

ВЕСЦІ

НАЦЫЯНАЛЬнай АКАДЭМІІ НАВУК БЕЛАРУСІ

СЕРЫЯ ФІЗІКА-ТЭХНІЧНЫХ НАВУК. 2022. Т. 67, №2

ИЗВЕСТИЯ

НАЦИОНАЛЬНОЙ АКАДЕМИИ НАУК БЕЛАРУСИ

СЕРИЯ ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИХ НАУК. 2022. Т. 67, №2

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

Выходит четыре раза в год

Учредитель – Национальная академия наук Беларуси

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

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

Главный редактор

Сергей Антонович Чижик –

Президиум Национальной академии наук Беларуси, Минск, Республика Беларусь

Редакционная коллегия

А. П. Ласковнѳв – Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси, Минск, Республика Беларусь (*заместитель главного редактора*)

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

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

Ю. Гавлик – Институт технологии машиностроения и автоматизации производства Краковской политехники имени Тадеуша Костюшко, Краков, Республика Польша

Г. Жинтялис – Литовская академия наук, Вильнюс, Литовская Республика

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

- А. Ф. Ильющенко** – Государственное научно-производственное объединение порошковой металлургии – Институт порошковой металлургии имени академика О. В. Романа, Минск, Республика Беларусь
- Б. Каталинич** – Центральное-Европейское отделение Международной инженерной академии, Вена, Австрийская Республика
- С. М. Костромицкий** – Центр радиотехники Национальной академии наук Беларуси, Минск, Республика Беларусь
- А. Г. Кравцов** – Президиум Национальной академии наук Беларуси, Минск, Республика Беларусь
- Л. Г. Красневский** – Объединенный институт машиностроения Национальной академии наук Беларуси, Минск, Республика Беларусь
- А. М. Маляревич** – Белорусский национальный технический университет, Минск, Республика Беларусь
- В. П. Маркевич** – Институт фотоники Университета г. Манчестер, Манчестер, Великобритания
- Н. К. Мышкин** – Институт механики металлополимерных систем имени В. А. Белого Национальной академии наук Беларуси, Гомель, Республика Беларусь
- А. Г. Наумовец** – Национальная академия наук Украины, Киев, Украина
- О. Г. Пенязьков** – Институт тепло- и массообмена имени А. В. Лыкова Национальной академии наук Беларуси, Минск, Республика Беларусь
- К. А. Солнцев** – Институт металлургии и материаловедения имени А. А. Байкова Российской академии наук, Москва, Российская Федерация
- Л. Танович** – Белградский университет, Белград, Республика Сербия
- В. М. Федосюк** – Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по материаловедению, Минск, Республика Беларусь
- М. Л. Хейфец** – Институт прикладной физики Национальной академии наук Беларуси, Минск, Республика 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. 2022. Т. 67, №2

Выходит на русском, белорусском и английском языках

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

Подписано в печать 22.06.2022. Выход в свет 29.06.2022. Формат 60×84 1/8. Бумага офсетная.

Печать цифровая. Усл. печ. л. 14,88. Уч.-изд. л. 16,4. Тираж 78 экз. Заказ 116.

Цена номера: индивидуальная подписка – 12,67 руб., ведомственная подписка – 29,77 руб.

Издатель и полиграфическое исполнение:

Республиканское унитарное предприятие «Издательский дом «Беларуская навука».

Свидетельство о государственной регистрации издателя, изготовителя, распространителя печатных изданий №1/18 от 02.08.2013. ЛП №02330/455 от 30.12.2013. Ул. Ф. Скорины, 40, 220141, г. Минск, Республика Беларусь

© РУП «Издательский дом «Беларуская навука»,
Весці Нацыянальнай акадэміі навук Беларусі. Серыя фізіка-тэхнічных навук, 2022

PROCEEDINGS OF THE NATIONAL ACADEMY OF SCIENCES OF BELARUS

PHYSICAL-TECHNICAL SERIES, 2022, vol. 67, no. 2

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, Republic of Belarus

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

Alexander P. Laskovnev – Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk,
Republic of Belarus (*Associate Editor-in-Chief*)

