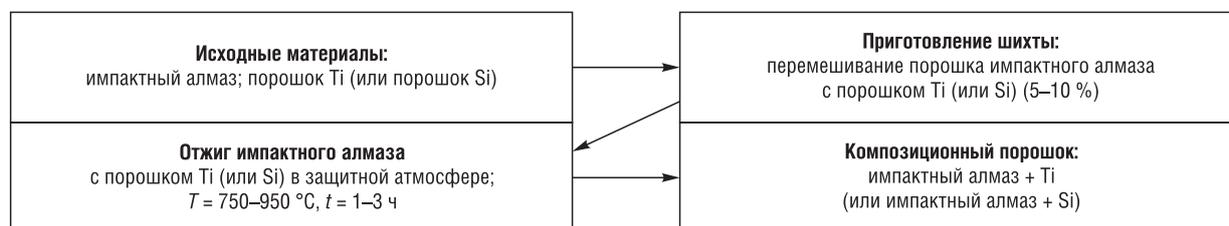


Рис. 3. Технологическая схема получения модифицированных титаном и кремнием порошков импактного алмаза

Fig. 3. Technological scheme for the preparation of impact diamond powders modified with titanium and silicon

На рис. 4 показаны порошки импактного алмаза после модифицирования титаном и кремнием.

В результате модифицирования титаном на поверхности и в микропорах алмазных зерен формируется покрытие островкового типа на основе титана и оксида титана с размером частиц 50–100 нм, которые в свою очередь образуют агломераты 2–10 мкм.

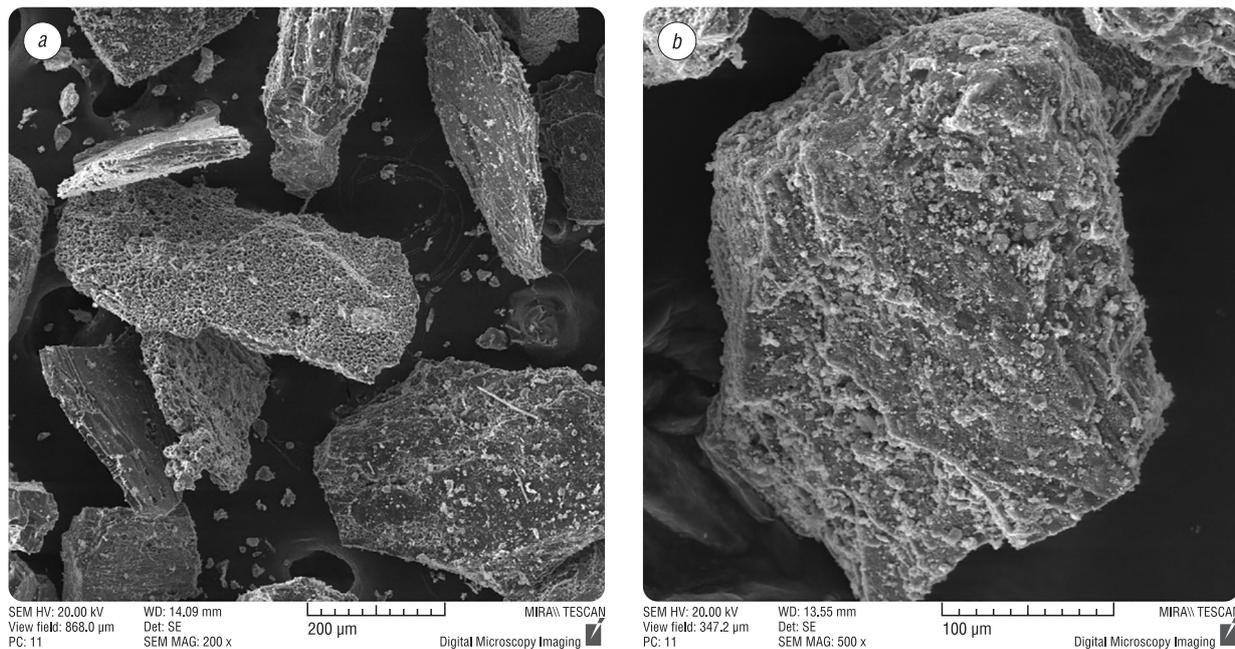


Рис. 4. Порошки импактного алмаза после модифицирования: *a* – импактные алмазы с покрытием на основе титана, *b* – отдельная частица алмаза с кремниевым покрытием

Fig. 4. Impact diamond powders after modifying: *a* – impact diamonds with titanium-based coating, *b* – a single particle of diamond coated with silicon

Кремниевое покрытие также представляет собой пленку на основе агломерированных частиц кремния размером 1–3 мкм, равномерно распределенных на поверхности зерен импактного алмаза. Степень покрытия зерен при этом ниже, чем в случае порошков наноалмазов детонационного синтеза [9], однако выше, чем для порошка синтетического алмаза [7, 10].

Исследование влияния высоких температур на фазовый состав порошка импактного алмаза. Рентгеноструктурный анализ исходного порошка импактного алмаза (фракция 200–400 мкм) показал, что порошок АЛА содержит фазу кубического алмаза в количестве до 76 об.%, фазу лонсдейлита – до 24 об.% (рис. 5, *a*).

После отжига в атмосфере аргона при температуре 1300 °С фазовый состав порошка следующий: алмаз кубический – до 58 об.%, лонсдейлит – до 38 об.%, графит – 4 об.% (рис. 5, *b*). Полученный результат свидетельствует о высокой термической стабильности импактного алмаза по сравнению с другими видами наноалмазов детонационного и динамического синтеза [11].

Получение металло-матричного композиционного материала АЛА – механокомпозит Fe – 20 % Ti. Нами изучена возможность получения наноструктурного алмазосодержащего материала путем спекания импактных алмазов с металлическим связующим на основе наноструктурного механокомпозита Fe – 20 % Ti [6]. Термобарическую обработку порошка импактных алмазов выполняли при давлениях 1,5–4,5 ГПа в АД типа «трапеция» в диапазоне температур 1250–1450 °С. В результате термобарического спекания получены компактные цилиндрические образцы диаметром 10 мм и высотой 8 мм. Данные о составах шихты и режимах спекания представлены в табл. 1. На рис. 6 приведена структура спекенного КМ импактный алмаз – механокомпозит Fe – 20 % Ti. На рис. 6, *a* показано отдельное зерно импактного алмаза в металлической матрице. Также в структуре материала наряду с крупными алмазными зернами наблюдаются мелкие (1–10 мкм) частицы алмаза, которые образовались в результате дробления под давлением крупных алмазов (рис. 6, *b*), что дополнительно способствует дисперсному упрочнению матрицы.

Микротвердость металлической матрицы, измеренная при нагрузке 100 г, в полученном материале составляет от 4,7 до 8,0 ГПа, микротвердость отдельных зерен АЛА в спекенных образцах – в пределах 17,5–30,0 ГПа при пористости менее 1 %.

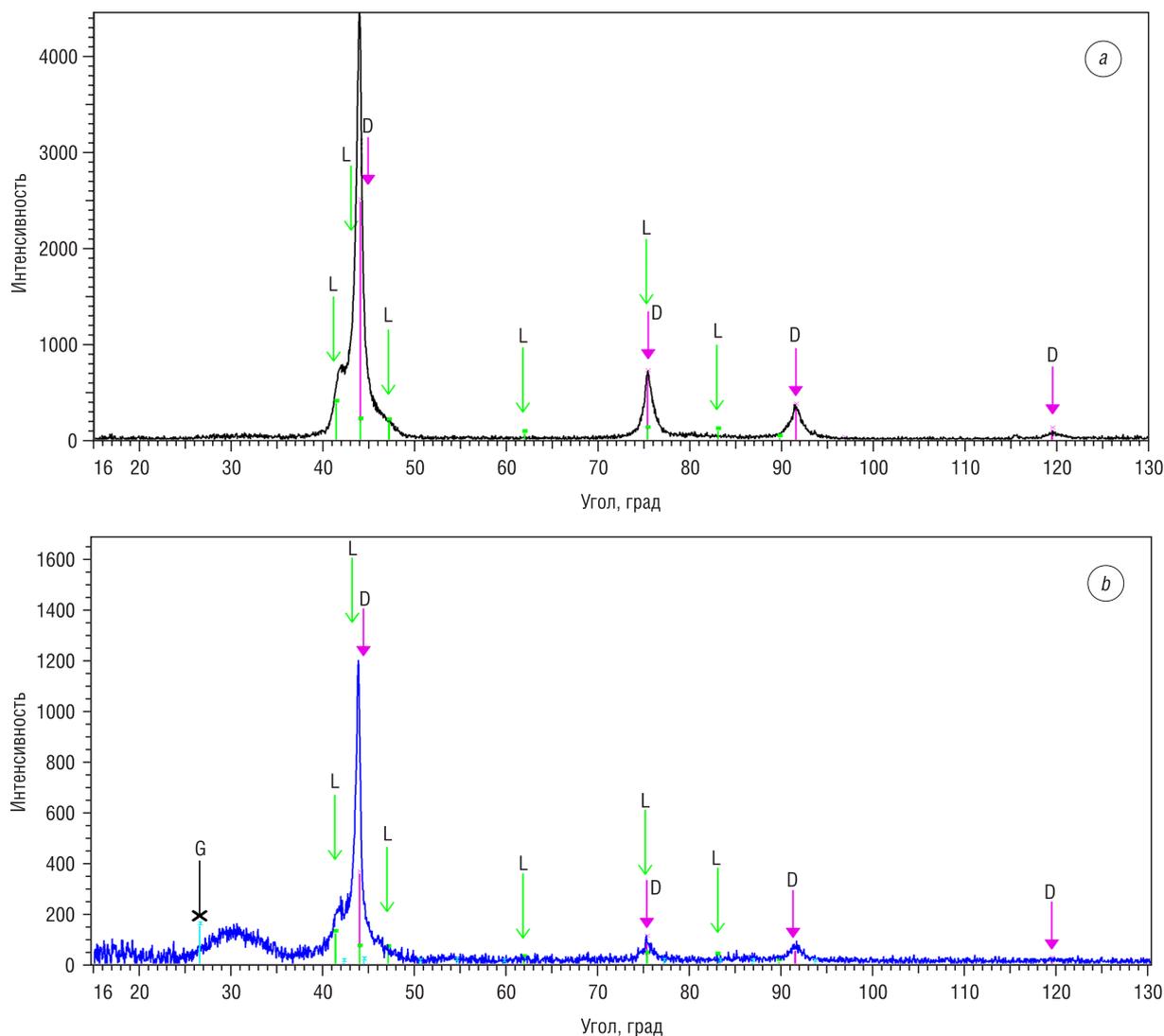


Рис. 5. Дифрактограмма порошка АЛА: *a* – исходный порошок АЛА, *b* – порошок АЛА после отжига в атмосфере аргона при температуре 1300 °С; L – лонсдейлит, D – кубический алмаз

Fig. 5. Diffraction pattern of DLA powder: *a* – initial DLA powder, *b* – DLA powder after annealing in an argon atmosphere at the temperature of 1300 °С; L – lonsdaleite, D – cubic diamond

Т а б л и ц а 1. Состав шихты, режимы получения и свойства композиционного материала на основе импактных алмазов с добавками наномеханокомпозита Fe – 20 %Ti

Table 1. Composition of the charge, the production modes and properties of the composite material, based on impact diamonds with additions of Fe – 20 % Ti nano-mechanical composite

Состав шихты, мас.%							Режим получения			Свойства композита			
TiN	TiB ₂	Fe–20%Ti	Импакт-алмаз	Si	Ti	B	<i>P</i> , ГПа	<i>T</i> , °С	<i>t</i> , с	Пористость, %	Термостойкость, °С	Твердость матрицы HV, ГПа	Твердость СТМ HV, ГПа
–	15	45	35	5,0	–	–	2,5	1250	45	Менее 1	~ 1270	6,6	22
–	–	50	50	–	–	–	2,5	1450	30	Менее 1	~ 1260	7,0	30
10	–	40	50	–	–	–	2,5	1300	45	Менее 1	~ 1200	8,0	24
–	15	40	40	–	5	–	2,5	1350	50	Менее 1	~ 1260	7,7	27
–	–	55	42	1,5	–	1,5	2,5	1350	60	Менее 1	~ 1260	4,7	17,5

На основании анализа свойств образцов можно сделать вывод, что достигнутый уровень физико-механических параметров КМ позволяет использовать его в абразивном инструменте для финишной обработки высокотвердых материалов [12].

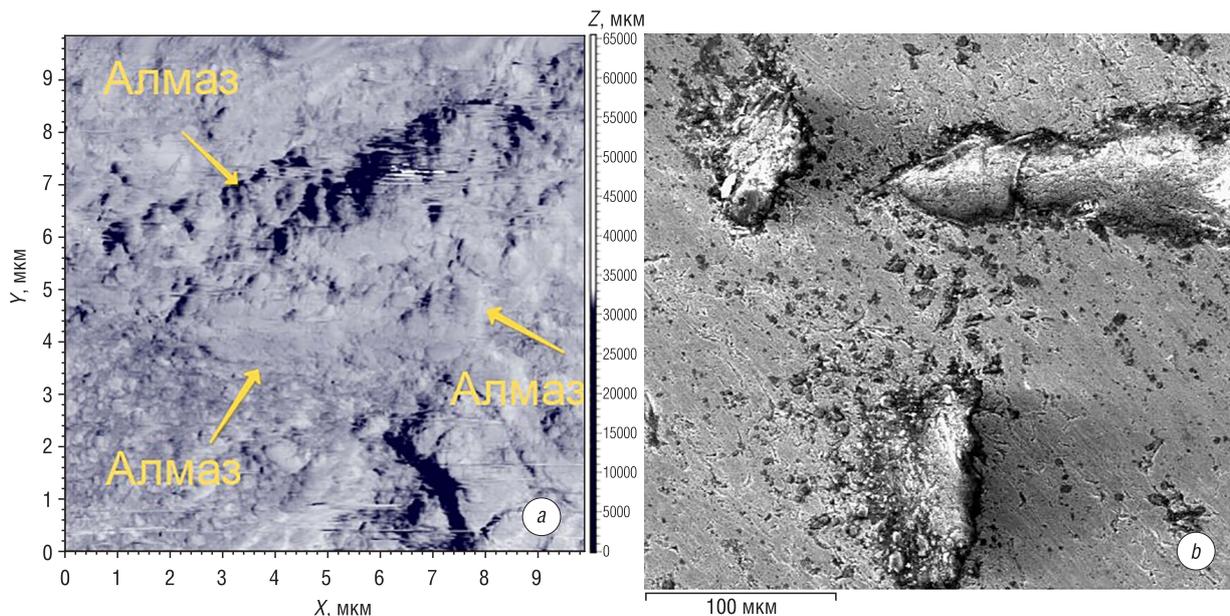


Рис. 6. АСМ-топография излома (а) и СЭМ шлифа поверхности (b) материала импактный алмаз 50 об.% – связка (Fe – 20 % Ti) 50 об.%. Давление спекания 2,5 ГПа

Fig. 6. AFM-topography of the fracture (a) and the SEM of the surface section (b) of the material impact diamond 50 % vol. – binder (Fe – 20 % Ti) 50 % vol. The sintering pressure of 2.5 GPa

Технологические испытания композиционного материала импактный алмаз – механокомпозит Fe – 20 % Ti. На основе спеченных образцов путем их механического диспергирования и дальнейшего размолва в планетарной мельнице был получен ферроабразивный порошок (ФАП), состоящий из гранул размером 5–50 мкм.

Для проведения сравнительных испытаний абразивных свойств был также получен ФАП, в котором в качестве абразива применялся порошок синтетического алмаза АСМ 20/14. Полученные абразивные составы использовали для магнитно-абразивного полирования (МАП) кремниевых пластин [12]. Данные сравнительных испытаний приведены в табл. 2.

Таблица 2. Сравнительные испытания ФАП на основе механокомпозита Fe – 20 % Ti с добавлением импактных алмазов и синтетических алмазов

Table 2. Comparative tests of FAP based on Fe – 20 % Ti mechanocomposite with the addition of impact diamonds and synthetic diamonds

Характеристика композиционного порошка		Обрабатываемый материал	Удельный съём материала, мг/мин	Стойкость, мин
Fe–Ti/импактный алмаз	5/50	Кремний	35,4	> 30
Fe–Ti/синтетический алмаз	5/50	Кремний	17,8	14

Из полученных данных видно, что абразивный состав на основе импактных алмазов при магнитно-абразивной обработке пластин кремния обладает более высокой (в 1,5–2 раза) абразивной способностью и более высокой (более чем в 2 раза) стойкостью (или временем эксплуатации) по сравнению с составом на основе алмаза АСМ.

Получение сверхтвёрдого композиционного материала АЛМ–SiC. Использование в качестве связующих компонентов порошков тугоплавких соединений на основе карбидов, нитридов, боридов и др. позволяет активировать процесс спекания и существенно улучшить физико-механические характеристики синтезируемых ПСТМ [3, 13].

В качестве такой добавки перспективно использование карбида кремния SiC, который обладает высокими твердостью, теплопроводностью и коррозионной стойкостью, а также сравнимым с алмазом температурным коэффициентом линейного расширения [14].

Благодаря высокой твердости карбидокремниевую керамику применяют также для обрабатывающих инструментов [15]. Применение SiC в качестве модифицирующей добавки (связки) при спекании импактных алмазов позволит повысить износостойкость алмазной керамики, улучшить эксплуатационные характеристики изделий на ее основе, расширить область использования таких материалов (например, применение в качестве рабочих элементов камнеобрабатывающего и бурового инструмента).

Термобарическое спекание композитов импактный алмаз (АЛА) – карбид кремния проводили в АД типа «елочка» при давлении 5,5 ГПа в диапазоне температур 1550–2000 °С в течение 30–60 с. Перед спеканием импактные алмазы дробили в стальной пресс-форме и затем просеивали через сито с размером ячейки 40 мкм. Далее формировали реакционную шихту на основе импактных алмазов, карбида кремния и кремния путем их смешивания в баночном смесителе. Также готовили реакционные шихты на основе импактных алмазов, карбида кремния и кремния с дополнительным введением бора и сажи аморфной. Затем в подготовленные шихты различных составов добавляли связующее на основе 10%-ного водного раствора поливинилового спирта и прессовали заготовки высотой 6 мм и диаметром 4,5 мм, которые отжигали при температуре 120 °С в течение 1 ч.

В результате термобарической обработки прессованных заготовок были получены образцы в виде цилиндрических компактов высотой $h = 5$ мм и диаметром $\varnothing = 3,5–4,0$ мм. Исследовали структурные особенности спеченных образцов материала с концентрацией импактных алмазов от 45 до 100 об.%.

В результате исследования поверхности шлифов образцов установлено, что введение карбида кремния и кремния способствует уменьшению количества дефектов и несплошностей в виде раковин и пор и формированию более однородной структуры материала. При этом увеличение содержания добавки приводит к инверсии типа структуры материала от поликристаллической (с преобладанием межзеренной связи типа «алмаз–алмаз», рис. 7, *a*) до матричной (алмазные зерна находятся в матрице на основе карбида кремния, рис. 7, *b*, *c*).

В то же время добавки сажи аморфной и бора способствуют измельчению структуры карбидокремниевой матрицы вследствие формирования вторичного мелкодисперсного SiC при реакционном спекании (рис. 7, *b*, *c*). При этом улучшается однородность структуры композита по причине снижения в нем количества несвязанного кремния. Добавка бора также приводит к некоторому охрупчиванию материала из-за образования карбида бора B_4C .

На рис. 8 представлены АСМ изображения излома поверхности образцов сверхтвердого материала АЛА–SiC.

Анализ структуры спеченных образцов в целом показал, что в заданных условиях термобарического спекания в материале сохраняется морфология алмазных зерен, характерная для импактного алмаза. На рис. 8, *a* видно, что зерна АЛА в спеченном материале обладают выраженной слоистой (деформационной) структурой, характерной для кристаллов импактного апографитового алмаза.



Рис. 7. Поверхность образцов композитов, спеченных под давлением 5,5 ГПа при температуре 1750 °С и в течение 40 с, после шлифовки на алмазном круге AC4-AC6 125/100: *a* – АЛА 60 об.%, SiC 36,6 об.%, Si 3,4 об.%; *b* – АЛА 45 об.%, SiC 45 об.%, Si 4 об.%, сажа 6 об.%; *c* – АЛА 45 об.%, SiC 45 об.%, Si 3,5 об.%, сажа 5,5 об.%; В (бор) 1 об.%; $\times 50$

Fig. 7. Surface of the composite specimens sintered under the pressure of 5.5 GPa at the temperature of 1750 °C and the time of 40 s, after grinding on the diamond wheel AC4-AC6 125/100: *a* – DLA 60 vol.%, SiC 36.6 vol.%, Si 3.4 vol.%; *b* – DLA 45 vol.%, SiC 45 vol.%, Si 4 vol.%, soot 6 vol.%; *c* – DLA 45 vol.%, SiC 45 vol.%, Si 3.5 vol.%, soot 5.5 vol.%, B (boron) 1 vol.%; $\times 50$

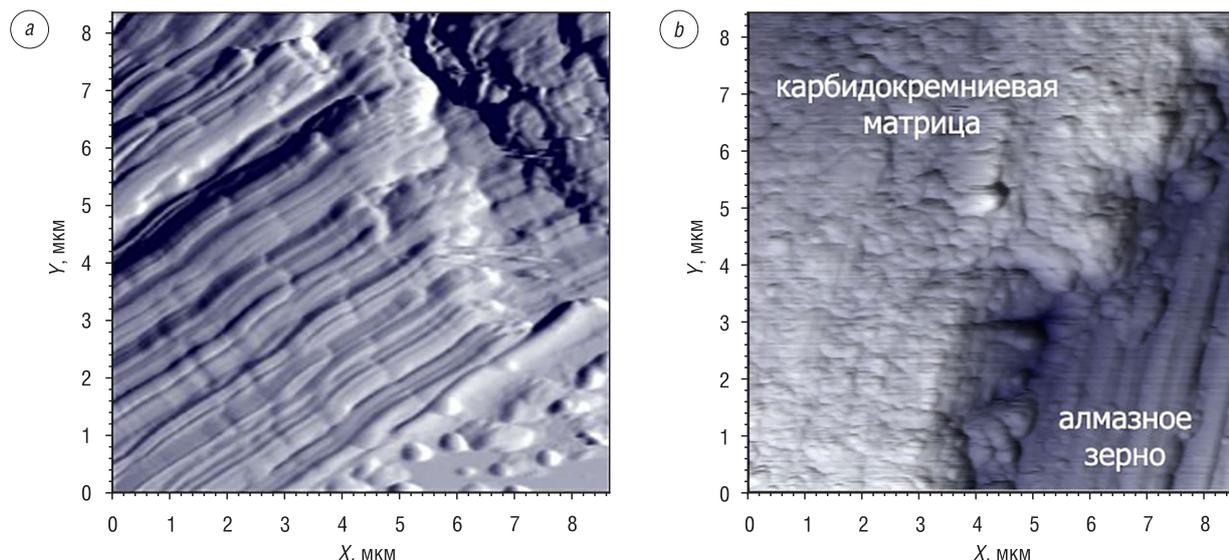


Рис. 8. АСМ поверхности излома спеченных образцов: *a* – АЛА 100 об.%; *b* – АЛА 60 об.%, SiC 36,6 об.%, Si 3,4 об.%
 Fig. 8. AFM of the sintered samples fracture surface: *a* – DLA 100 vol.%; *b* – DLA 60 vol.%, SiC 36.6 vol.%, Si 3.4 vol.%

Добавление связующего (SiC + Si) способствует снижению межзеренных точечных и протяженных дефектов в материале из-за уменьшения количества контактов «алмаз–алмаз» и срастания алмазных зерен с карбидокремниевой матрицей при спекании. Следует также отметить, что при заданных условиях термобарического спекания в матрице и в алмазе не наблюдается рекристаллизационного роста зерен.

В табл. 3 приведены составы, режимы синтеза и физико-механические характеристики сверхтвердого материала АЛА–SiC.

Т а б л и ц а 3. Состав шихты, режимы получения и свойства сверхтвердого композита на основе импактного алмаза АЛА и SiC

T a b l e 3. Composition of the charge, the production modes and properties of the superhard composite, based on impact diamond DLA and SiC

Состав шихты, об.%					Режимы синтеза			Свойства нанокompозита			
АЛА	SiC	Si	B	сажа	P , ГПа	T , °C	t , с	пористость, %	термостойкость, °C	твёрдость матрицы HV, ГПа	твёрдость СТМ HV, ГПа
100	–	–	–	–	5,5	1550	45	Менее 5	~ 1240	–	32
90	10,0	–	–	–	5,5	1650	30	–	~ 1250	16	30
80	15,0	5	–	–	5,5	1700	45	–	~ 1260	18	65
70	20,0	10	–	–	5,5	1850	50	Менее 1	~ 1270	22	55
60	37,5	–	1,0	1,5	5,5	1950	60	–	~ 1230	25	48,5
50	47,5	–	1,5	1,0	5,5	2000	45	–	~ 1200	27	40
50	47,0	–	1,5	1,5	5,5	2000	50	–	~ 1200	25	38
50	40,0	8	1,0	1,0	5,5	1900	60	–	~ 1240	24	45

Результаты исследований физико-механических параметров сверхтвердого композиционного материала АЛА–SiC показывают перспективность его использования в качестве режущих вставок для металлообрабатывающего и бурового инструмента [16]. Другое перспективное направление дальнейших исследований – использование дробленых спеков при создании алмазных композиционных материалов типа Твесал и Славутич.

Заключение. Показано, что удельная поверхность импактных алмазов зернистостью от 150 до 400 мкм на порядок выше удельной поверхности порошка алмазов АСМ 160/120 и в 2–5 раз превышает удельную поверхность микропорошков АСМ 60/40 и АСМ 14/10. В результате использования метода химико-термического осаждения получены модифицированные титаном и кремнием

порошки импактного алмаза, которые предполагается использовать для спекания алмазных сверхтвердых композитов и поликристаллов инструментального назначения.

На основе импактных алмазов и наномеханокомпозита Fe – 20 % Ti разработан ФАП для обработки кремниевых пластин, обладающий более высокой (в 1,5–2 раза) абразивной способностью и более высокой (более чем в 2 раза) стойкостью по сравнению с ФАП, в котором использовались синтетические алмазы АСМ 20/14.

Показано, что введение в состав реакционной шихты добавок карбида кремния и кремния способствует снижению дефектности и повышению однородности структуры спеченного поликристаллического сверхтвердого материала по сравнению с материалом, полученным без добавок связующего. Увеличение содержания связующего приводит также к инверсии типа структуры сверхтвердого материала от поликристаллической к матричной. Разработанный сверхтвердый материал АЛА–SiC перспективен для использования в металло- и камнеобработке.

Благодарности

Работа выполнена в рамках отдельного проекта научных исследований НАН Беларуси «Разработка инновационных технологий получения инструмента из высокоизносостойких материалов с использованием поликристаллических наноструктурированных импактных алмазов Попигойского месторождения».

Acknowledgments

The work was carried out as part of a separate research project of the National Academy of Sciences of Belarus “Development of innovative technologies for producing tools from highly wear-resistant materials using polycrystalline nanostructured impact diamonds from the Popigai deposit”.

Список использованных источников

1. Финишная обработка поверхностей при производстве деталей / С.А. Клименко [и др.]; под общ. ред. С.А. Чижика, М.Л. Хейфеца. – Минск: Беларус. навука, 2017. – 376 с.
2. Витязь, П.А. Синтез и применение сверхтвердых материалов / П.А. Витязь, В.Д. Грицук, В.Т. Сенюць. – Минск: Беларус. навука, 2005. – 359 с.
3. Получение методом термобарического спекания композитов на основе алмаза и КНБ, модифицированных Si и SiC / В.Т. Сенюць [и др.] // Порошковая металлургия: респ. сб. науч. тр. – Минск: Беларус. навука, 2015. – Вып. 38. – С. 142–150.
4. Шумилова, Т.Г. Разновидности импактных алмазов и механизмы их образования / Т.Г. Шумилова // Углерод: фундаментальные проблемы науки, материаловедение, технология: сб. тез. докл. 11-й Междунар. конф., Троицк, 29 мая – 1 июня 2018 г. – М.: Троицк: Тривант, 2018. – С. 548–549.
5. Афанасьев, В.П. Попигойские импактные алмазы: новое российское сырье для существующих и будущих технологий / В.П. Афанасьев, Н.П. Похиленко // Инноватика и экспертиза. – 2013. – Вып. 1 (10). – С. 8–15.
6. Морфологические характеристики механохимически полученных композитов Fe/Ti / Т.Ф. Григорьева [и др.] // Расплавы. – 2016. – № 3. – С. 269–276.
7. Структурные особенности алмазных порошков после поверхностного модифицирования активаторами спекания / П.А. Витязь [и др.] // Вестн. Витеб. гос. технол. ун-та. – 2016. – № 1 (30). – С. 62–73.
8. Осовецкий, Б.М. Микро- и наноформы поверхности импактных алмазов / Б.М. Осовецкий, О.Б. Наумова // Вестн. Пермского ун-та. – 2014. – № 2. – С. 8–18.
9. Наноалмазы детонационного синтеза: получение и применение / П.А. Витязь [и др.]; под общ. ред. П.А. Витязя. – Минск: Беларус. навука, 2013. – 381 с.
10. Изучение структуры поликристаллов на основе алмазных микропорошков после модифицирования карбидообразующими элементами / В.Т. Сенюць [и др.] // Изв. вузов. Сер. Химия и хим. технология. – 2016. – Т. 59, № 8. – С. 60–63. <https://doi.org/10.6060/tcct.20165908.21y>
11. Impact diamonds: Types, properties, and uses / V. Afanasiev [et al.] // Proc. of 14th Int. Congress on Applied Mineralogy (ICAM-2019), Belgorod, 24–27 Sept. 2019. – Belgorod: V.G. Shukhov Belgorod State Technological University, 2019. – P. 179–182. https://doi.org/10.1007/978-3-030-22974-0_41
12. Синтез наноструктурного алмаз-лонсдейлитного инструментального композита для абразивной обработки / П.А. Витязь [и др.] // Актуальные вопросы машиноведения: сб. науч. тр. ОИМ НАН Беларуси. – Минск, 2019. – Вып. 8. – С. 352–356.
13. Витязь, П.А. Наноструктурные композиционные материалы инструментального назначения на основе кубического нитрида бора / П.А. Витязь, В.Т. Сенюць, В.И. Жорник // Перспективные материалы и технологии: в 2 т. / А.В. Алифанов [и др.]; под ред. В.В. Клубовича. – Витебск: УО «ВГТУ», 2017. – Т. 2. – Гл. 14. – С. 254–277.
14. Влияние армирующих добавок и температуры силицирования на структуру и некоторые свойства реакционно-связанной керамики на основе карбида кремния / А.Ф. Ильющенко [и др.] // Порошковая металлургия. – Минск: Беларус. навука, 2015. – Вып. 38. – С. 132–141.
15. Состояние и перспективы работ по карбидокремниевой керамике в Институте порошковой металлургии / А.Ф. Ильющенко [и др.] // Порошковая металлургия в Беларуси: вызовы времени: под ред. А.Ф. Ильющенко [и др.]. – Минск: Беларус. навука, 2017. – С. 193–200.
16. Инструменты из сверхтвердых материалов / под ред. Н.В. Новикова, С.А. Клименко. – Изд. 2-е, перераб. и доп. – М.: Машиностроение, 2014. – 608 с.

References

1. Klimentko S. A., Kopeikina M. Yu., Lavrinenko V. I., Maiboroda V. S., Akulovich L. M., Levin M. L., Kheifets M. L., Khudoley A. L., Chizhik S. A., Chizhik S. A., Kheifets M. L. (eds.) *Surface Finishing in the Production of Parts*. Minsk, Belaruskaya navuka Publ., 2017. 376 p. (in Russian).
2. Vityaz P. A., Gritsuk V. D., Senyut' V. T. *Synthesis and Application of Superhard Materials*. Minsk, Belarusskaya nauka Publ., 2005. 359 p. (in Russian).
3. Senyut' V. T., Zhornik V. I., Valkovich I. V., Parnitsky A. M., Kovaleva S. A., Mosunov E. I., Markova L. V., Gamzeleva T. V. Obtaining by thermobaric sintering of composites based on diamond and CBN, modified with Si and SiC. *Poroshkovaya metallurgiya: respublikanskii sbornik nauchnykh trudov* [Powder Metallurgy: Republican Collection of Scientific Papers]. Minsk, Belaruskaya navuka Publ., 2015, iss. 38, pp. 142–150 (in Russian).
4. Shumilova T. G. Varieties of impact diamonds and mechanisms of their formation. *Uglerod: fundamental'nyye problemy nauki, materialovedeniye, tekhnologiya: sbornik tezisev dokladov 11-i Mezhdunarodnoi konferentsii, Troitsk, 29 maya – 1 iyunya 2018 g.* [Carbon: fundamental problems of science, materials science, technology: Collection of abstracts of the 11th International Conference, Troitsk, May 29 – June 1, 2018]. Moscow, Troitsk, Trovant Publ., 2018, pp. 548–549 (in Russian).
5. Afanasiev V. P., Pokhilenko N. P., Popigai Impact Diamonds: New Russian Raw Materials for Existing and Future Technologies. *Innovatika i ekspertiza = Innovation and Expertise*, 2013, iss. 1 (10), pp. 8–15 (in Russian).
6. Grigorieva T. F., Kovaleva S. A., Kiseleva T. Yu., Vosmerikov S. V., Devyatkina E. T., Pastukhov E. A., Lyakhov N. Z. Morphological characteristics of mechanochemically obtained Fe/Ti composites. *Raspilavy = Melts*, 2016, no. 3, pp. 269–276 (in Russian).
7. Vityaz P. A., Senyut' V. T., Zhornik V. I., Parnitsky A. M., Gamzeleva T. V. Structural features of diamond powders after surface modifying with sintering activators. *Vestnik Vitebskogo gosudarstvennogo tekhnologicheskogo universiteta = Vestnik of Vitebsk State Technological University*, 2016, no. 1 (30), pp. 62–73 (in Russian).
8. Osovetsky B. M., Naumova O. B. Micro- and nanoforms of the surface of impact diamonds. *Vestnik Permskogo universiteta = Bulletin of Perm University*, 2014, no. 2, pp. 8–18 (in Russian).
9. Vityaz P. A., Zhornik V. I., Il'yushchenko A. F., Senyut' V. T., Komarov A. I., Korzhenevskii A. P., Ivakhnik A. V., Vityaz P. A. (ed.). *Nanodiamonds of Detonation Synthesis: Preparation and Application*. Minsk, Belaruskaya navuka Publ., 2013. 381 p. (in Russian).
10. Senyut V. T., Zhornik V. I., Parnitsky A. M., Valkovich I. V. Study of the structure of polycrystals based on diamond micropowders after modification with carbide-forming elements. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedenii. Khimiya i khimicheskaya tekhnologiya = Russian Journal of Chemistry and Chemical Technology*. 2016, vol. 59, iss. 8, pp. 60–63 (in Russian). <https://doi.org/10.6060/tcct.20165908.21y>
11. Afanasiev V., Pokhilenko N., Eliseev A., Gromilov S., Ugapieva S., Senyut V. Impact diamonds: Types, properties, and uses. *Proc. of 14th Int. Congress on Applied Mineralogy (ICAM-2019), Belgorod, 24–27 Sept. 2019*. Belgorod, V. G. Shukhov Belgorod State Technological University, 2019, pp. 179–182. https://doi.org/10.1007/978-3-030-22974-0_41
12. Vityaz P. A., Senyut' V. T., Zhornik V. I., Valkovich I. V., Parnitsky A. M., Kovaliova S. A., Afanasiev V. P. Synthesis of nanostructural diamond-lonsdelite tool composite for abrasive treatment. *Aktual'nyye voprosy mashinovedeniya: sbornik nauchnykh trudov Ob'edinennogo instituta mashinostroeniya Natsional'noi akademii nauk Belarusi* [Actual issues of mechanical engineering: collection of scientific papers of the Joint Institute of Mechanical Engineering of the National Academy of Sciences of Belarus]. Minsk, 2019, iss. 8, pp. 352–356 (in Russian).
13. Vityaz P. A., Senyut' V. T., Zhornik V. I. Nanostructured composite materials of tool appointment based on cubic boron nitride. Alifanov A. V., Vityaz P. A., Volochko A. T., Garbachevskii V. V., Glezer A. M., Govor G. A. et al. Klubovich V. V. (ed.). *Promising Materials and Technologies*. Vitebsk, Vitebsk State Technological University, 2017, vol. 2, chapter 14, pp. 254–277 (in Russian).
14. Ilyushchenko A. F., Osipov V. A., Zvonarev E. V., Vitko J. A., Babura D. V. Influence of reinforcing agents and siliconization temperature on the structure and certain properties of reaction-bonded ceramics based on silicon carbide. *Poroshkovaya metallurgiya: respublikanskii sbornik nauchnykh trudov* [Powder Metallurgy: Republican Collection of Scientific Papers]. Minsk, Belaruskaya navuka Publ., 2015, iss. 38, pp. 132–141 (in Russian).
15. Ilyushchenko A. F., Mironovich G. A., Osipov V. A., Zvonarev E. V. State and prospects of work on silicon carbide ceramics at the Powder Metallurgy Institute. Ilyushchenko A. F. et al. (eds.) *Poroshkovaya metallurgiya v Belarusi: vyzovy vremeni* [Powder Metallurgy in Belarus: Challenges of the Time]. Minsk, Belaruskaya navuka Publ., 2017, pp. 193–200 (in Russian).
16. Bogatyreva G. P., Burykin V. V., Gargin V. V., Gurvich R. A., Devin L. N., Dub S. N. et al. Novikov N. V., Klimentko S. A. (eds.) *Superhard Material Tools*. Moscow, Mashinostroenie Publ., 2014. 608 p. (in Russian).

Информация об авторе

Сенютъ Владимир Тадеушевич – кандидат технических наук, ведущий научный сотрудник, Объединенный институт машиностроения Национальной академии наук Беларуси (ул. Академическая, 12, 220072, Минск, Республика Беларусь). E-mail: vsenyut@tut.by

Information about the author

Vladimir T. Senyut – Ph. D. (Engineering), Leading Researcher, Joint Institute of Mechanical Engineering of National Academy of Sciences of Belarus. (12, Akademicheskaya Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: vsenyut@tut.by

МАШИНОСТРОЕНИЕ, МЕХАНИКА

MECHANICAL ENGINEERING, MECHANICS

УДК 621.833;621.785.52;621.785.53

<https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-58-65>

Поступила в редакцию 30.04.2020

Received 30.04.2020

**П. А. Витязь¹, В. И. Моисеенко², А. Г. Сидоренко², М. В. Сотников², Н. Д. Шкатуло²,
Д. И. Харитончик³**

¹*Президиум Национальной академии наук Беларуси, Минск, Республика Беларусь*

²*Объединенный институт машиностроения Национальной академии наук Беларуси,
Минск, Республика Беларусь*

³*Министерство промышленности Республики Беларусь, Минск, Республика Беларусь*

**ОПЫТ И ПЕРСПЕКТИВЫ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ КОНСТРУКЦИОННЫХ СТАЛЕЙ
ДЛЯ АЗОТИРОВАННЫХ ЗУБЧАТЫХ КОЛЕС**

Аннотация. Обобщен опыт применения известных и новых сталей для повышения технологичности и прочности основных деталей машин, упрочняемых азотированием. Рассмотрены новые подходы к изготовлению зубчатых колес, упрочняемых азотированием как при использовании алюминийсодержащих сталей, так и нового материала – стали 40ХМФА. Для повышения работоспособности и технологичности производства деталей из широко используемой в машиностроении алюминийсодержащей стали 38Х2МЮА разработана принципиально новая технология предварительной термической обработки заготовок деталей – «неполная закалка», обеспечивающая как повышение обрабатываемости и точности крупногабаритных зубчатых колес, так и увеличение прочности из-за устранения хрупкости азотированного слоя. Высокая твердость азотированной поверхности деталей – до 900 НВ – обеспечивает и высокую износостойкость деталей. Шестерни из новой алюминийсодержащей стали 20ХН4МФЮА, твердеющей на стадии азотирования, обладают характеристиками прочности, равными цементированным деталям, что позволяет не только повышать несущую способность ряда изделий, но и существенно упрощать технологию изготовления сложных по форме точных деталей, заменяя цементацию азотированием, исключая тем самым необходимую после цементации финишную операцию – шлифование. Сталь 40ХМФА, не содержащая алюминий, обладает повышенными показателями жаростойкости, прокаливаемости и обрабатываемости деталей, а также характеристиками их упрочненного слоя. Азотированный слой шестерен толщиной 0,5–0,7 мм не содержит хрупких составляющих, что при твердости сердцевины 300–320 НВ исключает его «шелушение» и последующее разрушение деталей. Применение стали 40ХМФА позволяет решать проблемы надежности и ресурса азотированных крупногабаритных зубчатых колес и является перспективным для всего ряда зубчатых колес с внутренним зацеплением, а также деталей подвижных шлицевых зацеплений. Указанные характеристики также в ряде случаев позволяют заменять цементацию шестерен (модуль менее 4 мм) азотированием при использовании стали 40ХМФА.

Ключевые слова: азотирование, сталь 40ХМФА, химико-термическая обработка, зубчатые колеса

Для цитирования: Опыт и перспективы использования конструкционных сталей для азотированных зубчатых колес / П. А. Витязь [и др.] // Вес. Нац. акад. наук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2021. – Т. 66, № 1. – С. 58–65. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-58-65>

**Pyotr A. Vityaz¹, Vladimir I. Moiseenko², Aleksandr G. Sidorenko², Maksim V. Sotnikov², Natalia D. Shkatulo²,
Dmitry I. Haritonchik³**

¹*Presidium of the National Academy of Science of Belarus, Minsk, Republic of Belarus*

²*Joint Institute of Mechanical Engineering of the National Academy of Science of Belarus, Minsk, Republic of Belarus*

³*Ministry of Industry of the Republic of Belarus, Minsk, Republic of Belarus*

EXPERIENCE AND PROSPECTS OF USE OF STRUCTURAL STEELS FOR NITRIDATED GEARS

Abstract. The experience of using known and new steels to improve the manufacturability and strength of the main parts of machines, hardened by nitriding, is generalized. New approaches to manufacture of gear wheels hardened by nitriding, both when using aluminum-containing steels and a new material, steel 40ХМФА, are considered. To improve the efficiency and man-

ufacturability of parts production from aluminum-containing steel 38X2MЮА, widely used in mechanical engineering, a fundamentally new technology of preliminary heat treatment of workpieces of parts – “incomplete hardening” has been developed, which provides both an increase in the machinability and accuracy of large-sized gear wheels, and an increase in strength due to the elimination of the brittleness of nitrided layer. The high hardness of the nitrided surface of the parts – up to 900 HV – also ensures high wear resistance of the parts. Gear wheels made of new aluminum-containing steel 20XH4MФЮА solidified at the nitriding stage, have strength characteristics equal to cemented parts, which allows not only increasing the bearing capacity of a number of products, but significant simplification of the technology of manufacturing precise parts that are complex in shape, replacing carburizing with nitriding, thereby eliminating the necessary after-carburizing finishing operation – grinding. Steel 40ХМФА, which does not contain aluminum, has increased heat resistance, hardenability and machinability of parts, as well as the characteristics of their hardened layer. The nitrided layer of gears 0.5–0.7 mm thick does not contain brittle components, which, with a core hardness of 300–320 HB, excludes its “flaking” and subsequent destruction of parts. The use of 40ХМФА steel makes it possible to solve the problems of reliability and service life of large-sized nitrided gears, but it is also promising for the entire range of gears with internal gearing, as well as parts of movable spline gearings. These characteristics also in some cases allow replacing the carburizing of gears (modulus less than 4 mm) by nitriding when using 40ХМФА steel.

Keywords: nitriding, austenitizing, steel 40ХМФА, chemical heat treatment, gear wheels

For citation: Vityaz P. A., Moiseenko V. I., Sidorenko A. G., Sotnikov M. V., Shkatulo N. D., Haritonchik D. I. Experience and prospects of use of structural steels for nitrdated gears. *Vestsi Natsyonal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2021, vol. 66, no. 1, pp. 58–65 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-58-65>

Введение. Упрочнение рабочих поверхностей деталей машин путем химико-термической обработки широко используется в машиностроении. При этом наиболее часто применяется цементация или азотирование. Принято считать, что при цементации стальных деталей (в частности, зубчатых колес), включая их закалку и отпуск, прочность изделий повышается в 1,7 раза, а после азотирования – в 1,3 раза [1]. Указанное различие обусловлено прежде всего разной толщиной упрочненного слоя, формируемого при цементации и азотировании, градиентами изменения твердости по упрочненному слою, а также прочностью самого слоя [2].

На основе созданной в Объединенном институте машиностроения НАН Беларуси методологии формирования заданных свойств конструкционных сталей и деталей из них путем целенаправленного управления химическим и структурным строением приграничных объемов зерен материала [3] разработаны новые технологии и стали, применение которых позволяет решить проблему обеспечения заданной работоспособности крупногабаритных азотированных зубчатых колес с внутренним зацеплением, а также расширяет перспективы использования азотирования для обработки ряда деталей (мелкомодульных шестерен, шлицевых соединений) взамен их упрочнения цементацией или токами высокой частоты (ТВЧ). Детально рассмотрены эксплуатационные свойства и преимущества новой стали 40ХМФА. Показана возможность замены цементации на ионно-плазменное азотирование мелкомодульных зубчатых колес при изготовлении их из стали 40ХМФА с обеспечением заданной их прочности.

Цель настоящей работы – обобщение опыта применения известных и новых разработанных марок сталей для повышения технологичности и прочности деталей машин, упрочняемых азотированием, и определение перспективы использования этих материалов.

Повышение надежности и ресурса азотированных деталей. Основной проблемой обеспечения прочности азотированных зубчатых колес является низкая твердость сердцевины деталей, хрупкость их упрочненного слоя и малая его толщина [3]. Дополнительным фактором снижения прочности зубчатых колес (и прежде всего азотированных) выступает макролокализованная пластическая деформация (МЛПД), возникающая в подслоиных объемах деталей при циклической нагрузке. Указанные факторы приводят к разрушению слоя и выходу из строя детали при ее эксплуатации.

Повышение твердости сердцевины деталей (в том числе для устранения МЛПД) лимитируется снижением обрабатываемости материала при нарезании зубьев и их точности из-за повышенного износа режущего инструмента. Решением проблемы прочности для шестерен из часто используемой стали 38X2MЮА является разработанная специальная термообработка заготовок – так называемая «неполная закалка» [3]. Она позволяет повышать твердость сердцевины деталей до 300 HB без снижения их обрабатываемости, что при поверхностной твердости рабочих поверхностей зубьев на уровне 900–1000 HV и толщине упрочненного слоя 0,25–0,35 мм повышает износостойкость зубьев, надежность и общий ресурс деталей [3].

Принципиальное отличие нового способа улучшения сталей от «неполной закалки», возникающей вследствие нагрева деталей ниже температуры превращения феррита в аустенит (точки A_{c3} на диаграмме состояния системы «железо–углерод»), заключается в том, что микроструктура стали с ферритными включениями при новом методе закалки формируется из образовавшегося, но не полностью гомогенизированного аустенита при нагреве выше указанной температуры. Тогда как при температурах нагрева ниже A_{c3} в стали сохраняется доэвтектоидный феррит исходной структуры вследствие ее незавершенного превращения в аустенит. Недостатком такой закаленной структуры является пониженная твердость феррита, а также снижение механических свойств материала после отпуска.

В случае закалки негомогенизированного аустенита происходит непрерывное изменение механического состояния феррита вследствие увеличения твердости и прочности приграничных объемов его зерен, а также возникающего объемного напряженно-деформированного состояния (НДС) при образовании мартенсита и фазового наклепа структуры, которые приводят к возрастанию микротвердости феррита до 200–238 HV и повышению его прочности.

Теоретически это полностью согласуется с процессами превращения аустенита в надкритическом районе температур. Условия аустенизации и, соответственно, состояние аустенита оказывают большое влияние на кинетику фазовых превращений при закалке и конечные свойства образующихся при этом структур [4].

«Неполная закалка», применяемая для улучшения обрабатываемости крупногабаритных азотированных зубчатых колес с внутренним зацеплением, незначительно снижает предел выносливости их обода при циклическом поперечном изгибе: не более чем на 10 % в сравнении с обработкой заготовок по режиму «полной закалки». При этом азотирование повышает предел выносливости обода до 30 %, а величина предела выносливости достигает 460 МПа при поперечном изгибе. Созданный новый метод термообработки заготовок значительно упрощает технологии изготовления крупногабаритных зубчатых колес, позволяет увеличить надежность и ресурс зубчатых колес из стали 38ХМФА и используется в промышленности [5].

Особо большой конструкционной прочностью отличаются азотированные зубчатые колеса и детали, изготовленные из стали 20ХН4МФЮА (патент ВУ 9749 «Способ изготовления зубчатых колес», авторы – В. И. Моисеенко, П. И. Папковский, Н. Д. Шкатуло, С. А. Шишко, Д. И. Харитончик, П. Л. Мариев). Особенность стали 20ХН4МФЮА – твердение поверхностного слоя (до 900–950 HV) и сердцевины (40 HRC) на стадии азотирования за счет концентрации алюминия и никеля на границах зерен материала [3]. Указанный материал позволяет получать шестерни с характеристиками, превышающими конструкционные параметры цементированных зубчатых колес, в частности используемых в редукторах электромобилей NISSAN.

Изложенная выше новая методология управления свойствами сталей путем формирования структуры приграничных объемов зерен материала использована и при разработке стали 40ХМФА для особо крупных азотированных шестерен внутреннего зацепления (диаметром порядка 1000 мм) с повышенной толщиной упрочненного поверхностного слоя до 0,5–0,7 мм (см. ГОСТ 33 189-2014).

Согласно патенту РФ 2 553 764: МПК С22С 38/24 «Азотируемая сталь для зубчатых колес» (авторы – В. И. Моисеенко, А. Л. Сапунов, Н. Д. Шкатуло) и ТУ 1-806-1184-2013 «Кольца цельнокатаные, кольца цельнокатаные точные, поковки и штамповки из стали марки 40ХМФА» химический состав разработанной стали соответствует особым требованиям в части содержания ванадия, молибдена и хрома.

Легирование стали молибденом (0,2–0,3 %) и модифицирование ее ванадием (0,05–0,08 %) при содержании хрома в достаточно узком диапазоне (1,1–1,2 %) позволяет обеспечивать предельно высокий уровень технологических и прочностных свойств азотируемых деталей. Верхние пределы содержания в стали молибдена и ванадия предотвращают появление интерметаллидных фаз, ухудшающих механическую обработку, особенно нарезание зубьев крупногабаритных зубчатых колес с внутренним зацеплением.

Обрабатываемость деталей проверялась по мощности, потребляемой при нарезании зубьев, износу режущего инструмента, точности поверхности обработанных зубьев. Установлено, что с увеличением твердости мощность при обработке стали 40ХМФА возрастает, но при одинаковой

твердости (280 НВ) потребляемая мощность на стали 40ХМФА на 20–25 % ниже, чем на стали 38Х2МЮА.

Впервые предложено вводить ванадий в материал азотируемых деталей с целью устранения в стали при циклической нагрузке МЛПД, ускоряющей разрушение азотированного слоя и всей детали [6]. Наличие в материале ванадия в указанных количествах позволяет устранять МЛПД в подслоиных объемах азотированных деталей, свидетельством чему является отсутствие площадки текучести на диаграммах растяжения образцов из нового материала (рис. 1). Установлено, что МЛПД при циклической нагрузке развивается только в сталях, на диаграммах растяжения которых проявляется площадка текучести [6].

Сталь 40ХМФА имеет более высокие характеристики пластичности, чем у известных сталей 38Х2МЮА и 38ХМ (таблица), что является дополнительным фактором повышения прочности при работе деталей при низких температурах и ударно-вибрационных эксплуатационных нагрузках.

Зубчатые колеса из стали 40ХМФА и образцы материала для лабораторных исследований из указанных в таблице сталей подвергались ионному азотированию на установке PLATEC-PP 200/60 и газовому азотированию в шахтной печи США 8.12/6.

Поверхностную твердость образцов фиксировали на приборе ИТ5010 при нагрузке 5 кг.

Толщину азотированного слоя (от поверхности до структуры сердцевины) и распределение твердости по его толщине азотированного слоя определяли измерителем микротвердости Leica VMHTMOT при нагрузке 100 г согласно РД Республики Беларусь 02 260.17.40 от 20.01.2003 (рис. 2, 3).

Установлено, что твердость азотированной поверхности деталей из стали 40ХМФА оказалась ниже по сравнению со сталью 38Х2МЮА, однако кривая распределения твердости по толщине азотированного слоя, начиная с 0,09 мм (что соизмеримо с величиной приработки поверхности зубьев), располагается выше, чем у алюминийсодержащей стали 38Х2МЮА (рис. 2).

При этом микротвердость азотированной поверхности образцов из стали 40ХМФА составляет 645–765 НВ, толщина слоя, определяемая как расстояние от поверхности до структуры сердцевины, – 0,6–0,7 мм.

Увеличение толщины упрочненного слоя достигается устранением концентрации алюминия и его соединений на границах зерен стали [3]. Отличительной особенностью стали 40ХМФА является отсутствие хрупких составляющих в слое. Градиент изменения твердости по толщине слоя (от поверхности к сердцевине) у стали 40ХМФА значительно меньше, чем у стали 38Х2МЮА (см. рис. 2). Значения микротвердости азотированного слоя по профилю зубьев не имеют различий (см. рис. 3).

В азотируемых сталях без алюминия твердость диффузионного азотированного слоя зависит от исходной твердости сердцевины: чем выше твердость сердцевины, тем больше твердость азотированного слоя по всей толщине. При твердости поверхности азотированных деталей из стали

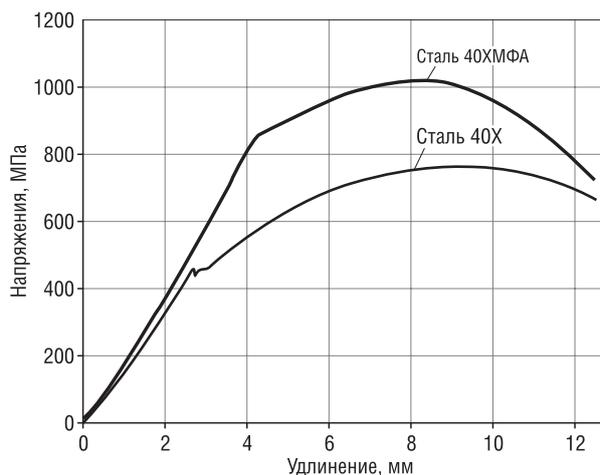


Рис. 1. Общий вид кривых растяжения на пределе текучести образцов из стали 40ХМФА и стали 40Х после термообработки: нормализация 860 °С + отпуск 580 °С, в течение 2 ч

Fig. 1. General view of the tensile curves at the yield point of samples of steel 40ХМФА and steel 40Х after heat treatment: normalization at 860 °С + tempering at 580 °С, within 2 h

Механические характеристики образцов из сталей 38Х2МЮА, 38ХМ и 40ХМФА

Mechanical characteristics of samples made of steels 38Х2МЮА, 38ХМ and 40ХМФА

Марка стали	$\sigma_{\text{в}}$, МПа	$\sigma_{\text{т}}$, МПа	δ , %	ψ , %	Твердость, НВ	КСУ, Дж/см ²
38Х2МЮА, ГОСТ 4543-71	980	835	14	50	255-302	88
38ХМ, ГОСТ 4543-71	980	885	11	45	255	69
40ХМФА	970	840	20	64	285	140

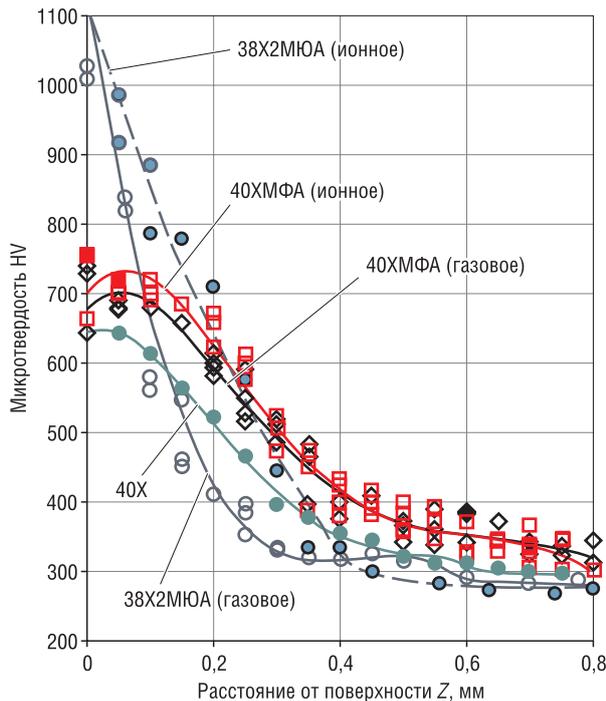


Рис. 2. Распределение микротвердости по толщине азотированного слоя образцов из сталей 40ХМФА, 38Х2МЮА после ионного и газового азотирования и 40Х после газового азотирования

Fig. 2. Distribution of microhardness over the thickness of the nitrided layer of samples made of steels 40ХМФА, 38Х2МЮА after ion and gas nitriding and 40Х after gas nitriding

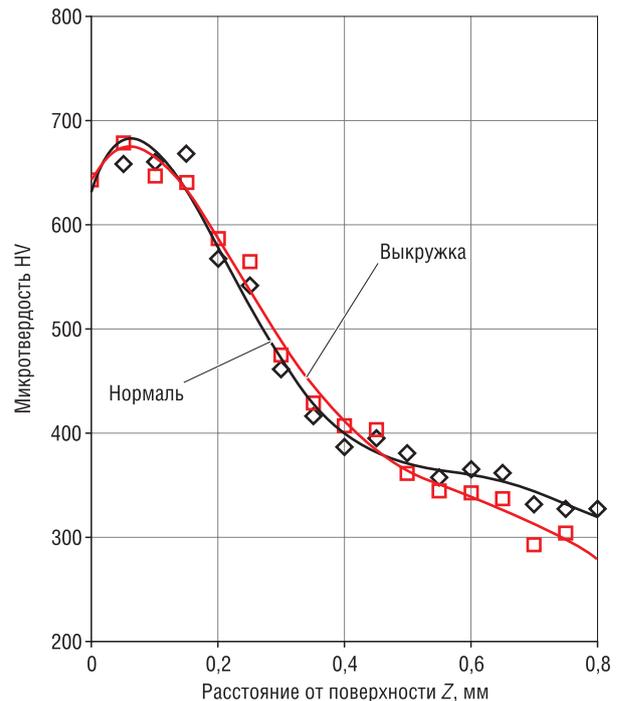


Рис. 3. Распределение микротвердости по толщине азотированного слоя по нормали к делительной окружности и в выкружке у ножки зуба детали 75132-2405284 из стали 40ХМФА

Fig. 3. Distribution of microhardness over the thickness of the nitrided layer along the normal to the pitch circle and in the fillet at the tooth foot of part 75132-2405284 made of 40ХМФА steel

40ХМФА 650–750 HV глубина слоя доходит до 0,7 мм. Предел выносливости при стендовых испытаниях фрагментов ободьев колес из стали 40ХМФА равен 520 МПа. Точность полученных из стали 40ХМФА зубчатых колес соответствует повышенным требованиям чертежа и при твердости колес 285–302 НВ может достигать 6-й степени точности [5].

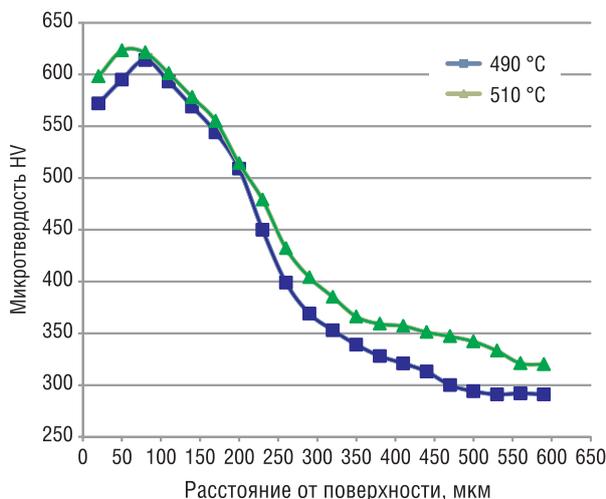


Рис. 4. Распределение микротвердости по толщине диффузионного слоя образцов из стали 40ХМФА при различных температурах ионно-плазменного азотирования

Fig. 4. Distribution of microhardness over the thickness of the diffusion layer of 40ХМФА steel samples at different temperatures of ion-plasma nitriding

Повышенная жаростойкость стали 40ХМФА позволяет азотировать детали при более высоких температурах без снижения твердости, сформированной до азотирования. Экспериментальные данные подтверждают, что увеличение температуры обработки положительно влияет на распределение микротвердости по толщине азотированного слоя и при ионно-плазменном азотировании (рис. 4).

Проведенные исследования показали, что новая сталь в ряде случаев позволяет заменить технологию упрочнения деталей цементацией на их ионное азотирование. Такого рода исследования были выполнены на ОАО «Белорусский автомобильный завод» (ОАО «БЕЛАЗ») при получении мелкозубчатых шестерен ($m < 6$ мм) и деталей шлицевых соединений путем их изготовления из стали 40ХМФА с последующим ионно-плазменным азотированием.

Проведенные исследования показали, что новая сталь в ряде случаев позволяет заменить технологию упрочнения деталей цементацией на их ионное азотирование. Такого рода исследования были выполнены на ОАО «Белорусский автомобильный завод» (ОАО «БЕЛАЗ») при получении мелкозубчатых шестерен ($m < 6$ мм) и деталей шлицевых соединений путем их изготовления из стали 40ХМФА с последующим ионно-плазменным азотированием.

азотированием вместо серийно применяемых сталей 20ХН3А после цементации и стали 45, обработанной токами высокой частоты (ТВЧ) (рис. 5).

Также были проведены сравнительные стендовые испытания мелко модульных шестерен ($m = 4$), изготовленных из сталей 40ХМФА и 20ХН3А (соответственно после ионного азотирования и цементации). Исследования осуществлялись на стенде испытаний шестерен с замкнутым силовым контуром, состоящим из двух редукторов, соединенных карданной муфтой.

В одном из редукторов испытывались четыре шестерни из стали 40ХМФА, упрочненные азотированием, в другом – из стали 20ХН3А, упрочненные цементацией. Режим испытаний: $M = 300\text{--}700 \text{ Н}\cdot\text{м}$, $n = 700\text{--}900 \text{ об/мин}$, время испытаний 400 ч.

Испытания показали, что на всех шестернях следов разрушения или повреждения зубьев не обнаружено. Аналогичные результаты получены и в эксплуатации при замене цементации азотированием шестерен привода масляного насоса самосвала БЕЛАЗ (рис. 6). Таким образом, показано, что мелко модульные азотированные зубчатые колеса из стали 40ХМФА способны воспринимать циклические нагрузки наряду с цементированными из стали 20ХН3А.

Дополнительно в соответствии с ГОСТ 21354-87 был выполнен прочностной расчет мелко модульной зубчатой передачи редуктора привода насоса БЕЛАЗ (рис. 6), где одно зубчатое колесо было цементированное, а другое – азотированное. Нагрузочный режим зубчатой передачи: 90 % работы при $M = 30 \text{ Н}\cdot\text{м}$, $n = 2100 \text{ об/мин}$.

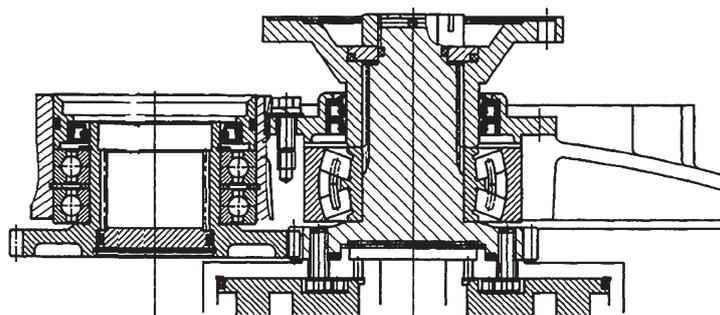


Рис. 6. Общий вид мелко модульной зубчатой передачи редуктора привода насоса гидромеханической трансмиссии БЕЛАЗ

Fig. 6. General view of the fine-modular gear transmission of the BELAZ hydromechanical transmission pump drive reducer

При сопоставлении расчетного и допускаемого напряжений установлено:

по критерию контактной прочности:

$$\sigma_H = 595 \text{ МПа} < \sigma_{HP} = 749 \text{ МПа.}$$

по изгибу:

$$\sigma_{F1} = 174 \text{ МПа} < \sigma_{FP1} = 675 \text{ МПа};$$

$$\sigma_{F2} = 230 \text{ МПа} < \sigma_{FP2} = 606 \text{ МПа.}$$

Следовательно, при изгибе и контактной прочности выносливость обоих типов зубьев обеспечивается.

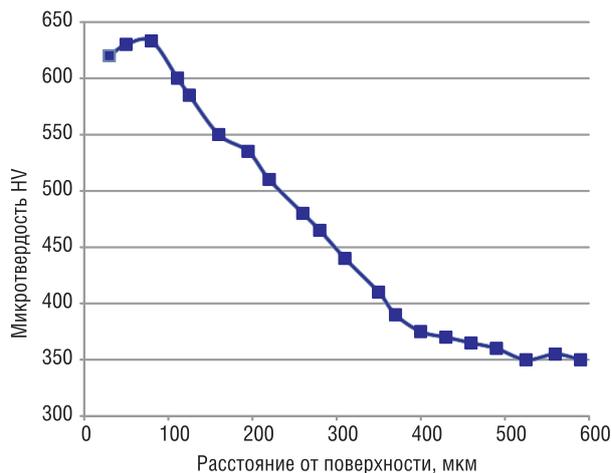


Рис. 5. Кривая распределения микротвердости по азотированному слою ступицы фрикциона из стали 40ХМФА планетарной коробки переключения передач БЕЛАЗ, обработанной по режиму ионно-плазменного упрочнения
Fig. 5. Curve of microhardness distribution over the nitrided layer of the friction clutch hub made of 40ХМФА steel of the BELAZ planetary gearbox, treated according to the ion-plasma hardening mode

Кроме определения контактной и изгибной выносливости был выполнен расчет на предотвращение глубинного контактного разрушения по приложению 8 ГОСТ 21 354-87. Данный расчет также выявил, что предел глубинной контактной выносливости не только не превышает расчетное контактное напряжение, но и превосходит его более чем в 2 раза:

$$\sigma_H = 595 \text{ МПа} \leq \frac{\sigma_{HPK}}{S_{HK}} = 1459,6 \text{ МПа.}$$

Таким образом, расчетные результаты показывают возможность замены в реальных конструкциях цементации зубьев шестерен на их азотирование без опасности усталостного разрушения

Приведенные результаты дополнительно подтверждены данными эксплуатационных испытаний. В настоящее время новая конструкционная азотируемая сталь 40ХМФА используется в серийном производстве ОАО «БЕЛАЗ» для изготовления коронных шестерен редукторов карьерных самосвалов. В соответствии с ТУ 1-806-1184-2013 ее производство освоено в Российской Федерации и Европейском союзе.

Следует упомянуть и экономический аспект использования ионного азотирования взамен цементации: если процесс цементации шестерен проводится при температуре 930 °С, то их ионное азотирование из стали 40ХМФА – при температуре 510 °С. Снижается и трудоемкость изготовления деталей из-за уменьшения количества технологических операций: в частности, исключается процесс шлифования зубьев, который требуется после цементации и который не всегда выполним (например, для блоков шестерен).

Перспективным может быть дальнейшее расширение использования сталей 20ХН4МФЮ и 40ХМФА, а также технологий производства деталей из них в серийном производстве ОАО «БЕЛАЗ», ОАО «Минский тракторный завод», ОАО «Минский автомобильный завод», ОАО «Гомсельмаш». Целесообразным представляется и изготовление из этих сталей высокоточных шестерен для редукторов легковых электромобилей, а также освоение проката указанных материалов в производстве ОАО «БМЗ», в том числе для экспорта.

Заключение. Впервые разработанная в Объединенном институте машиностроения НАН Беларуси методология формирования заданных свойств конструкционных сталей путем целенаправленного управления химическим и структурным строением приграничных объемов зерен материала позволила создать новые стали и технологии получения азотированных шестерен широкого применения. В их числе – высокоточные (модуль менее 4 мм) и крупногабаритные (модуль свыше 10 мм, диаметр свыше 1000 мм) с повышенной толщиной и прочностью упрочненного слоя (0,5–0,7 мм). Это дает возможность в перспективе обеспечивать ресурс зубчатых колес в жизненном цикле машин широкого назначения: от легковых электромобилей до карьерных самосвалов особо большой грузоподъемности, а также судовых конструкций и технологического оборудования большой единичной мощности.

Использование новых материалов и технологий в производстве карьерных самосвалов позволило не только устранить аварийность их редукторных систем по причине выхода из строя азотированных шестерен, но и сократить почти в 10 раз потребность в запасных частях этих деталей, что заметно повысило конкурентоспособность продукции БЕЛАЗ. При этом снижены стоимость, трудоемкость и энергоемкость производства, повышена его экологичность. Освоение новых материалов в металлургии (Белорусский металлургический завод) и создание производства высокоточных азотированных зубчатых колес в машиностроении открывает новые возможности импортозамещения и экспорта предприятий Беларуси в современных условиях развития электромобилей.

Список использованных источников

1. Справочник металлста / под ред. С. А. Чернавского, В. Ф. Решетникова. – М.: Машиностроение, 1976. – Т. 1. – 768 с.
2. Терентьев, Е. Ф. Использование азотирования для изменения механических характеристик металлических материалов / Е. Ф. Терентьев, А. Г. Колмаков, М. С. Мичугина // I Междунар. конф. «Деформация и разрушение материалов»: сб. материалов / ИМЕТ им. А. А. Байкова РАН. – М., 2006. – С. 457–463.
3. Харитончик, Д. И. Крупногабаритные зубчатые колеса с внутренним зацеплением из алюминийсодержащих сталей / Д. И. Харитончик, В. И. Моисеенко. – Минск: Беларус. навука, 2012. – 125 с.

4. Гуляев, А. П. *Металловедение* / А. П. Гуляев. – М.: Металлургия, 1986. – 543 с.
5. Харитончик, Д. И. Конструкционная прочность алюминийсодержащих сталей в крупногабаритных азотированных зубчатых колесах с внутренним зацеплением / Д. И. Харитончик // *Механика машин, механизмов и материалов*. – 2012. – № 1. – С. 71–75.
6. Моисеенко, В. И. Основы структурной равнопрочности стали и элементов крупногабаритных деталей машин / В. И. Моисеенко, П. Л. Мариев. – Минск: Ин-т кибернетики НАН Беларуси, 1999. – 200 с.

References

1. Chernavskii S. A., Reshetnikov V. F. (eds.) *Metalworker's Handbook. Volume I*. Moscow, Mashinostroenie Publ., 1976. 768 p. (in Russian).
2. Terent'ev E. F., Kolmakov A. G., Michugina M. S. Using nitriding to change the mechanical properties of metallic materials. *I Mezhdunarodnaya konferentsiya "Deformatsiya i razrushenie materialov": sbornik materialov* [I International Conference "Deformation and Fracture of Materials": Collection of Materials]. Moscow, Institute of Metallurgy and Materials Science them. A. A. Baykov RAS, 2006, pp. 457–463 (in Russian).
3. Kharitonchik, D. I., Moiseenko V. I. *Oversized Internal Gears Made of Aluminum-Containing Steels*. Minsk, Belaruskaya navuka Publ., 2012. 125 p. (in Russian).
4. Gulyaev A. P. *Metallurgical Engineering*. Moscow, Metallurgiya Publ., 1986. 543 p. (in Russian).
5. Kharitonchik, D. I. Structural strength of aluminum-containing steels in large-size nitrided gears with internal gearing. *Mekhanika mashin, mekhanizmov i materialov = Mechanics of Machines, Mechanisms and Materials*, 2012, no. 1, pp. 71–75 (in Russian).
6. Moiseenko V. I., Mariev P. L. *Fundamentals of Structural Uniform Strength of Steel and Elements of Large-Sized Machine Parts*. Minsk, Institute of Cybernetics of the National Academy of Science of Belarus, 1999. 200 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: vim38@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

Шкатуло Наталья Дмитриевна – научный сотрудник, Объединенный институт машиностроения Национальной академии наук Беларуси (ул. Академическая, 12, 220072, Минск, Республика Беларусь). E-mail: ks_oim@tut.by

Харитончик Дмитрий Иванович – заместитель министра промышленности Республики Беларусь, Министерство промышленности Республики Беларусь (Партизанский пр., 2, корп. 4, 220033, Минск, Республика Беларусь). E-mail: minprom4@minprom.gov.by

Information about the authors

Pyotr A. Vityaz – 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.bas-net.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: vim38@tut.by

Aleksandr G. Sidorenko – Ph. D. (Engineering), Head of the 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

Natalia D. Shkatulo – 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

Dmitry I. Haritonchik – Deputy Minister of Industry of the Republic of Belarus, Ministry of Industry of the Republic of Belarus (2, building 4, Partizansky Ave., 220033, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: minprom4@minprom.gov.by

ЭНЕРГЕТИКА, ТЕПЛО- И МАССООБМЕН
POWER ENGINEERING, HEAT AND MASS TRANSFER

УДК 532.5:66.047
<https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-66-75>

Поступила в редакцию 25.03.2020
Received 25.03.2020

П. В. Акулич, Д. С. Слижук

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

**ТЕПЛОМАССОПЕРЕНОС В ПРОДУВАЕМОМ СЛОЕ РАСТИТЕЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ
ПРИ ЦИКЛИЧЕСКОМ МИКРОВОЛНОВОМ ЭНЕРГОПОДВОДЕ**

Аннотация. Приведены результаты моделирования и экспериментального исследования тепломассопереноса в плотном продуваемом слое растительных материалов при циклическом микроволновом воздействии. Двумерная математическая модель состоит из уравнений сохранения массы газовой фазы, фильтрации, тепло- и массопереноса в фазах, которые учитывают внутреннее сопротивление переносу теплоты и влаги в частицах при определении коэффициентов тепло- и массоотдачи. При этом учитываются зависимости теплоты фазового перехода от влажности частиц, их усадки в процессе дегидратации, зависимости эффективных коэффициентов теплопроводности газа и диффузии пара от скорости фильтрации. В качестве примера приводится моделирование сушки нарезанного картофеля в плотном слое при циклическом СВЧ-конвективном энергоподводе. Показана возможность интенсификации процесса дегидратации влаги и сокращения его продолжительности по сравнению с конвективным способом. Выполнено сравнение расчетных данных с опытными данными, подтверждающее адекватность модели.

Ключевые слова: тепломассоперенос в неподвижном слое, СВЧ-конвективная сушка, сушка растительных материалов

Для цитирования: Акулич, П. В. Тепломассоперенос в продуваемом слое растительных материалов при циклическом микроволновом энергоподводе / П. В. Акулич, Д. С. Слижук // Вес. Нац. акад. наук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2021. – Т. 66, № 1. – С. 66–75. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-66-75>

Piotr V. Akulich, Dmitriy S. Slizhuk

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

**HEAT AND MASS TRANSFER IN THE BLASTED LAYER OF VEGETABLE MATERIALS WITH CYCLIC
MICROWAVE POWER SUPPLY**

Abstract. The results of modeling and experimental study of heat and mass transfer in a dense blown layer of plant materials under cyclic microwave exposure are presented. The two-dimensional mathematical model consists of the equations of conservation of the mass of the gas phase, filtration, heat and mass transfer in phases, which take into account the internal resistance to heat and moisture transfer in the particles when determining the heat and mass transfer coefficients. In this case, the dependences of the heat of the phase transition on the humidity of the particles, their shrinkage during dehydration, and the dependences of the effective coefficients of thermal conductivity of the gas and vapor diffusion on the filtration rate are taken into account. The simulation results of drying chopped potatoes in a dense layer with a cyclic microwave convective energy supply are presented. The possibility of intensifying the process of moisture dehydration and reducing its duration compared with the convective method is shown. Comparison of calculated data with experimental data confirms the adequacy of the model.

Keywords: heat and mass transfer in a fixed layer, microwave convective drying, drying of plant materials

For citation: Akulich P. V., Slizhuk D. S. Heat and mass transfer in the blasted layer of vegetable materials with cyclic microwave power supply. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2021, vol. 66, no. 1, pp. 66–75 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-66-75>

Введение. В настоящее время одним из актуальных научно-технических направлений является повышение эффективности существующих и разработка принципиально новых энергоэффективных и ресурсосберегающих технологий и оборудования. Прежде всего это касается энергоемких технологий, к которым относятся процессы обезвоживания коллоидных капиллярно-пористых материалов растительного происхождения. Высокая их энергоемкость обусловлена затратами теплоты на испарение влаги, высокой влажностью материалов, их термолабильными свойствами, препятствующими использованию высоких температур обработки, а также зачастую неэффективным подводом энергии, приводящим к ее потерям. В связи с этим внимание исследователей привлекают комбинированные нестационарные (импульсные и осциллирующие) электромагнитно-конвективные способы подвода энергии, а также методы вакуумного или сублимационного воздействия в сочетании с микроволновым или инфракрасным излучением, предварительным замораживанием с использованием жидких хладагентов [1–6]. Такие способы энергоподвода позволяют интенсифицировать тепло- и массообменные процессы и повысить их эффективность, при этом создают сравнительно мягкие режимы температурного воздействия и тем самым способствуют сохранению качественных показателей продукта. Приведенные в [7, 8] исследования циклического СВЧ-конвективного способа сушки некоторых растительных материалов в неподвижном и псевдооживленном слоях свидетельствуют о сокращении времени обезвоживания и уменьшении энергозатрат. В [9] исследован процесс микроволновой сушки бананов. Для предотвращения перегрева продукта сушка проводилась при переменной мощности СВЧ-излучения. Отмечены положительные стороны такого режима и конвективного воздействия потока воздуха на качество сухого продукта.

Для обезвоживания и тепловой обработки материалов растительного происхождения находят широкое применение аппараты с плотным неподвижным или малоподвижным дисперсным слоем с конвективным подводом теплоты, например ленточные, конвейерные и камерные полочные установки. Однако они в большинстве случаев имеют сравнительно высокие удельные расходы теплоты и потери с отработанным теплоносителем.

Метод механики сплошных сред часто применяется для моделирования процессов тепло-массопереноса в дисперсных системах. В [7] на его основе приводится описание тепло-массопереноса в плотном дисперсном слое при конвективном и конвективно-микроволновом нагреве. Рассматриваются двухфазные модели, однако не учитываются внутреннее термическое и диффузионное сопротивление во влажных частицах, сорбционные их свойства.

Цель этой работы – исследование влияния циклического микроволнового энергвоздействия на тепло-массоперенос в продуваемом плотном слое растительных материалов.

Математическая модель. Процессы тепло-массопереноса моделируются в слое влажного дисперсного материала, который находится в неподвижном состоянии и продувается нагретым воздухом снизу вверх в режиме фильтрации. Дисперсный слой сверху подвергается воздействию постоянного во времени или циклического СВЧ-излучения. При этом возможно создание осциллирующего конвективного энергоподвода. Такие режимы направлены на интенсификацию тепло-массообменных процессов, повышение их эффективности и создание щадящих условий теплового воздействия.

Математическая модель тепло-массопереноса включает следующие уравнения. Уравнение сохранения массы газовой фазы:

$$\frac{\partial \rho_1}{\partial \tau} + \nabla \cdot (\rho_1 \vec{v}) = j_{\text{п}}, \quad (1)$$

где \vec{v} – скорость газа в зазорах между частицами слоя, м/с; ρ_1 – приведенная плотность газовой фазы (сухого воздуха и водяных паров), равная $\rho_1 = \varepsilon \rho_1^\circ$, кг/м³ (ρ_1° – истинная плотность газовой фазы (сухого воздуха и водяных паров), кг/м³; ε – порозность слоя); τ – время, с.

Движение газа описывается уравнением Дарси $\vec{v} = -(k/\mu)\nabla p$. Уравнение переноса пара в дисперсном слое можно представить в следующем виде:

$$\frac{\partial (\rho_{\text{п}}^\circ \varepsilon)}{\partial \tau} + \vec{v} \nabla \rho_{\text{п}}^\circ = \nabla \cdot (D_{\text{п.эф}} \nabla \rho_{\text{п}}^\circ) + j_{\text{п}}, \quad (2)$$

где \vec{v} – скорость газа, рассчитанная на площадь сечения слоя, м/с; $\vec{v} = \vec{v}\epsilon$; $\rho_{\text{п}}^{\circ}$ – плотность водяных паров, кг/м³.

Перенос теплоты в газовой фазе слоя описывается таким уравнением:

$$c_1 \rho_1^{\circ} \left(\epsilon \frac{\partial T_1}{\partial \tau} + \vec{v} \nabla T_1 \right) = \nabla \cdot (\lambda_{1\text{эф}} \nabla T_1) - \alpha S_{\text{уд}} (T_1 - T_2), \quad (3)$$

где c_1 – удельная теплоемкость газа, Дж/(кг·К); $S_{\text{уд}}$ – удельная поверхность слоя, равная $S_{\text{уд}} = (6/l)(1 - \epsilon)$, 1/м; T_1 , T_2 – температуры газа и частиц соответственно, К; α – коэффициент теплоотдачи, Вт/(м²·К).

Зависимости эффективных коэффициентов теплопроводности газовой фазы и диффузии пара от скорости фильтрации учитывались нами исходя из следующих выражений в направлении соответствующих осей [10, 11]: $\lambda_{1\text{у.эф}} = \lambda_1(\epsilon + 0,5\text{Pe})$, $\lambda_{1\text{к.эф}} = \lambda_1(\epsilon + 0,1\text{Pe})$ и $D_{\text{п.эф}} = D_{\text{п}}\epsilon + 0,5d_{\text{ч}}\vec{v}$, где $d_{\text{ч}}$ – эквивалентный диаметр частиц, м; $\text{Pe} = v d_{\text{ч}}/a$ – число Пекле; a – коэффициент температуропроводности газа, м²/с.

Уравнение переноса влаги в твердой фазе представим в следующем виде:

$$(1 - \epsilon) \frac{\partial U}{\partial \tau} = \nabla \cdot (D_{\text{эф}} \nabla U) - j_{\text{п}}, \quad (4)$$

где U – объемное влагосодержание, кг/м³ твердой фазы; $D_{\text{эф}}$ – эффективный коэффициент диффузии влаги, м²/с.

Перенос теплоты в твердой фазе слоя выразим следующим уравнением:

$$c \rho_{\text{с}} (1 - \epsilon) \frac{\partial T_2}{\partial \tau} = \nabla \cdot (\lambda_{2\text{эф}} \nabla T_2) + \alpha S_{\text{уд}} (T_1 - T_2) - r_{\text{п}} j_{\text{п}} + (1 - \epsilon) I, \quad (5)$$

где c – удельная теплоемкость частиц, $c = c_{\text{с}} + c_{\text{ж}} u$, Дж/(кг·К) ($c_{\text{с}}$, $c_{\text{ж}}$ – удельные теплоемкости сухих частиц и жидкости соответственно, Дж/(кг·К)); $\rho_{\text{с}}$ – плотность (содержание) сухого вещества, кг/м³ частицы; $r_{\text{п}}$ – удельная теплота парообразования, Дж/кг.

Интенсивность массоотдачи от твердой фазы в газовую фазу определяется выражением

$$j_{\text{п}} = \beta_u S_{\text{уд}} [u - u_{\text{р}}(p_{\text{п}}, T_1)], \quad (6)$$

где β_u – коэффициент массоотдачи, отнесенный к разности влагосодержаний, кг/(м²·с·кг/кг); u , $u_{\text{р}}$ – соответственно текущее и равновесное влагосодержания частиц, $u = W/(1 - W)$, кг/кг (W – влажность (на общую массу) частиц, кг/кг); $p_{\text{п}}$ – парциальное давление водяных паров, Па.

Для описания изотермы десорбции влаги используется аппроксимационная формула [12]

$$u_{\text{р}} = u_{0,5}(T) \left(\frac{p_{\text{п}}}{p_{\text{н}} - p_{\text{п}}} \right)^{1/n}, \quad (7)$$

где $u_{0,5}(T) = A \exp[-B(T - T_0)]$ – зависимость равновесного влагосодержания от температуры при $\phi = p_{\text{п}}/p_{\text{н}} = 0,5$; $p_{\text{н}}$ – давление насыщенного пара, Па. Показатель n постоянен для одного и того же материала. В результате аппроксимации данных работы [13] для картофеля показатель приближенно равен $n = 2,4$, а постоянные – $A = 0,135$, $B = 0,0087$, $T_0 = 293$ К.

Перенос влаги в частицах материала слоя учитывается в определении коэффициента массоотдачи. Последний определяется как коэффициент массопередачи, учитывающий сопротивление массоотдачи с поверхности частиц и внутридиффузионное сопротивление переносу влаги: $\beta_u = [1/\beta'_u + 1/(\chi\beta''_u)]^{-1}$ [14]. Здесь β'_u – коэффициент массоотдачи, отнесенный к разности влагосодержаний, кг/(м²·с·кг/кг); β''_u – коэффициент, обусловленный сопротивлением диффузии влаги, кг/(м²·с·кг/кг), $\beta''_u = (\beta''/(R_{\text{п}} T_2))(p_{\text{н}}/u_0)$, $\beta'' = 2\pi^2 D/(3d_{\text{ч}})$; D – коэффициент теплопроводности, м²/с; $\chi = \rho_{\text{ж}}/\rho_{\text{п}}$ – равновесная растворимость ($\rho_{\text{ж}}$ – плотность жидкости (влаги), кг/м³; $\rho_{\text{п}}$ – плотность водяных паров у поверхности частиц, кг/м³).

Плотность газовой смеси и водяных паров определяется по уравнению состояния идеального газа. Количество теплоты, выделяемое в частицах материала при воздействии электромагнитного излучения, рассчитывается следующим образом:

$$I = \delta(\tau)k'q_0(1 - R_{отр}) \exp[-k'(h - y)], \tag{8}$$

где $\delta(\tau)$ – периодическая (импульсная) функция времени; k' – показатель поглощения; q_0 – плотность потока электромагнитного излучения, падающего на поверхность слоя, Вт/м²; $R_{отр}$ – коэффициент отражения; y – вертикальная координата, м; h – высота слоя, м.

Учитывалась зависимость коэффициента поглощения от влагосодержания частиц: $k' = k_0 \exp[k_1(u_0 - u)]$, $u_{к.у} \leq u \leq u_0$; k_0, k_1 – постоянные; $u_0, u_{к.у}$ – начальное и конечное условные влагосодержания, кг/кг.

Коэффициент теплопроводности находится по эмпирической формуле [15]

$$D(u, T) = a_0 \exp(-a_1/u) \exp(-a_2/T), \tag{9}$$

где $a_0 = 1,29 \cdot 10^{-6}$, $a_1 = 0,0725$, $a_2 = 2044$. Уравнение (9) справедливо в диапазоне параметров $0,01 < u < 5$, $333 < T < 373$.

Удельная теплота испарения влаги находится из уравнения Клапейрона–Клаузиуса

$$r_{п} = \frac{R^* T^2}{M_{п}} \left(\frac{1}{p_{п}} \frac{\partial p_{п}}{\partial T} - \frac{nu_{0,5}^{n-1}}{u_{0,5}^n + u_{п}^n} \frac{\partial u_{0,5}}{\partial T} \right), \tag{10}$$

где R^* – универсальная газовая постоянная, Дж/(кмоль · К); $M_{п}$ – молекулярная масса пара, кг/кмоль; $\partial u_{0,5} / \partial T = -Bu_{0,5}(T)$.

Давление насыщенного водяного пара $p_{п}$ в диапазоне температур от 0 до 100 °С рассчитывается по приближенной формуле Антуана. Коэффициент теплоотдачи в неподвижном зернистом слое определяется согласно выражению [16]

$$Nu_{\text{ж}} = 0,395 Re_{\text{ж}}^{0,64} Pr^{0,33}, \tag{11}$$

где $Nu_{\text{ж}} = \alpha' d_{\text{ж}} / \lambda_1$ – тепловое число Нуссельта (α' – коэффициент теплоотдачи в дисперсном слое, Вт/(м² · К)); $Re_{\text{ж}} = vd_{\text{ж}}/\nu = 4v/(S_{\text{уд}}\nu)$ – число Рейнольдса (ν – кинематический коэффициент вязкости газа, м²/с); $Pr = \nu/a$ – число Прандтля; $d_{\text{ж}}$ – эквивалентный диаметр каналов, $d_{\text{ж}} = 4\epsilon d_q / [6(1 - \epsilon)]$.

Допуская аналогию процессов тепло- и массообмена, коэффициент массоотдачи определяется по формуле, подобной (11). Коэффициент теплоотдачи рассчитывается с учетом термического сопротивления теплопроводности частиц [14]

$$\alpha = \frac{1}{\frac{d_{\text{ж}}}{\lambda_1 Nu_{\text{ж}}} + \frac{3}{2} \frac{d_{\text{ч}}}{\pi^2 \lambda_{\text{ч}}}}, \tag{12}$$

где $\lambda_{\text{ч}}$ – коэффициент теплопроводности частиц, Вт/(м · К).

В процессе сушки усадка частиц учитывалась нами на основе опытных данных по экспоненциальной зависимости от влагосодержания частиц $l = l_0 \exp[l_1(u_0 - u)]$, где l – линейный размер частицы, м; l_0, l_1 – постоянные. Изменение высоты слоя вследствие усадки при сушке не принималось во внимание, допуская пополнение слоя частицами с теми же свойствами так, как это имеет место, например, при сушке в ленточных установках при пересыпании материала с одной ленты на другую.

Основные параметры, при которых выполнялись расчеты: $k = 1 \cdot 10^{-8}$ м²; $c_1 = 1,006$ кДж/(кг · К); $\lambda_1 = 0,029$ Вт/(м · К); $D_{\text{эф}} = 5 \cdot 10^{-12}$ м²/с; $\lambda_{2\text{эф}} = 0,1$ Вт/(м · К); $R^* = 8314,2$ Дж/(кмоль · К); $M_{п} = 18,02$ кг/кмоль; $\rho_{\text{с}} = 175$ кг/м³; $u_0 = 5,2$ кг/кг; $U_0 = 910$ кг/м³ твердой фазы; $h = 0,05$ м; $a_0 = 0,007$ м; $R_{отр} = 0,05$; $k_0 = 83$; $u_{к.у} = 0,03$ кг/кг; $l_0 = 0,007$ м; $l_1 = -0,043$; $\epsilon = 0,5$.

Анализ расчетных и экспериментальных результатов. Схема разработанной в Институте тепло- и массообмена имени А.В. Лыкова Национальной академии наук Беларуси экспериментальной установки с комбинированным СВЧ-конвективным энергоподводом представлена на рис. 1. Установка состоит из сушильной камеры 3, магнетрона 1, волновода 2,

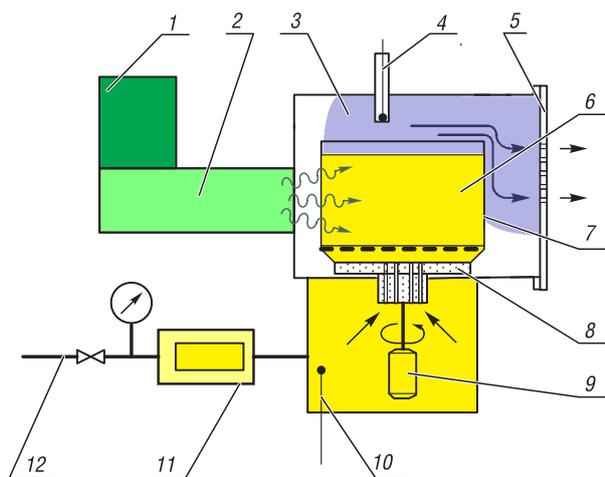


Рис. 1. Схема экспериментальной установки с СВЧ-конвективным энергоподводом: 1 – магнетрон; 2 – волновод; 3 – сушильная камера; 4, 10 – термопары; 5 – съемная крышка камеры; 6 – образец материала; 7 – съемная емкость с перфорированным дном для материала; 8 – вращающийся стол с воздушными каналами; 9 – привод; 11 – воздухоподогреватель; 12 – линия подачи сжатого воздуха

Fig. 1. Schematic of an experimental setup with a microwave convective energy supply: 1 – magnetron; 2 – waveguide; 3 – dryer chamber; 4, 10 – thermocouples; 5 – removable camera cover; 6 – sample material; 7 – removable container with perforated bottom for material; 8 – rotating table with air channels; 9 – drive; 11 – air heater; 12 – compressed air supply line

распределение теплоносителя по сечению емкости (слоя). Для повышения равномерности микроволнового облучения емкость приводилась во вращение, кроме того по ее оси размещалась цилиндрическая вставка из керамики диаметром 30 мм. Для определения кинетики процесса емкость с материалом периодически извлекалась из камеры и взвешивалась на лабораторных весах. Контроль температуры материала проводился по показаниям выходящего из слоя воздуха. Температура теплоносителя выбиралась в диапазоне 40–60 °С и поддерживалась на заданном уровне в разные периоды сушки.