Irina A. Starostsina (*lead editor*)

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

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

Gintautas Žintelis – Lithuanian Academy of Sciences, Vilnius, Republic of Lithuania

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

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

Branko Katalinic – Central-European Branch of the International Engineering Academy, Vienna, Republic
of Austria

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

Leonid G. Krasnevski – Joint Institute of Mechanical Engineering of the National Academy of Sciences
of Belarus, Minsk, Republic of Belarus

Alexander G. Kravtsov – Presidium of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Republic
of Belarus

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

Vladimir P. Markevich – Photon Science Institute and School of Electrical and Electronic Engineering, University of Manchester, Manchester, United Kingdom
Nikolai K. Myshkin – V. A. Belyi Metal-Polymer Research Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, Gomel, Republic of Belarus
Anton G. Naumovets – National Academy of Sciences of Ukraine, Kiev, Ukraine
Oleg G. Penyazkov – A. V. Luikov Heat and Mass Transfer Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Republic of Belarus
Konstantsin A. Solntsev – A. A. Baikov Institute of Metallurgy and Material Science of the Russian Academy of Sciences, Moscow, Russian Federation
Lyubodrag Tanovich – University of Belgrade, Belgrade, Republic of Serbia
Valeri M. Fedosyuk – Scientific and Practical Materials Research Center of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Republic of Belarus
Mikhail L. Kheifetz – Institute of Applied Physics of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Republic of 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, 2022, vol. 67, no. 2

Printed in Russian, Belarusian and English languages

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

It is sent of the press 22.06.2022. Appearance 29.06.2022. Format 60×84 1/8. Offset paper. The press digital.

Printed pages 14,88. Publisher's signatures 16,4. Circulation 78 copies. Order 116.

Number price: individual subscription – 12,67 byn., departmental subscription – 29,77 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, 2022

СОДЕРЖАНИЕ**МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ, МЕТАЛЛУРГИЯ**

- Аплеснин С. С., Романова О. Б., Галяс А. И., Живулько А. М., Янушкевич К. И.** Условия синтеза, кристаллическая структура и магнитные свойства селенидов Mn–Tm–Se 135
- Сенють В. Т.** Получение нано- и микропорошков кубического BN из механоактивированного графитоподобного BN в условиях высоких давлений и температур с использованием алюминия в качестве инициатора фазового превращения 144
- Дьячкова Л. Н.** Закономерности упрочнения псевдосплавов сталь – медный сплав, получаемых инфильтрацией, при горячей пластической деформации 156

МАШИНОСТРОЕНИЕ, МЕХАНИКА

- Кутепов А. Ю., Крень А. П., Гнутенко Е. В.** Возможность оценки механических напряжений в никеле магнитным пондеромоторным методом 167
- Головатый И. И., Чижик С. А., Петровский А. Б., Прушак В. Я.** Разработка технологии доизвлечения запасов калийной руды из ранее отработанных панелей на глубинах свыше 600 метров Старобинского месторождения калийных солей *(на английском языке)* 182

ЭНЕРГЕТИКА, ТЕПЛО- И МАССООБМЕН

- Ольшанский А. И., Котов А. А., Кузьменков С. М.** Тепло- и массообмен обобщенными комплексными переменными при термической обработке и сушке теплоизоляционных материалов 191
- Василевич С. В., Малько М. В., Дегтеров Д. В., Асадчий А. Н.** Влияние размера частиц доломита на кинетику процесса его термического разложения 204

РАДИОЭЛЕКТРОНИКА, ПРИБОРОСТРОЕНИЕ

- Саванович С. Э., Борботько Т. В.** Конструкция экрана электромагнитного излучения на основе псевдоовальных рассеивающих элементов для защиты информации от утечки по электромагнитному каналу 214
- Гулаков И. Р., Зеневич А. О., Кочергина О. В., Матковская Т. А.** Характеристики германиевых лавинных фотодиодов в режиме счета фотонов 222