На экспериментальной установке проводились исследования процесса сушки растительных материалов: нарезанного сырого картофеля, корня сельдерея. Дисперсный материал представлял собой преимущественно кубики размером 7×7×7 мм. Воздействие микроволновым излучением на влажный материал осуществлялось периодически в зависимости от его влажности. Длительность облучения определялась экспериментально и варьировалась в диапазоне от 0,5 до 3 мин. Продолжительность пауз между облучениями составляла 1–2 мин, что позволяло охлаждать частицы материала и тем самым предотвращать их перегрев и ухудшение качества.

Исследование влияния зависимости эффективных коэффициентов теплопроводности газа и диффузии пара от скорости фильтрации при конвективном энергоподводе показало, что средняя и локальная температура частиц в слое несколько ниже при постоянных эффективных коэффициентах, а плотность водяных паров и влагосодержание частиц немного выше. Однако эта разница невелика при исследованных параметрах процесса.

На рис. 2 видно, что уменьшение плотности циклического потока СВЧ-излучения, падающего на поверхность слоя, обуславливает замедление скорости процесса (кривая 3). В свою очередь увеличение скорости фильтрации газа через слой при данном режиме не приводит к значительной интенсификации испарения влаги. Рост скорости удаления влаги наблюдается лишь на начальном этапе процесса, поскольку температура газа составляет 60 °С. Затем подается менее нагретый (до температуры 40 °С) воздух, и увеличение его скорости не приводит к росту скорости

подводящего поток излучения к образцу материала 6. Камера 3 снабжена вращающимся столом 8 с каналами для подвода теплоносителя к образцу материала 6. Дисперсный материал размещается в съемной емкости 7 с перфорированным дном. Вращение стола для материала осуществляется электроприводом 9. В качестве теплоносителя используется сжатый воздух, который подается по линии 12 в калорифер 11 и после нагрева до требуемой температуры поступает через отверстия во вращающемся столе и днище емкости и далее равномерно распределяется в слое материала. После фильтрации через дисперсный слой материала воздух, насыщенный влагой, удаляется из камеры через отверстия в съемной крышке 5 в окружающую среду. Температура воздуха контролируется до и после прохождения через слой материала с помощью термопар 4 и 10. Давление воздуха под вращающимся столом составляет 20–40 кПа, что позволяет обеспечивать среднюю скорость воздуха по сечению емкости с образцом дисперсного материала 0,1–0,3 м/с.

Процесс сушки дисперсных материалов осуществлялся в специальной цилиндрической емкости диаметром 110 мм с перфорированным дном, что обеспечивало равномерное

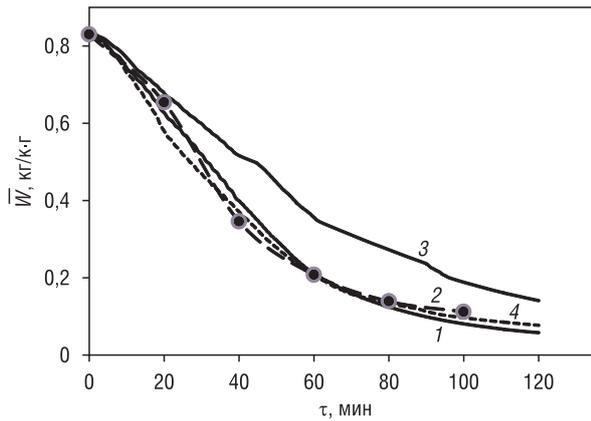


Рис. 2. Зависимости средней влажности (на общую массу) частиц от времени при циклическом СВЧ-конвективном энерговоздействии: 1 – $0 \leq \tau \leq 12$, $\tau_{\text{изл}} = 3$ мин, $\tau_{\text{п}} = 1$ мин; $12 < \tau \leq 20$, $\tau_{\text{изл}} = 1$, $\tau_{\text{п}} = 1$; $20 < \tau \leq 40$, $\tau_{\text{изл}} = 1$, $\tau_{\text{п}} = 1$; $40 < \tau \leq 60$, $\tau_{\text{изл}} = 0,5$, $\tau_{\text{п}} = 0,5$; $\tau > 60$, $\tau_{\text{изл}} = 0,5$, $\tau_{\text{п}} = 1$. При $0 < \tau \leq 20$ $T_{10} = 60$ °С, при $\tau > 20$ $T_{10} = 40$ °С. $q_0 = 7 \cdot 10^4$ Вт/м², $v_0 = 0,3$ м/с; $h = 0,05$ м; 2 – экспериментальная кривая; 3 – $q_0 = 5 \cdot 10^4$ Вт/м², $v_0 = 0,3$ м/с; 4 – $q_0 = 7 \cdot 10^4$ Вт/м², $v_0 = 1,0$ м/с

Fig. 2. Dependencies of average particle humidity (total weight) on time during cyclic microwave convective energy exposure: 1 – $0 \leq \tau \leq 12$, $\tau_{\text{изл}} = 3$ min, $\tau_{\text{п}} = 1$ min; $12 < \tau \leq 20$, $\tau_{\text{изл}} = 1$, $\tau_{\text{п}} = 1$; $20 < \tau \leq 40$, $\tau_{\text{изл}} = 1$, $\tau_{\text{п}} = 1$; $40 < \tau \leq 60$, $\tau_{\text{изл}} = 0,5$, $\tau_{\text{п}} = 0,5$; $\tau > 60$, $\tau_{\text{изл}} = 0,5$, $\tau_{\text{п}} = 1$. At $0 < \tau \leq 20$ $T_{10} = 60$ °C, at $\tau > 20$ $T_{10} = 40$ °C. $q_0 = 7 \cdot 10^4$ W/m², $v_0 = 0.3$ m/s; $h = 0.05$ m. 2 – experimental curve 3 – $q_0 = 5 \cdot 10^4$ W/m², $v_0 = 0.3$ m/s; 4 – $q_0 = 7 \cdot 10^4$ W/m², $v_0 = 1.0$ m/s

дегидратации влаги. Сравнение расчетной кривой кинетики дегидратации влаги (кривая 1) с экспериментальными данными (кривая 2) для подобных условий свидетельствует об их удовлетворительном соответствии.

Проведем анализ конвективного подвода теплоты с циклическим СВЧ-конвективным способом. На рис. 3 видно, что циклический подвод теплоты микроволновым излучением даже при продувании слоя холодным воздухом при температуре 17 °С приводит к заметному росту скорости испарения влаги по сравнению с чисто конвективным способом подвода теплоты при температуре воздуха 70 °С и примерно одинаковой скорости воздуха около 0,3 м/с. Повышая жесткость, или, иными словами, интенсивность циклического СВЧ-конвективного режима (кривая 3), можно еще более увеличить скорость процесса и сократить его продолжительность. При этом слой частиц быстро прогревается под действием микроволнового излучения и сравнительно быстро охлаждается за счет развитой поверхности контакта фаз при фильтрации воздуха.

Скорость испарения влаги в значительной степени зависит от скорости фильтрации газа. Однако увеличение скорости газа от 0,3 до 1,2 м/с при конвективном энергоподводе не позволяет достигнуть такой же интенсивности процесса удаления влаги, как при циклическом СВЧ-конвективном режиме, соответствующем кривой 3 на рис. 3. При этом следует отметить, что обеспечение сравнительно большой скорости фильтрации газа через слой материала увеличивает сопротивление слоя и соответственно приводит к возрастанию затрат энергии. Кроме того, большой расход газа влечет за собой большие потери с отработанным теплоносителем. Это приводит к необходимости создания рециркуляции теплоносителя, регенерации или утилизации теплоты, что также требует дополнительных капитальных вложений и затрат энергии.

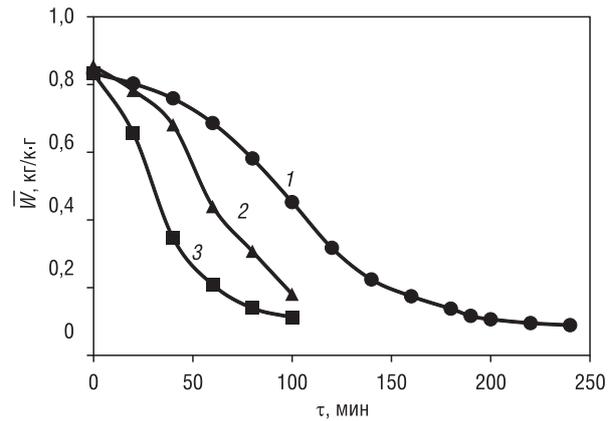


Рис. 3. Сравнение кинетических зависимостей конвективной и СВЧ-конвективной сушки частиц картофеля (кубики 7×7×7 мм) в неподвижном слое при $v_0 = 0,3$ м/с: 1 – конвективный теплоподвод: $t_1 = 70$ °С; высота слоя 50 мм; 2 – циклическое СВЧ-воздействие по 2 мин с паузой 2 мин, слой продувается непрерывно холодным воздухом $t_1 = 17$ °С; 3 – циклический СВЧ-конвективный теплоподвод ((время действия излучения + пауза)× количество периодов): ~ 0–20 мин: (3 + 1)×3, (2 + 1)×1, (1 + 1)×1, $t_1 = 60$ °С; ~ 20–40 мин: (2+1)×1, (1+1)×2, (1,5+1)×2, (1+1)×1, $t_1 = 40$ °С и далее постоянна; ~ 40–60 мин: (1 + 1)×2, (0,5 + 1)×7, (0,5 + 0,75)×2; ~ 60–80 мин: (0,5 + 0,5)×20; ~ 80–100 мин: (0,5 + 0,5)×5, (0,5 + 1)×10

Fig. 3. Comparison of the kinetic dependencies of convective and microwave convective drying of potato particles (cubes 7×7×7 mm) in a fixed layer at $v_0 = 0.3$ m/s: 1 – convective heat supply: $t_1 = 70$ °C; layer height 50 mm; 2 – cyclic microwave exposure for 2 minutes with a pause of 2 min, the layer is blown continuously with cold air $t_1 = 17$ °C; 3 – cyclic microwave convective heat supply ((radiation exposure time + pause)× number of periods): ~ 0–20 min: (3 + 1)×3, (2 + 1)×1, (1 + 1)×1, $t_1 = 60$ °C; ~ 20–40 min: (2 + 1)×1, (1 + 1)×2, (1.5 + 1)×2, (1 + 1)×1, $t_1 = 40$ °C and further it is constant; ~ 40–60 min: (1 + 1)×2, (0.5 + 1)×7, (0.5 + 0.75)×2; ~ 60–80 min: (0.5 + 0.5)×20; ~ 80–100 min: (0.5 + 0.5)×5, (0.5 + 1)×10

Температура частиц слоя носит колебательный характер и при отключении СВЧ-излучения быстро снижается из-за развитой поверхности контакта фаз вплоть до температуры газа на входе в слой (рис. 4, *a*). Наибольшие нагрев и колебания температуры претерпевает верхняя область слоя, на которую падает поток излучения. Поэтому при неподвижном слое частиц в процессе обезвоживания необходимо контролировать температуру частиц на его поверхности. Во избежание перегрева частиц на поверхности слоя можно перемешивать слой, что также будет способствовать выравниванию влажности по высоте слоя и интенсификации процесса.

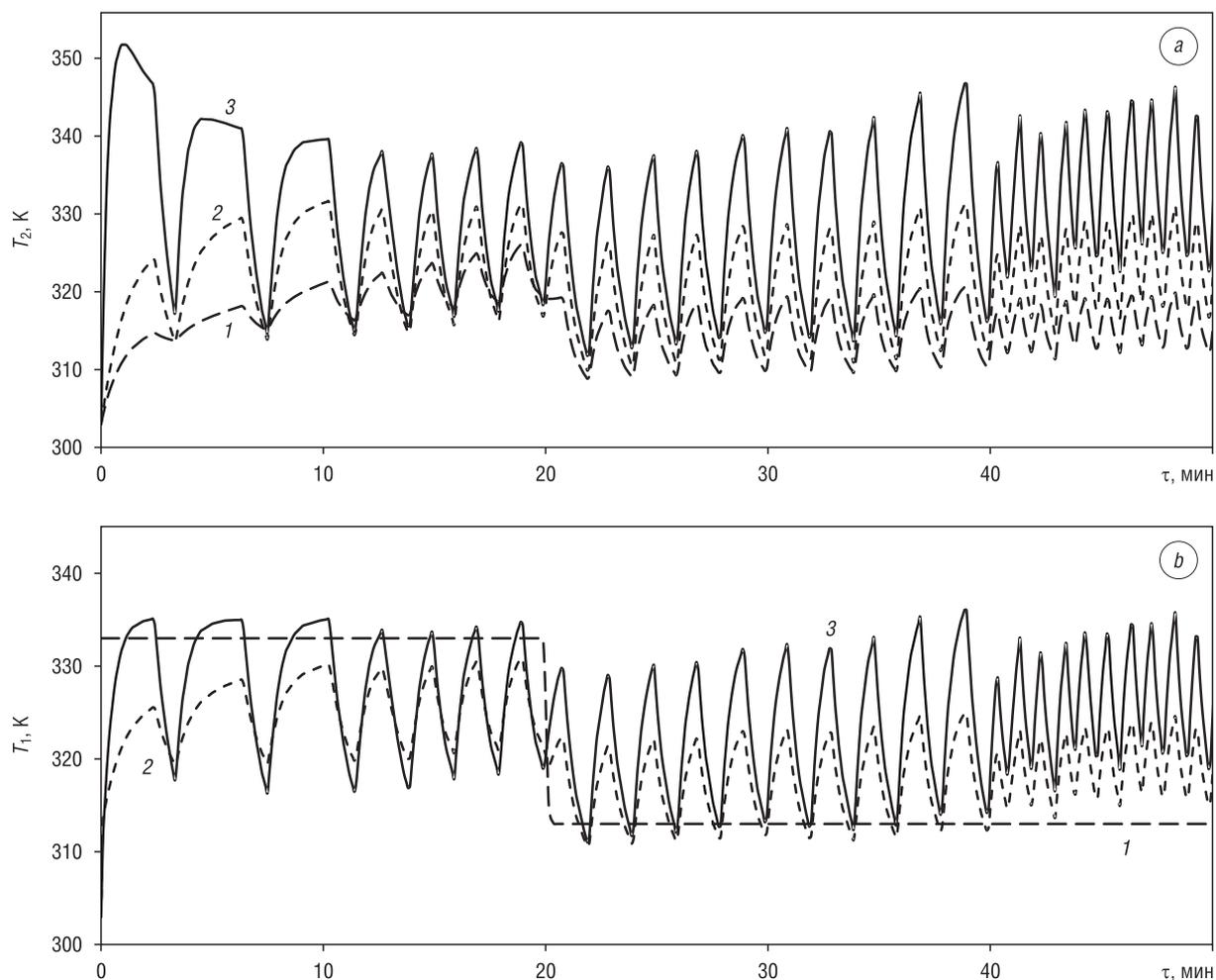


Рис. 4. Зависимости температуры частиц (*a*) и газа (*b*) в дисперсном слое от времени: 1 – $y = 0$ м; 2 – $y = 0,025$ м; 3 – $y = 0,05$ м; $x = 0,125$ м

Fig. 4. The dependence of the temperature of the particles (*a*) and gas (*b*) in the dispersed layer on time: 1 – $y = 0$ m; 2 – $y = 0.025$ m; 3 – $y = 0.05$ m; $x = 0.125$ m

Вследствие развитой поверхности контакта фаз зависимости температуры газа и частиц подобны, но значения температуры газа несколько ниже, чем частиц (рис. 4, *b*). На входе в слой температура воздуха задается ступенчатой функцией (кривая 1). Подача более холодного газа во втором периоде дегидратации влаги приводит к ускорению охлаждения частиц в период отключения СВЧ-излучения и предотвращает снижение качественных показателей продукта.

В ходе эксперимента установлено, что влажность частиц значительно различается по высоте слоя (рис. 5). Она достигает максимальных значений в конце первого и начале второго периодов сушки, а затем при удалении связанной влаги эта разница уменьшается и влажность частиц стремится к равновесной влажности. При этом распределение влаги по вертикальной координате в начале процесса приобретает параболический вид, а потом, с течением времени, выравнивается.

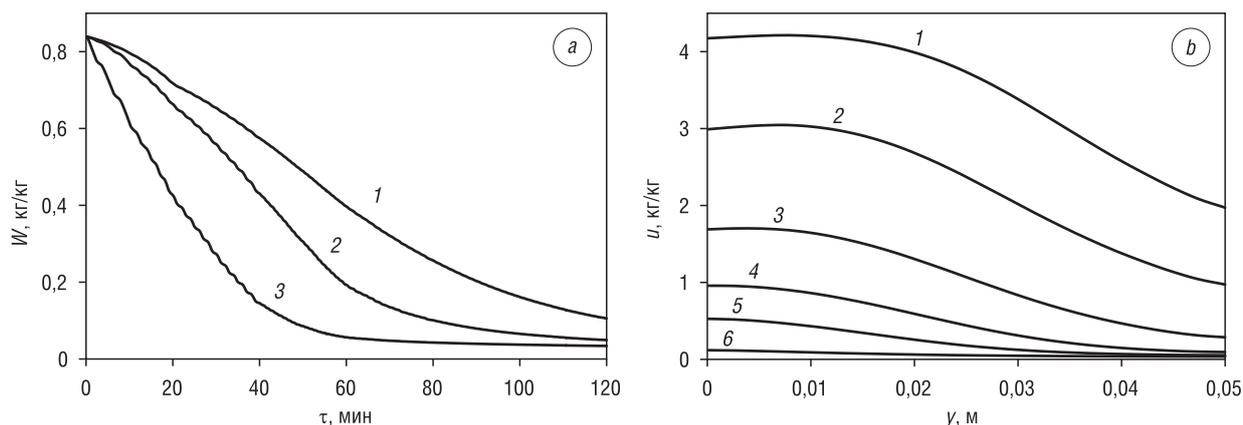


Рис. 5. Распределение влажности частиц в слое: *a* – в зависимости от времени, $1 - y = 0$ м; $2 - y = 0,025$ м; $3 - y = 0,05$ м; *b* – по координате, $1 - \tau = 500$ с; $2 - \tau = 1000$ с; $3 - \tau = 2000$ с; $4 - \tau = 3000$ с; $5 - \tau = 4000$ с; $6 - \tau = 7200$ с

Fig. 5. The distribution of particle moisture in the layer: *a* – depending on time, $1 - y = 0$ m; $2 - y = 0.025$ m; $3 - y = 0.05$ m; *b* – by coordinate, $1 - \tau = 500$ s; $2 - \tau = 1000$ s; $3 - \tau = 2000$ s; $4 - \tau = 3000$ s; $5 - \tau = 4000$ s; $6 - \tau = 7200$ s

Получены зависимости удельной теплоты парообразования при снижении влагосодержания частиц, которые представлены на рис. 6.

Для их расчета использована изотерма десорбции влаги и уравнение Клапейрона–Клаузиуса. Видно, что с уменьшением влажности частиц величина удельной теплоты испарения влаги заметно возрастает, что обусловлено ростом энергии связи влаги с материалом. При этом кривые имеют волнистый характер с относительно небольшой амплитудой колебаний.

Заключение. В результате проведенных исследований показана адекватность математической модели опытным данным, возможность интенсификации и сокращения продолжительности процесса сушки растительных материалов в плотном слое за счет циклического воздействия СВЧ-излучения. Однако для предотвращения перегрева материала и обеспечения его качественных показателей целесообразно сокращение продолжительности периодов излучения или его мощности в процессе дегидратации влаги при непрерывном контроле температуры материала. В процессе обезвоживания в плотном слое наблюдается некоторая неравномерность распределения влагосодержания частиц по высоте слоя. Для уменьшения этой неравномерности возможно применение перемешивания слоя, циклическое облучение его с двух сторон или периодическое изменение направления фильтрации газа через слой. Следует иметь в виду, что растительные материалы обычно имеют высокую начальную влажность и требуют больших затрат энергии на процесс дегидратации влаги, поэтому для уменьшения расхода электроэнергии и мощности СВЧ-генераторов целесообразно осуществлять комбинированный подвод энергии.

Благодарности

Работа выполнена при финансовой поддержке Белорусского республиканского фонда фундаментальных исследований, грант T19-009.

Acknowledgments

This work was carried out with the financial support of the Belarusian Republican Foundation for Fundamental Research, grant T19-009.

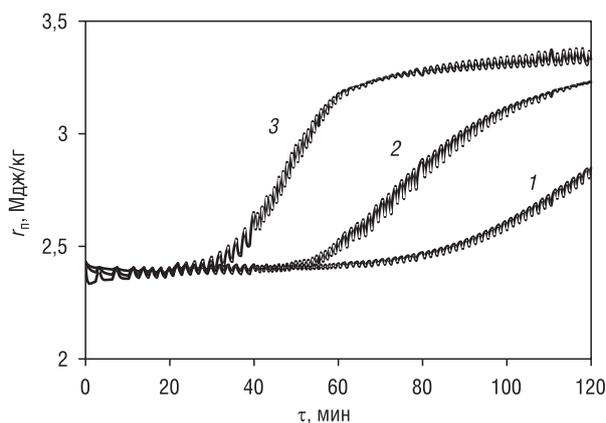


Рис. 6. Зависимости удельной теплоты парообразования влаги при снижении влажности частиц в слое: $1 - y = 0$ м; $2 - y = 0,025$ м; $3 - y = 0,05$ м

Fig. 6. The dependence of the specific heat of vaporization of moisture with a decrease humidity of particles in the layer: $1 - y = 0$ m; $2 - y = 0.025$ m; $3 - y = 0.05$ m

Список использованных источников

1. Modeling of the heat and mass transfer in vegetable materials during combined microwave convective heating / A. V. Akulich [et al.] // «Food Science, Engineering and Technology–2016»: Scientific Works of University of Food Technologies Proceedings of the 63rd Scientific Conference with Intern. Participation. – Vol. 63, iss. 1. – P. 274–282.
2. Wray, D. Novel concepts in microwave / D. Wray, H. S. Ramaswamy // *Drying Technology*. – 2015. – Vol. 33, iss. 7. – P. 769–783. <https://doi.org/10.1080/07373937.2014.985793>
3. Kumar, C. Microwave-convective drying of food materials: A critical review / C. Kumar, M. A. Karim // *Critical Review in Food Science and Nutrition*. – 2019. – Vol. 59, iss. 3. – P. 379–394. <https://doi.org/10.1080/10408398.2017.1373269>
4. Акулич, П. В. Конвективные сушильные установки: методы и примеры расчета / П. В. Акулич, А. В. Акулич. – Минск: Вышэйш. шк., 2019. – 376 с.
5. Акулич, П. В. Моделирование и экспериментальное исследование тепло- и влагопереноса при СВЧ-конвективной сушке растительных материалов / П. В. Акулич, А. В. Темрук, А. В. Акулич // *Инж.-физ. журн.* – 2012. – Т. 85, № 5. – С. 951–958.
6. Завалий, А. А. Разработка и тепловое моделирование устройств инфракрасной сушки термолabileльных материалов / А. А. Завалий, Ю. Ф. Снежкин. – Симферополь: ИТ «АРИАЛ», 2016. – 264 с.
7. Календерьян, В. А. Тепломассоперенос в аппаратах с плотным слоем дисперсного материала / В. А. Календерьян, И. Л. Бошкова. – Киев: Изд. дом «Слово», 2011. – 184 с.
8. Рудобашта, С. П. СВЧ-интенсификация процесса сушки растительных материалов / С. П. Рудобашта, А. В. Харьков, Ж. О’Дима // *Тепломассообмен-ММФ-96* : тр. 3-го Мин. междунар. форума по тепломассообмену (20–24 мая 1996 г.). – Минск, 1996. – Т. 8: Тепломассообмен в процессах сушки. – С. 62–68.
9. Microwave Convective Drying of Plant Foods at Constant and Variable Microwave Power / L. M. Ahrne [et al.] // *Drying Technology*. – 2007. – Vol. 25, № 7–8. – P. 1149–1153. <https://doi.org/10.1080/07373930701438436>
10. Amiri, A. Analysis of dispersion effect and non-thermal equilibrium, non-Darcian, variable porosity incompressible flow through porous media / A. Amiri, K. Vafai // *Int. J. Heat Mass Transfer*. – 1994. – Vol. 37, № 6. – P. 939–954. [https://doi.org/10.1016/0017-9310\(94\)90219-4](https://doi.org/10.1016/0017-9310(94)90219-4)
11. Байков, В. И. Термодинамика и статистическая физика: учеб. пособие / В. И. Байков, Н. В. Павлюкевич. – Минск: Вышэйш. шк., 2018. – 447 с.
12. Горобцова, Н. Е. Метод описания и расчета изотерм сорбции-десорбции, общий для различных материалов / Н. Е. Горобцова // *Тепломассообмен-VI: материалы к VI Всесоюз. конф. по тепломассообмену*. – Минск: ИТМО, 1980. – Т. 7. – С. 60–63.
13. Гришин, М. А. Установки для сушки пищевых продуктов / М. А. Гришин, В. И. Атаназевич, Ю. Г. Семенов. – М.: Агропромиздат, 1989. – 215 с.
14. Франк-Каменецкий, Д. А. Диффузия и теплопередача в химической кинетике / Д. А. Франк-Каменецкий. – М.: Наука, 1987. – 502 с.
15. Sablani, S. Moisture diffusivity in foods – an over view. *Drying Technology in Agriculture and Food Sciences* / S. Sablani, S. Rahman, N. Al-Habsi; ed. A. S. Mujumdar. – Science Publishers, Inc. Enfield (NH), USA. – P. 35–59.
16. Аэров, М. Э. Аппараты со стационарным зернистым слоем / М. Э. Аэров, О. М. Тодес, Д. А. Наринский. – Л.: Химия, 1979. – 176 с.

References

1. Akulich A. V., Akulich P. V., Dinkov K. T., Akulich V. M. Modeling of the heat and mass transfer in vegetable materials during combined microwave convective heating. “*Food Science, Engineering and Technology–2016*”: *Scientific Works of University of Food Technologies Proceedings of the 63rd Scientific Conference with Intern. Participation*, vol. 63, issue 1, pp. 274–282.
2. Wray D., Ramaswamy H. S. Novel concepts in microwave. *Drying Technology*, 2015, vol. 33, issue 7, pp. 769–783. <https://doi.org/10.1080/07373937.2014.985793>
3. Kumar C., Karim M. A. Microwave-convective drying of food materials: A critical review. *Critical Review in Food Science and Nutrition*, 2019, vol. 59, issue 3, pp. 379–394. <https://doi.org/10.1080/10408398.2017.1373269>
4. Akulich P. V., Akulich A. V. *Convective Drying Plants: Calculation Methods and Examples*. Minsk, Vysheyskaya shkola Publ., 2019. 376 p. (in Russian).
5. Akulich P. V., Temruk A. V., Akulich A. V. Modeling and experimental study of heat and moisture transfer during microwave convective drying of plant materials. *Journal of Engineering Physics and Thermophysics*, 2012, vol. 85, no. 5, pp. 1034–1042. <https://doi.org/10.1007/s10891-012-0744-4>
6. Zavaliiy A. A., Snezhkin Yu. F. *Development and Thermal Modeling of Infrared Drying Devices for Heat-Sensitive Materials*. Simferopol, IT “ARIAL”, 2016. 264 p. (in Russian).
7. Kalendyan V. A., Boshkova I. L. *Heat and Mass Transfer in Devices with a Dense Layer of Dispersed Material*. Kiev, Publ. House “Slovo”, 2011. 184 p. (in Russian).
8. Rudobashta S. P., Kharkov A. V., O’Dima Zh. Microwave intensification of the drying process of plant materials. *Teplomassoobmen-ММФ-96* : *trudy 3-go Minskogo mezhdunarodnogo foruma po teplomassobmenu (20–24 maya 1996 g.)*. Tom 8: *Teplomassoobmen v protsessakh sushki* [Heat and Mass Transfer-ММФ-96: Proceedings of the 3rd Minsk International Forum on Heat and Mass Transfer (20–24 May 1996). Volume 8: Heat and Mass Transfer in Drying Processes]. Minsk, 1996, pp. 62–68 (in Russian).

9. Ahrne L. M., Pereira N. R., Staack N., Floberg P. Microwave Convective Drying of Plant Foods at Constant and Variable Microwave Power. *Drying Technology*, 2007, vol. 25, no. 7–8, pp. 1149–1153. <https://doi.org/10.1080/07373930701438436>
10. Amiri A., Vafai K. Analysis of dispersion effect and non-thermal equilibrium, non-Darcian, variable porosity incompressible flow through porous media. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 1994, vol. 37, no. 6, pp. 939–954. [https://doi.org/10.1016/0017-9310\(94\)90219-4](https://doi.org/10.1016/0017-9310(94)90219-4)
11. Baykov V. I., Pavlyukevich N. V. *Thermodynamics and Statistical Physics: a Training Manual*. Minsk, Vysheysshaya shkola Publ., 2018. 447 p. (in Russian).
12. Gorobtsova N. E. A method for describing and calculating sorption-desorption isotherms, common to various materials. *Teplomassoobmen-VI: materialy k VI Vsesoyuznoi konferentsii po teplomassoobmenu. Tom 7* [Heat and Mass Transfer-VI: Materials of the VI All-Union Conference on Heat and Mass Transfer. Volume 7]. Minsk, A. V. Luikov Heat and Mass Transfer Institute, 1980, pp. 60–63 (in Russian).
13. Grishin M. A., Atanazevich V. I., Semenov Yu. G. *Food Drying Plants*. Moscow, Agropromizdat Publ., 1989. 215 p. (in Russian).
14. Frank-Kamenetsky D. A. *Diffusion and Heat Transfer in Chemical Kinetics*. Moscow, Nauka Publ., 1987. 502 p. (in Russian).
15. Sablani S., Rahman S., Al-Habsi N. Mujumdar A. S., ed. Moisture diffusivity in foods – an over view. *Drying Technology in Agriculture and Food Sciences*. Science Publishers, Inc. Enfield (NH), pp. 35–59.
16. Aerov M. E., Todes O. M., Narinsky D. A. *Devices with a Stationary Granular Layer*. Leningrad, Chemistry Publ., 1979. 176 p. (in Russian).

Информация об авторах

Акулич Петр Васильевич – доктор технических наук, главный научный сотрудник, Институт тепло- и массообмена имени А. В. Лыкова Национальной академии наук Беларуси (ул. П. Бровки, 15, 220072, Минск, Республика Беларусь). E-mail: akul@hmti.ac.by

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). E-mail: slizhuk@itmo.by

Information about the authors

Piotr V. Akulich – D. Sc. (Engineering), Chief Researcher, A. V. Luikov Heat and Mass Transfer Institute of the National Academy of Science of Belarus (15, Brovka Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: akul@hmti.ac.by

Dmitriy S. Slizhuk – Researcher, A. V. Luikov Heat and Mass Transfer Institute of the National Academy of Science of Belarus (15, Brovka Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: slizhuk@itmo.by

С. В. Василевич¹, М. В. Малько², Д. В. Дегтеров², А. Н. Асадчий²

¹Белорусская государственная академия авиации, Минск, Республика Беларусь

²Институт энергетики Национальной академии наук Беларуси, Минск, Республика Беларусь

ПОЛУЧЕНИЕ ВЫСОКОПОРИСТОГО УГЛЕРОДНОГО МАТЕРИАЛА С ПРИМЕНЕНИЕМ ТЕРМОХИМИЧЕСКОЙ КОНВЕРСИИ ДРЕВЕСНОЙ БИОМАССЫ ПОД ДАВЛЕНИЕМ

Аннотация. Представлен метод получения активированных углей (высокопористых углеродных материалов) на базе растительного (древесного) сырья с использованием разработанной и изготовленной экспериментальной установки, состоящей из парогенератора, пароперегревателя, камеры пиролиза и активации и охладителя с теплообменником с принудительной конвекцией. Проведен анализ особенности химической и физической активации древесного угля, получаемого путем пиролиза древесного сырья, и сделан вывод о преимуществе физической активации на основе применения водяного пара в качестве активирующего агента. Дано описание результатов экспериментальных исследований, выполненных с использованием разработанной установки. Эти результаты подтверждают выводы других исследований о том, что избыточное давление повышает массовый выход твердых продуктов, образующихся в процессе термохимической конверсии растительной биомассы. Установлено, что повышение давления, при котором осуществляется пиролиз, приводит к росту содержания углерода в древесном угле. Так, при повышении давления, при котором осуществлялся пиролиз, от 1 до 8 атм содержание углерода в древесном угле возросло от 88,3 до 93,7 мас.%. Представлены данные по эффективности физической активации твердых продуктов пиролиза древесной биомассы с использованием водяного пара и сделан вывод о перспективности данного направления при разработке основ производства высокопористых углеродных материалов.

Ключевые слова: экспериментальная установка, парогенератор, пароперегреватель, камера пиролиза и активации, повышенное давление, твердые продукты конверсии

Для цитирования: Получение высокопористого углеродного материала с применением термохимической конверсии древесной биомассы под давлением / С. В. Василевич [и др.] // Вестн. Нац. акад. наук Беларуси. Сер. физ.-техн. наук. – 2021. – Т. 66, № 1. – С. 76–83. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-76-83>

Siarhei V. Vasilevich¹, Mikhail V. Malko², Dmitry V. Degterov², Andrei N. Asadchyi²

¹Belarusian State Aviation Academy, Minsk, Republic of Belarus

²Institute of Power Engineering of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Republic of Belarus

OBTAINING OF HIGH POROUS CARBON MATERIAL USING THERMOCHEMICAL CONVERSION OF WOOD BIOMASS UNDER PRESSURE

Abstract. A method is presented for obtaining activated carbons (highly porous carbon materials) based on plant (wood) raw materials using a developed and manufactured experimental setup, consisting of a steam generator, a superheater, a pyrolysis and activation chamber and a cooler with a heat exchanger with forced convection. The analysis of the features of chemical and physical activation of charcoal, obtained by pyrolysis of wood raw materials, is carried out, and a conclusion is made about the advantage of physical activation, based on the use of water vapor as an activating agent. A description of the results of experimental studies carried out using the developed installation is given. These results confirm the conclusions of other studies that excessive pressure increases the mass yield of solid products formed during the thermochemical conversion of plant biomass. It was found that an increase in pressure, at which pyrolysis occurs, leads to an increase in the carbon content in charcoal. So, with an increase in pressure at which pyrolysis was carried out, from 1 to 8 atm, the carbon content in charcoal increased from 88.3 to 93.7 wt.%. Data on the efficiency of physical activation of solid products of pyrolysis of woody biomass using water vapor are presented and a conclusion is made that this direction is promising in the development of the foundations for the production of highly porous carbon materials.

Keywords: experimental setup, steam generator, superheater, pyrolysis and activation chamber, high pressure, solid conversion products

For citation: Vasilevich S. V., Malko M. V., Degterov D. V., Asadchyi A. N. Obtaining of high porous carbon material using thermochemical conversion of wood biomass under pressure. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2021, vol. 66, no. 1, pp. 76–83 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-76-83>

Введение. Активированный уголь – пористый адсорбент, получаемый из различных углеродосодержащих материалов, таких как древесный уголь, каменноугольный кокс, нефтяной кокс, скорлупа и косточки плодовых культур и других материалов органического происхождения. Активированный уголь относят к группе микрокристаллических разновидностей углерода, так как мельчайшие углеродные частицы в нем представляют собой кристаллиты размером 1–3 нм [1]. Удельная поверхность активированного угля в зависимости от технологии изготовления составляет от 600 до 1200 м²/г. Активированные угли являются уникальными адсорбентами в силу своих гидрофобных свойств [2]. Они способны адсорбировать широкий спектр веществ и это обуславливает их использование для очистки различных растворов и газовых смесей. Активированный уголь находит и другое использование в различных отраслях народного хозяйства.

Республика Беларусь не имеет собственного производства активированного угля и вынуждена импортировать этот ценный продукт. Данное обстоятельство указывает на необходимость развития такой технологии. Беларусь имеет достаточное количество природного сырья, такого как древесина, торф, природные сланцы и т.д., для его производства. Предпосылкой решения этой задачи является наличие ясного понимания процессов пиролиза органических материалов и активации образующегося угля.

В настоящей работе дается описание экспериментальной установки для осуществления пиролиза древесной биомассы при повышенном давлении и активации получаемого продукта, которая является важной стадией в получении конечного продукта, а также обсуждение экспериментальных результатов по влиянию давления на процесс пиролиза древесной биомассы и эффективность процесса физической активации с использованием пара воды в качестве активационного агента.

Выбор метода активации. Известны два метода активации: химический и физический. В случае использования химического метода активации исходный материал (уголь, лигнит, торф или биомасса) смешивают (пропитывают) с концентрированными водными растворами активирующего агента. В качестве активирующих агентов, как правило, используют такие вещества, как: ZnCl₂, FeCl₃, H₂SO₄, H₃PO₄, HCl, HNO₃, NaOH/KOH, Na₂CO₃/K₂CO₃, мочевины [3]. В промышленных процессах химической активации наиболее часто применяются ZnCl₂, KOH и H₃PO₄ [4].

Процесс химической активации имеет свои специфические особенности в зависимости от используемого активирующего агента. Так, применение ZnCl₂ в случае древесных опилок приводит к образованию коричневой массы, похожей на расплавленный пластиковый материал [5]. Эта масса затем нагревается в отсутствие кислорода (пиролиз), что приводит к осуществлению процесса химической активации. Температура, необходимая для проведения химической активации может быть ниже, нежели в случае физической активации (600–700 °С для ZnCl₂ [5]), но, например, для KOH по-прежнему требуются температуры выше 850 °С [6]. Хотя механизмы химической активации варьируются в случае использования различных активирующих агентов, имеются общие закономерности процесса химической активации. Так, уже на стадии перемешивания углеродистого продукта и активирующего агента начинает разрушаться исходная структура углеродистого продукта [6]. В случае растительной биомассы разрываются связи между молекулами целлюлозы, и ионы активирующего агента занимают образовавшиеся пустоты, которые представляют микропоры, проявляющиеся в процессе последующей активации. Образовавшаяся микропористость становится доступной для физической и химической адсорбции после промывки активированного материала.

Физическая (или термическая) активация представляет собой частичное окисление углеродистого предшественника или промежуточного материала с повышением его пористости. Физическая активация – это самый старый метод приготовления активированного угля. Сам термин «физический» основан на ошибочном предположении, что в случае физической активации происходит только удаление конденсата из пор вследствие нагрева углеродистого материала до достаточно высоких температур. В действительности процесс физической активации сопровождается протеканием определенных физико-химических процессов с образованием ряда химических комплексов на поверхности активируемого углеродистого материала.

Т а б л и ц а 1. Активация углеродсодержащих материалов с помощью окисляющих газов (физическая или термическая активация [6])

Table 1. Activation of carbonaceous materials using oxidizing gases (physical or thermal activation [6])

Окислитель	Стехиометрический механизм		Энергетический баланс
	Физическая активация	Термическая активация	
Водяной пар	$C + H_2O$ $2C + H_2$	$CO + H_2$ $2C(H)^*$	Эндотермический процесс
CO ₂ суммарно:	$C + CO_2$ C(O) $C + CO_2$	$C(O) + CO^*$ CO $2CO_2$	Эндотермический процесс
Воздух/кислород	$C + CO_2$		Экзотермический процесс

П р и м е ч а н и е: C(H)* и C(O)* являются хемисорбированными на поверхности комплексами кислорода и водорода.

процессом. Напротив, физическая активация в присутствии воздуха или кислорода протекает с выделением энергии, то есть этот процесс является экзотермическим. Рассматривая физическую активацию, выполняемую как второй этап после карбонизации, некоторые авторы выделяют две стадии активации. По их мнению, при протекании первой стадии активации происходит сжигание (окисление) дезорганизованной (аморфной) углеродоподобной смолы, образовавшейся в процессе пиролиза углеродосодержащего вещества [5]. Это приводит к образованию большого количества пор в активируемом материале. На второй стадии физической активации, согласно [5], происходит окисление части углеродных кристаллитов. Этот процесс приводит к появлению дополнительных пор, создавая новое (микро) поровое пространство или новые взаимосвязи между порами, а также изменяя химический состав поверхности [7, 8].

Степень физической активации может быть охарактеризована выгоранием активируемого материала, то есть потерей массы при активации [5]. В целом более высокое выгорание коррелирует с более высокой пористостью продукта. Однако выгорание выше 40–50 % может привести к снижению пористости, так как существует возможность того, что внешнее выгорание углеродистых материалов перевесит образование пористости [8].

В [9] установлено, что использование кислорода для проведения физической активации обуславливает появление быстрых процессов (сгорание), которые затрудняют осуществление контроля самого процесса физической активации углеродистого материала. К таким же выводам пришли и авторы работы [10], которые также обнаружили, что применение воздуха или кислорода приводит к существенным затруднениям контроля процесса активации углеродистых материалов.

Использование водяного пара или диоксида углерода в процессах «физической» активации исключает указанный выше негативный фактор.

Установлено, что паровая активация материалов, полученных путем пиролиза биомассы, как и другие виды активации, приводит к существенному увеличению их удельной поверхности. Так, исходный образец древесного угля, полученного путем пиролиза красного дуба при 500 °С, имел удельную поверхность 1,2 м²/г [11]. Активация паром при 400 °С в течение 5 мин повышала удельную поверхности такого образца в 50 раз, или до 52,7 м²/г (табл. 2).

Как видно из табл. 2, удельная поверхность углеродистых материалов, полученных путем пиролиза биомассы, повышается с ростом температуры активации в диапазоне температур для данного исследования (между 400 и 800 °С).

Описание экспериментальной установки. Авторами была разработана и изготовлена экспериментальная установка пиролиза растительной биомассы под давлением, позволяющая получать высокопористый углеродный материал, параметры которого (сорбционная способность,

В табл. 1 представлены данные о протекании химических процессов в случае физической активации углеродистого материала в присутствии водяного пара, диоксида углерода, а также воздуха или кислорода.

Как следует из табл. 1, физическая активация основана на протекании некоторых окислительных реакций, то есть химических процессов. Протекание физической активации в присутствии водяного пара или диоксида углерода требует подвода энергии в зону реакции, то есть физическая активация углеродистых материалов в присутствии этих компонентов является эндотермическим

Т а б л и ц а 2. Площадь поверхности по ВЕТ (m^2/g) и стандартное отклонение для всех комбинаций обработки древесного угля из красного дуба [11]

Table 2. BET surface area (m^2/g) and standard deviation for all combinations of red oak charcoal treatment [11]

Температура	Время проведения эксперимента							
	5 мин		32,5 мин		60 мин		Среднее	
	площадь	отклонение	площадь	отклонение	площадь	отклонение	площадь	отклонение
400 °C	52,7	37,5	127,6	13,7	145,4	74,5	108,6	60,0
600 °C	350,7	72,8	355,3	105,8	635,8	141,1	447,2	170,6
800 °C	656,6	185,3	526,9	129,4	401,8	67,0	528,4	161,4
Средняя	353,3	280,4	336,6	192,6	394,3	229,4	361,4	228,9

общий объем пор, насыпная плотность, элементный состав) соответствуют требованиям к активированному углю.

При разработке установки была принята технологическая схема, включающая три блока. Она представлена на рис. 1.

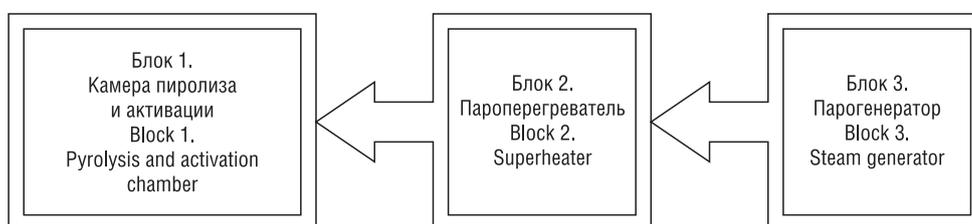


Рис. 1. Блок-схема экспериментальной установки

Fig. 1. Block diagram of the experimental setup

Стрелками на схеме показано направление движения пара. Блоки 1 и 3 схемы оснащены клапанами для снижения давления: на блоке 1 – на 8 атм, на блоке 3 – на 10 атм.

Использование этих клапанов позволяет обеспечить движение водяного пара из парогенератора в камеру пиролиза и активации.

Каждый блок выполнен в виде цилиндров с внутренним диаметром 0,1 м. Блоки (камеры) сообщаются между собой переходниками в виде трубок с внутренним диаметром 0,02 м. Толщина стенок камер и переходников 0,005 м.

Общий вид и схема экспериментальной установки представлены на рис. 2.