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И СИСТЕМЫ

- Костромицкий С. М., Давыденко И. Н., Дятко А. А.** Эквивалентные формы записи алгоритмов работы адаптивных антенных решеток 230
- Петкевич М. Н., Титович Е. В.** Аппаратная реализация верификации динамической лучевой терапии 239

ДИАГНОСТИКА И БЕЗОПАСНОСТЬ ТЕХНИЧЕСКИХ И ПРИРОДНЫХ СИСТЕМ

- Шамына А. Ю., Лабоха А. К., Ардяко А. Д.** Использование численной модели прогноза погоды *WRF* при моделировании развития аварийных ситуаций на БелАЭС *(на английском языке)* 250

CONTENTS**MATERIALS SCIENCES, METALLURGY**

Aplesnin S.S., Romanova O.B., Galyas A.I., Zhivulko A.M., Yanushkevich K.I. Synthesis conditions, crystal structure and magnetic properties of Mn–Tm–Se selenides	135
Senyut V.T. Production of nano- and micropowders of cubic BN from mechanically activated graphite-like BN under high pressures and temperatures using aluminium as a phase conversion initiator	144
Dyachkova L.N. Peculiarities of hardening of steel – copper alloy pseudo-alloys obtained by infiltration during hot plastic deformation	156

MECHANICAL ENGINEERING AND MECHANICS

Kutepov A.Yu., Kren A.P., Gnutenko E.V. Possibility of estimation of mechanical stresses in nickel by the magnetic ponderomotive method	167
Golovaty I.I., Chizhik S.A., Petrovskiy A.B., Prushak V. Ya. Development of technology for additional extraction of potash ore reserves from previously mined out panels at the depths exceeding 600 metres of the Starobin potash salt deposit	182

POWER ENGINEERING, HEAT AND MASS TRANSFER

Ol'shanskii A.I., Kotow A.A., Kuzmenkov S.M. Heat and mass transfer by generalized complex variables during heat treatment and drying of thermal insulation materials	191
Vasilevich S.V., Malko M.V., Degterov D.V., Asadchyi A.N. Influence of dolomite particle size on the kinetics of its thermal decomposition process	204

RADIOELECTRONICS, INSTRUMENT-MAKING

Savanovich S.E., Borbotko T.V. Electromagnetic shield design based on pseudooval scattering elements for information protection from leakage via the electromagnetic channel	214
Gulakov I.R., Zenevich A.O., Kochergina O.V., Matkovskaya T.A. Study of the characteristics of germanium avalanche photodiodes in the photon counting mode	222

INFORMATION TECHNOLOGIES AND SYSTEMS

Kostromitsky S.M., Davydzenko I.N., Dyatko A.A. Equivalent forms of writing of processing algorithms of adaptive antenna arrays	230
Piatkevich M.N., Titovich E.V. Hardware implementation of dynamic radiation therapy verification	239

DIAGNOSTICS AND SAFETY OF TECHNICAL AND ENVIRONMENT SYSTEMS

Shamyna A.Yu., Labokha A.K., Ardziaka A.D. The use of the <i>WRF</i> numerical weather forecasting model in modeling emergency situations at Belarusian NPP	250
--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	-----

МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ, МЕТАЛЛУРГИЯ**MATERIALS SCIENCES, METALLURGY**УДК 537.311;537.638.214
<https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-135-143>Поступила в редакцию 31.03.2022
Received 31.03.2022**С. С. Аплеснин¹, О. Б. Романова¹, А. И. Галяс², А. М. Живулько², К. И. Янушкевич²**¹*Институт физики имени Л. В. Киренского Сибирского отделения Российской академии наук, Красноярск, Российская Федерация*²*Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по материаловедению, Минск, Беларусь***УСЛОВИЯ СИНТЕЗА, КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА СЕЛЕНИДОВ Mn–Tm–Se**

Аннотация. Методом реакций в твердой фазе синтезированы однофазные составы в квазибинарном разрезе MnSe–TmSe. Кристаллическая структура поликристаллических порошков изучена в CuK_{α} -излучении. Установлено, что образцы в интервале концентраций $0 \leq x \leq 0,7$ имеют кубическую структуру пространственной группы $Fm\bar{3}m$. Изменение концентрации катионов Tm в составах $Mn_{1-x}Tm_xSe$ приводит к увеличению параметра a элементарной кристаллической ячейки от 0,547 нм для состава $Mn_{0,975}Tm_{0,025}Se$ до 0,566 нм у состава $Mn_{0,3}Tm_{0,7}Se$. Методом «flash» на подложках оптически прозрачного стекла синтезированы тонкие слои твердых растворов $Mn_{1-x}Tm_xSe$. Толщины пленок заключены в интервале значений от 0,8 до 3,2 мкм. Установлено, что пленки $Mn_{1-x}Tm_xSe$ также обладают сингонией NaCl, S.G.: $Fm\bar{3}m$. Состав пленок $Mn_{1-x}Tm_xSe$ соответствует химическому составу порошков шихты MnSe–TmSe. В интервале температур ~ 80 – 900 К измерены величины удельной намагниченности и магнитной восприимчивости исследуемых селенидов. Полученные результаты позволяют определить температурные режимы синтеза новых магнитных полупроводниковых веществ, в том числе в пленочном состоянии. Синтезированные вещества могут быть использованы в устройствах микроэлектроники многофункционального назначения, а также при разработке новых материалов, способных работать в широких интервалах температур и при воздействии внешних магнитных полей.

Ключевые слова: халькогениды, твердые растворы, кристаллическая структура, магнитные свойства**Для цитирования:** Условия синтеза, кристаллическая структура и магнитные свойства селенидов Mn–Tm–Se / С. С. Аплеснин [и др.] // Вес. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2022. – Т. 67, №2. – С. 135–143. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-135-143>**Sergey S. Aplesnin¹, Oksana B. Romanova¹, Anatoly I. Galyas², Aliona M. Zhivulko², Kazimir I. Yanushkevich²**¹*Kirensky Institute of Physics, Federal Research Center KSC Siberian Branch Russian Academy of Sciences, Krasnoyarsk, Russian Federation*²*Scientific-Practical Materials Research Center of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Republic of Belarus***SYNTHESIS CONDITIONS, CRYSTAL STRUCTURE AND MAGNETIC PROPERTIES OF Mn–Tm–Se SELENIDES**

Abstract. Single-phase compositions in the MnSe–TmSe quasi-binary section have been synthesized by the method of reactions in the solid phase. The crystal structure of polycrystalline powders has been studied in CuK_{α} -radiation. It was found that the samples in the concentration range $0 \leq x \leq 0.7$ have a cubic structure of the space group $Fm\bar{3}m$. An increase in the concentration of Tm cations in the $Mn_{1-x}Tm_xSe$ compositions leads to an increase in the unit cell parameter a from 0.547 nm for the $Mn_{0,975}Tm_{0,025}Se$ compound to 0.566 nm for the $Mn_{0,3}Tm_{0,7}Se$ composition. Thin layers of $Mn_{1-x}Tm_xSe$ solid solutions were synthesized by the flash method on optically transparent glass substrates. The film thicknesses are in the range of values from 0.8 to 3.2 μm . It has been established that $Mn_{1-x}Tm_xSe$ films also have the system NaCl, S.G.: $Fm\bar{3}m$. The composition of the $Mn_{1-x}Tm_xSe$ films corresponds to the chemical composition of the MnSe–TmSe charge powders. In the temperature range ~ 80 – 900 K, the values of the specific

magnetization and magnetic susceptibility of the studied selenides were measured. The results obtained make it possible to determine the temperature regimes for the synthesis of new magnetic semiconductor substances, including those in the film state. The synthesized substances can be used in multifunctional microelectronic devices, as well as in the development of new materials capable of operating in wide temperature ranges and under the influence of external magnetic fields.