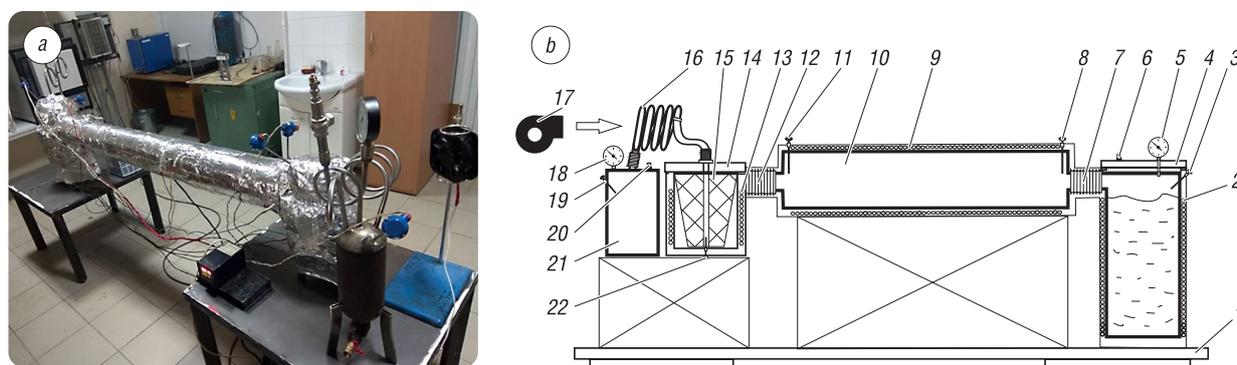


Рис. 2. Общий вид (а) и схема (б) экспериментальной установки: 1 – рама; 2, 9, 13 – нагреватель; 3, 8, 11, 19, 22 – датчик температуры; 4 – крышка паронагревателя; 5, 18 – манометр; 6, 20 – предохранительный клапан; 7, 12 – переходник; 10 – пароперегреватель; 14 – крышка камеры пиролиза и активации; 15 – корзина; 16 – теплообменник; 17 – вентилятор; 21 – охладитель

Fig. 2. General view (a) and schematic (b) of the experimental setup: 1 – frame; 2, 9, 13 – heater; 3, 8, 11, 19, 22 – temperature sensor; 4 – steam heater cover; 5, 18 – manometer; 6, 20 – safety valve; 7, 12 – adapter; 10 – superheater; 14 – cover of the pyrolysis and activation chamber; 15 – basket; 16 – heat exchanger; 17 – fan; 21 – cooler



Рис. 3. Загрузка корзины в камеру пиролиза и активации
Fig. 3. Loading the basket into the pyrolysis and activation chamber

Экспериментальная установка работает следующим образом. В начале работы древесное сырье загружается в корзину 15 (рис. 3) и помещается в полость камеры пиролиза и активации. После загрузки корзины камера пиролиза и активации герметично закрывается крышкой камеры 14 с предварительной установкой уплотнительного кольца из латуни. В парогенератор заливают воду объемом 2 л и герметично закрывают специальной крышкой. После этого проверяется исправность приборов и надежность крепления элементов установки. Затем включаются вентилятор 17, измеритель регулятор температур «Сосна-002» и нагреватели 2, 9 и 13 на парогенераторе, пароперегревателе 10 и камере пиролиза и активации. Необходимое давление в установке поддерживается благодаря клапанам 6 и 20, установленным на парогенераторе и охладителе 21. Для контроля уровня давления на них смонтированы манометры.

Температурный режим в установке поддерживается благодаря использованию электрических нагревателей на парогенераторе, пароперегревателе и камере пиролиза и активации. Контроль температур в камерах происходит с помощью терморезисторов 3, 8, 11, 19 и 22 (см. рис. 2, б), установленных в парогенераторе, пароперегревателе, в камере пиролиза и в охладителе.

Газообразные продукты конверсии вместе с перегретым паром при температурном расширении создают избыточное давление в установке. В случае, когда давление превышает рабочее (8 атм), излишек газообразных продуктов выходит из установки через предохранительный клапан 20.

Тяжелые углеводороды, выделяемые в камере пиролиза и активации в процессе работы установки, поступают в охладитель 21 через теплообменник 16. В охладителе тяжелые углеводороды и пар конденсируются. Для их удаления охладитель оснащен выходным патрубком и вентиляем (рис. 4).

С целью интенсификации процесса охлаждения отходящих газообразных продуктов и обеспечения их конденсации установлен вентилятор, создающий воздушный поток для усиления теплоотдачи.

Описание эксперимента. При проведении экспериментов в качестве сырья использовалась березовая древесная щепа размером $35 \times 8 \times 4$ мм. Влажность была 9,6 % (определялась прибором ЭВЛАС-2М), зольность – 0,11 %, плотность древесины – $680,95 \text{ кг/м}^3$. Насыпная плотность щепы составила $187,27 \text{ кг/м}^3$. Калорийность древесного сырья была равна $17\,269,79 \text{ кДж/кг}$. Масса древесины в корзине составила 200,2 г.

После загрузки сырья и подключения нагревателя камеру пиролиза и активации вывели на тепловой режим, соответствующий началу пиролиза ($250 \text{ }^\circ\text{C}$). Через 55 мин после начала эксперимента



Рис. 4. Общий вид охладителя
Fig. 4. General view of the cooler

включили нагреватели на парогенераторе и пароперегревателе. При этом в момент окончания пиролиза растительной биомассы (древесной щепы) в камеру пиролиза и активации начал поступать перегретый пар. Длительность пиролиза составила 75 мин, максимальная температура – $650 \text{ }^\circ\text{C}$, давление – 8 атм. По окончании пиролиза прошли прокалка и одновременно активация перегретым паром в течение 2,5 ч. Температура перегретого пара при этом составляла $760 \text{ }^\circ\text{C}$. Общее время процесса – 4 ч 40 мин. По окончании работы нагреватели выключили. После охлаждения всех элементов установки и снижения давления до атмосферного крышку камеры пиролиза и активации открыли и извлекли корзину с образцами готового твердого продукта. Массовый выход полученных твердых продуктов пиролиза составил 15,5 %.

После этого в корзину снова загрузили древесную щепу и установили ее в камеру пиролиза. При этом сняли клапаны для того, чтобы во время работы установки в камерах давление было близко к атмосферному.

Затем повторили эксперимент и получили твердые продукты пиролиза, массовый выход которых составил 9,4 %.

В ходе проведения эксперимента было выявлено, что при давлении 8 атм массовый выход твердых продуктов выше, чем при атмосферном. Это подтверждает ранее полученные авторами результаты [12, 13].

Затем были проведены исследования состава и свойств полученных твердых продуктов конверсии. На рис. 5 представлены микрофотографии образцов твердых продуктов пиролиза, полученных при давлении 1 атм и 8 атм.

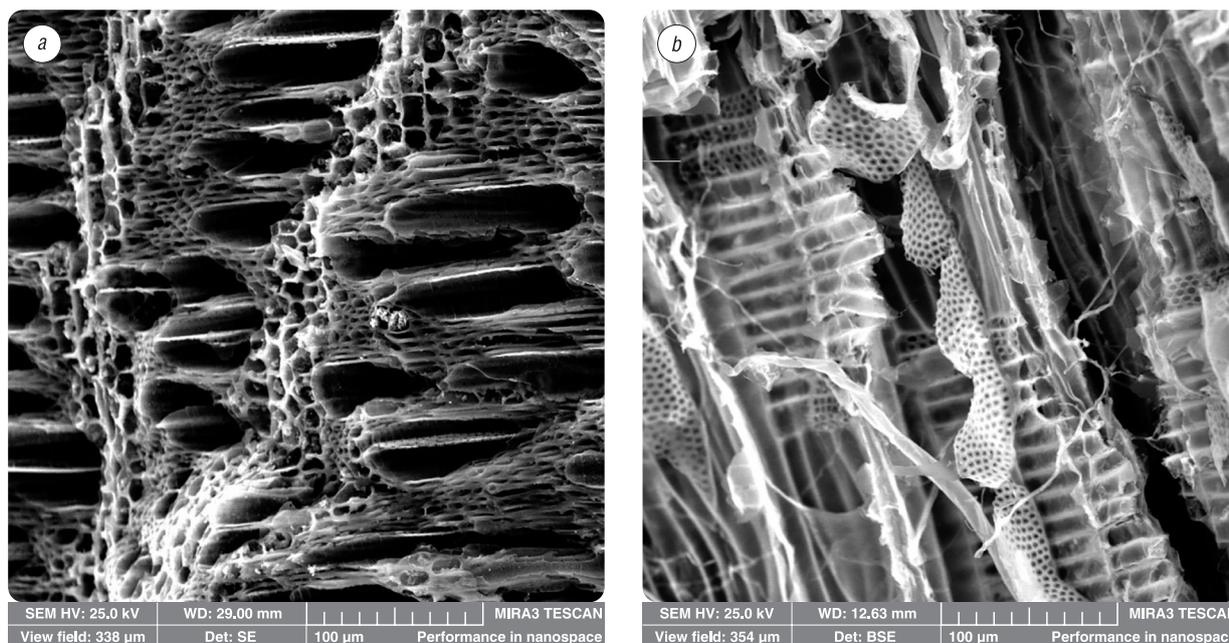


Рис. 5. Микрофотографии образцов твердых продуктов пиролиза, полученных при давлении 1 атм (a) и 8 атм (b)
 Fig. 8. Micrographs of samples of solid pyrolysis products obtained at a pressure of 1 atm (a) and 8 atm (b)

Видно, что в образце, полученном при давлении 8 атм, наблюдается больше пор на поверхности, чем в образце, полученном при давлении 1 атм.

Элементный состав образцов приведен в табл. 3. Видно, что содержание углерода в образце, полученном при давлении 8 атм, выше, чем в образце, полученном при атмосферном давлении. Это согласуется с результатами исследований, описанных в [12, 13]. Насыпная плотность полученного твердого продукта составила 70,85 кг/м³. Общий объем пор равен 3,985 см³/г, удельная поверхность – 767,74 м²/г.

Данные характеристики полученных твердых продуктов термохимической конверсии древесины соответствуют требованиям норм для марки активированного угля ОКП 216239 0100 (ГОСТ 6217-74 «Уголь активный древесный дробленый»). При этом твердые продукты, полученные при атмосферном давлении, имеют гораздо худшие характеристики (общий объем пор – 0,31 см³/г, удельная поверхность – 52,04 м²/г), не удовлетворяющие требованиям указанного стандарта.

Таблица 3. Данные элементного состава сырья и углей, полученных при различных давлениях

Table 3. Elemental composition of raw materials and charcoal obtained at different pressures

Элемент	Сырая древесина	Уголь	
		1 атм	8 атм
C, %	55,18	88,3	93,7
O, %	44,52	8,1	3,1
Si, %	0,15	0,7	2,0
Al, %	0,08	0,5	0,3
Ca, %	0,01	1,1	–
K, %	0,05	0,3	0,4
Mg, %	0,01	0,4	0,3
Mn, %	–	0,1	–
P, %	–	0,2	–
S, %	–	0,1	0,2
Fe, %	0,1	0,2	–

Заключение. Результаты испытания экспериментальной установки термохимической конверсии растительной биомассы под давлением показали эффективность использования такого оборудования для получения высокопористых углеродных материалов, параметры которых соответствуют требованиям к активированному углю. Температура пиролиза биомассы равнялась 650 °С, температура перегретого пара – 760 °С. Общее время процесса получения активированного угля составило 4 ч 40 мин, время активации – 2,5 ч. Массовый выход полученного твердого продукта соответствует 15,5 %. По выявленным показателям получаемый продукт удовлетворяет требованиям стандартов, что позволяет сделать вывод о возможности применения выбранной технологической схемы для создания промышленных образцов пиролизного оборудования с целью получения активированных углей из древесной биомассы. При этом необходимо принимать во внимание тот факт, что, несмотря на явный положительный эффект предложенного метода получения активированных углей, использование пара с избыточным давлением потребует некоторого усложнения конструкций оборудования. Однако так как для создания избыточного давления не требуется внешнего источника пара, то эти усложнения будут включать в себя лишь дополнительную герметизацию и систему дистанционного открытия камер (для обеспечения безопасности персонала). Более детальная оценка рентабельности использования пиролизного оборудования для получения активированных углей из древесной биомассы под давлением может быть произведена путем экономической оценки внедрения данного оборудования с учетом конкретных требований потребителя по производительности, качеству продукта, типу сырья и др.

Список использованных источников

1. Новый справочник химика и технолога. Сырье и продукты промышленности органических и неорганических веществ / С. Н. Васильев [и др.]. – СПб.: НПО «Профессионал», 2005. – Ч. 2. – 1144 с
2. Обзор рынка активированного (активного) угля в СНГ / Объединение независимых экспертов в области минеральных ресурсов, металлургии и химической промышленности. – М., 2019. – 193 с.
3. Activated Carbon, Biochar and Charcoal: Linkages and Synergies across Pyrogenic Carbon's ABCs / N. Hagemann [et al.] // *Water*. – 2018. – Vol. 10, iss. 2. – P. 182. <https://doi.org/10.3390/w10020182>
4. Молекулярная биология бактерий, взаимодействующих с растениями / под ред. Г. Спайнк, А. Кондорози, П. Хукас. – СПб.: ООО «ИПК «БИОНТ»», 2002. – 567 с.
5. Smišek, M. Active Carbon, Manufacture, Properties and Applications / M. Smišek, S. Cerný. – Amsterdam ; London ; New York: Elsevier Publ. Co., 1970. – VII, 479 p. <https://doi.org/10.1002/ange.19710830820>
6. Marsh, H. Activated Carbon / H. Marsh, F. R. Reinoso. – Amsterdam: Elsevier, 2006. – 554 p. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-044463-5.X5013-4>
7. Daud, W. M. A. W. Textural characteristics, surface chemistry and oxidation of activated carbon / W. M. A. W. Daud, A. H. Houshamnd, // *J. Nat. Gas Chem*. – 2010. – Vol. 19, iss. 3. – P. 267–279. [https://doi.org/10.1016/S1003-9953\(09\)60066-9](https://doi.org/10.1016/S1003-9953(09)60066-9)
8. Effect of steam and carbon dioxide activation in the micropore size distribution of activated carbon / M. Molina-Sabio [et al.] // *Carbon*. – 1996. – Vol. 34, №4. – P. 505–509. [https://doi.org/10.1016/0008-6223\(96\)00006-1](https://doi.org/10.1016/0008-6223(96)00006-1)
9. The role of biochar porosity and surface functionality in augmenting hydrologic properties of a sandy soil / W. Suliman [et al.] // *Sci. Total Environ*. – 2017. – Vol. 574. – P. 139–147. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2016.09.025>
10. Xiao, F. Effects of post-pyrolysis air oxidation of biomass chars on adsorption of neutral and ionizable compounds / F. Xiao, J. J. Pignatello // *Environ. Sci. Technol*. – 2016. – Vol. 50, iss. 12. – P. 6276–6283. <https://doi.org/10.1021/acs.est.6b00362>
11. Campo, B. G. del. Production of activated carbon from fast pyrolysis biochar and the detoxification of pyrolytic sugars for ethanol fermentation [Electronic resource] / B. G. del Campo // Graduate Theses and Dissertations. 14691. – 2015. – Mode of access: <https://lib.dr.iastate.edu/etd/14691> – Date of access: 12.02.2019.
12. Исследование процесса получения древесного угля путем пиролиза под давлением / С. В. Василевич [и др.] // *Весті Нац. акад. навук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук*. – 2017. – № 3. – С. 64–71.
13. Расчетное исследование выхода твердых продуктов пиролиза древесины при повышенном давлении / С. В. Василевич [и др.] // *Энергетика. Известия высших учебных заведений и энергетических объединений СНГ*. – 2020. – Т. 63, № 3. – С. 253–263. <https://doi.org/10.21122/1029-7448-2020-63-3-253-263>

References

1. Vasil'ev S. N., Gamova I. A., Vekki A. V. de, Deineko I. P., Itsko E. F., Kalinskaya T. V., Podkletnova N. M., Pokonova Yu. V., Rybakov V. A., Saratov I. E., Filatov B. N., Fomenko V. N., Yudkevich Yu. D. *New Handbook of Chemist and Technologist. Raw Materials and Products of the Industry of Organic and Inorganic Substances. Part 2*. St. Petersburg, ANO NPO Professional Publ., 2005. 1144 p. (in Russian).
2. Association of Independent Experts in the Field of Mineral Resources, Metallurgy and Chemical Industry. *Market Overview of Activated (Active) Carbon in the CIS*. Moscow, 2019. 193 p. (in Russian).

3. Hagemann N., Spokas K., Schmidt H. P., Kägi R., Böhler M. A., Bucheli T.D. Activated Carbon, Biochar and Charcoal: Linkages and Synergies across Pyrogenic Carbon's ABCs. *Water*, 2018, vol. 10, iss. 2, p. 182. <https://doi.org/10.3390/w10020182>
4. Spink G., Kondoroshi A., Houkas P., eds. *Molecular Biology of Bacteria Interacting with Plants*. St. Petersburg, JSC "IPK "BIONT" Publ., 2002. 567 p. (in Russian).
5. Smešek M., Cerný S. *Active Carbon, Manufacture, Properties and Applications*. Amsterdam ; London ; New York: Elsevier Publ. Co., 1970. VII, 479 p. <https://doi.org/10.1002/ange.19710830820>
6. Marsh, H., Reinoso F.R. Activated Carbon. Amsterdam, Elsevier, 2006. 554 p. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-044463-5.X5013-4>
7. Daud W.M. A. W., Houshamnd A.H. Textural characteristics, surface chemistry and oxidation of activated carbon. *Journal of Natural Gas Chemistry*, 2010, vol. 19, iss. 3, pp. 267–279. [https://doi.org/10.1016/S1003-9953\(09\)60066-9](https://doi.org/10.1016/S1003-9953(09)60066-9)
8. Molina-Sabio M., Gonzalez M., Rodriguez-Reinoso F., Sepúlveda-Escribano A. Effect of steam and carbon dioxide activation in the micropore size distribution of activated carbon. *Carbon*, 1996, vol. 34, no. 4, pp. 505–509. [https://doi.org/10.1016/0008-6223\(96\)00006-1](https://doi.org/10.1016/0008-6223(96)00006-1)
9. Suliman W., Harsh J. B., Abu-Lail N. I., Fortuna A.-M., Dallmeyer I., Garcia-Pérez M. The role of biochar porosity and surface functionality in augmenting hydrologic properties of a sandy soil. *Science of the Total Environment*, 2017, vol. 574, pp. 139–147. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2016.09.025>
10. Xiao F., Pignatello J.J. Effects of post-pyrolysis air oxidation of biomass chars on adsorption of neutral and ionizable compounds. *Environmental Science & Technology*, 2016, vol. 50, iss. 12, pp. 6276–6283. <https://doi.org/10.1021/acs.est.6b00362>
11. Campo B.G. del. Production of activated carbon from fast pyrolysis biochar and the detoxification of pyrolytic sugars for ethanol fermentation. 2015. Graduate Theses and Dissertations. 14691. Available at: <https://lib.dr.iastate.edu/etd/14691> (accessed 12 December 2019).
12. Vasilevich S. V., Malko M. V., Bogach. N., Degterov D. V., Asadchiy A. N. Study of the process of obtaining charcoal by pyrolysis under pressure. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2017, no. 3, pp. 64–71 (in Russian).
13. Vasilevich S. B., Malko M. V., Degterov D. V., Asadchiy A. N. Computational study of the yield of solid products of wood pyrolysis at elevated pressure. *Energetika. Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedenii i energeticheskikh ob"edinenii SNG = Energetika. Proceedings of CIS higher educational institutions and power engineering associations*, 2020, vol. 63, no. 3, pp. 253–263. (in Russian). <https://doi.org/10.21122/1029-7448-2020-63-3-253-263>

Информация об авторах

Василевич Сергей Владимирович – кандидат технических наук, доцент, Белорусская государственная академия авиации (ул. Уборевича, 77, 220072, Минск, Республика Беларусь). E-mail: svasilevich@yandex.ru

Малько Михаил Владимирович – кандидат физико-математических наук, ведущий научный сотрудник, Институт энергетики Национальной академии наук Беларуси (ул. Академическая, 15, корп. 2, 220072, Минск, Республика Беларусь). E-mail: mikhailvm@bas-net.by

Дегтеров Дмитрий Валентинович – заведующий сектором, Институт энергетики Национальной академии наук Беларуси (ул. Академическая, 15, корп. 2, 220072, Минск, Республика Беларусь). E-mail: ddegterov@mail.ru

Асадчий Андрей Николаевич – старший научный сотрудник, Институт энергетики Национальной академии наук Беларуси (ул. Академическая, 15, корп. 2, 220072, Минск, Республика Беларусь). E-mail: asadchyi@tut.by

Information about the authors

Siarhei V. Vasilevich – Ph. D. (Engineering), Associate Professor, Belarusian State Aviation Academy (77, Ubovovich Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: svasilevich@yandex.ru

Mikhail V. Malko – Ph. D. (Physics and Mathematics), Leading Researcher, Institute of Power Engineering of the National Academy of Sciences of Belarus (15, building 2, Academicheskaya Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: mikhailvm@bas-net.by

Dmitry V. Degterov – Head of Sector, Institute of Power Engineering of the National Academy of Sciences of Belarus (15, building 2, Academicheskaya Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: ddegterov@mail.ru

Andrei N. Asadchyi – Senior Researcher, Institute of Power Engineering of the National Academy of Sciences of Belarus (15, building 2, Academicheskaya Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: asadchyi@tut.by

А. И. Ольшанский, А. М. Гусаров, С. В. Жерносек

Витебский государственный технологический университет, Витебск, Республика Беларусь

ТЕПЛОМАССОБМЕН В ПРОЦЕССЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ И СУШКИ НАТУРАЛЬНЫХ КОЖ ПРИ КОНВЕКТИВНОМ МЕТОДЕ ЭНЕРГОПОДВОДА

Аннотация. Рассмотрена возможность использования результатов аналитических решений дифференциальных линейных уравнений нестационарной теплопроводности с постоянными коэффициентами теплопереноса для расчета температуры материала при термической обработке кож. Термическая обработка натуральных кож как термочувствительных материалов проводится при мягких температурных режимах и высоком влагосодержании воздуха, при этом температура не претерпевает значительных изменений, а коэффициенты теплопереноса изменяются практически линейно. При использовании аналитических решений принималось, что при малых градиентах температуры по сечению тонкого тела термическим переносом вещества можно пренебречь и при значениях тепломассообменных критериев Био меньше единицы главным фактором, лимитирующим тепломассоперенос, является взаимодействие поверхности испарения тела с окружающей средой, и в решении дифференциального уравнения теплопроводности можно ограничиться одним первым членом бесконечного ряда. При этом была применена кусочно-ступенчатая аппроксимация всех теплофизических характеристик с постоянными значениями этих коэффициентов на расчетных временных интервалах, что позволяло учитывать изменение коэффициентов переноса на протяжении всего процесса термической обработки. Обработка опытных данных показала, что в малоинтенсивных процессах при достоверных значениях коэффициентов переноса в расчетах теплопереноса возможно использовать результаты решений дифференциальных уравнений нестационарной теплопроводности. Результаты исследования теплообмена при сушке кож подтверждают закономерности изменения температуры, установленные экспериментальным путем. Совместно с экспериментальными исследованиями процессов сушки аналитические исследования имеют большое практическое значение при разработке новых методов расчета тепломассопереноса во влажных телах.

Ключевые слова: влагосодержание, температура, скорость термической обработки, коэффициент сушки, критерий Био, теплопроводность

Для цитирования: Ольшанский, А. И. Тепломассообмен в процессе термической обработки и сушки натуральных кож при конвективном методе энергоподвода / А. И. Ольшанский, А. М. Гусаров, С. В. Жерносек // Вест. Нац. акад. наук Беларуси. Сер. физ.-техн. наук. – 2021. – Т. 66, № 1. – С. 84–92. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-84-92>

Anatolii I. Ol'shanskii, Aleksei M. Gusarov, Sergei V. Zhernosek

Vitebsk State Technological University, Vitebsk, Republic of Belarus

HEAT AND MASS TRANSFER IN THE PROCESS OF HEAT TREATMENT AND DRYING OF NATURAL LEATHER WITH THE CONVECTIVE METHOD OF ENERGY SUPPLY

Abstract. In the work, the authors investigated the possibility of using the results of analytical solutions of the linear differential equations of unsteady heat conduction with constant heat transfer coefficients to calculate the temperature of the material during heat treatment of leathers. Heat treatment of natural leathers as heat-sensitive materials is carried out under mild temperature conditions and high air moisture contents, the temperature does not undergo significant changes, and the heat transfer coefficients change almost linearly. When using analytical solutions, the authors made the assumptions that for small temperature gradients over the cross section of a thin body, the thermal transfer of matter can be neglected and for values of the heat and mass transfer Biot criteria less than unity, the main factor, limiting heat and mass transfer, is the interaction of the evaporation surface of the body with the environment; so, in solving the differential heat equation we can restrict ourselves to one first member of an infinite series. In this case, a piecewise stepwise approximation of all thermophysical characteristics with constant values of these coefficients at the calculated time intervals was applied, which made it possible to take into account the change in the transfer coefficients throughout the entire heat treatment process. Processing of experimental data showed that in low-intensity processes with reliable values of the transfer coefficients, it is possible to use the results of solutions of differential equations of unsteady heat conduction in heat transfer calculations. The results of the study of heat transfer during drying of leather confirm the laws of temperature change established experimentally. Together with experimental studies of drying processes, analytical studies are of great practical importance in the development of new methods for calculating heat and mass transfer in wet bodies.

Keywords: moisture content, temperature, heat treatment rate, drying coefficient, Biot criterion, thermal conductivity

For citation: Ol'shanskii A. I., Gusarov A. M., Zhernosek S. V. Heat and mass transfer in the process of heat treatment and drying of natural leather with the convective method of energy supply. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2021, vol. 66, no. 1, pp. 84–92 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-84-92>

Введение. Натуральная кожа является очень сложным материалом, неоднородным как по толщине, так и в отношении своих физико-механических и теплофизических показателей, при этом после операции дубления и превращения шкуры в промышленную кожу резко изменяются теплофизические характеристики, присущие шкуре [1–3]. В процессе термической обработки и сушки кожа подвергается воздействию теплоносителя различной температуры, относительной влажности воздуха и скорости движения. Влияние всех этих факторов на процесс имеет важное значение, особенно при выборе рационального режима, поскольку сушка является технологическим процессом, в котором кожа приобретает окончательные кондиционные свойства. Основными препятствиями для быстрой термической обработки кожи при повышенных температурах являются усадка, коробление и разрушение структуры материала. Поэтому натуральные кожи обрабатываются при мягких температурных режимах теплоносителя $t_c \approx 30\text{--}60\text{ }^\circ\text{C}$, скорости движения $v = 0,5\text{--}2,0\text{ м/с}$ и высоком влагосодержании воздуха $\varphi \approx 35\text{--}80\text{ \%}$ [1–3].

В связи с широким применением компьютерной техники и развитием аналитических методов решения систем дифференциальных уравнений становится возможным в той или иной степени использовать результаты этих решений для расчета теплопереноса в реальных условиях сушки. Основная проблема заключается в определении достоверных значений коэффициентов переноса и их зависимости от влагосодержания и температуры. При известных коэффициентах переноса для расчета процесса сушки достаточно эффективно можно использовать результаты решений дифференциальных уравнений теплопереноса [4–6].

Существует много приближенных методов расчета тепломассообмена в процессах сушки, основанных на анализе наиболее общих закономерностей процесса [1, 2, 4]. Наиболее перспективными методами исследования являются методы, позволяющие обобщать опытные данные совместно с аналитическими решениями [4–6].

Цель настоящего исследования – изучение возможности использования в расчетах температуры при тепловой обработке тонких влажных материалов результатов аналитических решений дифференциальных уравнений теплопереноса.

Постановка задачи. Аналитические методы расчета тепломассопереноса представляют интерес для практики сушки конкретных материалов наряду с экспериментальными методами.

Для ряда материалов с известными коэффициентами переноса возможно использовать результаты аналитических решений дифференциальных уравнений для расчета основных параметров кинетики сушки. В совокупности с экспериментальными методами исследования это позволяет установить рациональные режимы и более полно обобщать опытные данные [1–4].

Интенсифицировать тепломассоперенос при тепловой обработке тонких материалов возможно ужесточением температурного режима, если это не приводит к снижению качества высушенного материала [1, 2, 4].

Для тонких материалов тепломассообменные критерии Био Bi и Bi_m в реальных условиях сушки зависят друг от друга и их численные значения имеют приблизительно один порядок [5]. При малых числах Bi и Bi_m лимитирующим фактором является внешний тепломассообмен поверхности материала с окружающей средой, скорость сушки слабо зависит от внутреннего массопереноса и термодиффузионное сопротивление практически не влияет на кинетику сушки [4–6]. Если термическая обработка тонких плоских капиллярно-пористых влажных материалов протекает при $Bi < 1$ и малых градиентах температуры по сечению тонкого тела, а фазовым переносом вещества можно пренебречь, то с допустимым приближением можно принять, что испарение влаги из материала происходит у поверхности влажного тела (внешняя задача) [4–7]. Скорость тепловой обработки в этом случае, определяется только внешними условиями тепломассообмена поверхности испарения тела с окружающей средой [2, 4, 5]. С уменьшением среднего влагосодержания \bar{u} по объему материала, когда $\bar{u} < \bar{u}_{кр}$ и средняя температура тела

увеличивается $\bar{t} > t_{м.т}$ ($\bar{u}_{кр}$ – критическое влагосодержание, соответствующее переходу первого периода сушки во второй; \bar{t} – среднеинтегральная температура материала; $t_{м.т}$ – температура мокрого термометра), начинается второй период сушки, протекающий в условиях регулярного теплового режима [2, 4, 5].

Условия термической обработки и сушки. Неограниченная влажная тонкая пластина толщиной $\delta = 2R$ с начальной температурой $t_n = t_{м.т}$ находится в среде с температурой $t_c > t_n$, в которой материал проходит тепловую обработку обезвоживания. Теплообмен между поверхностями пластины и окружающей средой происходит по закону Ньютона. Дифференциальное линейное уравнение нестационарного теплопереноса для влажной пластины, когда испарение влаги происходит только у поверхностей (внутренние стоки тепла и фазовое превращения отсутствуют), имеет вид [5–9]

$$\frac{\partial t}{\partial \tau} = a \frac{\partial^2 t}{\partial x^2}.$$

Граничные условия:

$$\begin{aligned} x = 0; \quad \frac{\partial t}{\partial x} &= 0, \\ x = \pm R; \quad \frac{\partial t}{\partial x} - \frac{\bar{\alpha}}{\lambda_{вл}}(t_c - t) - \frac{\rho r R}{\lambda_{вл}} \frac{d\bar{u}}{d\tau} &= 0, \end{aligned}$$

где a – коэффициент температуропроводности материала, $\bar{\alpha}$ – средний коэффициент теплоотдачи по поверхности пластины, ρ – плотность материала, r – теплота парообразования, $\lambda_{вл}$ – коэффициент теплопроводности влажного материала.

Скорость термической обработки и сушки определяется выражением [2, 4, 6]

$$\left| \frac{d\bar{u}}{d\tau} \right| = K(\bar{u} - u_p), \quad (1)$$

где u_p – равновесное влагосодержание материала, K – коэффициент сушки.

Интегрируя (1) для периода убывающей скорости сушки, получим

$$\frac{\bar{u} - u_p}{\bar{u}_{кр} - u_p} = \exp(-K\tau_{II}), \quad (2)$$

где τ_{II} – время сушки во втором периоде, отсчитываемое от нуля.

Решение (2) определяет длительность процесса во втором периоде [6, 7]:

$$\tau_{II} = \frac{1}{K} \ln \frac{\bar{u} - u_p}{\bar{u}_{кр} - u_p}. \quad (3)$$

Из решения дифференциального уравнения теплопроводности с заданными краевыми условиями, при постоянных термических коэффициентах, равных средним их значениям, учитывающими условия тепловой обработки, методом разделения переменных для температуры в середине пластины для второго периода получено [6]

$$\theta_{II} = \frac{t_{II} - t_{м.т}}{t_c - t_{м.т}} = 1 - \frac{A}{1 - \frac{Kc_{вл}\rho R}{\bar{\alpha}}} \exp(-K\tau_{II}), \quad (4)$$

где $c_{вл}$ – удельная теплоемкость влажного тела.

Поскольку термическая обработка плоских тонких влажных материалов протекает при числе Био $Bi < 1$, то уравнение (4) представлено первым членом ряда в бесконечной сумме ряда, представляющих аналитическое решение линейной задачи нестационарной теплопроводности [5, 6].

В процессе сушки влагосодержание материала уменьшается, поэтому термические коэффициенты $\lambda_{вл}$, $c_{вл}$ и a также изменяются. Наибольшее изменение претерпевает коэффициент теплопроводности $\lambda_{вл}$. Коэффициент температуропроводности a изменяется незначительно, поскольку

ку с уменьшением $\lambda_{\text{вл}}$ одновременно уменьшается произведение $c_{\text{вл}}\rho$ примерно с такой же скоростью [5, 6]. Коэффициент теплообмена $\bar{\alpha}$ также уменьшается со снижением влагосодержания влажного тела. Теплообменный критерий Био $Bi = \bar{\alpha}R/\lambda_{\text{вл}}$ изменяется мало, так как с уменьшением $\bar{\alpha}$ уменьшается одновременно и $\lambda_{\text{вл}}$, однако скорости их изменения различны [4].

В малоинтенсивных процессах термической обработки натуральных кож, сушка которых протекает при мягких температурных режимах $t_c \approx 30\text{--}60^\circ\text{C}$ и высоких относительных влагосодержаниях воздуха $\varphi \approx 35\text{--}80\%$, температура не претерпевает значительных изменений за малые промежутки времени. В этих условиях коэффициент теплопроводности влажной кожи $\lambda_{\text{вл}}$ является функцией только влагосодержания материала. Закономерности изменения $\lambda_{\text{вл}} = f(\bar{u})$ достаточно хорошо изучены при сушке натуральных кож [1, 3].

Уравнение (4) будет справедливо, когда коэффициент сушки K меньше параметра $Z = \frac{\bar{\alpha}}{c_{\text{вл}}\rho R}$, где Z – скорость изменения температуры в центре пластины. Коэффициент сушки определяется выражением [2, 4, 7]

$$K = \frac{N}{\bar{u}_{\text{кр}} - u_p},$$

где N – скорость сушки в первом периоде.

Параметр A в уравнении (4) для второго периода выражается зависимостью [6]

$$A = \frac{Kr(\bar{u}_{\text{кр}} - u_p)R\rho}{\bar{\alpha}(t_c - t_{\text{м.т}})}. \quad (5)$$

Температура в центре пластины определяется из уравнений (2), (4) и (5) при $K < Z$. Решение имеет вид [6]

$$t_{\text{ц}} = t_c - \frac{rRK\rho}{\bar{\alpha} - Kc_{\text{вл}}\rho R}(\bar{u} - u_p); \quad \bar{u} < \bar{u}_{\text{кр}}. \quad (6)$$

Уравнения (5) и (6) можно упростить, если воспользоваться параметром Z . Знаменатель уравнений (5) и (6) умножим и разделим на $c_{\text{вл}}\rho R$ и тогда получим:

$$A = \frac{Kr(\bar{u}_{\text{кр}} - u_p)}{c_{\text{вл}}Z(t_c - t_{\text{м.т}})}, \quad (7)$$

$$t_{\text{ц}} = t_c - \frac{rK}{c_{\text{вл}}(Z - K)}(\bar{u} - u_p). \quad (8)$$

Теплота парообразования r определяется по таблицам [4]. На основании экспериментальных данных по конвективной тепловой обработке различных тонких материалов величина $\frac{rK}{c_{\text{вл}}(Z - K)}$ зависит от температуры воздуха, почти не зависит от скорости его движения и изменяется с толщиной образцов [6].

Уравнение (4) на основании уравнения (7) приводится к виду

$$\theta_{\text{ц}} = \frac{t_{\text{ц}} - t_{\text{м.т}}}{t_c - t_{\text{м.т}}} = 1 - \frac{A}{\left(1 - \frac{K}{Z}\right)} \exp(-K\tau_{\text{ц}}), \quad (9)$$

где $\theta_{\text{ц}}$ – относительная температура в центре пластины.

Аналитическое решение задач нестационарной теплопроводности при переменных теплофизических характеристиках твердого тела связано с большими трудностями. Поэтому используются различные методы линеаризации, итерации и другие способы упрощения в решениях нелинейных уравнений нестационарной теплопроводности. Такие приближенные методы изложены в [7–12].

Одним из возможных способов расчета нелинейного переноса тепла, основанном на аппроксимации коэффициентов переноса, является метод итерации [7–10]. Сущность этого метода состоит в том, что при известном начальном распределении температуры в теле весь процесс сушки разбивается на большое число малых промежутков времени Δt . В дифференциальном уравнении теплопроводности производные по времени $\partial t/\partial \tau$ заменяются отношениями конечных приращений $\Delta t/\Delta \tau$ для каждого шага времени. Затем находят температуры в узловых точках k при переходах от одного интервала времени к следующему в момент времени τ , $\tau + \Delta t$ по значениям температур в узловых точках k с обеих сторон интервалов Δt ($k + 1$) и ($k - 1$). Такой метод позволяет учитывать непрерывное скачкообразное изменение температуры по выбранному шагу времени Δt [7–9]. Метод ступенчатой аппроксимации коэффициентов переноса ($\lambda_{\text{вл}}$, $c_{\text{вл}}$, $\bar{\alpha}$) с постоянными их значениями на расчетных промежутках времени Δt допустимо использовать в малоинтенсивных процессах сушки кож, когда теплофизические характеристики в процессе тепловой обработки изменяются незначительно при переходе от интервала к интервалу и можно при определении коэффициентов теплообмена $\bar{\alpha}$, теплопроводности $\lambda_{\text{вл}}$, удельной теплоемкости $c_{\text{вл}}$ применять ступенчатую аппроксимацию этих коэффициентов с постоянными их значениями на расчетных временных интервалах [5, 8, 9]. Таким образом, учитывается непрерывное изменение коэффициентов переноса от влагосодержания и температуры.

Коэффициент теплообмена $\bar{\alpha}$ определялся по формуле для теплообменного критерия Нуссельта [1, 2, 4, 13]:

$$\text{Nu} = C \text{Re}^{0,5} \left(\frac{T_c}{T_{\text{м.т}}} \right)^2 \left(\frac{\bar{u}}{\bar{u}_{\text{кр}}} \right)^n, \quad (10)$$

где число Нуссельта $\text{Nu} = \frac{\bar{\alpha} l}{\lambda_{\text{воз}}}$, $\bar{\alpha}$ – средние значения коэффициента теплоотдачи для поверхности влажного тела; $\text{Re} = \frac{v l}{\nu_{\text{воз}}}$ – число Рейнольдса; v – скорость воздуха; l – длина пластины по направлению потока воздуха; $\lambda_{\text{воз}}$, $\nu_{\text{воз}}$ – коэффициент теплопроводности и кинематическая вязкость воздуха, определяемые по таблицам [4] в зависимости от t_c .

Обработкой опытных данных по формуле (10) для конвективной сушки различных натуральных кож получены значения $C = 0,95$; $n = 0,65$ [13].

При определении температуры материала для второго периода тепловой обработки по формулам (8), (9) применялась кусочно-ступенчатая аппроксимация коэффициентов теплоотдачи с постоянными значениями этих коэффициентов на расчетных временных интервалах. Такой же подход применялся и для значений теплофизических характеристик материала $\lambda_{\text{вл}}$, $c_{\text{вл}}$ для тех же расчетных временных интервалов [7–9].

В табл. 1 представлены значения коэффициента теплопроводности для некоторых видов натуральных кож в зависимости от влагосодержания при температурах сушки $t_c \approx 30$ – 60 °C [1, 3].

Т а б л и ц а 1. Коэффициент теплопроводности $\lambda_{\text{вл}}$ (Вт/(м·°C)) для некоторых видов натуральных кож по данным [1, 3] в зависимости от влагосодержания

T a b l e 1. Coefficient of thermal conductivity $\lambda_{\text{вл}}$ (W/(m·°C)) for some types of natural leather according to [1, 3], depending on moisture content

Вид натуральной кожи	Влагосодержание кожи, \bar{u} , кг/кг					
	0,07	0,17	0,28	0,43	0,54	0,70
Юфть свиная хромового дубления	0,117	0,128	0,134	0,148	0,176	0,241
Опоек хромового дубления	0,058	0,064	0,068	0,085	0,166	0,198
Подшвенная кожа хромового дубления	0,132	0,144	0,156	0,176	0,195	0,232

В результате обработки экспериментальных данных, приведенных в [1, 3], получена зависимость для коэффициента теплопроводности $\lambda_{вл}$ для всех видов натуральных кож, которая аппроксимируется приближенным уравнением

$$\lambda_{вл} \approx \lambda_0 + 1,31 \cdot 10^{-3} \bar{t} \cdot \bar{u} \cdot [\exp(1,8 \cdot \bar{u})],$$

где λ_0 – теплопроводность сухой кожи (для рантовой подошвы $\lambda_0 = 0,121$ Вт/(м·°С), краснодубной юфти $\lambda_0 = 0,105$ Вт/(м·°С), опойка $\lambda_0 = 0,056$ Вт/(м·°С)). Удельная теплоемкость влажной кожи определяется по зависимости [2, 4]

$$c_{вл} = c_0 + c_ж \bar{u},$$

где c_0 – теплоемкость сухой кожи (для юфти хромового дубления $c_0 = 1800$ Дж/(кг·°С), опойка $c_0 = 1570$ Дж/(кг·°С)); $c_ж$ – теплоемкость жидкости, $c_ж = 4200$ Дж/(кг·°С).

Температура материала на поверхности пластины может быть определена из решения дифференциального уравнения нестационарной теплопроводности при граничных условиях третьего рода для частного случая, посредством предельного перехода при отсутствии в материале термического переноса вещества (критерий Поснова $Рn = 0$) и малых градиентах температуры по сечению тонкого тела и значения числа $Bi < 1$ [5]. Решение имеет вид [5, 8, 14]

$$\theta_{п} = \frac{t_c - t_{п}}{t_c - t_{м.т}} = \exp(-BiFo), \tag{11}$$

где $t_{п}$ – температура на поверхности материала; Fo – критерий Фурье; произведение $BiFo$ является функцией $m_t \tau_{п}$ [5, 12], m_t – темп нагрева влажного тела. Темп нагрева тела m_t определяется экспериментально путем измерения температуры в любой точке тела для двух последовательных моментов времени регулярного режима [5, 14]:

$$m_t = \frac{\ln \left(\frac{t_c - t_{п1}}{t_c - t_{п2}} \right)}{\tau_2 - \tau_1}. \tag{12}$$

В координатах $\ln(t_c - t_{п}) = f(\tau)$ температурная функция является прямой линией, следовательно, температура во втором периоде изменяется по экспоненте [5, 13]. Температура на поверхности пластины из формулы (11) имеет вид

$$t_{п} = t_c - (t_c - t_{м.т}) \exp(-m_t \tau_{п}), \tag{13}$$

где время $\tau_{п}$ находится по уравнению (3).

На рис. 1 и 2 изображены кривые сушки и температурные кривые $t_{п} = f(\tau)$, $t_{ц} = f(\tau)$, $t_{п} = f(\bar{u})$, $t_{ц} = f(\bar{u})$ в процессах сушки краснодубной юфти и опойка.

На графиках можно выделить три характерных участка: участок кратковременного прогрева материала, постоянной скорости сушки (первый период), падающей скорости (второй период). На стадии прогрева $\tau_{пр}$ подводимое к телу тепло расходуется на нагрев материала от начальной температуры до температуры мокрого термометра $t_{м.т}$, принимаемой приближенно равной температуре поверхности $t_{м.т} \approx t_{п}$, и на испарение влаги. Скорость сушки в этой стадии возрастает от нуля до скорости сушки в первом периоде N . Влагосодержание материала в первом периоде линейно уменьшается во времени ($|d\bar{u} / d\tau| = N = \text{const}$). По мере уменьшения влагосодержания скорость сушки падает и наступает период убывающей скорости сушки. Температура во втором периоде непрерывно возрастает, и при $\bar{u} < \bar{u}_{кр}$ начинается второй период сушки. При сушке тонких материалов при мягких режимах наблюдаются и период постоянной скорости сушки, и период постоянной температуры на уровне $t_{м.т}$.

Результаты расчетов температуры в центре и на поверхности пластин кожи по аналитическим формулам (8) и (13) приведены в табл. 2. Анализ экспериментальных кривых сушки и температурных кривых (см. рис. 1 и 2) для сушки юфти и опойка показал, что в среднем для второго периода сушки юфти ($\tau_{п} \approx 66$ мин) и опойка ($\tau_{п} \approx 40$ мин) при режимах сушки для юфти $t_c = 60$ °С и опойка $t_c = 45$ °С при сушке до влагосодержания $\bar{u} \approx 0,2$ с уменьшением влагосодержания на каждые $\Delta u = 0,1$ происходит изменение температуры на $\Delta t \approx 1,7\text{--}2,5$ °С для юфти, на $\Delta t \approx 1,5\text{--}1,8$ °С для опойка.