Keywords: chalcogenides, solid solutions, crystal structure, magnetic properties

For citation: Aplesnin S. S., Romanova O. B., Galyas A. I., Zhivulko A. M., Yanushkevich K. I. Synthesis conditions, crystal structure and magnetic properties of Mn–Tm–Se selenides. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2022, vol. 67, no. 2, pp. 135–143 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-135-143>

Введение. Разработка и изучение свойств новых составов веществ, обладающих сильной взаимосвязью между магнитной, электронной и упругой подсистемами, что проявляется в виде магнитоэлектрических и магниторезистивных эффектов вблизи комнатных температур, представляет интерес как с фундаментальной, так и с прикладной точек зрения [1, 2]. Наличие магнитоэлектрических и магниторезистивных эффектов в веществе создает условия для изготовления эффективных сенсоров, расширяя элементную базу в микроэлектронике, которая позволяет реализовать преимущества энергонезависимой магнитной памяти и быстродействующих электрических систем обработки информации [2]. Для преобразования электрического сигнала используется не только зарядовая степень свободы электрона, но и спин, что применяется при разработке спинтронных устройств нового поколения [3–5].

Перспективно использование полупроводников с неоднородными электронными состояниями и с орбитальным упорядочением электронов. В этом случае перенос носителей заряда осуществляется по определенному типу орбиталей, положение которых относительно химического потенциала можно изменять электрическими и магнитными полями, а также упругими напряжениями. Экспериментальные исследования магнитных и электрических свойств и расчеты с использованием формулы Троттера в «Монте-Карло процедуре» демонстрируют, что перспективными материалами для решения этих задач могут быть магнитные полупроводники на основе халькогенидов марганца [2, 6].

Цель работы – синтез, изучение структурных и магнитных свойств твердых растворов селенидов $Mn_{1-x}Tm_xSe$.

Объекты эксперимента, синтез и методики. Объектами настоящего исследования являлись составы на основе халькогенидов Tm–Mn–Se. Моноселенид марганца обладает кубической сингонией типа NaCl, пространственной группы $Fm\bar{3}m$ с параметром элементарной кристаллической ячейки $a = 0,5456$ нм. Известно, что селенид тулия также кристаллизуется в кубической сингонии типа NaCl, пространственной группы $Fm\bar{3}m$ с параметром элементарной кристаллической ячейки $a = 0,5640$ нм [7]. Температура плавления селенида тулия $T_{пл} \sim 2333$ К. При температурах ~ 2003 и ~ 1373 К имеют место кристаллические фазовые превращения второго рода. Селенид тулия так же, как и селенид марганца, является антиферромагнетиком, только с низкой температурой Нееля. Различие в $\sim 4\%$ в величинах параметров элементарных ячеек позволяет предположить о возможности существования широкой области твердых растворов в квазибинарном разрезе MnSe–TmSe. Этим обоснован выбор объектов для синтеза, изучения кристаллической структуры и фазового состояния твердых растворов системы $Mn_{1-x}Tm_xSe$, полученных при различных режимах реакций в твердой фазе и отжиге образцов после первичного спекания [8–15].

Синтез образцов системы $Mn_{1-x}Tm_xSe$ выполнен в лаборатории физики магнитных материалов Научно-практического центра Национальной академии наук Беларуси по материаловедению методом твердофазных реакций в определенной последовательности. Так, необходимые количества порошков марганца, тулия и селена тщательно перемешивались и загружались в кварцевые ампулы с последующим вакуумированием до 10–20 Па. Поскольку селен имеет точку кипения 950 К, выше которой резко возрастает давление паров, то во избежание взрыва ампул был принят ступенчатый режим синтеза. Первые 24 ч поддерживалась температура 670–720 К. Далее ампулы выдерживались при температуре 870–970 К. После этого температура поднималась до 1370 К, и через 2 ч следовала закалка ампул в воде.