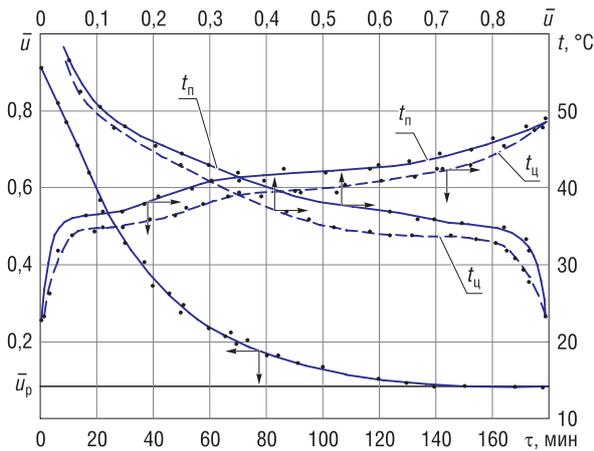


Рис. 1. Кривая сушки $\bar{u} = f(\tau)$ и температурные кривые для поверхности и в центре $t_n = f(\tau)$; $t_u = f(\tau)$ и $t_n = f(\bar{u})$; $t_u = f(\bar{u})$ для сушки красnodубной юфти при режиме сушки: $t_c = 60^\circ\text{C}$; $v = 1,5\text{ м/с}$; $\varphi = 35\%$

Fig. 1. Drying curve $\bar{u} = f(\tau)$ and temperature curves for surface and center $t_n = f(\tau)$; $t_u = f(\tau)$ and $t_n = f(\bar{u})$; $t_u = f(\bar{u})$ for drying the bark-tanned yuft during the drying mode: $t_c = 60^\circ\text{C}$; $v = 1.5\text{ m/s}$; $\varphi = 35\%$

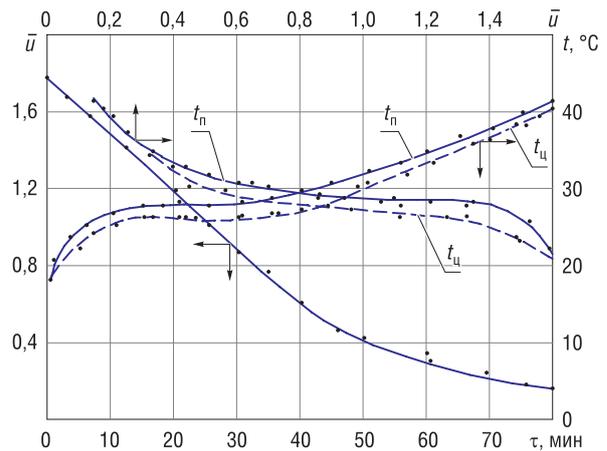


Рис. 2. Кривая сушки $\bar{u} = f(\tau)$ и температурные кривые для поверхности и в центре $t_n = f(\tau)$; $t_u = f(\tau)$ и $t_n = f(\bar{u})$; $t_u = f(\bar{u})$ для сушки хромового опойка при режиме сушки: $t_c = 45^\circ\text{C}$; $v = 1,0\text{ м/с}$; $\varphi = 27,5\%$

Fig. 2. Drying curve $\bar{u} = f(\tau)$ and temperature curves for surface and center $t_n = f(\tau)$; $t_u = f(\tau)$ and $t_n = f(\bar{u})$; $t_u = f(\bar{u})$ for drying box-calf during drying mode: $t_c = 45^\circ\text{C}$; $v = 1.0\text{ m/s}$; $\varphi = 27.5\%$

Т а б л и ц а 2. Результаты расчетов температуры в центре и на поверхности образцов кожи при сушке красnodубной юфти и опойка по аналитическим формулам (8) и (13)

Т а б л и ц а 2. The results of calculations of the temperature in the center and on the surface of the leather samples during the drying of the bark-tanned yuft and box-calf under the analytical formulas (8) and (13)

Юфть. Пластина $250 \times 120 \times 2\text{ мм}$. Режим сушки: $t_c = 60^\circ\text{C}$; $v = 1,5\text{ м/с}$; $\varphi = 35\%$; $\bar{u}_0 = 0,9$; $\bar{u}_{кр} = 0,63$; $u_p = 0,1$; $\rho_0 = 560\text{ кг/м}^3$; $c_0 = 1800\text{ Дж/(кг}\cdot^\circ\text{C)}$; $N = 2,68 \cdot 10^{-4}\text{ с}^{-1}$; $K = 3,48 \cdot 10^{-4}\text{ с}^{-1}$; $t_{м,т} = 35^\circ\text{C}$; $m_t = 1,83 \cdot 10^{-4}\text{ с}^{-1}$										
\bar{u}	$\bar{\alpha}, \text{Вт/(м}^2\cdot^\circ\text{C)}$	$\lambda, \text{Вт/(м}\cdot^\circ\text{C)}$	Bi	$Z \cdot 10^{-3}, \text{с}^{-1}$	$t_{ц}, ^\circ\text{C (8)}$	$t_n, ^\circ\text{C экс.}$	$t_m, ^\circ\text{C (13)}$	$\tau_{п}, \text{с экс.}$	$\tau_{п}, \text{с (3)}$	
0,54	14,2	0,178	0,079	6,29	33,5	37,5	38	515	534	
0,43	11,8	0,147	0,077	6,00	35,2	39	40,5	1348	1360	
0,28	7,9	0,134	0,058	4,72	39,4	42,5	43	3100	3076	
0,20	5,8	0,126	0,045	4,15	43,6	45	46,5	3960	3880	
Хромовый опоек. Пластина $110 \times 100 \times 1,4\text{ мм}$. Режим сушки: $t_c = 45^\circ\text{C}$; $v = 1,0\text{ м/с}$; $\varphi = 27,5\%$; $\bar{u}_0 = 0,9$; $\bar{u}_{кр} = 0,63$; $u_p = 0,09$; $\rho_0 = 380\text{ кг/м}^3$; $c_0 = 1570\text{ Дж/(кг}\cdot^\circ\text{C)}$; $N = 5,4 \cdot 10^{-4}\text{ с}^{-1}$; $K = 5,96 \cdot 10^{-4}\text{ с}^{-1}$; $t_{м,т} = 28^\circ\text{C}$; $m_t = 3,33 \cdot 10^{-4}\text{ с}^{-1}$										
\bar{u}	$\bar{\alpha}, \text{Вт/(м}^2\cdot^\circ\text{C)}$	$\lambda, \text{Вт/(м}\cdot^\circ\text{C)}$	Bi	$Z \cdot 10^{-3}, \text{с}^{-1}$	$t_{ц}, ^\circ\text{C (8)}$	$t_n, ^\circ\text{C экс.}$	$t_m, ^\circ\text{C (13)}$	$\tau_{п}, \text{с экс.}$	$\tau_{п}, \text{с (3)}$	
0,85	14,1	0,235	0,0417	14,80	26,3	28,5	29,2	300	302	
0,70	12,4	0,198	0,044	10,44	27,2	29,0	30,8	655	670	
0,50	9,5	0,163	0,039	9,75	29,3	31,5	32,7	1370	1350	
0,40	7,60	0,145	0,035	9,51	30,7	32,5	33,8	1780	1810	
0,20	4,55	0,132	0,028	7,22	35,6	37,0	37,6	2980	3120	

При этих условиях происходит изменение коэффициента теплопроводности $\lambda_{вд}$ в среднем на 5 % в каждом промежутке времени. Таким образом, общую погрешность при использовании метода кусочно-ступенчатой аппроксимации теплофизических характеристик можно принять при расчетах температуры по аналитическим формулам в 5 %.

Второй период сушки при сушке юфти при соблюдении погрешности в 5 % можно разделить на восемь промежутков времени по $\Delta t = 8\text{ мин}$, при сушке опойка – на семь промежутков с шагом по времени $\Delta t = 6\text{ мин}$. Разброс значений температуры, вычисленных по аналитическим уравнениям, от экспериментальных находится в области погрешности в 5 %.

Заключение. Использование аналитических решений дифференциальных уравнений нестационарной теплопроводности для расчета температуры кожи в периоде падающей скорости сушки с известными теплофизическими коэффициентами показало, что с допустимой погреш-

ностью для малоинтенсивных процессов можно использовать результаты аналитических решений. Анализ результатов расчетов по аналитическим формулам показал удовлетворительное совпадение значений расчетных температур с экспериментальными данными. Проведенное исследование подтверждает закономерности изменения температуры во втором периоде сушки, установленные экспериментальным путем. Совместно с экспериментальными методами аналитические имеют актуальные значения для практики сушки.

Список использованных источников

1. Кавказов, Ю. А. Тепло- и массообмен в технологии кожи и обуви / Ю. А. Кавказов. – М.: Легкая индустрия, 1973. – 272 с.
2. Лыков, А. В. Теория сушки / А. В. Лыков. – М.: Энергия, 1968. – 472 с.
3. Лыков, А. В. Кинетика и динамика процессов сушки и увлажнения / А. В. Лыков. – М.; Л.: Легкая промышленность, 1938. – 587 с.
4. Акулич, П. В. Расчеты сушильных и теплообменных установок / П. В. Акулич. – Минск: Беларус. навука, 2010. – 443 с.
5. Лыков, А. В. Теория тепло- и массопереноса / А. В. Лыков, Ю. А. Михайлов. – М.; Л.: Госэнергоиздат, 1963. – 536 с.
6. Лыков, А. В. Теория сушки капиллярно-пористых коллоидных материалов пищевой промышленности / А. В. Лыков, Л. Я. Ауэрман. – М.: Пищепромиздат, 1946. – 287 с.
7. Рудобашта, С. П. Массоперенос в системах с твердой фазой / С. П. Рудобашта. – М.: Химия, 1980. – 248 с.
8. Лыков, А. В. Теория теплопроводности / А. В. Лыков. – М.: Высшая школа, 1967. – 594 с.
9. Хрусталева, Б. М. Тепло- и массообмен: учеб. пособие / Б. М. Хрусталева, А. П. Несенчук; под общ. ред. А. П. Несенчука. – Минск: БНТУ, 2009. – Ч. 2. – 273 с.
10. Пехович, А. И. Расчеты теплового режима твердых тел / А. И. Пехович, В. М. Жидких. – Л.: Энергия, 1968. – 304 с.
11. Васильев, В. Н. Технология сушки. Основы тепло- и массопереноса: учеб. для вузов / В. Н. Васильев, В. Е. Куцакова, С. В. Фролов. – СПб.: ГИОРД, 2013. – 224 с.
12. Сажин, Б. С. Процессы сушки и промывки текстильных материалов / Б. С. Сажин, М. К. Кошелева. – М.: ФГБОУ ВПО «МГУДТ», 2013. – 301 с.
13. Ольшанский, А. И. Исследование кинетики конвективной сушки натуральных кож / А. И. Ольшанский, А. Л. Климентьев, В. В. Петренко // Вестн. Витеб. гос. технол. ун-та. – 2018. – № 1 (34). – С. 49–62.
14. Шорин, С. М. Теплопередача / С. М. Шорин. – М.: Высшая школа, 1964. – 491 с.

References

1. Kavkazov Y. A. *Heat and Mass Transfer in the Technology of Leather and Shoes*. Moscow, Legkaya industria Publ., 1973. 272 p. (in Russian).
2. Lykov A. V. *Theory of Drying*. Moscow, Energiya Publ., 1968. 472 p. (in Russian).
3. Lykov A. V. *Kinetics and Dynamics of Drying and Moistening Processes*. Moscow – Leningrad, Legkaya promishlennost' Publ., 1938. 587 p. (in Russian).
4. Akulich P. V. *Calculations of Drying and Heat Exchange Devices*. Minsk, Belaruskaya navuka Publ., 2010. 443 p. (in Russian).
5. Lykov A. V., Mikhailov Yu. A. *Theory of Heat and Mass Transfer*. Moscow – Leningrad, Gosenergoizdat Publ., 1963. 536 p. (in Russian).
6. Lykov A. V., Auerman L. Ya. *Theory of Drying Capillary-Porous Colloidal Materials of the Food Industry*. Moscow, Pishpromizdat Publ., 1946. 287 p. (in Russian).
7. Rudobashta S. P. *Heat Engineering*. Moscow, Koloss Publ., 2010. 599 p. (in Russian).
8. Lykov A. V. *Theory of Heat Conductivity*. Moscow, Vysshaya shkola Publ., 1967. 600 p. (in Russian).
9. Khrustaleva B. M., Nesenchuk A. P., ed. *Heat and Mass Transfer. Part 2*. Minsk, BNTU Publ., 2009. 273 p. (in Russian).
10. Pekhovich A. I., Zhidkikh V. M. *Calculations of the Thermal Regime of Solids*. Leningrad, Energiya Publ., 1968. 304 p. (in Russian).
11. Vasiliev V. N., Kutsakova S. V., Frolov S. V. *Drying Technology. Basics of Heat and Mass Transfer*. St. Petersburg, GIORД Publ., 2013. 224 p. (in Russian).
12. Sazhin B. S., Kosheleva M. K. *Processes of Drying and Washing of Textile Materials*. Moscow, Moscow State University of Design and Technology, 2013. 301 p. (in Russian).
13. Olshansky A. I., Klimentev A. L., Petrenko V. V. Investigation of the kinetics of convective drying of natural leather. *Vestnik Vitebskogo gosudarstvennogo tekhnologicheskogo universiteta = Vestnik of Vitebsk State Technological University*, 2018, no. 1 (34), pp. 49–62 (in Russian).
14. Shorin S. M. *Heat Transfer*. Moscow, Vysshaya shkola Publ., 1964. 491 p. (in Russian).

Информация об авторах

Ольшанский Анатолий Иосифович – кандидат технических наук, доцент, доцент кафедры технологии и оборудования машиностроительного производства, Витебский государственный технологический университет (Московский пр., 72, 210035, Витебск, Республика Беларусь). E-mail: tiomp@vstu.by

Гусаров Алексей Михайлович – кандидат технических наук, доцент кафедры технологии и оборудования машиностроительного производства, Витебский государственный технологический университет (Московский пр., 72, 210035, Витебск, Республика Беларусь). E-mail: gallvt@mail.ru

Жерносек Сергей Васильевич – кандидат технических наук, доцент кафедры технологии и оборудования машиностроительного производства, Витебский государственный технологический университет (Московский пр., 72, 210035, Витебск, Республика Беларусь). E-mail: zs_85@mail.ru

Information about the authors

Anatolii I. Ol'shanskii – Ph. D. (Engineering), Associate Professor, Associate Professor of the Department of Technology and Equipment of Machine-Building Production, Vitebsk State Technological University (72, Moskovsky Ave., 210035, Vitebsk, Republic of Belarus). E-mail: tiomp@vstu.by

Aleksei M. Gusarov – Ph. D. (Engineering), Associate Professor of the Department of Technology and Equipment of Machine-Building Production, Vitebsk State Technological University (72, Moskovsky Ave., 210035, Vitebsk, Republic of Belarus). E-mail: gallvt@mail.ru

Sergei V. Zhernosek – Ph. D. (Engineering), Associate Professor of the Department of Technology and Equipment of Machine-Building Production, Vitebsk State Technological University (72, Moskovsky Ave., 210035, Vitebsk, Republic of Belarus). E-mail: zs_85@mail.ru

ДИАГНОСТИКА И БЕЗОПАСНОСТЬ ТЕХНИЧЕСКИХ И ПРИРОДНЫХ СИСТЕМ
DIAGNOSTICS AND SAFETY OF TECHNICAL AND ENVIRONMENT SYSTEMSУДК 621.3.085.345:[537.531+691.4-032.2]
<https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-93-100>Поступила в редакцию 22.07.2020
Received 22.07.2020**Т. В. Борботько, С. Э. Саванович***Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники, Минск, Республика Беларусь,***ВЛИЯНИЕ ВЛАГОСОДЕРЖАНИЯ КЕРАМЗИТА НА ЗНАЧЕНИЯ КОЭФФИЦИЕНТА
ОТРАЖЕНИЯ ЭЛЕКТРОМАГНИТНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ КОНСТРУКЦИЙ ЭКРАНОВ,
ВЫПОЛНЕННЫХ НА ЕГО ОСНОВЕ**

Аннотация. Установлены закономерности влияния влагосодержания керамзита на значения коэффициента отражения электромагнитного излучения (ЭМИ) данного материала в диапазоне частот 1–17 ГГц. Определена взаимосвязь размера фракций (размера пор) керамзита и рабочего диапазона частот образцов экрана ЭМИ. Показано, что увеличение в 2 раза влагосодержания керамзита с размерами фракций 1...4 и 10...20 мм обеспечивает расширение рабочего диапазона частот образцов экрана ЭМИ, выполненных на основе данного материала, при снижении значений коэффициента отражения исследуемых образцов в 1,7 и 3 раза соответственно. Установлено, что увеличение влагосодержания керамзита от 19 до 40 % при уменьшении его размера фракций с 10...20 по 1...4 мм и размера пор с 0,1...0,2 по 0,01...0,06 мм обеспечивает снижение значений коэффициента отражения образцов экрана ЭМИ на частотах 7,7–17,0 ГГц, увеличение размера фракций керамзита от 1...4 до 10...20 мм при увеличении размера его пор от 0,01...0,06 до 0,1...0,2 мм – на частотах 1,0–7,7 ГГц. Показано, что практическое использование указанных закономерностей позволяет формировать образцы экрана ЭМИ со значениями коэффициентов отражения от –2,8 до –22,0 дБ в диапазоне частот 1–17 ГГц, что позволяет рекомендовать их для использования при создании экранированных помещений.

Ключевые слова: экран, электромагнитное излучение, керамзит, хлорид натрия, водный раствор, размер фракций, размер пор, влагосодержание, коэффициент отражения

Для цитирования: Борботько, Т. В. Влияние влагосодержания керамзита на значения коэффициента отражения электромагнитного излучения конструкций экранов, выполненных на его основе / Т. В. Борботько, С. Э. Саванович // Вест. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2020. – Т. 66, №1. – С. 93–100. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-93-100>

Timophei V. Borbot'ko, Sviatlana E. Savanovich*Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics, Minsk, Republic of Belarus,***INFLUENCE OF WATER CONTENT OF EXPANDED CLAY ON THE REFLECTION COEFFICIENT
OF ELECTROMAGNETIC SHIELD**

Abstract. The regularities of the influence of the moisture content of expanded clay on the values of the reflection coefficient of electromagnetic radiation (EMR) of this material in the frequency range of 1–17 GHz have been established. The relationship between the size of fractions (pore size) of expanded clay and the operating frequency range of the EMR screen samples has been determined. It is shown that a twofold increase in the moisture content of expanded clay with fractions of 1...4 and 10...20 mm provides an extension of the operating frequency range of the EMR shield samples made on the basis of this material, with a decrease in the reflection coefficient of the test samples by 1.7 and 3 times, respectively. It was found that an increase in the moisture content of expanded clay from 19 to 40 % with a decrease in the size of its fractions from 10...20 to 1...4 mm and a pore size from 0.1...0.2 to 0.01...0.06 mm provides a decrease in the values of the reflection coefficient of EMR screen samples at frequencies of 7.7–17.0 GHz, and an increase in the size of expanded clay fractions from 1...4 to 10...20 mm with an increase in the size of its pores from 0.01...0.06 to 0.1...0.2 mm provides a decrease in the values of the

reflection coefficient of EMR screen samples at frequencies of 1.0–7.7 GHz. It is shown that the practical use of these regularities makes it possible to form EMR screen samples with reflection coefficients from –2.8 to –22.0 dB in the frequency range 1–17 GHz, which makes it possible to recommend them for use when creating shielded rooms.

Keywords: shield, electromagnetic radiation, expanded clay, sodium chloride, aqueous solution, size of fractions, pore size, moisture content, reflection coefficient

For citation: Borbot'ko T. V., Savanovich S. E. Influence of water content of expanded clay on the reflection coefficient of electromagnetic shield. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2020, vol. 66, no. 1, pp. 93–100 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-93-100>

Введение. Конструкции экранов электромагнитного излучения (ЭМИ) применяются в различных областях науки и техники [1]. Одним из современных направлений совершенствования является их разработка с управляемо изменяемыми значениями коэффициента отражения в широком диапазоне частот, что обусловлено требованиями, которые предъявляются к ним при использовании в различных областях.

Значения коэффициента отражения экрана ЭМИ зависят от согласования его волнового сопротивления и сопротивления свободного пространства [2]. Согласование волновых сопротивлений на границе сред «свободное пространство – поверхность экрана ЭМИ» обеспечивается выполнением внешних слоев такого экрана из материалов, относительная диэлектрическая проницаемость которых близка к 1 ($\epsilon \approx \epsilon_0$), а мнимая составляющая стремится к нулю ($\epsilon'' \rightarrow 0$). Согласование волновых сопротивлений сред «поверхность экрана ЭМИ – поверхность экранируемого объекта» осуществляется применением материалов с высокими значениями ϵ'' и μ'' ; выполнением экрана в виде многослойной конструкции, состоящей из слоев материала с низкими значениями ϵ и поглощающих пленок, расположенных между слоями [3].

Поглощающая способность экрана ЭМИ характеризуется значениями коэффициента отражения в пределах его рабочего диапазона частот, которые являются переменной величиной вследствие частотной зависимости значений ϵ'' и μ'' материалов, используемых при формировании экрана. Поэтому при выборе материалов руководствуются законами их изменения с учетом частотной дисперсии [4].

Аналогичный принцип формирования и подбора компонентов соблюдается при разработке конструкции экрана ЭМИ, выполняемой на основе влагосодержащих гранулированных матриц [5]. Данное направление относится к перспективным, так как такая матрица позволяет получить требуемые значения коэффициента отражения ЭМИ за счет варьирования размера гранул (размера пор) матрицы [6], изменения поглощающих и реологических свойств растворов, вводимых в ее поры [7], или применения обоих способов одновременно. Перечисленные способы изменения значений коэффициента отражения экрана ЭМИ сводятся к варьированию влагосодержания матрицы. Поэтому актуальным представляется исследование взаимосвязи значений коэффициента отражения ЭМИ гранулированной матрицы и ее влагосодержания. При проведении исследования в качестве матрицы предложено использовать керамзит с размерами фракций 1...4 и 10...20 мм [8].

Цель работы – определение закономерностей изменения значений коэффициента отражения конструкции экрана ЭМИ, выполненной на основе керамзита, в диапазоне частот 1–17 ГГц, обусловленных увеличением его влагосодержания и варьированием размера фракций (размера пор).

Обоснование выбора растворного наполнителя. Основными критериями при подборе водного раствора, применяемого для формирования влагосодержащей матрицы, являлись: способность раствора смачивать поверхность керамзита; его значения ϵ'' в рассматриваемом диапазоне частот [9]. Помимо указанных свойств, конструкция экрана ЭМИ, выполненная на основе влагосодержащего керамзита, должна обеспечивать воспроизведение значений коэффициента отражения в интервале температурных режимов от –50 до +50 °С в течение длительного времени. Согласно правилу уравнивания полярностей П. А. Ребиндера [10], твердая поверхность лучше смачивается водным раствором, который ближе к ней по полярности, ее макроскопической мерой могут служить: дипольный момент, поверхностное натяжение, диэлектрическая проницаемость. Керамзит относится к полярным гидрофильным адсорбентам с ионным строением кристаллической решетки, поэтому предложено использовать для его пропитки водный раствор хлорида натрия (NaCl). Указанным выше критериям соответствует 20%-ный раствор NaCl. Выбранный раствор обладает

низкими значениями поверхностного натяжения и высокой проникающей способностью вследствие того, что радиусы ионов Na^+ и Cl^- не превышают $3 \cdot 10^{-6}$ мм [11]. В диапазоне частот 1–17 ГГц 20%-ный раствор NaCl характеризуется значительными диэлектрическими потерями, обусловленными дипольной и ионной поляризациями молекул воды и ионов Na^+ и Cl^- под воздействием внешнего ЭМИ [12], и позволяет снизить температуру замерзания воды до $-21,2$ °С [13].

Известно [14], что эффективность экрана ЭМИ, выполненного на основе влагосодержащих материалов, увеличивается с повышением влагосодержания матрицы до 70 %. Авторами предлагается увеличить влагосодержание керамзита, содержащего раствор NaCl , до 40 %, что возможно следующими способами: увеличением его концентрации, введением в матрицу раствора под воздействием вакуума, повышением объемного содержания раствора за счет повышения его вязкости. Увеличение концентрации NaCl от 20 до 25 % позволит повысить влагосодержание керамзита на 3...5 %, что приведет к снижению значений ϵ'' и увеличению его значений коэффициента отражения ЭМИ в рассматриваемом диапазоне частот [15]. Пропитка керамзита 20%-ным раствором NaCl под воздействием давления обеспечит увеличение его влагосодержания на 8...10 %, что не окажет существенного влияния на снижение его значений коэффициента отражения в диапазоне частот 1–17 ГГц [16]. Авторы предлагают использовать для увеличения влагосодержания керамзита водные растворы натриевой соли карбоксиметилцеллюлозы (Na-КМЦ). Растворы Na-КМЦ являются неньютоновскими жидкостями, обладают стабильностью и устойчивостью к температурным колебаниям в течение длительного времени и обеспечивают снижение поверхностного натяжения приготовленных растворов на поверхности керамзита за счет поверхностно-активных веществ (ПАВ), содержащихся в Na-КМЦ [17].

Методика эксперимента. Для проведения исследования подготовлены и стабилизированы по массе образцы керамзита с размерами фракций 1...4 и 10...20 мм, проведен анализ структуры керамзита и определены средние размеры его пор, подобраны и приготовлены растворы, позволяющие варьировать влагосодержание керамзита в пределах 19...40 %.

Получение керамзита с указанным размером фракций осуществлялось в результате его сепарирования с помощью вибрационного грохота ВГ-1-2,9 в соответствии с методикой, приведенной в СТБ ЕН 933-2-2002 «Методы испытания геометрических свойств гранулометрических фракций горных пород. Часть 2. Определение гранулометрического состава. Контрольные сита, номинальные размеры отверстий сит», что позволило отобрать материал с однородной структурой и обеспечило стабильность воспроизведения значений коэффициентов отражения образцов экранов ЭМИ, выполненных на его основе.

Определение распределения пор в структуре керамзита и их средних размеров выполнялось в результате обработки микрофотографий поверхности срезов (шлифов) (рис. 1), полученных с помощью оптического микроскопа «Микро200» при 50-кратном увеличении, в программе ImageJ [18], которая позволяет анализировать структурно-морфологические характеристики материалов по данным сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Погрешность определения средних размеров пор керамзита составляла 1 %. Численная обработка и визуализации полученных данных выполнялась в программе OriginPro 8 [19].

Содержание приготовленных растворов в керамзите оценивалось гравиметрически с использованием весов SC-1213, относительная погрешность определения влагосодержания керамзита составляла ± 2 % [20]. Взвешивание влагосодержащего керамзита проводилось в течение 2 мин после его изъятия из раствора.

Для проведения исследования был приготовлен водный раствор NaCl с 20%-ной концентрацией растворенного NaCl (ч.д.а.). Температура дистиллированной воды при приготовлении раствора составляла от 18 до 20 °С. Влагосодержание керамзита с размерами фракций 1...4 и 10...20 мм, содержащего NaCl (далее по тексту – раствор № 1), варьировалось в пределах 22...24 и 19...21 % соответственно.

Повышение влагосодержания керамзита обеспечивалось введением в 2%-ный и 4%-ный водные растворы Na-КМЦ 20%-ного раствора NaCl (далее по тексту растворы № 2 и 3). Температура дистиллированной воды при приготовлении растворов находилась в пределах 48...50 °С. Влагосодержание керамзита с размерами фракций 1...4 и 10...20 мм, содержащего растворы № 2 и 3, варьировалось в пределах 36...39 и 38...40 % соответственно.

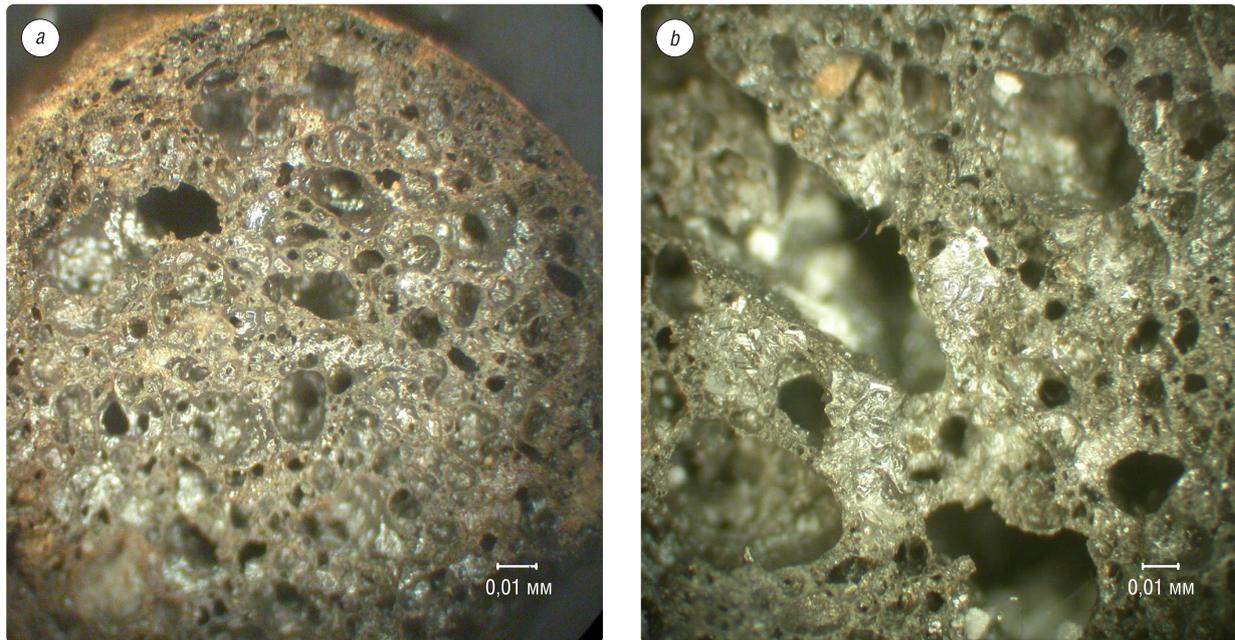


Рис. 1. Микроструктура керамзита с размером фракций 1...4 мм (а) и 10...20 мм (б) при 50-кратном увеличении
 Fig. 1. The microstructure of expanded clay with fractions of 1...4 mm (a) and 10...20 mm (b) with a 50-fold increase

Введение в поры керамзита с размерами фракций 1...4 и 10...20 мм приготовленных растворов осуществлялось методом иммерсионного смачивания при атмосферном давлении 101,3 кПа и температуре окружающей среды 20 ± 3 °С. Время выдержки керамзита в растворах № 1–3 составляло 48^{+1} ч. При пропитке керамзита растворами № 2 и 3 контейнер, заполненный керамзитом и раствором, помещался в термостат СС–106А фирмы Huber (Германия).

Для проведения исследования на основе вышеуказанных компонентов были изготовлены образцы экрана ЭМИ с плоской формой поверхности размером 470×360 мм, внутренний объем которых заполнялся керамзитом с размерами фракций 1...4 и 10...20 мм, содержащим растворы № 1–3.

Определение значений коэффициента отражения образцов экрана ЭМИ в рассматриваемом диапазоне частот выполнялось с помощью панорамного измерителя коэффициентов отражения и передачи SNA 0,01-18 в соответствии с методикой, приведенной в [21]. Толщина слоя керамзита обоих размеров фракций при проведении исследования составляла 10 мм. Выполнение измерений осуществлялось при размещении образцов экрана ЭМИ, заполненных влагосодержащим керамзитом, на металлической подложке, которая имитировала поверхность защищаемого объекта. Погрешность измерения значений коэффициентов отражения ЭМИ составляла $\pm(0,05A + 0,5)$, где А – измеряемая величина (дБ).

Результаты и обсуждение. При анализе полученных результатов установлено, что уменьшение размера фракций керамзита с 10...20 по 1...4 мм при влагосодержании 19...24 % приводит к снижению значений коэффициента отражения ЭМИ на частотах 1,5–2,5 и 8,2–17,0 ГГц, разница в значениях коэффициента отражения на указанных частотах составляет до 5,2 дБ. Увеличение размера фракций влагосодержащего керамзита от 1...4 до 10...20 мм позволяет снизить его значения коэффициента отражения ЭМИ на частотах 1,0–1,5 и 2,5–8,2 ГГц. Различие в значениях коэффициента отражения ЭМИ на указанных частотах составляет от 8,5 до 9,5 дБ (рис. 2).

Показано, что увеличение влагосодержания керамзита от 19 до 40 % приводит к снижению его значения коэффициента отражения ЭМИ на частотах 7,7–17,0 ГГц за счет уменьшения размера фракций керамзита с 10...20 по 1...4 мм. Различие в значениях коэффициента отражения ЭМИ на указанных частотах составляет до 10 дБ. Увеличение размера фракций керамзита от 1...4 до 10...20 мм позволяет снизить его значения коэффициента отражения ЭМИ на частотах 1,0–7,7 ГГц. Отличие в значениях коэффициента отражения ЭМИ на указанных частотах составляет до 15 дБ (рис. 3).

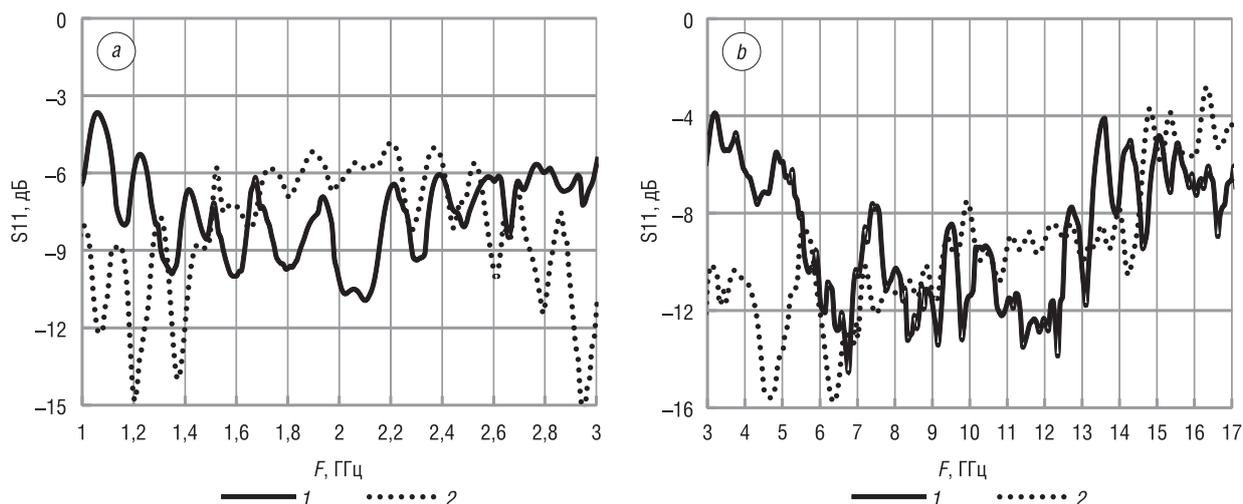


Рис. 2. Частотные зависимости (диапазон частот 1–17 ГГц) значений коэффициента отражения образцов экрана ЭМИ, заполненных керамзитом, содержащим раствор №1, размещенных на металлической подложке. Размер фракций керамзита: 1 – 1...4 мм, 2 – 10...20 мм

Fig. 2. Frequency dependences (frequency range 1–17 GHz) of the reflection coefficient of EMR screen samples filled with expanded clay containing solution No. 1, placed on a metal substrate. Expanded clay fractions: 1 – 1...4 mm, 2 – 10...20 mm

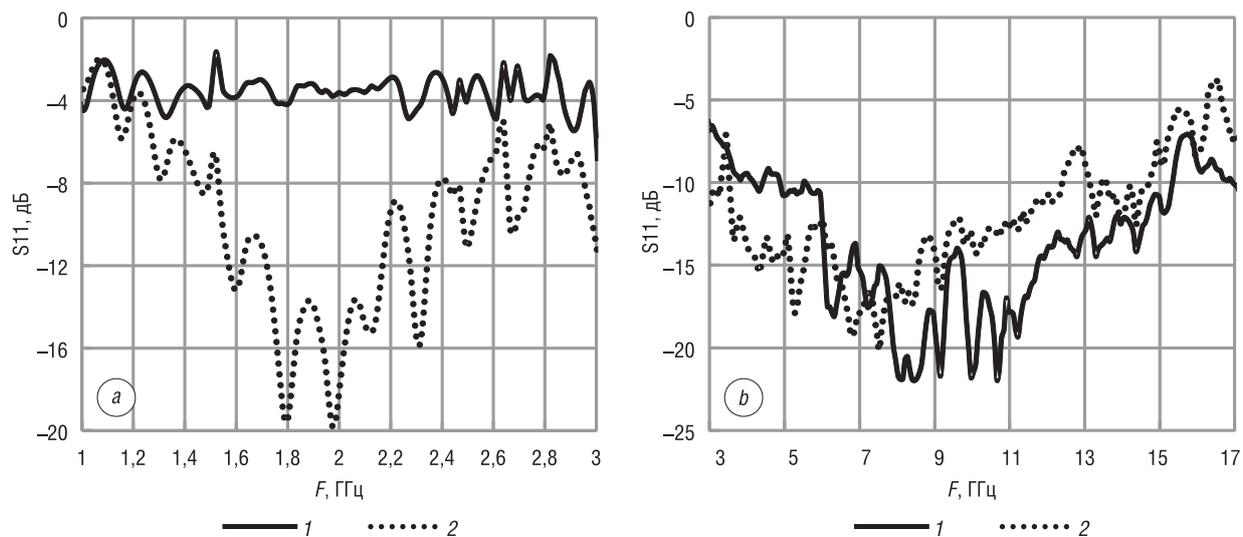


Рис. 3. Частотные зависимости (диапазон частот 1–17 ГГц) значений коэффициента отражения образцов экранов ЭМИ, заполненных керамзитом, содержащим растворы №2 и 3, размещенных на металлической подложке. Размер фракций керамзита: 1 – 1...4 мм, 2 – 10...20 мм

Fig. 3. Frequency dependences (frequency range 1–17 GHz) of the reflection coefficient of the samples of EMR screens filled with expanded clay containing solutions No. 2 and 3, placed on a metal substrate. Expanded clay fractions: 1 – 1...4 mm, 2 – 10...20 mm

Определено, что увеличение влагосодержания керамзита в 2 раза обеспечивает расширение рабочего диапазона частот образцов экрана ЭМИ, заполненных керамзитом с размером фракций 1...4 и 10...20 мм, и позволяет снизить значения коэффициента отражения таких экранов соответственно в 1,7 и 3 раза.

Установлено, что увеличение влагосодержания керамзита от 19 до 40 % при уменьшении его размера фракций с 10...20 по 1...4 мм и размера пор с 0,1...0,2 по 0,01...0,06 мм обеспечивает снижение значений коэффициента отражения образцов экрана ЭМИ на частотах 7,7–17,0 ГГц, а увеличение размера фракций керамзита от 1...4 до 10...20 мм при увеличении размера его пор от 0,01...0,06 до 0,1...0,2 мм – на частотах 1,0–7,7 ГГц (рис. 4).

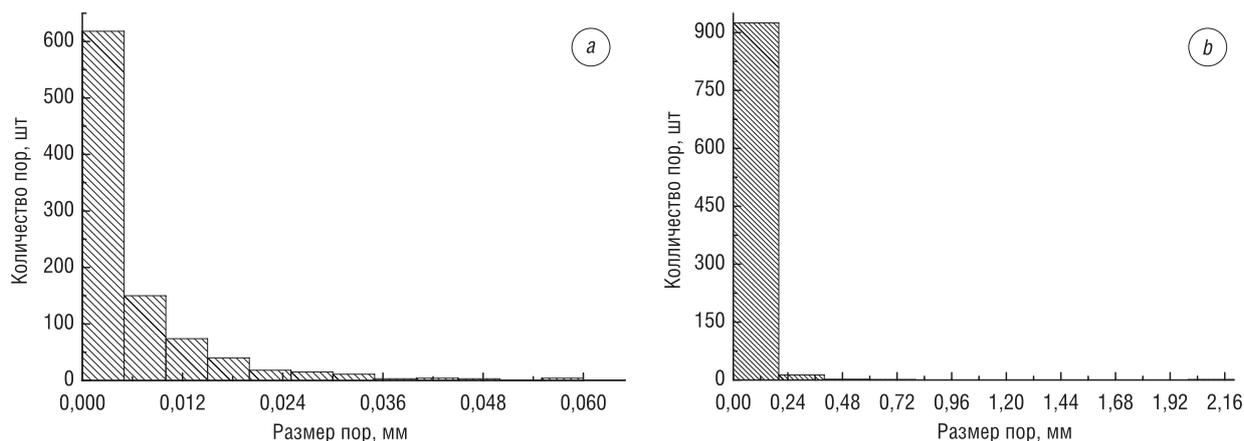


Рис. 4. Гистограмма распределения средних размеров пор керамзита. Размер фракций керамзита: *a* – 1...4 мм, *b* – 10...20 мм

Fig. 4. A histogram of the distribution of the average pore size of expanded clay. Expanded clay fractions: *a* – 1...4 mm, *b* – 10...20 mm

Закключение. Таким образом, установлено, что размер фракций (размер пор) керамзита определяет рабочий диапазон частот образцов экрана ЭМИ, выполненных на его основе, а мнимая составляющая ϵ'' и влагосодержание керамзита оказывают влияние на значения коэффициента отражения таких экранов. Применение в образце экрана ЭМИ керамзита с размером фракций 1...4 мм (размеры пор 0,01...0,06 мм), содержащего раствор NaCl в пределах 19...24 %, позволяет снизить его значения коэффициента отражения с $-2,8$ по $-13,8$ дБ на частотах 1,5–2,5 и 8,2–17,0 ГГц, с размером фракций 10...20 мм (размеры пор 0,1...0,2 мм) – с $-3,6$ по $-15,4$ дБ на частотах 1,0–1,5 и 2,5–8,2 ГГц. Увеличение влагосодержания керамзита с 19 до 40 % приводит к снижению значений коэффициента отражения образцов экрана ЭМИ, заполненных керамзитом с размером фракций 1...4 мм, с $-4,0$ по $-22,0$ дБ на частотах 7,7–17,0 ГГц, с размером фракций 10...20 мм – с $-1,6$ по $-20,1$ дБ на частотах 1,0–7,7 ГГц.

Практическое использование указанных закономерностей позволяет разрабатывать экраны ЭМИ со значениями коэффициентов отражения от $-2,8$ до $-22,0$ дБ в диапазоне частот 1–17 ГГц, которые можно рекомендовать к использованию при создании экранированных помещений.

Список использованных источников

1. Электромагнитные излучения. Методы и средства защиты / В. А. Богущ [и др.]; под ред. Л. М. Лынькова. – Минск: Бестпринт, 2003. – 406 с.
2. Львова, Л. А. Радиолокационная заметность летательных аппаратов / Л. А. Львова. – Снежинск: Изд-во РФЯЦ – ВНИИТФ, 2003. – 232 с.
3. Вакин, С. А. Основы радиоэлектронной борьбы: учеб. пособие / С. А. Вакин, Л. Н. Шустов. – М.: ВВИА им. проф. Н. Е. Жуковского, 1998. – Ч. 1 – 435 с.
4. Алексеев, А. Г. Физические основы технологии Stealth / А. Г. Алексеев, Е. А. Штагер, С. В. Козырев. – СПб.: ВВМ, 2007. – 284 с.
5. Бойправ, О. В. Электромагнитные экраны на основе порошкообразного перлита для технических средств защиты информации: автореф. дис. ... канд. техн. наук : 05.13.19 / О. В. Бойправ ; Беларус. гос. ун-т информатики и радиоэлектроники. – Минск, 2017. – 24 с.
6. Влияние размеров фракций влагосодержащего керамзита на экранирующие характеристики экранов ЭМИ / С. Э. Саванович [и др.] // Доклады БГУИР. – 2014. – № 8 (86). – С. 36–40.
7. Саванович, С. Э. Влияние вязкости водного раствора хлорида натрия, введенного в поры керамзита, на его радиопоглощающие свойства / С. Э. Саванович, Т. В. Борботько // Вес. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2016. – № 2. – С. 115–119.
8. Саванович, С. Э. Радиозэкранируючыя свойствы влагасодержащих материалов на основе керамзита / С. Э. Саванович, В. Б. Соколов // Технические средства защиты информации: тез. докл. XII Беларус.-рос. науч.-техн. конф., Минск, 28–29 мая 2014 г. / Беларус. гос. ун-т информатики и радиоэлектроники; редкол.: Л. М. Лыньков [и др.]. – Минск, 2014. – С. 61.
9. Саванович, С. Э. Конструкция экрана для экранирования технических средств и помещений / С. Э. Саванович // Современные средства связи: материалы XVIII междунар. науч.-техн. конф., Минск, 15–16 окт. 2013 г. / Беларус. гос. академия связи; редкол.: А. О. Зеневич [и др.]. – Минск, 2013. – С. 209–210.

10. Клындюк, А. И. Поверхностные явления и дисперсные системы: учеб. пособие / А. И. Клындюк. – Минск: БГТУ, 2011. – 317 с.
11. Химия (специальные разделы для направления «Строительство») / Г. И. Бердов [и др.]. – Новосибирск: Новосиб. гос. архитектур.-строит. ун-т, 2011. – 187 с.
12. Ахадов, Я. Ю. Диэлектрические свойства бинарных растворов: справочник / Я. Ю. Ахадов. – М.: Глав. ред. физ.-мат. лит. изд. «Наука», 1977. – 400 с.
13. Краткий справочник по химии / под ред. О. Д. Куриленко. – 4-е изд. – Киев: Наук. думка, 1974. – 967 с.
14. Колбун, Н. В. Технология изготовления экранов электромагнитного излучения на основе влагосодержащих капиллярно-пористых материалов: автореф. дис. ... канд. техн. наук: 05.27.06 / Н. В. Колбун; Белорус. гос. ун-т информатики и радиоэлектроники. – Минск, 2005. – 24 с.
15. Саванович, С. Э. Водосодержащие экраны электромагнитного излучения для защиты радиоэлектронной аппаратуры / С. Э. Саванович, В. Б. Соколов // Технические средства защиты информации: тез. докл. XI Белорус.-рос. науч.-техн. конф., Минск, 5–6 июня 2013 г. / Белорус. гос. ун-т информатики и радиоэлектроники; редкол.: Л. М. Лыньков [и др.]. – Минск, 2013. – С. 73.
16. Борботько, Т. В. Влияние методов формирования радиопоглощающего покрытия на основе влагосодержащего керамзита на его радиопоглощающие свойства / Т. В. Борботько, С. Э. Саванович // Комплексная защита информации: материалы XXIII науч.-практ. конф., Суздаль, 16–19 мая 2018 г. / Полоц. гос. ун-т; отв. за вып. С. Н. Касанин. – Новополоцк: Полоц. гос. ун-т, 2017. – С. 53–56.
17. Саванович, С. Э. Влияние вязкости растворного наполнителя на влагосодержание конструкции экрана на основе влагосодержащего керамзита // С. Э. Саванович, В. Б. Соколов // Технические средства защиты информации: тез. докл. XII Белорус.-рос. науч.-техн. конф., Минск, 28–29 мая 2014 г. / Белорус. гос. ун-т информатики и радиоэлектроники; редкол.: Л. М. Лыньков [и др.]. – Минск, 2014. – С. 61.
18. Чернякова, К. В. Анализ и обработка СЭМ изображений поверхности пленок нанопористого оксида алюминия с помощью ImageJ / К. В. Чернякова, Р. Карпич, И. А. Врублевский // IV Международная научная конференция «Проблемы взаимодействия излучения с веществом», посвященная 90-летию со дня рождения Б. В. Бокутя, 9–11 ноября 2016 г.: [материалы]: в 2 ч. / редкол.: С. А. Хахомов (гл. ред.) [и др.]. – Гомель: ГГУ им. Ф. Скорины, 2016. – Ч. 2. – С. 181–186.
19. Исакова, О. П. Обработка и визуализация данных физических экспериментов с помощью пакета ORIGIN / О. П. Исакова, Ю. Ю. Тарасевич, Ю. И. Юзюк. – М.: Либроком, 2009. – 138 с.
20. Гравиметрическое исследование временной стабильности жидкостносодержащих поглотителей ЭМИ / Л. М. Лыньков [и др.] // Технические средства защиты информации: материалы II Белор.-рос. науч.-техн. конф., Нарочь, 17–21 мая 2004 г. / Белорус. гос. ун-т информатики и радиоэлектроники; редкол.: В. Ф. Голиков [и др.]. – Минск, 2004. – С. 42–44.
21. Радиоэкранирующие модульные конструкции на основе порошкообразных материалов / М. Р. Неамах [и др.]; под ред. Л. М. Лынькова. – Минск: Бестпринт, 2013. – 210 с.

References

1. Bogush V. A., Borbot'ko T. V., Gusinskii A. V., Lyn'kov L. M., Tamelo A. A. *Electromagnetic Radiation. Methods and Means of Protection*. Minsk, Bestprint Publ., 2003. 406 p. (in Russian).
2. L'vova L. A. *Aircraft Radar Signature*. Snezhinsk, Publishing House RFYC – VNIITF, 2003. 232 p. (in Russian).
3. Vakin S. A., Shustov L. N. *The Basics of Radioelectronic Warfare. Part 1*. Moscow, Military Air Academy named after Professor N. E. Zhukovsky, 1998. 435 p. (in Russian).
4. Alekseev A. G., Shtager E. A., Kozyrev S. V. *Physical Fundamentals of Technology Stealth*. St. Petersburg, VVM Publ., 2007. 284 p. (in Russian).
5. Boiprav O. V. *Powder Perlite-Based Electromagnetic Shields for Information Security Equipment*. Minsk, Belarussian State University of Informatics and Radioelectronics, 2017. 24 p. (in Russian).
6. Savanovich S. E., Borbot'ko T. V., Sokolov V. B., Rusakovich M. V. The influence of the sizes of fractions of moisture-containing expanded clay on the screening characteristics of screens EMR. *Doklady BGUIR*, 2014, no. 8 (86), pp. 36–40 (in Russian).
7. Savanovich S. E., Borbot'ko T. V. The effect of the viscosity of an aqueous solution of sodium chloride introduced into the pores of expanded clay on its radar absorbing properties. *Vesti Natsyonal'noi akademii nauk Belarusi. Seriya fizika-tekhnichnykh nauk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2016, no. 2, pp. 115–119 (in Russian).
8. Savanovich S. E., Sokolov V. B. Radio-shielding properties of moisture-containing materials based on expanded clay. *Tekhnicheskie sredstva zashchity informatsii: tezisy dokladov XII Belorussko-rossiiskoi nauchno-tekhnicheskoi konferentsii, Minsk, 28–29 maya 2014 g.* [Technical Means of Information Protection: Abstracts of the XII Belarusian-Russian Scientific and Technical Conference, Minsk, May 28–29, 2014]. Minsk, 2014, p. 61 (in Russian).
9. Savanovich S. E. Screen design for shielding hardware and facilities. *Sovremennye sredstva svyazi: materialy XVIII mezhdunarodnoi nauchno-tekhnicheskoi konferentsii, Minsk, 15–16 oktyabrya 2013 g.* [Modern Means of Communication: Materials of the XVIII International Scientific and Technical Conference, Minsk, October 15–16, 2013]. Minsk, 2013, pp. 209–210 (in Russian).
10. Klyndyuk, A. I. Surface phenomena and disperse textbook for students of chemical engineering specialties. Minsk, Belarussian State Technological University, 2011. 317 p. (in Russian).

11. Berdov G. I., Zyryanova V. N., Kucherova E. A., Mashkin N. A., Baev V.S. *Chemistry (Special Sections for the Direction "Civil Engineering")*. Novosibirsk, Novosibirsk State University of Architecture and Civil Engineering, 2011. 187 p. (in Russian).
12. Ahadov Y. Yu. *Dielectric Properties of Binary Solutions: Handbook*. Moscow, Nauka Pub., 1977. 400 p. (in Russian).
13. Kurilenko O. D. (ed.), Goronovskii I. T., Nazarenko Yu. P., Nekryach E. F. *Chemistry Quick Reference*. Kiev, Naukova dumka Publ., 1974. 967 p. (in Russian).
14. Kolbun N. V. *The Manufacturing Technology of Shields of Electromagnetic Radiation Based on Moisture-Containing Capillary-Porous Materials*. Minsk, 2005. 24 p. (in Russian).
15. Savanovich S. E., Sokolov V. B. Water-containing screens of electromagnetic radiation for the protection of electronic equipment. *Tekhnicheskie sredstva zashchity informatsii: tezisy dokladov XI Belorussko-rossiiskoi nauchno-tekhnicheskoj konferentsii, Minsk, 5–6 iyunya 2013 g.* [Technical Means of Information Protection: Abstracts of the XI Belarusian-Russian Scientific and Technical Conference, Minsk, June 5–6, 2013]. Minsk, 2013, p. 73 (in Russian).
16. Borbot'ko T. V., Savanovich S. E. The influence of methods for the formation of a radar absorbing coating based on moisture-containing expanded clay on its radar absorbing properties. *Kompleksnaya zashchita informatsii: materialy XXIII nauchno-prakticheskoi konferentsii, Suzdal', 16–19 maya 2018 g.* [Comprehensive Information Protection: Materials of the XXIII Scientific-Practical Conference, Suzdal, May 16–19, 2018]. Novopolotsk, Polotsk State University, 2017, pp. 53–56 (in Russian).
17. Savanovich S. E., Sokolov V. B. The effect of the viscosity of the mortar filler on the moisture content of the shield structure based on moisture-containing expanded clay. *Tekhnicheskie sredstva zashchity informatsii: tezisy dokladov XII Belorussko-rossiiskoi nauchno-tekhnicheskoj konferentsii, Minsk, 28–29 maya 2014 g.* [Technical Means of Information Protection: Abstracts of the XII Belarusian-Russian Scientific and Technical Conference, Minsk, May 28–29, 2014]. Minsk, 2014, p. 61 (in Russian).
18. Chernyakova K. V., Karpich R., Vrublevskiy I. A. Analysis and SEM processing of surface images of nanoporous alumina films using ImageJ. *IV Mezhdunarodnaya nauchnaya konferentsiya "Problemy vzaimodeistviya izlucheniya s veshchestvom", posvyashchennaya 90-letiyu so dnya rozhdeniya B. V. Bokutya, 9–11 noyabrya 2016 g. Chast' 2* [IV International Scientific Conference "Problems of the Interaction of Radiation with Matter" dedicated to the 90th Anniversary of the birth of B. V. Bokut, November 9–11, 2016. Part 2]. Gomel, Francisk Skorina Gomel State University, 2016, pp. 181–186 (in Russian).
19. Isakova O. P., Tarasevich Yu. Yu., Yuzyuk Yu. I. *Processing and Visualization of Physical Experiment Data Using the ORIGIN Package*. Moscow, Librokom Publ., 2009. 138 p. (in Russian).
20. Lyn'kov L. M., Borbot'ko T. V., Kolbun N. V., Prudnik A. M. Gravimetric study of the temporary stability of liquid-containing absorbers of EMR. *Tekhnicheskie sredstva zashchity informatsii: materialy II Belorussko-rossiiskoi nauchno-tekhnicheskoj konferentsii, Naroch', 17–21 maya 2004 g.* [Technical Means of Information Protection: Materials of the II Belarusian-Russian Scientific and Technical Conference, Naroch, May 17–21, 2004]. Minsk, 2004, pp. 42–44 (in Russian).
21. Neamach M. R., Boiprav O. V., Borbot'ko T. V., Lyn'kov L. M., Sokolov V. B. *Radio-Shielding Modular Structures Based on Powder Materials*. Minsk, Bestprint Publ., 2013. 210 p. (in Russian).

Информация об авторах

Борботько Тимофей Валентинович – доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой защиты информации, Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники (ул. П. Бровки, 6, 220013, Минск, Республика Беларусь). E-mail: secure@bsuir.by

Саванович Светлана Эдуардовна – ассистент кафедры защиты информации, Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники (ул. П. Бровки, 6, 220013, Минск, Республика Беларусь). E-mail: svetasav@bsuir.by

Information about the authors

Timophei V. Borbot'ko – D. Sc. (Engineering), Professor, Head of the Department of Information Security, Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics (6, P. Brovka Str., 220013, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: secure@bsuir.by

Svialana E. Savanovich – Assistant of the Department of Information Security, Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics (6, P. Brovka Str., 220013, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: svetasav@bsuir.by

ISSN 1561-8358 (Print)

ISSN 2524-244X (Online)

УДК 622.867.322

<https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-101-109>

Поступила в редакцию 30.04.2021

Received 30.04.2021

С. Г. Ехилевский¹, Е. П. Потапенко²¹*Полоцкий государственный университет, Новополоцк, Республика Беларусь*²*Унитарное предприятие «Витебскоблгаз», Витебск, Республика Беларусь*

ОПТИМИЗАЦИЯ ТЕПЛОВОГО РЕЖИМА ИЗОЛИРУЮЩЕГО ДЫХАТЕЛЬНОГО АППАРАТА НА ХИМИЧЕСКИ СВЯЗАННОМ КИСЛОРОДЕ

Аннотация. Обосновано, что главные перспективы совершенствования изолирующих средств защиты дыхания связаны с химическим способом резервирования кислорода. Для повышения эффективности его использования необходимо задействовать ресурс мертвого слоя хемосорбента и предотвратить спекание гранул кислородсодержащего продукта под действием экзотермического тепла. Это достигается более быстрым импульсным пропуском выдыхаемого воздуха через лобовые слои хемосорбента и его медленной фильтрацией через остальную часть регенеративного патрона. Для оценки эффективности такого технического решения построена математическая модель регенерации воздуха в изолирующем дыхательном аппарате с неравномерной скоростью фильтрации выдоха через регенеративный патрон. Получены зависимости от времени и координаты концентрации молекул CO₂ в воздушном потоке и доли использования защитного ресурса регенеративного патрона. С помощью численных экспериментов определена оптимальная для предотвращения спекания гранул координата скачка скорости фильтрации воздушного потока. В зависимости от величины демпфирования давления на выдохе и вдохе для респиратора РХС определен прирост защитного действия аппарата и рассчитано снижение мощности источников экзотермического тепла в лобовых слоях кислородсодержащего продукта. Полученные результаты подтверждают эффективность рассматриваемых усовершенствований конструкции, благодаря чему могут быть повышены надежность изолирующих дыхательных аппаратов на химически связанном кислороде и эффективность использования их защитного ресурса.

Ключевые слова: изолирующий дыхательный аппарат, регенерация воздуха, кислородсодержащий продукт, экзотермическое тепло, динамика хемосорбции

Для цитирования: Ехилевский, С. Г. Оптимизация теплового режима изолирующего дыхательного аппарата на химически связанном кислороде / С. Г. Ехилевский, Е. П. Потапенко // Вест. Нац. акад. наук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2021. – Т. 66, № 1. – С. 101–109. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-101-109>

Stepan G. Ekhilevskiy¹, Evgeniy P. Potapenko²¹*Polotsk State University, Novopolotsk, Vitebsk region, Republic of Belarus*²*Unitary Enterprise “Vitebskoblgaz”, Vitebsk, Republic of Belarus*

OPTIMIZATION OF THE THERMAL REGIME OF THE INSULATING BREATHING APPARATUS ON CHEMICALLY BOUND OXYGEN

Abstract. It is proved that the main prospects for improving the insulating means of respiratory protection are related to the chemical method of oxygen reservation. To increase the efficiency of its use, it is necessary to use the resource of the dead layer of the chemisorbent and prevent the sintering of the granules of the oxygen-containing product under the action of exothermic heat. This is achieved by faster pulsed passage of exhaled air through the frontal layers of the chemisorbent and its slow filtration through the rest of the regenerative cartridge. To evaluate the effectiveness of such a technical solution, a mathematical model of air regeneration in an insulating breathing apparatus with an uneven rate of exhalation filtration through a regenerative cartridge is constructed. The dependencies on the time and coordinate of the concentration of CO₂ molecules in the air stream and the share of the use of the protective resource of the regenerative cartridge are obtained. Using numerical experiments, the optimal coordinate of the air flow filtration rate jump was determined to prevent sintering of the granules. Depending on the amount of pressure damping on exhalation and inspiration for the RHS respirator, an increase in the protective effect of the device was determined and a decrease in the power of exothermic heat sources in the frontal layers of the oxygen-containing product was calculated. The results obtained confirm the effectiveness of the considered improvements of the design, which make it possible to increase the reliability of insulating breathing apparatus on chemically bound oxygen and to increase the efficiency of using their protective resource.

Keywords: self-contained breathing apparatus, regeneration of air, oxygen-containing product, exothermic heat, dynamics of chemisorption

For citation: Ekhilevskiy S. G., Potapenko E. P. Optimization of the thermal regime of the insulating breathing apparatus on chemically bound oxygen. *Vestsi Natsyyanal'най akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2021, vol. 66, no. 1, pp. 101–109 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-101-109>

Введение. При наличии в воздухе сразу нескольких, не имеющих универсального фильтра, отравляющих веществ или при недостатке кислорода для защиты органов дыхания необходимы изолирующие респираторы и самоспасатели [1]. В частности, такие ситуации могут возникать при аварийной утечке газа, пожаре в замкнутом пространстве, когда выгорает или вытесняется кислород и выделяются ядовитые продукты горения.

Регенерация воздуха в изолирующих дыхательных аппаратах предполагает связывание выдыхаемого углекислого газа и обогащение кислородом поступающего на вдох воздуха. Наиболее перспективным способом резервирования кислорода является химический, ибо плотность твердых веществ в тысячу раз выше, чем у газов, а стальные баллоны не выдерживают давления более 250 атм. При этом они в 6 раз тяжелее своего содержимого в отличие от жестяной оболочки регенеративного патрона, снаряженного пористыми гранулами надпероксида калия.

В процессе фильтрации воздуха через слой таких гранул осуществляется хемосорбция молекул CO_2 и выделяется в 1,5 раза больше молекул кислорода



Такая стехиометрия близка к идеальной для физиологии человека, ибо в легких при одном вдохе-выдохе связывается в полтора раза больше молекул кислорода, чем выделяется молекул CO_2 [2]. Это означает, что расход зарезервированного в регенеративном патроне кислорода регулируется автоматически в зависимости от физической нагрузки человека. Это позволяет обойтись без имеющегося в баллонных респираторах легочного автомата. В итоге респиратор на химически связанном кислороде при том же сроке защитного действия весит существенно меньше баллонного [2], всегда готов к оперативному применению и не требует содержания компрессорного оборудования. Изложенное позволяет главные перспективы совершенствования изолирующих средств защиты дыхания связать с химическим способом резервирования кислорода [3]. Для этого необходимо повысить эффективность использования защитного ресурса регенеративного патрона. Обоснование необходимых для этого изменений конструкции дыхательного аппарата и количественная оценка результатов от их внесения – *цель данного исследования*.

Методика исследований. Изложим причины неэффективного использования защитного ресурса регенеративного патрона и способ их устранения. Лимитирующей стадией хемосорбции углекислого газа является диффузия его молекул внутрь гранул кислородсодержащего продукта. Под действием экзотермического тепла (см. (1)) гранулы могут спекаться. Их поры при этом закрываются, и защитный ресурс остается неиспользованным [4]. Наибольшему риску подвергаются расположенные на входе в регенеративный патрон лобовые слои кислородсодержащего продукта, ибо там вначале работы дыхательного аппарата максимальный концентрационный напор углекислого газа сочетается с максимальной неизрасходованной сорбционной емкостью гранул [5, 6].

Вторая причина неэффективного использования защитного ресурса – так называемый мертвый слой хемосорбента. Даже при отсутствии спекания гранул полностью химически связанный кислород прореагирует лишь тогда, когда все 4 % углекислого газа в выдыхаемом человеком воздухе начнут беспрепятственно преодолевать регенеративный патрон. Очевидно, это происходит позже времени наступления критического 1,5 % проскока CO_2 , по достижении которого заканчивается срок защитного действия дыхательного аппарата, ибо начинается отравление углекислым газом. Не прореагировавшие к этому моменту молекулы надпероксида калия расположены в основном в замыкающих слоях кислородсодержащего продукта [7]. Их количество и характеризуется толщиной мертвого слоя хемосорбента, который мог бы получиться из гранул, образованных только из таких (не прореагировавших) молекул.

Предотвращать спекание гранул и истончать их мертвый слой можно внесением изменений в конструкцию дыхательного аппарата, обеспечивающих более быстрое протекание выдыхаемого

мого воздуха через наиболее нагруженные лобовые слои гранул и замедление фильтрации в конце регенеративного патрона. Первое сокращает время контакта реагентов, обеспечивая проникновение углекислого газа вглубь регенеративного патрона, и способствует более равномерному распределению источников экзотермического тепла. Второе компенсирует снижение концентрационного напора в замыкающих слоях кислородсодержащего продукта увеличением времени пребывания в них молекул CO_2 .

Основная идея изобретения (патент 23426 Украина, А 62 В 7/08 «Изолирующий дыхательный аппарат», авторы – С.Г. Ехилевский, В.В. Пак, Э.Г. Ильинский) заключается в том, чтобы через скоростные участки пропускать воздух импульсно (порция, пауза, порция и т. д.). Это позволяет совместить сохранение расхода воздуха с уменьшением скорости его течения при переходе из передних слоев сорбента в замыкающие. Дыхательный аппарат (рис. 1) включает в себя шланг выдоха 1, регенеративный патрон с сорбентом углекислого газа, разделенный по ходу течения выдыхаемого воздуха на два последовательно соединенных объема 2 и 3, дыхательный мешок, который состоит из упругой емкости избыточного давления 4 с клапаном выдоха 5, соединяющей первый и второй объемы сорбента, отдельной упругой емкости недостаточного давления 6, расположенной перед шлангом вдоха 7 с клапаном вдоха 8, и лицевую часть 9.

Воздух, проходящий через первый объем сорбента 2 только на выдохе, попадает через клапан выдоха 5 в упругую емкость выдоха 4. Перепад давления между ней и упругой емкостью вдоха 6 непрерывно фильтрует воздух через второй объем сорбента 3. Последнее обеспечено упругостью обеих емкостей дыхательного мешка. Из емкости вдоха 6 через клапан вдоха 8 воздух по шлангу вдоха 7 попадает в легкие, после чего цикл замыкается.

Поскольку вдох и выдох примерно равны по длительности, в объеме сорбента 2 скорость течения воздуха в момент выдоха примерно вдвое больше скорости установившегося течения воздуха в объеме сорбента 3. При этом благодаря отсутствию пульсации давления скорость фильтрации воздуха в объеме сорбента 3 оказывается ниже, чем в неразрезанном патроне.

Чтобы обосновать координату разрезания патрона и оценить снижение мощности источников экзотермического тепла в лобовых слоях кислородсодержащего продукта, потребуется математическая модель динамической сорбционной активности при наличии скачка скорости фильтрации регенерируемого воздуха. Очевидно, концентрация углекислого газа на входе во вторую часть патрона медленно возрастет по мере постепенной отработки поглотительного ресурса первой части. Это позволяет воспользоваться развитой в [8] концепцией квазистационарного профиля концентрации углекислого газа в задаче динамики сорбции при наличии нестационарного граничного условия на входе в поглощающий слой.

Универсальность полученных в [8] соотношений достигается описанием процесса регенерации воздуха в терминах обезразмеренных и приведенных величин. Что позволяет моделировать изолирующие средства защиты дыхания в различных режимах их эксплуатации, определяемых уровнем физической нагрузки человека. Выберем в качестве характерного масштаба объемной концентрации молекул CO_2 W ее максимальное значение W_0 на входе в регенеративный патрон. Тогда, согласно [8], приведенная концентрация молекул CO_2 $\omega = W/W_0$, как функция обезразмеренных переменных, связанных с обычными временем t и расстоянием от входа в поглощающий слой x формулами:

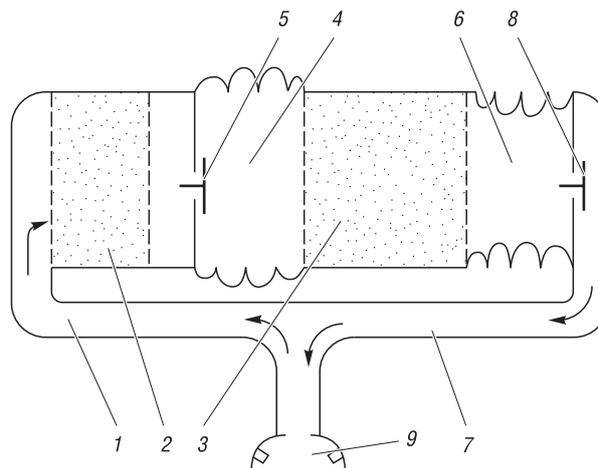


Рис. 1. Схема респиратора с разной скоростью фильтрации воздуха через лобовые и замыкающие слои кислородсодержащего продукта

Fig. 1. Scheme of the respirator with different air filtration rates through the front and final layers of the oxygen-containing product

$$\xi(x) = \beta x / v; \quad (2)$$

$$\tau(t) = \beta \gamma t,$$

определяется соотношениями:

$$\omega(\xi, \tau) = e^{-\xi-\tau} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{f_n(\tau)}{n!} \xi^n; \quad (3)$$

$$f_{n+1}(\tau) = \int_0^{\tau} f_n(\tau) d\tau; \quad (4)$$

$$f_0(\tau) = e^{\tau} \omega(0, \tau); \quad (5)$$

$$u(\xi, \tau) = e^{-\tau} \int_0^{\tau} e^{\tau} \omega(\xi, \tau) d\tau, \quad (6)$$

где v – скорость фильтрации воздуха; γ и β – феноменологические постоянные, характеризующие ресурс хемосорбции и ее скорость [9]; u – использованная доля ресурса хемосорбента.

Полагая, что уровень физической нагрузки человека не меняется и на вход в регенеративный патрон поступает постоянная концентрация CO_2 ($\omega(0, \tau) = 1$), с помощью (2)–(6) получим величину проскока CO_2 и долю отработанного хемосорбента для патрона без скачка скорости фильтрации:

$$\omega_0(\xi, \tau) = e^{-\xi} \left[1 + \sum_{n=1}^{\infty} \frac{\xi^n}{n!} \left(1 - e^{-\tau} \sum_{k=0}^{n-1} \frac{\tau^k}{k!} \right) \right]; \quad (7)$$

$$u_0(\xi, \tau) = 1 - e^{-\tau} \left(1 + e^{-\xi} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{\xi^n}{n!} \sum_{k=1}^n \frac{\tau^k}{k!} \right). \quad (8)$$

Самоспасатели предназначены для покидания опасной зоны людьми, оказавшимися в чрезвычайной ситуации, что не предполагает значительной физической нагрузки и не приводит к значительному выделению экзотермического тепла, пропорционального количеству выдыхаемого в единицу времени углекислого газа. Поэтому предотвращение спекания гранул кислородсодержащего продукта актуально прежде всего в респираторах с большим сроком защитного действия, предназначенных для горноспасателей при подземной разработке месторождений полезных ископаемых, сотрудников МЧС, аварийно-газовой службы, пожарных, занятых эвакуацией пострадавших и минимизацией последствий чрезвычайной ситуации.

Между тем величина мертвого слоя хемосорбента, расположенного в замыкающей части фильтра, практически не зависит от обезразмеренной длины регенеративного патрона. Поэтому его доля в общем количестве химически связанного кислорода велика в аппаратах с небольшим сроком защитного действия. Например, в очень коротком патроне (когда проскок CO_2 с самого начала работы будет превышать критический) весь слой хемосорбента окажется мертвым.

В свете изложенного максимальный эффект от предложенных в патенте 23 426 изменений конструкции дыхательного аппарата будет в респираторах со средним сроком защитного действия и тяжелым режимом эксплуатации (с высоким уровнем физической нагрузки человека). Таким требованиям удовлетворяет изолирующий дыхательный аппарат на химически связанном кислороде РХС [2]. Он снаряжен 2400 г кислородсодержащего продукта на основе надпероксида калия. Согласно экспериментальным данным, плотность упаковки гранул кислородсодержащего продукта слабо зависит от объема регенеративного патрона и примерно равна 930 г/л [9]. Значит, объем регенеративного патрона РХС составляет $2400/930 = 2,58$ л. При этом на пустоты между гранулами приходится около трети объема регенеративного патрона $2,58/3 = 0,86$ л. По этим каналам выдыхаемый воздух обтекает гранулы, а внутрь их пор молекулы CO_2 попадают по законам молекулярной диффузии.

В десятом (тяжелом) режиме физической нагрузки модели рабочего процесса в РХС соответствует обезразмеренная длина $\eta = 7,5$ [9]. При этом горноспасатель потребляет около 60 л воздуха в минуту, осуществляя 30 вдохов-выдохов [2]. То есть объем каждого выдоха примерно равен 2 л.

Чтобы мало влиять на среднее время пребывания молекул CO_2 в первой части регенеративного патрона, часть выдоха, остающаяся между двумя выдохами в первой части патрона, должна быть на порядок меньше общего объема одного выдоха. То есть общий объем пустот первой части не должен превышать 0,2 л, что соответствует обезразмеренной длине первой части $\zeta = 7,5 \cdot 0,2/0,86 = 1,74$, ибо обезразмеренная длина при постоянной скорости фильтрации пропорциональна объему регенеративного патрона или (при данной плотности упаковки гранул) объему пустот между ними. В связи с изложенным первую часть регенеративного патрона в дальнейшем будем называть короткой.

Поскольку вдох и выдох примерно равны по длительности, 2 л воздуха преодолевают вход в первую часть патрона за 1 с. Суммарный объем пустот между находящимися в ней гранулами равен $0,86 \cdot \zeta/\eta$ л. Из непрерывности воздушного потока следует, что при расходе 2 л/с время пребывания молекул воздуха в первой части патрона $\frac{0,86 \cdot \zeta/\eta}{2} = 0,43 \cdot \zeta/\eta$ с. Последняя часть выдоха объемом $0,86 \cdot \zeta/\eta$ л остается в первой части патрона еще на 1 с (время вдоха). То есть среднее время пребывания молекул воздуха в первой части патрона равно

$$\frac{(2 - 0,86 \cdot \zeta/\eta) 0,43 \cdot \zeta/\eta + (1 + 0,43 \cdot \zeta/\eta) 0,86 \cdot \zeta/\eta}{2}, \quad (9)$$

где $2 - 0,86 \cdot \zeta/\eta$ – объем первой части выдоха, не остающейся в короткой части регенеративного патрона на время вдоха, л.

Чтобы использовать модель (2)–(6) с равномерной скоростью фильтрации (когда в единицу времени при начальной сорбционной емкости кислородсодержащего продукта поглощается одинаковое количество молекул CO_2), единицу во вторых скобках в (9) нужно заменить на время регенерации остатка выдоха, стоящего на месте в короткой части патрона во время вдоха. Для вычисления этого времени необходимо количество молекул CO_2 , оставшихся в остановившемся воздухе, умножить на время поглощения первой порции молекул CO_2 (равное времени движения в патроне последней части выдоха $0,43 \cdot \zeta/\eta$) и разделить на величину этой порции:

$$0,43 \cdot \zeta/\eta \cdot \frac{\int_0^{\zeta} e^{-\alpha \xi} d\xi}{\int_0^{\zeta} (1 - e^{-\alpha \xi}) d\xi} = 0,43 \cdot \zeta/\eta \cdot f(\alpha \zeta). \quad (10)$$

При получении (10) учтено, что, согласно (7), в начале работы регенеративного патрона спад концентрации CO_2 происходит по экспоненциальному закону, в котором $\alpha \approx 0,5$, ибо скорость фильтрации через короткую часть патрона V при одинаковой продолжительности выдоха и вдоха примерно 2 раза выше, чем скорость v в неразрезанном патроне:

$$\frac{x\beta}{V} = \frac{x\beta}{v} \cdot \frac{v}{V} = \xi \cdot \frac{v}{V} = \xi \cdot \alpha. \quad (11)$$

С учетом изложенного время пребывания последней части выдоха в короткой части регенеративного патрона следует положить равным $f(\alpha \zeta) \cdot 0,43 \cdot \zeta/\eta + 0,43 \cdot \zeta/\eta$ с. При этом, согласно (9)–(11),

$$\frac{(2 - 0,86 \cdot \zeta/\eta) 0,43 \cdot \zeta/\eta + (f(\alpha \zeta) \cdot 0,43 \cdot \zeta/\eta + 0,43 \cdot \zeta/\eta) 0,86 \cdot \zeta/\eta}{2} \quad (12)$$

– среднее время пребывания молекул воздуха в короткой части регенеративного патрона.

Для получения аналогичного показателя в неразрезанном патроне следует положить $\zeta = \eta$, убрать α и с учетом частичного демпфирования скачков скорости фильтрации упругостью шлангов вдоха-выдоха в ε раз ($1 < \varepsilon < 2$) увеличить время проникновения данной молекулы воздуха через патрон:

$$\varepsilon \cdot \frac{(2 - 0,86) 0,43 + (f(\eta) \cdot 0,43 + 0,43) 0,86}{2}. \quad (13)$$

Если упругости шлангов нет (во время вдоха опорожняется дыхательный мешок, а воздух в патроне стоит на месте), то $\varepsilon = 1$. В другой предельной ситуации ($\varepsilon = 2$), реализуемой для второй части регенеративного патрона, воздух фильтруется без остановок с в 2 раза меньшей скоростью, чем через короткую часть патрона во время выдоха. По этой причине при подсчете времени пребывания молекулы воздуха во второй части патрона нужно в (12) опустить первое слагаемое во вторых скобках, заменить ζ на $\eta - \zeta$ и подставить $\varepsilon = 2$:

$$2 \cdot \frac{(2 - 0,86 \cdot (\eta - \zeta)/\eta) 0,43 \cdot (\eta - \zeta)/\eta + (0,43 \cdot (\eta - \zeta)/\eta) 0,86 \cdot (\eta - \zeta)/\eta}{2} = 2 \cdot 0,43 \cdot (\eta - \zeta)/\eta. \quad (14)$$

В частности, если в (14) положить $\zeta = 0$, получим $2 \cdot 0,43$ – время пребывания молекул в патроне при равномерной безостановочной фильтрации 2 л воздуха за время каждого вдоха-выдоха, длящегося 2 с, что согласуется с изложенным в абзаце перед формулой (9).

Таким образом, через короткую часть патрона регенерируемый воздух фильтруется существенно быстрее, а через вторую (длинную) часть – незначительно медленнее, чем через неразрезанный патрон. При этом в терминах обезразмеренных переменных (см. (2)) первая часть патрона становится короче, а ход времени в ней как бы замедляется. Ибо в соответствии с обоснованным в [10] принципом песочных часов на вдохе время как бы замирает, поскольку в патрон не поступают молекулы CO_2 :

$$\omega_1(\xi, \tau) = \omega_0(\alpha \xi, \alpha \tau) \quad (0 \leq \xi \leq \zeta), \quad (15)$$

$$u_1(\xi, \tau) = u_0(\alpha \xi, \alpha \tau) \quad (0 \leq \xi \leq \zeta), \quad (16)$$

где ω_1 и u_1 – приведенная концентрация CO_2 и использованная доля ресурса хемосорбента в первой части регенеративного патрона; α – введенный в (10) параметр, точное значение которого, в соответствии с изложенным (см. (11)–(13)), является корнем трансцендентного уравнения¹

$$\alpha = \frac{(2 - 0,86 \cdot \zeta/\eta) 0,43 \cdot \zeta/\eta + (f(\alpha \zeta) \cdot 0,43 \cdot \zeta/\eta + 0,43 \cdot \zeta/\eta) 0,86 \cdot \zeta/\eta}{\frac{\zeta}{\eta} \cdot \frac{(2 - 0,86) 0,43 + (f(\eta) \cdot 0,43 + 0,43) 0,86}{2}}. \quad (17)$$

Аналогично с учетом (14) получим ω и u во второй части патрона:

$$\omega_2(\xi, \tau) = \omega(\gamma(\xi - \zeta), \gamma \tau) \quad (\zeta < \xi \leq \eta), \quad (18)$$

$$u_2(\xi, \tau) = u(\gamma(\xi - \zeta), \gamma \tau) \quad (\zeta < \xi \leq \eta), \quad (19)$$

где

$$\gamma = \frac{2 \cdot 0,43 \cdot (\eta - \zeta)/\eta}{\frac{\eta - \zeta}{\eta} \cdot \frac{(2 - 0,86) 0,43 + (f(\eta) \cdot 0,43 + 0,43) 0,86}{2}}, \quad (20)$$

а в качестве граничного условия в (5) при вычислении представленной в (18) $\omega(\xi, \tau)$ должен фигурировать проскок через первую часть патрона:

$$\omega(0, \tau) = \omega_1(\zeta, \tau) = \omega_0(\alpha \zeta, \alpha \tau), \quad (21)$$

при этом

$$f_0(\tau) = \omega_1(\zeta, \tau) \cdot e^\tau. \quad (22)$$

Для проведения численных экспериментов полученные при наличии скачка скорости зависимости приведенной концентрации CO_2 в токе воздуха и использованной доли ресурса хемосорбента (см. (15), (16), (18), (19)) были сшиты с помощью функций Хевисайда:

$$\tilde{\omega}(\xi, \tau) = \omega_1(\xi, \tau)\theta(\zeta - \xi) + \omega_2(\xi, \tau)\theta(\xi - \zeta) \quad (0 < \xi \leq \eta), \quad (23)$$

$$\tilde{u}(\xi, \tau) = u_1(\xi, \tau)\theta(\zeta - \xi) + u_2(\xi, \tau)\theta(\xi - \zeta) \quad (0 < \xi \leq \eta). \quad (24)$$

¹ Смысл (17) в том, что при одинаковой толщине поглощающего слоя скорости фильтрации обратно пропорциональны времени его преодоления.

Результаты и их обсуждение. Поскольку демпфирование скачков скорости в неразрезанном патроне зависит от объема и упругости соединительных шлангов, а также от гидравлического сопротивления регенеративного патрона, были рассмотрены различные ε . Вычисления по формулам (23), (24) выполнялись в среде пакета MathCAD. Результаты расчетов сведены в таблицу и в графической форме представлены на рис. 2, 3.

ε	ζ	$\partial u_0(0, \tau) / \partial \tau _{\tau=0}$	$\frac{\partial \bar{u}(0, \tau) / \partial \tau _{\tau=0}}{\partial \bar{u}(\zeta, \tau) / \partial \tau _{\tau=0}} =$	$\bar{u}(\tau_k) / \bar{u}_0(\tau_k)$
1,4	0,723	1	0,762	1,065
1,6	0,794	1	0,677	1,029
1,8	0,856	1	0,611	0,993

В частности, для $\varepsilon = 1,6$ видно (см. рис. 2), что в патроне со скачком скорости фильтрации связанные молекулы CO_2 , а значит, и источники экзотермического тепла (см. (1)) распределены более равномерно. Благодаря этому тепловая мощность процесса в лобовых (наиболее подверженных спеканию) слоях кислородсодержащего продукта снижается на 32,3 %. При этом до 2,9 % (колонка 5 таблицы) возрастает использование защитного ресурса регенеративного патрона, характеризуемое его средней (по координате) отработкой $\bar{u}(\tau_k)$ к моменту наступления критического проскока CO_2 . Это проявляется в более медленной эволюции проскока CO_2 (см. рис. 3), что обеспечивает комфортные условия дыхания в течение всего срока защитного действия респиратора. Эффект достигается за счет истончения мертвого слоя хемосорбента, то есть без дополнительного расходования кислородсодержащего продукта на снаряжение регенеративного патрона. Причина состоит в более медленной (по сравнению с неразрезанным патроном) фильтрации через вторую часть патрона. При этом снижение скорости хемосорбции в первой (короткой) части патрона слабо влияет на величину средней отработки $\bar{u}(\tau_k)$, ибо лобовые слои кислородсодержащего продукта дольше в работе, чем замыкающие, в которых в основном и сосредоточен мертвый слой сорбента.

Обезразмеренная координата места скачка скорости ζ определялась из условия равенства скоростей роста загрязненности лобовых слоев первой $\partial u(0, \tau) / \partial \tau|_{\tau=0}$ и второй $\partial u(\zeta, \tau) / \partial \tau|_{\tau=0}$ частей регенеративного патрона в начале его работы, когда максимальный концентрационный напор CO_2 сочетается с неизрасходованной сорбционной емкостью кислородсодержащего продукта.

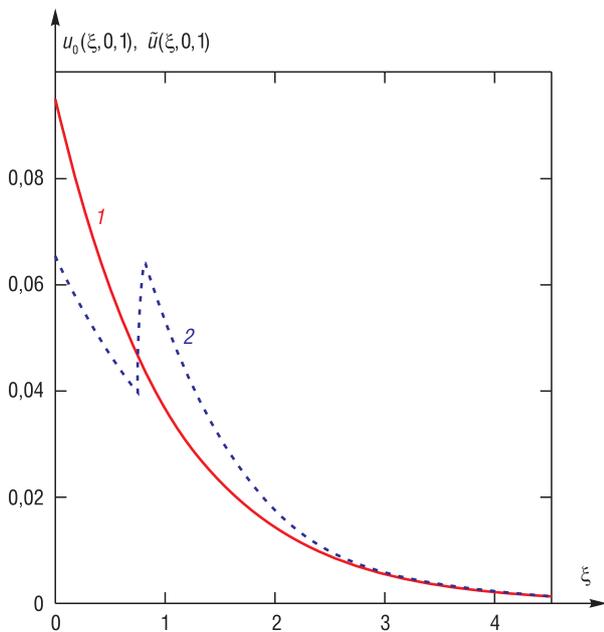


Рис. 2. Распределение связанного углерода в неразрезанном патроне (кривая 1) и в патроне со скачком скорости фильтрации (кривая 2)

Fig. 2. The distribution of bound carbon in the uncut cartridge (curve 1) and in the cartridge with a jump in the filtration rate (curve 2)

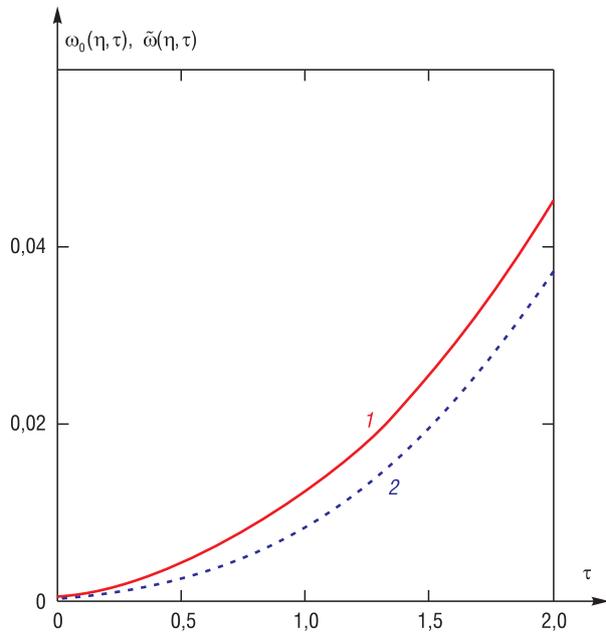


Рис. 3. Эволюция проскока CO_2 через неразрезанный патрон (кривая 1) и со скачком скорости фильтрации (кривая 2)

Fig. 3. Evolution of CO_2 penetration through the uncut cartridge (curve 1) and with a jump in the filtration rate (curve 2)

Полученные результаты подтверждают эффективность предложенных в патенте 23426 технических решений и допускают разумную интерпретацию. Видно (см. столбец 2 таблицы), что ζ тем больше, чем значительнее характеризуемое ε демпфирование скорости в однородном патроне. Это приводит к большему увеличению скорости фильтрации через первую часть патрона и, соответственно, возрастанию через нее проскока CO_2 . Поэтому, чтобы не допустить спекания гранул на входе во вторую часть патрона, длину первой части необходимо увеличивать. Использование ресурса мертвого слоя при этом снижается (см. столбец 5 таблицы), ибо при значительном демпфировании скачков скорости фильтрации в однородном патроне течение воздуха мало отличается от равномерного, имеющего место во второй части патрона. Однако это не снижает важности предложенных в [2] изменений конструкции респиратора, так как главный приоритет, обеспечиваемый скачком скорости фильтрации, – это предотвращение послойного спекания продукта, влекущего выход из строя дыхательного аппарата в зоне чрезвычайной ситуации при значительной физической нагрузке человека.

Закключение. Таким образом, в работе предложена математическая модель процесса регенерации воздуха в изолирующем дыхательном аппарате на химически связанном кислороде с неравномерной скоростью фильтрации выдоха через регенеративный патрон. Получены зависимости от координаты и времени концентрации молекул CO_2 в воздушном потоке и доли использования защитного ресурса регенеративного патрона. С помощью численных экспериментов определена оптимальная для предотвращения спекания гранул координата скачка скорости фильтрации воздушного потока. В зависимости от величины демпфирования давления на выдохе и вдохе для респиратора РХС определен прирост защитного действия аппарата и снижение мощности источников экзотермического тепла в лобовых слоях кислородсодержащего продукта.

Полученные результаты подтверждают эффективность технических решений, обеспечивающих более быстрое импульсное пропускание выдыхаемого воздуха через лобовые слои хемосорбента и его медленную равномерную фильтрацию через остальную часть регенеративного патрона. Благодаря таким усовершенствованиям могут быть повышены надежность изолирующих дыхательных аппаратов на химически связанном кислороде и эффективность использования их защитного ресурса.

Список использованных источников

1. Изолирующие дыхательные аппараты и основы их проектирования : учеб. пособие / С. В. Гудков [и др.]. – М.: Машиностроение, 2008. – 188 с.
2. Диденко, Н. С. Регенеративные респираторы для горноспасательных работ / Н. С. Диденко. – М.: Недра, 1990. – 160 с.
3. Гудков, С. В. Преимущества использования изолирующих самоспасателей с химически связанным кислородом в угольных шахтах / С. В. Гудков, В. Г. Матвейкин, Г. Г. Шаповалов // Безопасность труда в промышленности. – 2012. – № 11. – С. 40–44.
4. Ехилевский, С. Г. Повышение ресурса дыхательных аппаратов на химически связанном кислороде: автореф. дис. ... д-ра техн. наук / С. Г. Ехилевский. – Днепропетровск, 2002. – 36 с.
5. Майстренко, А. В. Моделирование дыхательных изолирующих аппаратов на химически связанном кислороде / А. В. Майстренко, Н. В. Майстренко, О. И. Ерохин // Науч. ведомости Белгород. гос. ун-та. Сер. История. Политология. Экономика. Информатика. – 2014. – № 14 (172). – В. 29/1. – С. 81–87.
6. Балабанов, П. В. Идентификация параметров математических моделей регенерации воздуха средствами защиты изолирующего типа / П. В. Балабанов, А. А. Кримштейн, С. В. Пономарев // Вестн. Воронеж. гос. техн. ун-та. – 2010. – Т. 6, № 7. – С. 68–73.
7. Ехилевский, С. Г. Резервы более полного использования химически связанного кислорода в шахтных дыхательных аппаратах / С. Г. Ехилевский // Изв. Донец. горн. ин-та. – 1998. – № 1. – С. 17–26.
8. Ехилевский, С. Г. Влияние переменных краевых условий на квазистационарный профиль концентрации CO_2 в регенеративном патроне шахтного респиратора / С. Г. Ехилевский, С. . Олышаников, Е. П. Потапенко // Изв. вузов. Горн. журн. – 2013. – № 3. – С. 46–53.
9. Значения феноменологических параметров модели хемосорбции в регенеративных патронах шахтных респираторов / В. В. Пак [и др.] // Изв. вузов. Горн. журн. – 1998. – № 11–12. – С. 108–112.
10. Ехилевский, С. Г. Нестационарная задача динамики сорбции углекислого газа в регенеративном патроне изолирующего респиратора / С. Г. Ехилевский // Вестн. Фонда фундаментальных исследований. – 2019. – № 3 (89). – С. 57–65.

References

1. Gudkov S. V., Dvoreczkij S. I., Putin S. B., Tarov V. P. *Self-Contained Breathing Apparatus and Principles of their Design*. Moscow, Mashinostroenie Publ., 2008. 188 p. (in Russian).
2. Didenko N. S. *Regenerative Respirators for Mine Rescue*. Moscow, Nedra Publ., 1990. 158 p. (in Russian).
3. Gudkov S. V., Matvejkin V. G., Shapovalov G. G. Advantages of using insulating self-rescuers with chemically bound oxygen in coal mines. *Bezopasnost' truda v promyshlennosti = Occupational Safety in Industry*, 2012, no. 11, pp. 40–44 (in Russian).
4. Ekhilevskii S. G. *Increasing the Life of Breathing Apparatus on Chemically Bound Oxygen*. Dnepropetrovsk, 2002. 36 p. (in Russian).
5. Majstrenko A. V., Majstrenko N. V., Erokhin O. I. Simulation of breathing isolating devices on chemically bound oxygen. *Nauchnye vedomosti Belgorodskogo gosudarstvennogo universiteta. Ser. Istorija. Politologiya. Ekonomika. Informatika* [Scientific Bulletin of Belgorod State University. Series: History. Political Science. Economy. Informatics], 2014, no. 14 (172), iss. 29/1, pp. 81–87 (in Russian).
6. Balabanov P. V., Krimshitejn A. A., Ponomarev S. V. Identification of parameters of mathematical models of air regeneration by means of protection of insulating type. *Vestnik Voronezhskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta* [Voronezh State Technical University Bulletin], 2010, vol. 6, no. 7, pp. 68–73 (in Russian).
7. Ekhilevskiy S. Reserves for more complete utilization of chemically bound oxygen in mine breathing apparatus. *Izvestiya Donetskogo gornogo instituta = Bulletin of the Donetsk Mining Institute*, 1998, no. 1, pp. 17–26 (in Russian).
8. Ekhilevskiy S. G., Olshaniukov S. A., Potapenko E. P. Influence of variable boundary conditions on the quasi-stationary profile of CO₂ concentration in the regenerative cartridge of the mine respirator. *Izvestiya vuzov. Gornyi zhurnal = News of the Higher Institutions. Mining Journal*, 2013, no. 3, pp. 46–53 (in Russian).
9. Pak V. V., Ekhilevskiy S. G., Il'inskii E. G., Konopel'ko E. I. Values of the phenomenological parameters of the chemisorption model in regenerative cartridges of mine respirators. *Izvestiya vuzov. Gornyi zhurnal = News of the Higher Institutions. Mining Journal*, 1998, no. 11–12, pp. 108–112 (in Russian).
10. Ekhilevskiy S. G. Nonstationary problem of the dynamics of carbon dioxide sorption in a regenerative cartridge of an insulating respirator. *Vestnik Fonda fundamental'nykh issledovaniy = Bulletin of the Foundation for Fundamental Research*, 2019, no. 3 (89), pp. 57–65 (in Russian).