Полученные спеки представляли собой рыхлые непрочные слитки от черного (для составов с преобладанием марганца) до серого цвета или спекшиеся порошки с укрупненным зерном.

Синтезированные таким образом вещества подвергались гомогенизирующему отжигу при температуре 1120 К с последующей закалкой.

Отжиг и закалка позволили получить более качественные образцы без примеси посторонней фазы. Синтезированные таким образом слитки имели серовато-серебристый цвет и были достаточно прочными. После каждого этапа синтеза проводились рентгеноструктурные исследования в $\text{CuK}\alpha$ -излучении с целью выявления оптимальных энергосберегающих условий синтеза новых материалов, перспективных для практических применений. Тонкие слои селенидов $\text{Mn}_{1-x}\text{Tm}_x\text{Se}$ (от 0,8 до 3,2 мкм) синтезировали методом термического испарения «flash» на промышленной установке при парциальной подаче порошка испаряемого вещества с размером зерна 0,1–0,3 мм на танталовый испаритель, имевший температуру ~ 2273 °С.

Морфология поверхности и химический состав пленок исследовались методами сканирующей электронной микроскопии (scanning electron microscopy, SEM) и энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (energy dispersive X-ray spectroscopy, EDS). Пондеромоторным методом в интервале температур 80–900 К и в магнитном поле с индукцией 0,86 Тл были измерены удельная намагниченность и магнитная восприимчивость исследуемых составов.

Результаты эксперимента и их обсуждение. На рис. 1 приведены рентгенограммы образцов системы $\text{Mn}_{1-x}\text{Tm}_x\text{Se}$ ($x = 0,025; 0,05; 0,075; 0,1; 0,3; 0,5$) при различных концентрациях замещения в катионной подрешетке до и после гомогенизирующего отжига.

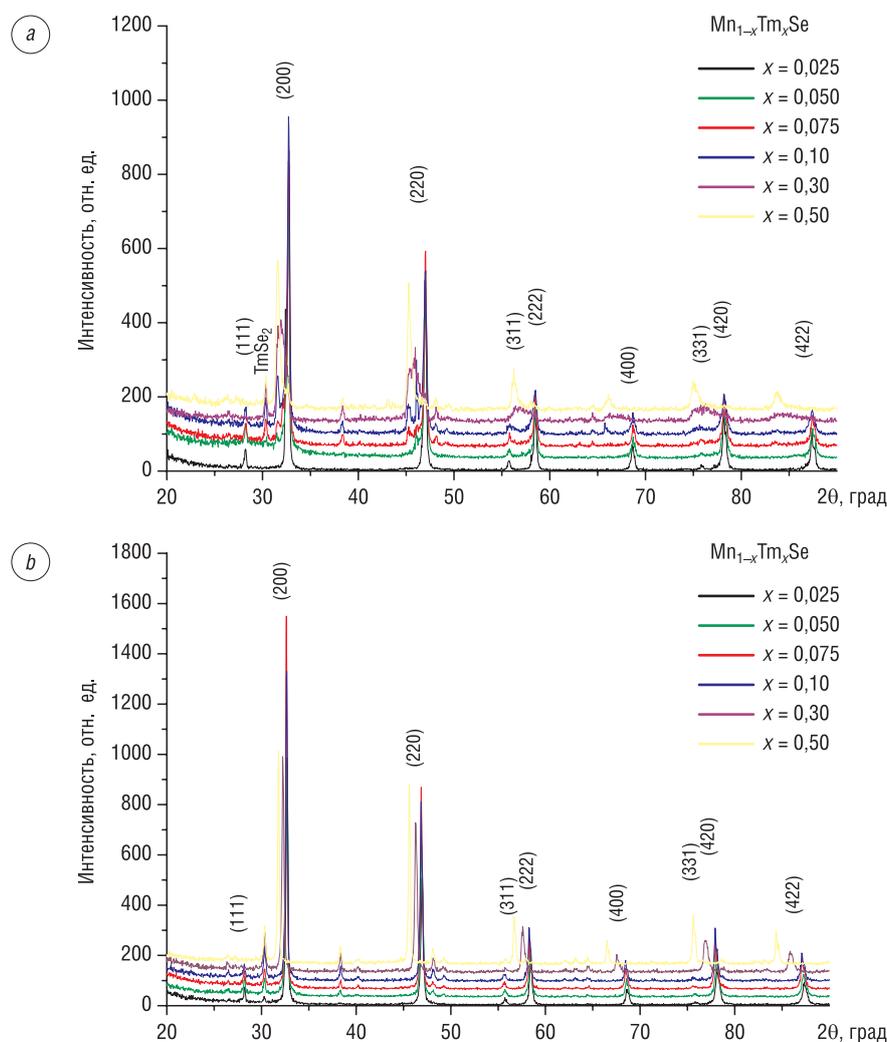


Рис. 1. Рентгенограммы твердых растворов системы $\text{Mn}_{1-x}\text{Tm}_x\text{Se}$ до (а) и после (б) гомогенизирующего отжига

Fig. 1. X-ray diffraction patterns of solid solutions of the $\text{Mn}_{1-x}\text{Tm}_x\text{Se}$ system before (a) and after (b) homogenizing annealing

На рис. 2 представлены рентгенограммы тонких пленок твердых растворов $Mn_{1-x}Tm_xSe$ на примере составов с $x = 0,05; 0,10$.

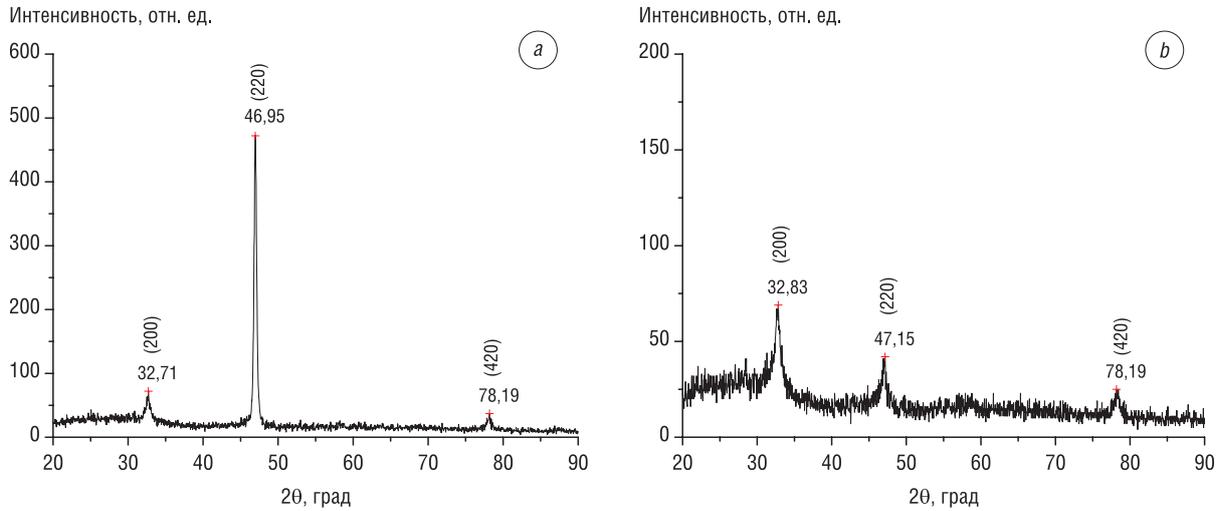


Рис. 2. Рентгенограммы тонких пленок $Mn_{0,95}Tm_{0,05}Se$ (a) и $Mn_{0,9}Tm_{0,1}Se$ (b)

Fig. 2. X-rays of $Mn_{0,95}Tm_{0,05}Se$ (a) and $Mn_{0,9}Tm_{0,1}Se$ (b) thin films

Результаты изучения морфологии поверхности и химического состава пленок методами SEM (рис. 3) и EDS показали, что пленки однородны и состав их соответствует химическому составу порошков шихты.