Информация об авторах

Ехилевский Степан Григорьевич – доктор технических наук, профессор, профессор кафедры технологий программирования, Полоцкий государственный университет (ул. Блохина, 29, 211440, Новополоцк, Витебская обл., Республика Беларусь). E-mail: ekhilevskiy@yandex.ru

Потапенко Евгений Павлович – ведущий инженер, унитарное предприятие «Витебскоблгаз» (ул. Правды, 36, 210029, Витебск, Республика Беларусь). E-mail: p0tapenko@mail.ru

Information about the authors

Stepan G. Ekhilevskiy – D. Sc. (Engineering), Professor, Professor of the Department of Programming Technologies, Polotsk State University (29, Blokhin Str., 211440, Novopolotsk, Vitebsk Region, Republic of Belarus). E-mail: ekhilevskiy@yandex.ru

Evgeniy P. Potapenko – Lead Engineer, Unitary Enterprise “Vitsebskoblgaз” (36, Pravdy Str., 210029, Vitebsk, Republic of Belarus). E-mail: p0tapenko@mail.ru

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И СИСТЕМЫ

INFORMATION TECHNOLOGIES AND SYSTEMS

УДК 004.056.55

<https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-110-116>

Поступила в редакцию 25.03.2020

Received 25.03.2020

В. А. Липницкий, С. И. Семёнов

Военная академия Республики Беларусь, Минск, Республика Беларусь

КОРРЕКЦИЯ ОШИБОК В КОДАХ РИДА–СОЛОМОНА С ПОМОЩЬЮ ИХ АВТОМОРФИЗМОВ

Аннотация. Исследованы синдромные инварианты АГ-группы автоморфизмов кодов Рида–Соломона (РС-кодах) – совместной группы аффинных и циклических подстановок. Найденные реальные инварианты представляют собой совокупность норм N Г-орбит, составляющих ту или иную АГ-орбиту. Нормы Г-орбит, как известно, являются векторами с $C_{\delta-1}^2$ координатами из поля Галуа – поля задания РС-кода, которые определяются всевозможными парами компонент синдромов ошибок. В таком виде инварианты АГ-орбит оказались громоздкими и тяжеловесными в обращении. Поэтому предложена компромиссная их замена на условные, частичные инварианты. Эти квази-инварианты получили название норм-проекций. Норма-проекция однозначно идентифицирует свою АГ-орбиту и потому служит адекватным инструментом для формулировки метода коррекции ошибок РС-кодами на основе АГ-орбит. Мощность АГ-орбит оценивается величиной N^2 , равной квадрату длины РС-кода. Поиск векторов-ошибок в передаваемых сообщениях новым методом сводится к перебору АГ-орбит, а реально – их норм-проекций, с последующим поиском этих ошибок внутри конкретной АГ-орбиты. Следовательно, предложенный метод работает практически в N^2 раз быстрее традиционных синдромных методов, действующих по принципу «синдром-ошибки», что, так или иначе, сводится к перебору всего множества корректируемых кодом векторов-ошибок до нахождения конкретного вектора.

Ключевые слова: линейный код, РС-код, проверочная матрица кода, автоморфизмы кодов, циклическая подстановка, аффинная подстановка, синдромы ошибок, орбиты векторов-ошибок, теория норм синдромов

Для цитирования: Липницкий, В. А. Коррекция ошибок в кодах Рида–Соломона с помощью их автоморфизмов / В. А. Липницкий, С. И. Семёнов // Вес. Нац. акад. наук Беларуси. Сер. физ.-техн. наук. – 2021. – Т. 66, № 1. – С. 110–116. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-110-116>

Valery A. Lipnitsky, Sergey I. Semyonov

Military Academy of the Republic of Belarus, Minsk, Republic of Belarus

ERROR CORRECTION BY REED–SOLOMON CODES USING ITS AUTOMORPHISMS

Abstract. The article explores the syndrome invariants of АГ-group of automorphisms of Reed–Solomon codes (RS-codes) that are a joint group of affine and cyclic permutations. The found real invariants are a set of norms of N Г-orbits that make up one or another АГ-orbit. The norms of Г-orbits are vectors with $C_{\delta-1}^2$ coordinates from the Galois field, that are determined by all kinds of pairs of components of the error syndromes. In this form, the invariants of the АГ-orbits were cumbersome and difficult to use. Therefore, their replacement by conditional partial invariants is proposed. These quasi-invariants are called norm-projections. Norm-projection uniquely identifies its АГ-orbit and therefore serves as an adequate way for formulating the error correction method by RS-codes based on АГ-orbits. The power of the АГ-orbits is estimated by the value of N^2 , equal to the square of the length of the RS-code. The search for error vectors in transmitted messages by a new method is reduced to parsing the АГ-orbits, but actually their norm-projections, with the subsequent search for these errors within a particular АГ-orbit. Therefore, the proposed method works almost N^2 times faster than traditional syndrome methods, operating on the basis of the “syndrome – error” principle, that boils down to parsing the entire set of error vectors until a specific vector is found.

Keywords: linear code, RS-code, code verification matrix, automorphisms of codes, cyclic substitution, affine substitution, error syndromes, orbits of error vectors, theory of norms of syndromes

For citation: Lipnitsky V. A., Semyonov S. I. Error correction by Reed–Solomon codes using its automorphisms. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2021, vol. 66, no. 1, pp. 110–116 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-110-116>

Введение. Коды Рида–Соломона (РС-коды) известны с начала 60-х годов XX в. [1, 2]. РС-коды получили широчайшее применение в радиоэлектронике и обработке информации для коррекции модульных ошибок, благодаря недвоичному алфавиту их задания. Широкий спектр исправляемых ошибок способствует росту популярности РС-кодов [3, 4]. Еще больше возможности РС-кодов раскрываются с переходом их теории на матричный язык [5]. При этом расширяются возможности применения теории полей Галуа в обработке РС-кодов [6] и, в частности, появляются перспективы развития на этот класс кодов теории норм синдромов (ТНС) [7, 8]. Формальная близость определений кодов Боуза–Чоудхури–Хоквингема (БЧХ-кодов) и РС-кодов, одинаковое действие циклических подстановок на координатах векторов-ошибок в обоих классах кодов позволили формально перенести определение нормы синдрома с БЧХ-кодов на РС-коды [7, 8]. Однако недвоичный алфавит последних вызвал существенное различие в содержании свойств норм синдромов этих кодов, что потребовало немалых усилий в их обосновании и в разработке норменных методов коррекции ошибок РС-кодами (детали см. в [8]).

Норменные методы декодирования, как известно, действуют на порядок быстрее классических синдромных. В данной работе исследованы инварианты совместной группы аффинных и циклических подстановок с перспективой получения новых методов обработки РС-кодов, действующих на порядок быстрее норменных.

Коды Рида–Соломона. В данной работе будем рассматривать коды Рида–Соломона, которые задаются проверочными матрицами вида

$$H = \begin{bmatrix} 1 & \alpha & \alpha^2 & \dots & \alpha^{N-1} \\ 1 & \alpha^2 & \alpha^4 & \dots & \alpha^{2(N-1)} \\ \dots & \dots & \dots & \dots & \dots \\ 1 & \alpha^{\delta-1} & \alpha^{2(\delta-1)} & \dots & \alpha^{(N-1)(\delta-1)} \end{bmatrix} = \left[\alpha^i, \alpha^{2i}, \dots, \alpha^{(\delta-1)i} \right]^T, \quad (1)$$

где $0 \leq i \leq N - 1$, $N = q - 1$, $\delta \geq 3$, с элементами α^i , принадлежащими полю $GF(q) = GF(2^m)$, $m \geq 3$, α – фиксированный примитивный элемент этого поля [9, 10]. Матрица (1) имеет размерность $(\delta - 1) \times N$ и ранг $\delta - 1$, очевидно, длина кода равна N , а размерность $K = N - \delta + 1$. В силу сказанного этот код естественно обозначать через $RS(N, K)$. Как известно, минимальное расстояние данного кода равно $D = N - K + 1 = \delta$ [1, 2].

Приемное устройство инфокоммуникационной системы (ИКС), функционирующее на основе РС-кода, как и на основе любого линейного кода, проверяет очередное принятое сообщение \bar{x} на наличие ошибок вычислением синдрома $S(\bar{x}) = H \cdot \bar{x}^T$. Из структуры проверочной матрицы (1) следует, что синдром $S(\bar{x})$ здесь представляет собой вектор $S(\bar{x}) = (s_1, s_2, \dots, s_{\delta-1})$ с $\delta - 1$ координатами из поля $GF(q)$. Если $S(\bar{x}) \neq 0$, то $\bar{x} = \bar{c} + \bar{e}$, где \bar{c} – истинное передаваемое сообщение, а \bar{e} – наложившийся в процессе передачи информации в канале с «шумами» на правильное сообщение \bar{c} ненулевой вектор ошибок, который подлежит дальнейшей идентификации и устранению.

Синдром является единственным и главным свидетелем ошибок в принятом сообщении, только по нему мы можем определить структуру, вид и точное значение вектора \bar{e} . Априори синдром $S(\bar{x})$ может быть любым вектором δ -1-мерного пространства над полем $GF(q)$. Таким образом, в РС-коде имеется $q^{\delta-1}$ различных синдромов векторов-ошибок.

Орбиты ошибок и их инварианты в РС-кодах. В ИКС на основе линейных кодов ТНС предлагает применять эффективные методы и алгоритмы декодирования ошибок, которые базируются на автоморфизмах кодов. Согласно [8], в РС-кодах рассматриваются два вида автоморфизмов – циклические и аффинные подстановки. Они образуют соответственно циклическую группу Γ , порожденную автоморфизмом σ , который действует на каждый вектор $\bar{x} = (x_1, x_2, \dots, x_N)$ по правилу: $\sigma(\bar{x}) = (x_N, x_1, x_2, \dots, x_{N-1})$, и циклическую группу A , порожденную аффинной подстановкой f_α , такой, что $f_\alpha(\bar{x}) = (\alpha x_1, \alpha x_2, \dots, \alpha x_N)$, обе группы порядка N , а также

совместную группу АГ порядка N^2 . Под действием этих групп многообразие корректируемых векторов-ошибок разбивается на три вида орбит ошибок. Каждая орбита однозначно определяется действием соответствующей группы автоморфизмов на любой из векторов этой орбиты. Выбранный вектор \bar{e} можно считать задающим свою орбиту: Г-орбиту $\langle \bar{e} \rangle_\Gamma$, А-орбиту $\langle \bar{e} \rangle_A$, АГ-орбиту $\langle \bar{e} \rangle_{AG}$. Г-орбита $\langle \bar{e} \rangle_\Gamma$ состоит из всевозможных векторов-ошибок, которые получаются циклическими сдвигами вправо всех координат вектора $\bar{e} = (e_1, e_2, \dots, e_N)$. Как правило, Г-орбиты содержат по N векторов, но могут, при наличии внутренней симметрии, содержать и меньшее число $v < N$ векторов. Тогда мощность v самой Г-орбиты является делителем числа N (детали см. в [7], гл. 2). Все А-орбиты имеют одинаковую мощность и одинаковую структуру: $\langle \bar{e} \rangle_A = \left\{ (\alpha^i e_1, \alpha^i e_2, \dots, \alpha^i e_N), 0 \leq i \leq N-1 \right\}$. Всякая АГ-орбита состоит из N Г-орбит одинаковой мощности: $\langle \bar{e} \rangle_{AG} = \left\{ \langle \bar{e} \rangle_\Gamma, \langle \alpha \bar{e} \rangle_\Gamma, \dots, \langle \alpha^{N-1} \bar{e} \rangle_\Gamma \right\}$.

Несложно видеть, что действия названных подстановок синхронно отражаются на синдромах ошибок по формулам:

$$S(\sigma(\bar{e})) = (\alpha s_1, \alpha^2 s_2, \dots, \alpha^{\delta-1} s_{\delta-1}), \quad (2)$$

$$S(f_\gamma(\bar{e})) = (\gamma s_1, \gamma s_2, \dots, \gamma s_{\delta-1}) = \gamma S(\bar{e}). \quad (3)$$

Из данных формул следует, что спектры синдромов орбит ошибок $S(J)$, то есть множества синдромов ошибок тех или иных орбит J , копируют структуру самих орбит и совпадают с ними по мощности. Также на основании формулы (2) дается определение нормы синдрома (для сравнения см. [7], гл. 4).

О п р е д е л е н и е 1. Нормой синдрома $S(\bar{e})$ в коде $RS(N, K)$ называется вектор $\bar{N}(S(\bar{e})) = (N_{12}, N_{13}, \dots, N_{1(\delta-1)}, N_{23}, \dots, N_{(\delta-2)(\delta-1)})$ с $C_{\delta-1}^2$ координатами N_{ij} , $1 \leq i < j \leq \delta - 1$, которые вычисляются следующим образом:

$$N_{ij} = s_j^{i/h_{ij}} / s_i^{j/h_{ij}}, \text{ если } s_i \neq 0; \text{ здесь } h_{ij} = \text{НОД}(i, j);$$

$$N_{ij} = \infty, \text{ если } s_j \neq 0, s_i = 0; \quad (4)$$

$$N_{ij} = - \text{(не существует)}, \text{ если } s_i = s_j = 0.$$

П р и м е р 1. Для РС-кода с проверочной матрицей $H = [\alpha^i, \alpha^{2i}, \alpha^{3i}, \alpha^{4i}]^T$ синдром каждого вектора-ошибки \bar{e} представляет собой вектор $S(\bar{e}) = (s_1, s_2, s_3, s_4)$. Пусть первые три компоненты этого синдрома отличны от нуля. Тогда нормой синдрома $S(\bar{e})$ является вектор $\bar{N}(S(\bar{e})) = (N_{12}, N_{13}, N_{14}, N_{23}, N_{24}, N_{34})$, координаты которого, в соответствии с формулой (4), вычисляются следующим образом:

$$N_{12} = s_2/s_1^2; N_{13} = s_3/s_1^3; N_{14} = s_4/s_1^4; N_{23} = s_3^2/s_2^3; N_{24} = s_4/s_2^2; N_{34} = s_4^3/s_3^4. \quad (5)$$

Нормы синдромов обладают широким спектром свойств, формулировка и обоснование которых составляют суть и содержание теории норм синдромов для кодов Рида–Соломона (см. [8]). Приведем наиболее важные из этих свойств.

С в о й с т в о 1. Норма синдрома для любого вектора-ошибки \bar{e} не меняется при действии на этот вектор автоморфизма σ : $\bar{N}(S(\sigma(\bar{e}))) = \bar{N}(S(\bar{e}))$.

Следовательно, норма синдрома всех векторов ошибок каждой отдельно взятой Г-орбиты $J = \langle \bar{e} \rangle_\Gamma$ принимает одно и то же значение. Данное обстоятельство позволяет ввести следующее

О п р е д е л е н и е 2. Для всякой Г-орбиты $J = \langle \bar{e} \rangle_\Gamma$ нормой $\bar{N}(J)$ или $\bar{N}(\langle \bar{e} \rangle_\Gamma)$ называется норма синдрома любого вектора-ошибки из этой орбиты.

Нормы Г-орбит, принадлежащих одной АГ-орбите, как и сами Г-орбиты, четко и однозначно взаимосвязаны.

С в о й с т в о 2. Пусть в РС-коде с проверочной матрицей (1) норма $\bar{N}(S(\bar{e})) = (N_{12}, N_{13}, \dots, N_{(\delta-2)(\delta-1)})$. Тогда $\bar{N}(S(f_\gamma(\bar{e}))) = (N_{12}^\gamma, N_{13}^\gamma, \dots, N_{(\delta-2)(\delta-1)}^\gamma)$, где

$$N_{ij}^\gamma = N_{ij} / \gamma^{(j-i)/h_{ij}}, 1 \leq i < j \leq \delta - 1, h_{ij} = \text{НОД}(i, j). \quad (6)$$

В частности, для РС-кода из примера 1 норма $\bar{N}(S(f_\gamma(\bar{e}))) = (N_{12}^\gamma, N_{13}^\gamma, N_{14}^\gamma, N_{23}^\gamma, N_{24}^\gamma, N_{34}^\gamma)$, где $N_{12}^\gamma = N_{12}/\gamma$; $N_{13}^\gamma = N_{13}/\gamma^2$; $N_{14}^\gamma = N_{14}/\gamma^3$; $N_{23}^\gamma = N_{23}/\gamma$; $N_{24}^\gamma = N_{24}/\gamma$; $N_{34}^\gamma = N_{34}/\gamma$.

Координат у норм синдромов существенно больше, чем компонент у синдромов, из которых они получены. Поэтому между координатами $\bar{N}(S(\bar{e}))$ существует взаимосвязь.

С в о й с т в о 3. Пусть в коде $RS(N, K)$ у синдрома $S(\bar{e})$ компонента $s_1 \neq 0$. Тогда у нормы синдрома $\bar{N}(S(\bar{e}))$ координаты N_{kj} , $2 \leq k < j \leq \delta - 1$ при условии $N_{1k} \neq 0$ выражаются через координаты N_{1j} , $2 \leq j \leq \delta - 1$ по формуле

$$N_{kj} = N_{1j}^{k/h_{kj}} / N_{1k}^{j/h_{kj}}, \tag{7}$$

если $N_{1k} = 0$, $N_{1j} \neq 0$, то $N_{kj} = \infty$; если же $N_{1k} = 0$, $N_{1j} = 0$, то N_{kj} не существует.

Свойство 3 разбивает многообразие K_{AG} всех АГ-орбит векторов-ошибок, корректируемых кодом $RS(N, K)$, на два непересекающихся класса в соответствии с неравенством или равенством нулю первой компоненты s_1 синдрома образующей каждой орбиты ошибок. Для всякой АГ-орбиты $\langle \bar{e} \rangle_{AG}$ с $s_1 \neq 0$ и для каждой Г-орбиты $\langle \bar{e}_i \rangle_\Gamma \in \langle \bar{e} \rangle_{AG}$ достаточно сохранять от вектора $N(S(\bar{e}_i))$ только первые $\delta - 2$ координаты $N_{12}, N_{13}, \dots, N_{1(\delta-1)}$ согласно свойству 3. У всех орбит $\langle \bar{e} \rangle_{AG}$ с компонентой $s_1 = 0$ синдрома $S(\bar{e})$ (составляющих второй класс) для каждой Г-орбиты $\langle \bar{e}_i \rangle_\Gamma \in \langle \bar{e} \rangle_{AG}$ названные $\delta - 2$ координаты являются вырожденными, а потому существенными и значимыми у вектора $N(S(\bar{e}_i))$ являются остальные $C_{\delta-1}^2 - (\delta - 2)$ координаты: $N_{23}, N_{24}, \dots, N_{(\delta-2)(\delta-1)}$.

Аналогичную дихотомию можно совершить и со вторым классом АГ-орбит.

С в о й с т в о 4. Если у синдрома $S(\bar{e})$ компоненты $s_1 = 0$, $s_2 \neq 0$, то у нормы синдрома $N(S(\bar{e}))$ координаты N_{kj} , $3 \leq k < j \leq \delta - 1$ функционально выражаются через координаты $N_{2k} \neq 0$, N_{2j} (в количестве $\delta - 3$, по формулам, более сложным, чем формулы (7), см. [8]).

С в о й с т в о 5. Пусть в коде $RS(N, K)$ из примера 1 две Г-орбиты J_1, J_2 имеют одинаковые нормы $N(J_1) = N(J_2)$, отличные от нормы $N(S(\bar{e})) = (-, -, -, -, -)$. Пусть Г-орбита J_1 является полной с полным спектром синдромов. Тогда для всякого вектора $\bar{g} \in J_2$ с синдромом $S(\bar{g}) = S$ найдется вектор-ошибка $\bar{f} \in J_1$, синдром которого $S(\bar{f}) = S$.

Нормы АГ-орбит и их проекции. Каждая АГ-орбита представляет собой объединение N Г-орбит, переходящих друг в друга под действием аффинной подстановки f_α , где α – примитивный элемент поля Галуа $GF(2^m)$. Это действие синхронно отражается на синдромах образующих Г-орбит (формула (3)) и на нормах синдромов образующих (формула (6)). Для всякой Г-орбиты $J = \langle \bar{e} \rangle_\Gamma$ ее норма $\bar{N}(J)$ является инвариантом относительно действия группы Γ . Тогда набор норм $H = \{ \bar{N}(J), \bar{N}(f_\alpha(J)), \bar{N}(f_{\alpha^2}(J)), \dots, \bar{N}(f_{\alpha^{N-1}}(J)) \}$ инвариантен относительно действия всех подстановок из группы АГ, то есть является фактическим АГ-инвариантом. Для краткости множество H (или, более точно, множество H_J) будем называть нормой АГ-орбиты J .

Свойство 2 означает, что, если у нормы $N(S(\bar{e}))$ координата N_{ij} принадлежит $GF(2^m)^*$, то в норме H_J АГ-орбиты $J = \langle \bar{e} \rangle_{AG}$ координата N_{ij} пробегает все N значений мультипликативной группы $GF(2^m)^*$. Исключение составляют лишь те редкие значения ij , для которых $\text{НОД}(l_{ij}, N) = d > 1$, $l_{ij} = (j - i)/h_{ij}$. Например $ij = 14$. Тогда $h_{ij} = 1$; $l_{ij} = 3$. Для четных $m = 2\mu$, $\mu \geq 1$, величина N , как известно, делится на 3. Поэтому величина α^3 порождает подгруппу $\langle \alpha^3 \rangle$ порядка $N/3$ в группе $GF(2^{2\mu})^*$. Следовательно, значения $N_{14}^\gamma = N_{14}/\gamma^3$, когда γ пробегает все значения группы $GF(2^{2\mu})^*$, будут пробегать все значения одного из смежных классов группы $GF(2^{2\mu})^*$ по подгруппе $\langle \alpha^3 \rangle$, то есть лишь $N/3$ значений.

В силу сказанного считаем, что у всех АГ-орбит J корректируемого многообразия K векторов-ошибок норма H_J содержит в качестве первой координаты N_{ij} , принадлежащей $GF(2^m)^*$, такую, что $\text{НОД}(l_{ij}, N) = 1$. Пусть у нормы фиксированной Г-орбиты $\langle \bar{e}_j \rangle_\Gamma \in J$ координата $N_{ij} = 1$. Тогда вектор \bar{e}_j берем в качестве образующего АГ-орбиты J , все остальные Г-орбиты из J задаем посредством аффинных преобразований Г-орбиты $\langle \bar{e}_j \rangle_\Gamma$. Норму $N(S(\bar{e}_\Gamma))$ синдрома $S(\bar{e}_\Gamma)$ назовем проекцией нормы H_J АГ-орбиты J и будем обозначать через $\text{Pr}H_J$. Г-орбиту $\langle \bar{e} \rangle_\Gamma$ с нормой $\text{Pr}H_J$ будем называть проекцией АГ-орбиты J .

Декодирование ошибок РС-кодами с помощью АГ-орбит. АГ-орбиты и их проекции позволяют сформулировать эффективный метод коррекции ошибок в РС-кодах, альтернативный традиционным методам. Для его реализации множество K всех декодируемых ошибок распределяем по Г-орбитам (множество K_Γ), а затем – и по АГ-орбитам (множество K_{AG}). Все Г-орбиты множества K_Γ считаются полными с полными спектрами синдромов. Так, для РС-кодов из примера 1 это заведомо гарантировано. Отмеченной выше процедурой строим проекции АГ-орбит и их норм. Таким образом, множество K_{AG} должно быть представлено списком 1 – образующих \bar{g}_J Г-орбит-проекций каждой АГ-орбиты $J \in K_{AG}$, списком 2 – синдромов образующих $S(\bar{g}_J)$ и списком 3 – норм-проекций $\text{Pr}H_J$.

Пусть ИКС функционирует на основе конкретного кода $RS(N, K)$. Приняв очередное сообщение \bar{x} , ИКС вычисляет его синдром $S(\bar{x})$. Неравенство $S(\bar{x}) \neq 0$ свидетельствует о наличии ошибок в принятом сообщении: $\bar{x} = \bar{c} + \bar{e}$, $\bar{e} \neq \bar{0}$, \bar{c} – истинное передаваемое сообщение. В этом случае декодер включает процедуры идентификации вектора-ошибки \bar{e} в сообщении \bar{x} и его устранения. Для этого вычисляем норму синдрома $\bar{N}^* = \bar{N}(S(\bar{x}))$, точнее, одну из частей норменного вектора, определяемую свойством 3 или 4. Находим первую ненулевую координату N_{ij}^* , $1 \leq i < j \leq \delta - 1$, вектора \bar{N}^* . Определяем показатель λ этой компоненты ($N_{ij}^* = \alpha^\lambda, 0 \leq \lambda < N$).

Если у координаты N_{ij}^* величина $l_{ij} = 1$, то к вектору \bar{x} применяем аффинную подстановку f_{α^λ} , соответственно преобразуем $S(\bar{x})$ и норму \bar{N}^* . В силу формул (6) координата N_{ij}^* при этом преобразуется в 1, тем самым вектор \bar{N}^* преобразуется в одну из норм-проекций $f_{\alpha^\lambda}(\bar{N}^*)$ списка 3. Пусть $f_{\alpha^\lambda}(\bar{N}^*) = \text{Pr}H_j$ из этого списка. Следовательно, неизвестная вектор-ошибка $f_{\alpha^\lambda}(\bar{e}) = \alpha^\lambda \cdot \bar{e}$ принадлежит АГ-орбите \tilde{J} , а точнее, Г-орбите $\langle \bar{g}_j \rangle_\Gamma$. Согласно формуле (3) синдром $S(f_{\alpha^\lambda}(\bar{e})) = \alpha^\lambda \cdot S(\bar{e}) \in S(\langle \bar{g}_j \rangle)$. Сравнивая компоненты синдромов $S(\alpha^\lambda \bar{e})$ и $S(\bar{g}_j)$, определяем величину μ такую, что $\sigma^\mu(\bar{g}_j) = \alpha^\lambda \bar{e}$. Тогда вектор $\alpha^\lambda \cdot \bar{x} + \sigma^\mu(\bar{g}_j) = \alpha^\lambda \cdot \bar{c}$ не содержит ошибок и вектор $\alpha^{N-\lambda} \cdot (\alpha^\lambda \cdot \bar{c}) = \bar{c}$ – исправленное истинное передаваемое сообщение.

Пусть у координаты N_{ij}^* величина $l_{ij} > 1$, но $\text{НОД}(l_{ij}, N) = 1$. Тогда, согласно соотношению Безу, существуют целые числа u, v , такие, что $l_{ij}u + Nv = 1$. Следовательно, $l_{ij}\mu\lambda + Nv\lambda = \lambda$. Пусть $w = uv \pmod{N}$. Тогда к вектору \bar{x} применяем аффинную подстановку f_{α^w} вместо f_{α^λ} и добьемся тех же результатов.

Пример 2. Код $RS(7, 3)$ из примера 1 исправляет ошибки весом 1, 2 в количестве $|K| = (q-1)^2(1 + C_N^2) = 1078$. Они делятся на 154 полные Г-орбиты и 22 полные АГ-орбиты. Таблица содержит списки всех 21 проекций-образующих АГ-орбит векторов-ошибок весом 2, синдромов образующих и их норм синдромов. Здесь примитивный элемент α является корнем неприводимого полинома $p(x) = x^3 + x^2 + 1$.

Проекция-образующие АГ-орбит, их синдромы и нормы синдромов в (7,3)-РС-коде
Projection-generating АГ-orbits, their syndromes and norms of syndromes in the (7,3)-RS-code

№ п/п	\bar{g}	$S(\bar{g})$	$\bar{N}(S(\bar{g}))$	№ п/п	\bar{g}	$S(\bar{g})$	$\bar{N}(S(\bar{g}))$
1	(1,1,0,0,0,0,0)	$(\alpha^5, \alpha^3, \alpha^2, \alpha^6)$	(1, α , 1)	11	$(\alpha^6, 0, \alpha, 0, 0, 0, 0)$	$(\alpha^5, \alpha^3, \alpha^4, \alpha)$	(1, α^3, α^2)
2	$(1, \alpha^5, 0, 0, 0, 0, 0)$	$(\alpha^4, 0, \alpha^5, \alpha^3)$	(0, 1, α)	12	$(\alpha^4, 0, \alpha^5, 0, 0, 0, 0)$	$(\alpha^6, \alpha^5, 0, 1)$	(1, 0, α^4)
3	$(\alpha^2, \alpha^6, 0, 0, 0, 0, 0)$	$(\alpha^3, \alpha^6, 0, 1)$	(1, 0, α^2)	13	(1, 0, 0, 1, 0, 0, 0)	$(\alpha^2, \alpha^4, \alpha^3, \alpha)$	(1, $\alpha^4, 1)$
4	$(\alpha^3, \alpha^6, 0, 0, 0, 0, 0)$	$(\alpha^2, \alpha^4, 1, 0)$	(1, α , 0)	14	$(\alpha^2, 0, 0, \alpha, 0, 0, 0)$	$(\alpha^5, \alpha^3, 1, \alpha)$	(1, α^6, α^2)
5	$(\alpha^2, \alpha^4, 0, 0, 0, 0, 0)$	$(\alpha^4, \alpha, \alpha^3, \alpha^6)$	(1, α^5, α^4)	15	$(\alpha^3, 0, 0, \alpha, 0, 0, 0)$	$(\alpha, \alpha^2, 0, \alpha^5)$	(1, 0, α)
6	$(\alpha^3, \alpha^4, 0, 0, 0, 0, 0)$	$(\alpha^6, \alpha^5, \alpha^2, \alpha^4)$	(1, $\alpha^5, \alpha)$	16	$(\alpha^2, 0, 0, \alpha^5, 0, 0, 0)$	$(\alpha^6, \alpha^5, \alpha^3, 1)$	(1, α^6, α^4)
7	(1, 0, 1, 0, 0, 0, 0)	$(\alpha^3, \alpha^6, \alpha^4, \alpha^5)$	(1, $\alpha^2, 1)$	17	$(\alpha^3, 0, 0, \alpha^5, 0, 0, 0)$	$(\alpha^4, \alpha, 1, 0)$	(1, $\alpha^4, 0)$
8	$(\alpha^6, 0, \alpha^5, 0, 0, 0, 0)$	$(\alpha^4, \alpha, 1, 0)$	(1, $\alpha^2, 0)$	18	$(\alpha^6, 0, 0, 1, 0, 0, 0)$	$(\alpha^5, 0, \alpha, \alpha^3)$	(0, 1, α^4)
9	$(\alpha^4, 0, \alpha, 0, 0, 0, 0)$	$(\alpha, \alpha^2, \alpha^6, \alpha^5)$	(1, $\alpha^3, \alpha)$	19	$(\alpha^5, \alpha^4, 0, 0, 0, 0, 0)$	$(0, \alpha^3, \alpha, 1)$	$(\infty, \infty, \infty, 1, \alpha)$
10	(1, 0, $\alpha^3, 0, 0, 0, 0)$	$(\alpha, 0, \alpha^3, \alpha^6)$	(0, 1, α^2)	20	$(\alpha^3, 0, \alpha, 0, 0, 0, 0)$	$(0, \alpha^6, \alpha^2, 1)$	$(\infty, \infty, \infty, 1, \alpha^2)$
				21	$(\alpha^2, 0, 0, \alpha^6, 0, 0, 0)$	$(0, \alpha^4, \alpha^6, \alpha^5)$	$(\infty, \infty, \infty, 1, \alpha^4)$

Пусть ИКС на основе кода $RS(7, 3)$ приняла сообщение $\bar{x} = (\alpha^3, \alpha^6, \alpha^3, \alpha^2, 1, 0, \alpha^5)$. Его синдром $S(\bar{x}) = (\alpha^2, \alpha^5, \alpha^3, 0)$, а норма синдрома $\bar{N}^* = \bar{N}(S(\bar{x})) = (\alpha, \alpha^4, 0, \alpha^5, 0, 0)$. По первой ненулевой координате нормы синдрома определяем, что аффинная подстановка f_α преобразует принятое сообщение в вектор $\bar{x}^* = f_\alpha(\bar{x}) = (\alpha^4, 1, \alpha^4, \alpha^3, \alpha, 0, \alpha^6)$ с синдромом $S(\bar{x}^*) = (\alpha^3, \alpha^6, \alpha^4, 0)$ и нормой синдрома $\bar{N}(S(\bar{x}^*)) = (1, \alpha^2, 0, \alpha^4, 0, 0)$. Сравним полученную норму с данными таблицы. Она совпадает с нормой-проекцией АГ-орбиты под номером 8. В 8-й строке находится образующая проекция $\bar{g}_8 = (\alpha^6, 0, \alpha^5, 0, 0, 0)$ с синдромом $S(\bar{g}_8) = (\alpha^4, \alpha, 1, 0)$. Вектор \bar{e}^* в сообщении \bar{x}^* принадлежит Г-орбите $\langle \bar{g}_8 \rangle_\Gamma$. Отношение первых компонент синдромов $S(\bar{x}^*) = S(\bar{e}^*)$ и $S(\bar{g}_8)$ – это величина $\alpha^3 / \alpha^4 = \alpha^6$, которая говорит о том, что вектором-ошибкой в сообщении \bar{x}^* является вектор $\bar{e}^* = \sigma^6(\bar{g}_8) = (0, \alpha^5, 0, 0, 0, \alpha^6)$. Тогда сумма $\bar{x}^* + \bar{e}^* = \bar{c}^* = (\alpha^4, \alpha, \alpha^4, \alpha^3, \alpha, 0, 0)$ является вектором без ошибок. Отсюда следует, что $\bar{c} = \alpha^6(\bar{c}^*) = \alpha^6(\alpha^4, \alpha, \alpha^4, \alpha^3, \alpha, 0, 0) = (\alpha^3, 1, \alpha^3, \alpha^2, 1, 0, 0)$ – истинное переданное сообщение. Контрольная проверка: равенство $H \cdot \bar{c}^T = \bar{0}$ подтверждает правильность проведенных вычислений.

Классические синдромные методы работают по принципу «синдром-ошибка» и, так или иначе, реализуют процедуру поиска конкретной ошибки во всем многообразии корректируемых кодом ошибок. Норменные методы оперируют с Г-орбитами ошибок, содержащими, в основном, по N векторов-ошибок: перебирается список Г-орбит до нахождения нужной нормы, дальнейшая идентификация ошибки осуществляется внутри найденной Г-орбиты. Поисковые процедуры среди Г-орбит, несомненно, в N раз короче классических синдромных методов. Предложенный в данной работе метод коррекции ошибок, основанный на поиске нужной АГ-орбиты среди многообразия подобных и содержащих, как правило, по N^2 векторов-ошибок, является в N раз эффективнее норменных методов.

Заключение. Группы Г и А циклических и аффинных подстановок, их произведение АГ действуют на линейных кодах Рида–Соломона, разбивают многообразие ошибок в этих кодах соответственно на три вида орбит: Г-орбиты, А-орбиты, АГ-орбиты. Строение каждой орбиты имеет синхронное отражение на синдромных спектрах этих орбит. Нормы синдромов – инварианты группы Г – являются своеобразными метками, идентификаторами Г-орбит векторов-ошибок, обладают рядом важных свойств, обеспечивающих высокоскоростные норменные методы коррекции ошибок РС-кодами. Эти методы действуют на порядок быстрее классических синдромных методов.

В данной работе исследована идея применения АГ-орбит с целью создания методов декодирования РС-кодов, на порядок более быстрых по сравнению с норменными методами. В процессе исследования выяснилось, что, к сожалению, реальный синдромный инвариант группы АГ в РС-кодах – совокупность норм Г-орбит, составляющих АГ-орбиты, – оказался слишком громоздким для применения. Замена ему найдена в квази-нормах, нормах-проекциях, которые находятся единой, простой и обезличенной процедурой внутри спектра норм каждой АГ-орбиты. В завершение сформулирован обобщенный перестановочный метод коррекции ошибок РС-кодами с помощью норм-проекций, то есть с помощью АГ-орбит. Для его реализации требуются несложные вычисления в полях Галуа с периодическим обращением к устройствам хранения информации. Конкретный пример наглядно демонстрирует эффективность разработанного метода.

Список использованных источников

1. Мак-Вильямс, Ф. Дж. Теория кодов, исправляющих ошибки / Ф. Дж. Мак-Вильямс, Н. Дж. А. Слоэн. – М.: Связь, 1979. – 744 с.
2. Блейхут, Р. Теория и практика кодов, контролирующих ошибки / Р. Блейхут. – М.: Мир, 1986. – 576 с.
3. Скляр, Б. Цифровая связь: теоретические основы и практическое применение: учеб. пособие / Б. Скляр. – 2-е изд., испр. – М.: Вильямс, 2003. – 1104 с.
4. Кудряшов, Б. Д. Основы теории кодирования: учеб. пособие / Б. Д. Кудряшов. – СПб.: БХВ-Петербург, 2016. – 400 с.
5. Маров, А. В. Матричный формализм кодов Рида–Соломона / А. В. Маров, А. Ю. Утешев // Вестн. СПбГУ. Сер. 10, Прикладная математика. Информатика. Процессы управления. – 2016. – Вып. 4. – С. 3–17. <https://doi.org/10.21638/11701%2Fspbu10.2016.401>
6. Семенов, С. И. Преимущества применения теории полей Галуа для обработки РС-кодов / С. И. Семенов, В. А. Липницкий // Сборник научных статей Военной академии Республики Беларусь. – Минск: Воен. акад. Респ. Беларусь, 2019. – Вып. 36. – С. 84–93.

7. Липницкий, В. А. Норменное декодирование помехоустойчивых кодов и алгебраические уравнения / В. А. Липницкий, В. К. Конопелько. – Минск: Изд. центр БГУ, 2007. – 239 с.
8. Липницкий, В. А. Нормы синдромов и их свойства в кодах Рида–Соломона / В. А. Липницкий, С. И. Семенов // Вестн. Полоц. гос. ун-та. Сер. С. Фундаментальные науки. – 2020. – №4. – С. 2–9.
9. Лидл, Р. Конечные поля: в 2 т. / Р. Лидл, Г. Нидеррайтер. – М.: Мир, 1988. – 822 с.
10. Липницкий, В. А. Современная прикладная алгебра. Математические основы защиты информации от помех и несанкционированного доступа / В. А. Липницкий. – Минск: БГУИР, 2006. – 88 с.

References

1. MacWilliams F. J., Sloane N. J. A. *The Theory of Error-Correcting Codes*. North Holland, 1977. XII, 762 p. (North-Holland Mathematical Library ; Vol. 16).
2. Blejht R. *Theory and Practice of Error Control Codes*. Addison-Wesley, 1983. 500 p.
3. Sklar B. *Digital Communication. Fundamentals and Applications*. 2nd ed. Prentice Hall PTR, 2001. 1104 p.
4. Kudryashov B. D. *Fundamentals of Coding Theory*. St. Petersburg, BHV-Petersburg Publ., 2016. 400 p. (in Russian).
5. Marov A. V., Uteshev A. Yu. Matrix formalism of the Reed–Solomon codes. *Vestnik Sankt-Peterburgskogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya 10, Prikladnaya matematika. Informatika. Protsessy upravleniya = Vestnik of Saint Petersburg University. Applied Mathematics. Computer Science. Control Processes*, 2016, issue 4, pp. 3–17. <https://doi.org/10.21638/11701%2Fspbu10.2016.401>
6. Semyonov S. I., Lipnitsky V. A. Advantages of using Galois field theory for processing RS-codes. *Sbornik nauchnyh statei VoЕННОI akademii Respubliki Belarus'* [Collection of Scientific Articles of the Military Academy of the Republic of Belarus], 2019, iss. 36, pp. 84–93 (in Russian).
7. Lipnitsky V. A., Konopel'ko V. K. *Norm Decoding of Error-Correcting Codes and Algebraic Equations*. Minsk, BSU Publ. Center, 2007. 239 p. (in Russian).
8. Lipnitsky V. A., Semyonov S. I. Norms of syndromes and their properties in Reed-Solomon codes. *Vestnik Polotskogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya C. Fundamental'nye nauki = Vestnik of Polotsk State University. Part C. Fundamental Sciences*, 2020, no. 4, pp. 2–9 (in Russian).
9. Lidl R., Niederreiter G. *Finite Fields (Encyclopedia of Mathematics and its Applications)*. 2nd ed. Cambridge University Press, 2008. 772 p. <https://doi.org/10.1017/CBO9780511525926>
10. Lipnitsky V. A. *Modern Applied Algebra. The Mathematical Foundations of Protecting Information from Interference and Unauthorized Access*. Minsk, BSUIR, 2006. 88 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.by

Семёнов Сергей Иванович – магистр технических наук, адъюнкт кафедры информационно-вычислительных систем, Военная академия Республики Беларусь (пр. Независимости, 220, 220057, Минск, Республика Беларусь). E-mail: seymonov4213@gmail.com

Information about the authors

Valery A. Lipnitsky – D. Sc. (Engineering), Professor, Head of the Department of High Mathematics, Military Academy of the Republic of Belarus (220, Nezavisimosti Ave., 220057, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: valipnitski@yandex.by

Sergey I. Semenov – Graduate Student (Engineering), Adjunct of Chair of Information and Computing Systems, Military Academy of the Republic of Belarus (220, Nezavisimosti Ave., 220057, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: seymonov4213@gmail.com

А. В. Гулай, В. М. Зайцев

Белорусский национальный технический университет, Минск, Республика Беларусь

ФУНКЦИОНАЛЬНОЕ ПОСТРОЕНИЕ ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СИСТЕМЫ: ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОЕ ШКАЛИРОВАНИЕ ДАННЫХ В ЕЕ ТРАКТАХ

Аннотация. Рассмотрены проблемы архитектурно-функционального построения и гетерогенная сетевая структура интеллектуальной системы управления производственно-технического назначения. Комплексное исследование интеллектуальной системы основано на современной парадигме конвергенции технических, алгоритмических и программных решений. Концепция конвергенции системных решений в технологии построения интеллектуальных систем предполагает оцифровку значений физических величин при сенсорных измерениях, а также однотипное отображение и последовательное преобразование значения каждого контролируемого параметра на определенном наборе шкал. Для решения этой задачи предложен функционально полный набор шкал: естественных значений измеряемых физических параметров; результатов сенсорных преобразований физических величин; результатов измерения параметров в формате целочисленных двоичных кодов; значений параметров в формате вещественных масштабированных двоичных чисел. На указанном наборе шкал построены унифицированные алгоритмы цифровизации результатов прямых измерений непрерывных параметров и их представления в форматах ρ -разрядных целочисленных двоичных кодов, а также преобразования измеряемых параметров в форматы вещественных масштабированных двоичных чисел и их отображения на шкалу естественных значений физических параметров. Специфицированы операции с оцифрованными физическими параметрами в трактах интеллектуальной системы: калибровка результатов косвенных измерений; оцифровка дискретных сенсорных сигналов; цифровая фильтрация результатов измерений; юстировка измерительных трактов; интеллектуальное управление исполнительными механизмами. Следствием применения положений конвергенции является схожее морфологическое строение, а также схематическая однотипность реализации информационных процессов и циклов управления в системах. Результаты анализа проблемы функционального построения интеллектуальной системы могут быть использованы при создании, например, гибридных систем промышленной автоматизации.

Ключевые слова: интеллектуальная система, сенсорный контроль, измерительный тракт, оцифровка параметров, шкалирование данных

Для цитирования: Гулай, А. В. Функциональное построение интеллектуальной системы: последовательное шкалирование данных в ее трактах / А. В. Гулай, В. М. Зайцев // Вест. Нац. акад. наук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2021. – Т. 66, № 1. – С. 117–128. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-117-128>

Anatoliy V. Gulay, Vladimir M. Zaitsev

Belarusian National Technical University, Minsk, Republic of Belarus

FUNCTIONAL CONFIGURATION OF INTELLIGENT SYSTEM: SERIAL DATA SCALING IN ITS PATHS

Abstract. Problems of architectural and functional construction and a heterogeneous network structure of intelligent control system of technological and industrious assignment have been considered. Complex research of the intelligent system is based on the modern paradigm of convergence of technical, algorithmic and software solutions. The concept of convergence of system solutions in the technology of construction of intelligent systems presupposes digitizing of physical values at sensor measurements, as well as uniform depiction and successive conversion of values of each controlled parameter with a certain set of scales. For solution of this task a functionally full set of scales; natural values of measured physical parameters; results of sensor conversions of physical values; results of parameters measurement in the format of integer valued binary codes; parameter values in the format of real scaled binary numbers were proposed. Unified algorithms of digitizing results of direct measurements of continuous parameters and their representation in the format of ρ -bit integer valued binary codes, as well as conversions of measured parameters in the format of real scaled binary numbers and their depiction in the scale of natural values of physical parameters were built with this set of scales. Operations with digitized physical parameters were specified in tracts of the intelligent system: calibration of results of indirect measurements; digitizing of discrete sensor signals; digital filtration of measurement results; adjustment of measuring tracts; intellect control of executive mechanisms. The consequence of application of convergence provisions is similarity of morphological construction, as well as schematic uniformity of implementation of information processes and cycles of control in the systems.

The results of analysis of the functional construction of the intelligent system may be used, for example, for construction of hybrid systems of industrial automation.

Keywords: intelligent system, sensor control, measuring path, digitization of parameters, data scaling

For citation: Gulay A. V., Zaitsev V.M. Functional configuration of intelligent system: serial data scaling in its paths. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2021, vol. 66, no. 1, pp. 117–128 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-117-128>

Введение. В процессе создания интеллектуальных систем производственно-технического назначения, например, мехатронных, робототехнических, кибернетических, возникает ряд проблем, решение которых может быть достигнуто только при комплексном использовании результатов различных научных направлений. Для этого необходимо объединение и сочетание достижений системотехники и системного анализа, инженерных решений по построению сетевых структур и обеспечению достоверности обрабатываемых сведений, адекватных математических моделей и эффективных алгоритмов переработки информации [1, 2].

Концепция конвергенции системных решений при функциональном построении интеллектуальных систем предполагает оцифровку значений измеряемых физических величин, которая реализуется с помощью комплексного использования цифровых аппаратных и специальных программных средств во всех измерительных процессах. Чрезвычайно высокую значимость операции цифровизации имеют при создании и исследовании интеллектуальных систем с широким набором различных видов входных, внутренних и выходных параметров и характеристик [3, 4]. При этом особую актуальность приобретает задача однотипного отображения и последовательного преобразования значения каждого параметра из множества контролируемых системных параметров и характеристик на определенном наборе шкал.

Соотнесение комплекса параметров с той или иной шкалой определяет состав допустимых арифметических операций и их форматов при организации обработки результатов измерений. При этом каждая шкала используется при выполнении ограниченного перечня операций по преобразованию данных. Расширение перечня операций требует перехода на иные шкалы, что должно выполняться достаточно корректно в соответствии с выбранной разрядностью аналого-цифровых и цифро-аналоговых преобразователей и разрядностью вычислительных средств. Такой переход на практике создает ряд проблем, связанных с обеспечением информационно-технической совместимости оборудования, включенного в состав измерительного тракта интеллектуальной системы.

Цель работы – рассмотрение вопросов интерпретации и адекватного представления результатов сенсорного контроля физических параметров при функционировании интеллектуальной системы. Необходимо проведение анализа операций преобразования данных, выполняемых в установленной последовательности на функционально полном наборе шкал в трактах интеллектуальной системы. Основными шкалами можно считать: шкалу естественных значений физических параметров, шкалу результатов их сенсорных преобразований, а также шкалы представления данных в формате двоичных чисел. В контексте функционального построения интеллектуальной системы представляет интерес также рассмотрение операций с оцифрованными параметрами в трактах интеллектуальной системы.

Распределение информационной нагрузки между интеллектуальными компонентами.

Достижение требуемого уровня эффективности интеллектуальных технических систем диктует необходимость перераспределения информационной нагрузки между центральными компьютерными средствами, первичным оборудованием трактов телеметрии и оконечным оборудованием трактов телемеханики путем организации распределенной обработки информации [5, 6]. Первичное и оконечное оборудование систем управления производственно-технического назначения включает в основном сенсорные устройства и исполнительные механизмы, которые целесообразно, по возможности, наделять интеллектуальными свойствами [7]. Такие системы допускают архитектурно-функциональную типизацию и могут быть представлены с помощью гетерогенной сетевой структуры, которая изображена на рис. 1 (ИСУ – интеллектуальное сенсорное устройство; ИИМ – интеллектуальный исполнительный механизм).

Сенсорные средства совместно с сетевым и вычислительным оборудованием обеспечивают формирование восходящих потоков телеметрической информации. Конструктивно они могут выполняться по модульному принципу в виде функционально завершенных устройств и наделяться возможностями выполнения обширного набора операций [8]. К числу таких операций относится предварительный высокоточный съем первичных измерительных данных, их оцифровка, последовательное скоростное преобразование форматов информации, отображение результатов измерений на определенных шкалах представления, их аппроксимация и надежная доставка по сетям в станции управления и диспетчеризации. По мнению специалистов-системотехников, указанное построение измерительных трактов и реализация предварительных расчетно-логических функций позволяют относить их к категории интеллектуальных сенсорных устройств. Современные технологии делают возможным создание как одномерных, так и многомерных многоканальных интеллектуальных сенсорных подсистем и модулей.

Встраивание в сенсорные устройства аналого-цифровых и дискретно-цифровых преобразователей обеспечивает формирование унитарных цифровых кодов отображения результатов измерений в системе, а наличие процессора и службы отсчетов времени позволяет выполнять автоматизированную дистанционную юстировку интеллектуальных сенсорных устройств. С помощью программных средств результаты прямых измерений могут быть использованы в сенсорных процедурах для расчета требуемых виртуальных параметров, при этом создаются условия объединения фактографических и виртуальных данных в адресуемые транзакции для последующей передачи по сетям. Такое структурно-функциональное построение системы позволяет дополнительно выполнять по внешним командам дистанционные операции контроля текущих состояний интеллектуальных сенсорных модулей. Требуемый уровень достоверности доставки телеметрических транзакций обеспечивается с помощью средств помехоустойчивого кодирования и применения механизмов решающей обратной связи путем обработки сетевыми абонентами – отправителями ответных квитанций, поступающих от получателей информации.

Одной из основных составных частей интеллектуального сенсорного устройства является многоканальный прибор предварительной обработки телеметрических данных. Такой прибор оснащается средствами программного обеспечения с необходимым набором выполняемых функций и выступает в роли мастера телеметрической сети.

Оборудование телемеханических сетей современных систем управления производственно-технического назначения, в свою очередь, целесообразно оснащать процессорами и программными средствами преобразования управленческих данных в механические перемещения рабочих органов, что позволяет создавать интеллектуальные исполнительные механизмы [9]. Применение подобных механизмов обеспечивает минимизацию их массогабаритных параметров и инерционности, достижение повышенных скоростей движения рабочих органов и безударные переключения, отработку сложных траекторий пространственного перемещения.

Нисходящие информационные потоки охватывают в основном команды, передаваемые станциями управления и диспетчеризации по телемеханическим сетям в адрес конечных исполнительных механизмов, а также команды диагностики и контроля текущего технического состояния этих устройств. Интеллектуализация управления способна обеспечить реконфигу-

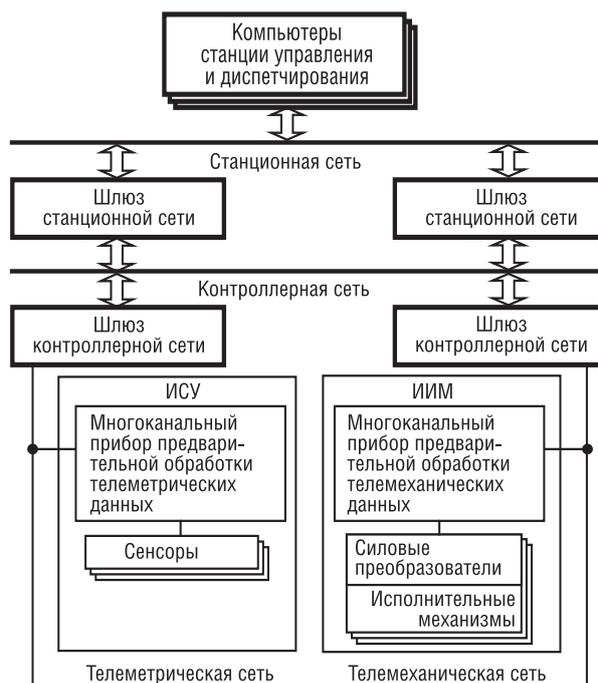


Рис. 1. Структура интеллектуальной системы производственно-технического назначения

Fig. 1. The intellectual system structure of the industrial and technical assignment

рируемость исполнительных компонентов под обработку конкретных заданий на движения рабочих органов, существенно повысить безотказность и надежность их функционирования. Для перехода от слаботочных выходных линий цифро-аналоговых и цифро-дискретных преобразователей к цепям с напряжением, достаточным для управления мощными исполнительными механизмами, могут применяться соответствующие силовые преобразователи. Основной составной частью интеллектуального исполнительного механизма является многоканальный прибор предварительной обработки телемеханических команд со средствами программного обеспечения. Указанный многоканальный прибор обработки телемеханических команд играет роль абонента-мастера телемеханической сети, может быть унифицирован и конструктивно объединен с многоканальным прибором предварительной обработки телеметрических данных.

Основные действия по тематически ориентированной обработке телеметрической информации, ее накоплению, решению расчетно-логических задач и выработке рефлекторных реакций на те или иные воздействия на основе продукционных правил, по диагностике и системной адаптации выполняют станции управления и диспетчирования. Информационное взаимодействие интеллектуальных сенсорных устройств, интеллектуальных исполнительных механизмов и станций управления реализуется через шлюзы станционных, контроллерных, телеметрических и телемеханических сетей передачи данных.

Существенное упрощение практического построения телеметрических и телемеханических сетей для систем рассматриваемой категории может обеспечить протокол HART (Highway Addressable Remote Transducer). Этот протокол предусматривает подключение оконечных составных частей в виде промышленных сенсоров, функционально завершенных датчиков, исполнительных рабочих органов и иной аппаратуры к абонентам-мастерам сетей. В протоколе находят применение проводные и беспроводные физические уровни обмена с разделением передающего и приемного каналов по времени.

Проводный вариант реализуется последовательным кодом с использованием витой пары и позволяет осуществлять питание и передачу цифровых данных по двухпроводной линии токовой петли стандарта 4–20 мА. В данном случае сохраняется совместимость с аналоговыми сенсорами. Цифровые данные передаются «поверх» токовой петли с помощью частотной модуляции тока $\pm 0,5$ мА, при этом логической единице соответствует полный период сигнала с частотой 1200 Гц, а логическому нулю – два неполных периода сигнала с частотой 2200 Гц. Скорость передачи информации составляет 1200 бит/с. Допускается использование восьмипозиционной фазовой манипуляции сигнала с несущей частотой 3200 Гц при скорости 9600 бод. Дальность связи достигает 1500 м.

Доступ к каналу организуется абонентом-мастером сети по принципу «ведущий – ведомый». Топология сети типа «звезда» используется при подключении к абоненту-мастеру до 15 сенсоров с аналоговыми выходами. При организации взаимодействия приборов исключительно с цифровыми выходами предусмотрено применение шинной топологии с 15 ведомыми абонентами и двумя абонентами-мастерами.

Беспроводный вариант реализуется с использованием радиоканалов на частотах 2400–2483,5 МГц в соответствии с беспроводным промышленным протоколом Wireless HART. При этом создается синхронизированная по времени самоорганизующаяся и самовосстанавливающаяся сеть с ячеистой архитектурой. Основу сети составляют соединения абонентов типа «точка – точка» в радиусе радиопокрытия со скачкообразным псевдослучайным изменением текущей частоты передачи – приема информации. Узлы такой сети могут наделяться функциями ретрансляторов.

Каждое информационное сообщение протокола HART структурно состоит из преамбулы, информационного тела и контрольной суммы и адресуется с помощью адресных указателей длиной от 4 до 38 бит. Сообщения в пределах структуры информационного тела могут иметь длину поля для непосредственного размещения данных до 246 байт в одном сеансе обмена.

В качестве контроллерной сети эффективно использование сети промышленного назначения Profibus DP (или PA – для работы в пожароопасных и взрывоопасных условиях). Среда передачи данных – витая пара или оптоволокно; скорость передачи информации составляет 9600 бит/с; дальность связи без повторителей электрического сигнала – до 1500 м.

Шкалирование значений системных параметров при прямых измерениях. Оцифровка значений непрерывных физических параметров при прямых измерениях. Оцифровка значений непрерывных физических параметров в интеллектуальных системах контроля и управления производственно-технического назначения предполагает комплексное применение аппаратных и программных средств во всех процессах измерений. При выполнении прямых измерений эти средства реализуют процедуры последовательного преобразования и отображения измеряемого значения каждого параметра C_i из множества контролируемых непрерывных системных параметров $\{C_i\}$, $i = 1, 2, \dots, q$ на определенном наборе шкал (рис. 2).

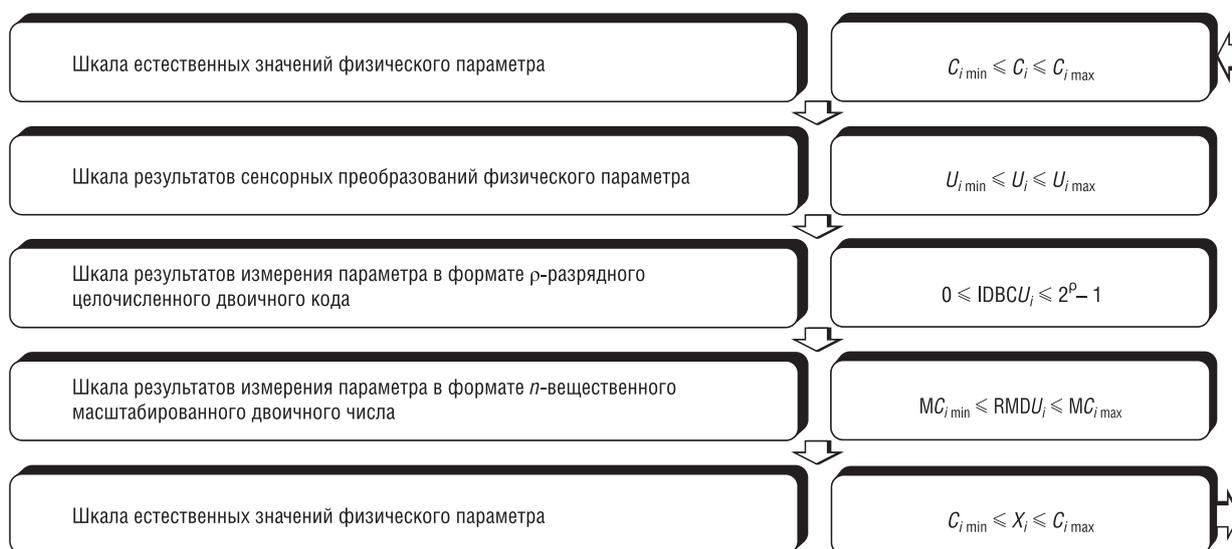


Рис. 2. Набор шкал отображения контролируемых системных параметров
 Fig. 2. A set of scales for depiction of control of system parameters

Ограниченная разрядность цифровых преобразователей и реальные характеристики сенсоров, которые, как правило, обладают явными нелинейностями, ограничивают точность измерительных трактов. Это обуславливает необходимость обязательной оценки показателей точности цифровых измерителей и принятия мер по их улучшению, в том числе за счет повышения разрядности двоичного представления результатов измерений и введения операций аппроксимации.

Сенсорные преобразования при прямых измерениях физических параметров. Переход от шкалы естественных значений физического параметра, на которой располагается подлежащая измерению величина C_i , к шкале результатов сенсорных преобразований осуществляется с помощью специализированного чувствительного элемента.

Каждый тип сенсоров, применяемых в системах контроля и управления для преобразования непрерывных физических величин C_i в выходные сигналы U_i , характеризуется своей индивидуальной выходной статической характеристикой $U_i = W_i(C_i)$. Эта характеристика строится на основе предварительных исследований сенсоров требуемого типа путем проведения в технологическом режиме серии высокоточных измерений и их последующего осреднения. Выходная статическая характеристика сенсора представляется в решетчатой форме с помощью бинарного отношения $\{U_{ij} = W_i(C_{ij}), j = 0, 1, 2, \dots, 2n - 1, 2n\}$ ($2n$ – количество значений решетчатой функции) с шагом аргумента $h = C_{ij+1} - C_{ij}$. Формируемая таблица и ее данные принимаются за калибровочную совокупность измерений. Значения $C_{i \min}$, $C_{i \max}$ и $U_{i \min}$, $U_{i \max}$ должны соответствовать предельным минимальным и максимальным значениям входного и выходного сигналов сенсора.

Алгоритм цифровизации результатов прямых измерений непрерывных параметров и их представления в форматах p -разрядных целочисленных двоичных кодов. Переход от шкалы результатов сенсорных преобразований физического параметра к шкале его представления в формате p -разрядного целочисленного двоичного кода реализуется с помощью процесса циф-

ровизации $\text{Code}(U_i)$, который выполняется с помощью аппаратуры аналого-цифрового преобразования (АЦП). Результат цифровизации обозначим аббревиатурой $\text{IDBCU}_{\text{АЦП } i}$ (Integer Digital Binary Code), которая здесь и далее будет обозначать целочисленный цифровой двоичный код без знака:

$$\text{Code}(U_i - U_{i \min}) = \underbrace{000 \dots 000}_{\rho \text{ бит}} \text{IDPCU}_{\text{АЦП } i}.$$

При этом величина $U_{i \min}$ одновременно играет роль логического нуля шкалы, а код располагается в правой части разрядной сетки выходного регистра АЦП.

В идеальном случае при использовании АЦП с разрядностью ρ бит предельные абсолютные погрешности $\Delta_{\text{ц}} U_{i \max}$ цифровизации выходных сигналов сенсоров U_i не превышают половины единицы младшего разряда и равны

$$|\Delta_{\text{ц}} U_{i \max}| = 2^{-(\rho+1)}(U_{i \max} - U_{i \min}),$$

где разность $U_{i \max} - U_{i \min}$ представляет собой динамический диапазон выходного сигнала i -го сенсора.

Цифровой код будет содержать некоторую абсолютную погрешность $\Delta_{\text{ц}} U_i$, при этом

$$\Delta_{\text{ц}} U_{i \min} = -2^{-(\rho+1)}(U_{i \max} - U_{i \min}) \leq \Delta_{\text{ц}} U_i \leq \Delta_{\text{ц}} U_{i \max} = 2^{-(\rho+1)}(U_{i \max} - U_{i \min}).$$

Абсолютная погрешность $\Delta_{\text{ц}} U_i$, обусловленная конечной разрядностью АЦП, является случайной величиной. Анализ показывает, что в качестве модели распределения этой случайной величины может быть использовано либо усеченное нормальное распределение, либо треугольное распределение. Применительно к оценке погрешностей аналого-цифрового преобразования усеченное нормальное и треугольное распределения дают достаточно близкие результаты. Однако треугольное распределение оказывается гораздо более технологичным, при этом его функция плотности вероятности имеет вид:

$$f_i(\Delta U_i) = \begin{cases} 0 & \text{для } \Delta U_i < \Delta U_{i \min}; \\ K_1 \Delta U_i + B_1 & \text{для } \Delta U_{i \min} \leq \Delta U_i \leq M(\Delta U_i); \\ K_2 \Delta U_i + B_2 & \text{для } M(\Delta U_i) \leq \Delta U_i \leq \Delta U_{i \max}; \\ 0 & \text{для } \Delta U_i > \Delta U_{i \max}, \end{cases}$$

где $\Delta U_{i \min}$, $\Delta U_{i \max}$ – минимальное и максимальное значения погрешности ΔU_i ; $M(\Delta U_i)$ – математическое ожидание значения погрешности ΔU_i ; K_1 , B_1 , K_2 , B_2 – параметры отрезков прямых, характеризующих треугольное распределение. Его высота равна $H_i = 2(\Delta U_{i \max} - \Delta U_{i \min})^{-1}$, а соответствующие параметры определяются следующими выражениями:

$$\begin{aligned} K_1 &= 2(\Delta U_{i \max} - \Delta U_{i \min})^{-1} [M(\Delta U_i) - \Delta U_{i \min}]^{-1}, \\ B_1 &= -2\Delta U_{i \min} (\Delta U_{i \max} - \Delta U_{i \min})^{-1} [M(\Delta U_i) - \Delta U_{i \min}]^{-1}, \\ K_2 &= 2(\Delta U_{i \max} - \Delta U_{i \min})^{-1} [M(\Delta U_i) - \Delta U_{i \max}]^{-1}, \\ B_2 &= -2\Delta U_{i \max} (\Delta U_{i \max} - \Delta U_{i \min})^{-1} [M(\Delta U_i) - \Delta U_{i \max}]^{-1}. \end{aligned}$$

В силу симметричности операции цифровизации $\text{Code}(U_i - U_{i \min})$ в части формирования кода $\text{IDBCU}_{\text{АЦП } i}$ с положительной погрешностью (с избыточным значением) и с отрицательной погрешностью (с недостаточным значением) имеет место равенство $|\Delta_{\text{ц}} U_{i \min}| = |\Delta_{\text{ц}} U_{i \max}|$, а математическое ожидание абсолютной погрешности преобразования будет равно нулю: $M(\Delta_{\text{ц}} U_i) = 0$.

Второй центральный момент абсолютной погрешности определяется на интервале $[\Delta U_{i \min}; \Delta U_{i \max}]$ следующим образом:

$$M^{(2)}(\Delta_{\text{ц}} U_i) = D(\Delta_{\text{ц}} U_i) = \int_{-\Delta_{\text{ц}} U_{i \min}}^{+\Delta_{\text{ц}} U_{i \max}} f_i(\Delta_{\text{ц}} U_i) [\Delta_{\text{ц}} U_i]^2 d[\Delta_{\text{ц}} U_i] = 2^{-2(\rho+1)}(U_{i \max} - U_{i \min})^2/6.$$

Так как $D(\Delta_{\text{ц}} U_i) = M^{(2)}(\Delta_{\text{ц}} U_i) - [M(\Delta_{\text{ц}} U_i)]^2 = 0$ и $M(\Delta_{\text{ц}} U_i) = 0$, то среднеквадратическая погрешность составит:

$$\sigma(\Delta_{\text{ц}} U_i) = [D(\Delta_{\text{ц}} U_i)]^{1/2} = 2^{-(\rho+1)}(U_{i \max} - U_{i \min})/6^{1/2} = 0,408 \Delta_{\text{ц}} U_{i \max}.$$

При абсолютной погрешности цифровизации $\Delta_{ц}U_i$, обусловленной конечной разрядностью АЦП, доверительная вероятность того, что оцифрованное значение U_i будет находиться в интервале значений $U_i \pm \Delta_{ц}U_i$, равна

$$P_{\text{дов}} = \int_{-\Delta_{ц}U_i}^{+\Delta_{ц}U_i} f_{2i}(\Delta_{ц}U_i) d[\Delta_{ц}U_i] = 2[\Delta_{ц}U_i/\Delta_{ц}U_{i \max}] - [\Delta_{ц}U_i/\Delta_{ц}U_{i \max}]^2.$$

Если в качестве исходной величины задано значение доверительной вероятности $P_{\text{дов}}$, то на основании последнего выражения абсолютная погрешность $\Delta_{ц}U_i$ может быть оценена с помощью следующего соотношения:

$$\Delta_{ц}U_i = \chi \Delta_{ц}U_{i \max}, \text{ где } \chi = 1 - (1 - P_{\text{дов}})^{1/2}.$$

При $\Delta_{ц}U_i = \sigma(\Delta_{ц}U_i)$ доверительная вероятность определяется значением $P_{\text{дов}} = 0,65$, при $\Delta_{ц}U_i = 2\sigma(\Delta_{ц}U_i)$ доверительная вероятность составляет $P_{\text{дов}} = 0,96$. В случае $\Delta_{ц}U_i \rightarrow \Delta_{ц}U_{i \max}$ имеет место предельное соотношение $P_{\text{дов}} \rightarrow 1$.

Алгоритмы преобразования результатов прямых измерений параметров. Алгоритм преобразования результатов измерений параметров в форматы вещественных масштабированных двоичных чисел. При проектировании процессов обмена и процессорной цифровой обработки информации в виде естественных значений непрерывных сигналов C_i предварительно должен быть выбран формат обработки. В общем случае наиболее удобным для сложной цифровой обработки в технологическом отношении является формат с плавающей точкой $RDU(m, r)$ (Real Digital). В этом формате m – длина мантиссы со знаком в битах; r – длина порядка со знаком в битах; полная длина разрядной сетки процессора в битах определяется суммой $n = m + r$. Применение указанного формата позволяет избежать массовых и достаточно длительных процедур пересчетов операндов в наиболее часто используемых операциях сложения/вычитания, деления и иных функциональных преобразований.

Рассматриваемые преобразования форматов $IDBCU_{\text{АЦП}i} \rightarrow RDU_i(m, r)$ выполняются процессором с помощью программных средств на основе ожидаемых величин динамического диапазона $U_{i \max} - U_{i \min}$, при этом величина $U_{i \min}$ одновременно играет роль логического нуля шкалы. Цена младшего бита выходного регистра АЦП составляет $(U_{i \max} - U_{i \min})2^{-p}$.

После поступления кода $IDBCU_{\text{АЦП}i}$ от АЦП в процессор аппаратура автоматически размещает код в правой части разрядной сетки процессора с формированием процессорного слова:

$$IDBCU_{\text{п}i} = \underbrace{000\dots000}_{\substack{\rho \text{ бит} \\ n \text{ бит}}} IDBCU_{\text{АЦП}i}.$$

Определенная последовательность программных операций в процессоре позволяет получить результат измерения параметра в формате вещественного двоичного числа, при этом:

– с помощью операции **NORM** выполняется нормализация кода $IDBCU_{\text{п}i}$ путем последовательных сдвигов этого кода влево до знакового разряда с одновременным подсчетом количества произведенных сдвигов π_0 :

$$\text{NORM}[IDBCU_{\text{п}i}] = 0 \underbrace{IDBCU_{\text{АЦП}i}}_{\substack{\rho \text{ бит} \\ n \text{ бит}}} 000\dots000\dots000;$$

– путем конкатенации (операция **CON**) производится «склеивание» мантиссы и порядка и формируется представление нормализованного кода в формате с плавающей точкой:

$$\text{CON}\{\text{NORM}[IDBCU_{\text{п}i}], \pi_0\} = \pm \underbrace{IDBCU_{\text{АЦП}i}}_{m \text{ бит}} 000\dots000\dots0 \pm \underbrace{000\dots000}_{r \text{ бит}} \pi_0;$$

– корректируется значение порядка $\pi_1 = \pi_0 - (r - \rho)$ нормализованного кода в формате с плавающей точкой и образование вещественного масштабированного двоичного числа:

$$\text{RMDU}_i = \{\text{NORM}[IDBCU_{\text{п}i}], \pi_1\} = \pm IDBCU_{\text{АЦП}i} 000\dots0 \pm 000\dots000 \pi_1.$$

Следует отметить, что при $m > \rho + 1$ данная процедура не ухудшает точностных параметров процесса цифровизации.

Алгоритм отображения результатов прямых измерений на шкалу естественных значений физического параметра. Для отображения результатов измерения на шкалу естественных значений физического параметра рассчитывается величина параметра X_i с использованием следующего соотношения:

$$X_i = 2^{-\rho}(U_{i \max} - U_{i \min})\text{RMD}U_i + U_{i \min}.$$

Все операции являются инвертируемыми, и выполнение их в обратном порядке позволяет на основе величины сигнала X_i , заданного на шкале естественных значений физического параметра, рассчитать кодовое представление сигнала $\text{IDBCU}_{\text{АЦП}i}$ в формате ρ -разрядного целочисленного двоичного кода.

Алгоритмы процедуры аппроксимации результатов прямых измерений на шкале естественных значений физического параметра. Для учета нелинейностей, вызванных спецификой физических эффектов в сенсорных элементах, заменяют реальные выходные статические характеристики сенсоров аппроксимирующими зависимостями. Наиболее эффективный и сложный вариант аппроксимации заключается в применении для повышения точности измерений степенных и гармонических полиномов. Наличие процессоров в составе интеллектуальных сенсорных устройств позволяет для аппроксимации использовать линейные, параболические, кубические и иные сплайны. Они позитивно влияют на реальные точностные показатели результатов отображения $W_i(C_i) \rightarrow U_i$ при конечном шаге аргумента h выходной статической характеристики сенсора и конечном значении количества узлов аппроксимации $2n + 1$. Это требует разработки специальных программных средств и организации хранения в процессоре определенного объема табличной информации. С помощью указанных средств возможно скоростное выполнение линеаризации, параболизации и иных действий в масштабе времени производимых прямых системных измерений с учетом ограничений, налагаемых на кванты времени теоремой Котельникова–Найквиста.

Решетчатую функцию в данном случае целесообразно задавать на нечетном количестве точек $\{U_{ij} = W_i(C_{ij})\}$ с шагом $h = (C_{i \max} - C_{i \min})/2n$. С увеличением количества узлов аппроксимации точность представления межузловых отрезков выходной статической характеристики сенсоров возрастает, однако при этом соответствующим образом увеличиваются потребности в ресурсах памяти процессора и во времени выполнения измерений.

Для точек с нечетными индексами линейные сплайны $X_{\text{ли}i}$ определяются функциями $S(X_i, \{C_{i 2j+1}\})$:

$$X_{\text{ли}i} = S(X_i, \{C_{i 2j+1}\}) = C_{i 2j+1} + (X_i - X_{i 2j+1})k_{i 2j+1}; X_{i 2j+1} \leq X_i \leq X_{i 2j+3};$$

$$k_{i 2j+1} = (C_{i 2j+3} - C_{i 2j+1})(X_{i 2j+3} - X_{i 2j+1})^{-1} = 2h(X_{i 2j+3} - X_{i 2j+1})^{-1},$$

где $C_{i 2j+1} = W(X_{i 2j+1})$; $C_{i 2j+3} = W(X_{i 2j+3})$; шаг аргумента $h = \text{const}$. Этот вид аппроксимации крайне прост, тем не менее в ряде случаев он оказывается достаточно эффективным; с учетом этого до недавнего времени при разработке средств измерения ограничивались только его применением.

Параболические сплайны задаются при этом уравнениями следующего вида:

$$X_{\text{п}i} = S(X_i, \{C_{i 2j+1}\}) = \alpha_{ij} + (X_i - X_{i 2j+1})\beta_{ij} + (X_i - X_{i 2j+1})^2\gamma_{ij}; X_{i 2j+1} \leq X_i \leq X_{i 2j+3}.$$

В таком случае для точек с нечетными индексами коэффициенты параболизации будут иметь следующие значения:

$$\alpha_{i 2j+1} = C_{i 2j+1};$$

$$\beta_{i 2j+3} = (C_{i 2j+3} - C_{i 2j+1})h^{-1} - \beta_{i 2j+1};$$

$$\gamma_{i 2j+1} = (\beta_{i 2j+3} - \beta_{i 2j+1})(4h)^{-1},$$

где $\beta_{i 2j+1} = (C_{i 2j+3} - C_{i 2j+1})(2h)^{-1}$ – аналог первой производной в точке $C_{i 2j+1}$, $X_{i 2j+1}$.

В технологическом режиме должны быть оценены предельные абсолютные погрешности $\Delta_a X_{i \min}$, $\Delta_a X_{i \max}$ аппроксимации фактических консолидированных результатов цифрового измерения параметров C_i , а также рассчитаны математические ожидания абсолютных погрешностей $M(\Delta_a X_i)$ и среднеквадратические погрешности $\sigma(\Delta_a X_i)$:

$$M(\Delta_a X_i) = (2n + 1)^{-1} \sum_{j=0}^{2n} \{W_i(C_{ij}) - S(X_{ij})\},$$

$$\sigma(\Delta_a X_i) = \{M^{(2)}(\Delta_a X_i) - M^2(\Delta_a X_i)\}^{1/2},$$

где $M^2(\Delta_a X_i) = (2n)^{-1} \sum_{j=0}^{2n} \{W_i(C_{ij}) - S(X_{ij})\}^2$.

Таким образом, применение ρ -разрядного АЦП и программных процедур аппроксимации позволяют обеспечить абсолютную погрешность применения тракта прямого измерения $\Delta_r X_i$ параметра C_i на уровне

$$M(\Delta_r X_i) = M(\Delta_{\text{ц}} X_i) + M(\Delta_a X_i)$$

при среднеквадратической погрешности измерения

$$\sigma(\Delta_r X_i) = \{\sigma(\Delta_{\text{ц}} X_i)^2 + [\sigma(\Delta_a X_i)]^2\}^{1/2}.$$

В качестве функции плотности вероятности распределения погрешностей $\Delta_r X_i$ может быть выбрано треугольное распределение на интервале усечений с высотой распределения $H_r = 2(\Delta_r X_{i \max} - \Delta_r X_{i \min})^{-1}$, математическим ожиданием $M(\Delta_r X_i)$ и дисперсией $\sigma^2(\Delta_r X_i)$:

$$[|\Delta_r X_{i \min}| = |\Delta_{\text{ц}} U_{i \min}| + |\Delta_a X_{i \min}|;$$

$$|\Delta_r X_{i \max}| = |\Delta_{\text{ц}} X_{i \max}| + |\Delta_a X_{i \max}|].$$

Линеаризация и нелинейная аппроксимация результатов прямых измерений не исключают необходимости периодической калибровки и поверки измерительных трактов с оценкой фактических точностных характеристик.

Оцифровка дискретных сигналов в трактах интеллектуальной системы. Оцифровка дискретных сигналов предполагает преобразование наборов дискретных сигналов $\{D_1 D_2 \dots D_k\}$ во внутрипроцессорные кодовые комбинации $\{b_1 b_2 \dots b_k\}$ на основе использования дискретно-цифровых преобразователей и таблиц бинарных отношений. Таблицы бинарных отношений выполняют необходимые отображения:

$$\{D_1 D_2 \dots D_k\}_i \rightarrow X_i = \{b_1 b_2 \dots b_k\}_i.$$

При этом кортежи $\{D_1 D_2 \dots D_k\}$ однозначно преобразуются в соответствующие кодовые комбинации $\{b_1 b_2 \dots b_k\}$. Следует отметить, что рассматриваемые операции обладают свойством обратимости.

Такое построение процессов оцифровки обеспечивает организацию оперативного контроля за текущими дискретными состояниями различного рода технических средств: схем переключения, индикаторов, исполнительной арматуры и иного оборудования интеллектуальной системы.

Операции с оцифрованными параметрами в трактах интеллектуальной системы.
Калибровка результатов косвенных измерений параметров. Косвенные измерения применяются во всех случаях, когда прямые измерения текущих значений параметров по техническим или организационным причинам выполнены быть не могут. Особое место в сенсорном контроле занимают процессы определения значений виртуальных параметров, которые в принципе не предполагают проведение их прямых измерений. Текущие значения виртуальных параметров подлежат расчету на основании прямых измерений иных параметров.

Для проведения косвенных измерений применяется следующая аналитическая модель:

$$Y = F(X_1, X_2, \dots, X_n),$$

где Y – косвенно измеряемая величина; $F(X)$ – функциональная зависимость; X_1, X_2, \dots, X_n – результаты прямых измерений независимых параметров.

При выполнении косвенных измерений всегда необходима калибровка результатов, то есть действия, совокупность которых обеспечивает подтверждение состоятельности результатов измерений и пригодности средств измерений к их применению по прямому функциональному назначению.

Математическое ожидание ΔY и дисперсия DY погрешности измерения, а также среднеквадратическая погрешность $\sigma(Y)$ могут быть рассчитаны в соответствии с выражениями:

$$\begin{aligned}\Delta Y &= (\partial F/\partial X_1)\Delta X_1 + (\partial F/\partial X_2)\Delta X_2 + \dots + (\partial F/\partial X_n)\Delta X_n, \\ D(Y) &= (\partial F/\partial X_1)^2 D(X_1) + (\partial F/\partial X_2)^2 D(X_2) + \dots + (\partial F/\partial X_n)^2 D(X_n), \\ \sigma(Y) &= [(\partial F/\partial X_1)^2 (\sigma(X_1))^2 + (\partial F/\partial X_2)^2 (\sigma(X_2))^2 + \dots + (\partial F/\partial X_n)^2 (\sigma(X_n))^2]^{1/2},\end{aligned}$$

где ΔX_i , $D(X_i)$, $\sigma(X_i)$ – математическое ожидание, дисперсия и среднеквадратическая погрешность результатов прямого измерения независимых параметров.

Цифровая фильтрация измеряемых сигналов в системе. Линейная цифровая фильтрация входной последовательности сигналов $\{X_i[n\Delta t]\}$ обеспечивает выделение или подавление определенных частот в его спектре. Здесь $n = 0, 1, 2, \dots$; Δt – интервал отсчетов по времени. Цифровая фильтрация основана на операциях интегральной свертки сигнала и требуемой импульсной (весовой) характеристики $h(t)$ с образованием выходной последовательности $\{X_{\Phi_i}[n\Delta t]\}$. Импульсная характеристика должна соответствовать реакции фильтра на сигнал в виде функции Дирака – единичного импульса $\delta(t)$ бесконечно малой длительности. Она является обратным преобразованием Лапласа L^{-1} от передаточной функции фильтра $\Phi(p)$:

$$h(t) = L^{-1}[\Phi(p)].$$

Процесс фильтрации реализуется с помощью дискретной свертки, при этом программные средства процессора обеспечивают выполнение следующих операций:

– вычисление последовательности конечных сумм $X_{\Phi_i}[k\Delta t]$ для трансверсальных фильтров с конечными импульсными характеристиками:

$$X_{\Phi_i}[k\Delta t] = \sum_{q=0}^Q h_i[q\Delta t] X_i[(k-q)\Delta t];$$

– вычисление последовательности сумм вида

$$X_{\Phi_i}[k\Delta t] = \sum_{q=0}^Q b_i[q] X_i[(k-q)\Delta t] - \sum_{r=1}^R a_i[r] X_{\Phi_i}[(k-r)\Delta t]$$

для рекурсивных фильтров с z -образом импульсной передаточной функции

$$\Phi(z) = \left\{ \sum_{q=0}^Q b_q z^{-q} \right\} \left\{ 1 + \sum_{r=1}^R a_r z^{-r} \right\}^{-1},$$

где Q, R – порядки использования в фильтре отсчетов соответственно входных сигналов и сигналов обратной связи; b_q, a_r – коэффициенты фильтрации.

Юстировка измерительных трактов интеллектуальной системы. Юстировка трактов измерений предполагает выполнение комплекса мероприятий по приведению всех компонентов тракта в состояния, обеспечивающие их правильную работу, надежность и устойчивость функционирования, а также требуемую точность измерений с доведением погрешностей до значений согласно заданным техническим требованиям.

Юстировка трактов выполняется в несколько этапов:

– ввод в процессор компонентов программного обеспечения и их размещение в постоянной памяти с последующим расчетом контрольных сумм блоков программ;

– ввод в процессор и обработка предписаний с целью предварительного задания условно-постоянной (редко изменяющейся) информации для реализации процессов измерения и преобразования;

– формирование контрольных сумм блоков условно-постоянной информации и их запись в постоянную память процессора;

– физическая коммутация каналов передачи сенсорной информации и результатов цифровых измерений;

– выполнение тестовых проверок аппаратуры, программных средств и условно-постоянной информации.

Условно-постоянная информация дифференцируется по измерительным трактам, и для каждого канала измерения параметра C_i включает, например: индивидуальный тип параметра; для непрерывных параметров – индивидуальные значения размахов $C_{i \min}$, $C_{i \max}$ и $U_{i \min}$, $U_{i \max}$; совокупность точек решетчатого представления выходной статической характеристики сенсора $\{U_{ij} = W_i(C_{ij})\}$ с шагом h ; тип сплайнов для аппроксимации измерений; для дискретных параметров – таблицы преобразований $\{D_1 D_2 \dots D_k\}_i \rightarrow X_i = \{b_1 b_2 \dots b_k\}_i$. Предписания позволяют организовать ввод в процессор, хранение и корректировку условно-постоянных данных в виде короткей отношений «параметр – условно-постоянные атрибуты».

Контроль работоспособности аппаратно-программных компонентов интеллектуальной системы. В объеме программного обеспечения процессора целесообразно реализовать базовый тест для проверки работоспособности важнейших аппаратных компонентов, каналов информационного обмена, целостности программ и целостности условно-постоянных данных. Базовый тест выполняется в ходе юстировки измерительных трактов, а также после каждого включения аппаратуры. Целесообразна внутренняя структуризация программного состава базового теста и обеспечение возможности проведения отдельных проверок по внешним запросам оператора. В зависимости от конкретного состава измеряемых параметров и темпа выполнения измерительных процессов должен быть определен состав проверок, которые могут выполняться в режиме тайм-аут.

Интеллектуальное управление исполнительными механизмами в системе. В высокоточных системах контроля и управления в качестве исполнительного оборудования часто применяются электрические двигатели разных типов, прежде всего двигатели постоянного тока, включая коллекторные двигатели, шаговые двигатели вращения и линейные шаговые двигатели. Особую категорию исполнительной арматуры составляют силовые и слаботочные коммутирующие системы.

В настоящее время разработан набор технических методов управления различными параметрами электродвигателей с помощью широтно-импульсной модуляции (ШИМ) напряжения питания при допустимых погрешностях движения механических узлов. Скорость вращения коллекторного двигателя с ШИМ-управлением и его пусковой момент пропорциональны скважности серии импульсов $\vartheta = \tau/T$, где $\tau = \tau(\text{IDBC}_{\text{вых}})$ – длительность импульса как функция выходного целочисленного цифрового двоичного кода управления $\text{IDBC}_{\text{вых}}$; $T = \text{const}$ – период следования импульсов. При этом достигается высокая точность и гибкость управления, сокращаются потери мощности на регулируемом компоненте, обеспечиваются требуемые пусковые моменты.

Известны разнообразные дискретные расписания переключения позиционирующих обмоток шаговых двигателей с минимизацией проскальзываний и алгоритмы управления коммутирующей арматурой. Информационные технологии позволяют построить эффективное логико-программное управление на основе таблиц $\{\text{IDBC}_{\text{вых}}\}_i \rightarrow \{D_1 D_2 \dots D_k\}_i$.

По сигналам датчиков процессорные программы формируют требуемые последовательности целочисленных цифровых двоичных кодов IDBC, которые подлежат последующему цифро-аналоговому или цифро-дискретному преобразованию. За счет применения каналов сенсорных измерений целесообразно оперативно формировать и использовать сигналы обратной связи, что позволяет строго контролировать текущее состояние или позиционирование рабочих органов и способствует повышению точности работы исполнительных механизмов.

Заключение. Концепция конвергенции системных решений в технологии построения интеллектуальных систем предполагает оцифровку значений физических величин при сенсорных измерениях, а также однотипное отображение и последовательное преобразование значения каждого контролируемого параметра на определенном наборе шкал. Для решения этой задачи предложен функционально полный набор шкал: естественных значений измеряемых физических параметров; результатов сенсорных преобразований физических величин; результатов измерения параметров в формате целочисленных двоичных кодов; значений параметров в формате вещественных масштабированных двоичных чисел.

На указанном наборе шкал построены унифицированные алгоритмы цифровизации результатов прямых измерений непрерывных параметров и их представления в форматах ρ -разрядных целочисленных двоичных кодов, преобразования измеряемых параметров в форматы вещественных масштабированных двоичных чисел и их отображения на шкалу естественных значений физических параметров. Специфицированы операции с оцифрованными физическими параметрами в трактах интеллектуальной системы: калибровка результатов косвенных измерений; оцифровка дискретных сенсорных сигналов, цифровая фильтрация результатов измерений, юстировка измерительных трактов; интеллектуальное управление исполнительными механизмами.

Список использованных источников

1. Hant, E. *Artificial Intelligence* / E. Hant. – New York: Academic Press, 1975. – 864 p.
2. Russel, S. *Artificial Intelligence: A Modern Approach* / S. Russel, P. Norvig. – New Jersey: Pearson Education, 2020. – 1136 p.
3. Сергиенко, А.Б. *Цифровая обработка сигналов* / А.Б. Сергиенко. – СПб.: Питер, 2002. – 608 с.
4. Smit, S. *Digital Signal Processing: A Practical Guide for Engineers and Scientists* / S. Smit. – San-Diego: Technical Publishing, 2002. – 643 p.
5. Гулай, А.В. *Архитектура интеллектуальных систем* / А.В. Гулай, В.М. Зайцев. – Минск: ИВЦ Минфина, 2018. – 367 с.
6. Гулай, А.В. Интеллектуальные мехатронные системы с дистанционной организацией транзакций: особенности построения / А.В. Гулай, В.М. Зайцев // Доклады БГУИР. – 2015. – № 7. – С. 92–98.
7. Федотов, А.В. Использование методов теории автоматического управления при разработке мехатронных систем / А.В. Федотов. – Омск: Из-во ОмГТУ, 2007. – 84 с.
8. Гулай, А.В. Дистанционное отображение сенсорной информации в базе данных интеллектуальной мехатронной системы / А.В. Гулай, В.М. Зайцев // Электроника-инфо. – 2015. – № 2. – С. 51–55.
9. Гулай, А.В. Программное управление исполнительными органами в интеллектуальных мехатронных системах / А.В. Гулай, В.М. Зайцев // Теоретическая и прикладная механика. – 2015. – Вып. 30. – С. 161–168.

References

1. Hant E. *Artificial Intelligence*. New York, Academic Press, 1975. 864 p.
2. Russel S., Norvig P. *Artificial Intelligence: A Modern Approach*. New Jersey, Pearson Education, 2020. 1136 p.
3. Sergienko A. B. *Digital Signal Processing*. St. Petersburg, Piter Publ., 2002. 608 p. (in Russian).
4. Smit S. *Digital Signal Processing: A Practical Guide for Engineers and Scientists*. San-Diego, Technical Publishing, 2002. 643 p.
5. Gulai A. V., Zaitsev V.M. *Architecture of Intelligent Systems*. Minsk, Data-Processing Centre of the Ministry of Finance, 2018. 367 p. (in Russian).
6. Gulai A. V., Zaitsev V.M. Intellectual mechatronic systems with remote organization of transactions: design features. *Doklady BGUIR = Reports BSUIR*, 2015, no. 7, pp. 92–98 (in Russian).
7. Fedotov A. V. *Use of Automatic Control Theory Methods While Developing Mechatronic Systems*. Omsk, Publ. House of Omsk State Technical University, 2007. 84 p. (in Russian).
8. Gulai A. V., Zaitsev V.M. The sensory information remote display in the intelligent mechatronic system database. *Elektronika-info* [Electronics-info], 2015, no. 2, pp. 51–55 (in Russian).
9. Gulai A. V., Zaitsev V.M. Software control of the executive bodies of intelligent mechatronic systems. *Teoreticheskaya i prikladnaya mekhanika = Theoretical and Applied Mechanics*, 2015, no. 30, pp. 161–168 (in Russian).

Информация об авторах

Гулай Анатолий Владимирович – кандидат технических наук, заведующий кафедрой «Интеллектуальные и мехатронные системы», Белорусский национальный технический университет (пр. Независимости, 65, 220013, Минск, Республика Беларусь). E-mail: is@bntu.by

Зайцев Владимир Михайлович – кандидат технических наук, доцент, Белорусский национальный технический университет (пр. Независимости, 65, 220013, Минск, Республика Беларусь). E-mail: is@bntu.by

Information about the authors

Anatoliy V. Gulay – Ph. D. (Engineering), Head of the Department “Intelligent and Mechatronic Systems”, Belarusian National Technical University (65, Nezavisimosti Ave., 220013, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: is@bntu.by

Vladimir M. Zaitsev – Ph. D. (Engineering), Assistant Professor, Belarusian National Technical University (65, Nezavisimosti Ave., 220013, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: is@bntu.by