В итоге эксперимента, проведенного с использованием указанных методов, установлено, что в системе $Mn_{1-x}Tm_xSe$ в интервале концентраций $0 \leq x < 0,7$ образуются твердые растворы с кубической структурой пространственной группы $Fm\bar{3}m$. По результатам анализа дифрактограмм рентгеновских исследований определен параметр a кубической элементарной ячейки синтезированных составов (таблица).

Первоначально размеры элементарной ячейки были определены по соотношению, которое связывает параметры элементарной ячейки с величиной межплоскостного расстояния в соответствии с условием Вульфа–Брэгга:

$$a = \frac{\lambda \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}{2 \sin \theta_{hkl}}, \quad (1)$$

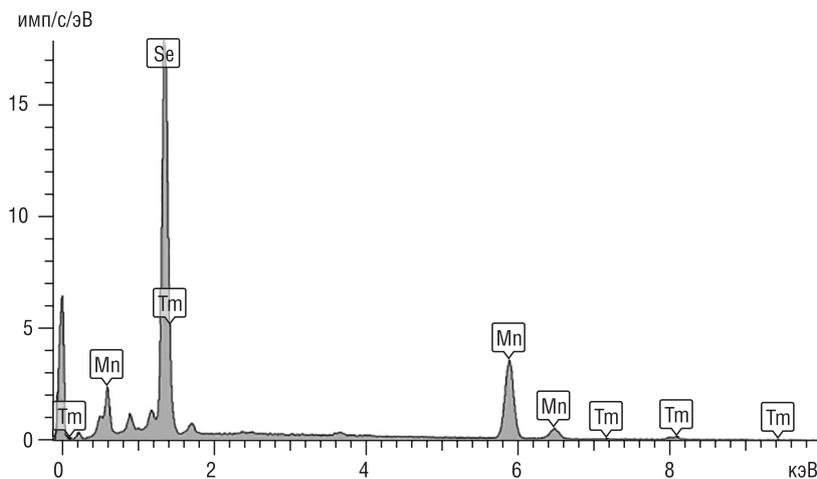


Рис. 3. Результат SEM пленки $Mn_{0,95}Tm_{0,05}Se$

Fig. 3. SEM result of $Mn_{0,95}Tm_{0,05}Se$

Параметр a элементарной ячейки твердых растворов $Mn_{1-x}Tm_xSe$
Unit cell parameter a of $Mn_{1-x}Tm_xSe$ solid solutions

x	a , нм
0	0,546 ₈
0,025	0,547 ₅
0,05	0,547 ₆
0,075	0,548 ₆
0,1	0,549
0,2	0,553 ₃
0,3	0,555
0,4	0,558 ₂
0,6	0,563 ₇
0,7	0,566 ₄

где λ – длина волны CuK_α -излучения; h, k, l – индексы Миллера для данного рефлекса; θ_{hkl} – угол, под которым наблюдается рефлекс.

Для уточнения значений параметра элементарной кристаллической ячейки выполнен полнопрофильный анализ методом Ритвельда [15], который положен в основу программы FullProf. Погрешность полученных значений составила $\pm 0,002$ нм.

Содержание таблицы свидетельствует, что увеличение концентрации катионов Tm в твердых растворах $\text{Mn}_{1-x}\text{Tm}_x\text{Se}$ приводит к увеличению параметра a от 0,547 нм для состава $\text{Mn}_{0,975}\text{Tm}_{0,025}\text{Se}$ до 0,566 нм для состава $\text{Mn}_{0,3}\text{Tm}_{0,7}\text{Se}$. Соответственно увеличивается и объем элементарной кристаллической ячейки. Концентрационная зависимость параметра a элементарной кристаллической ячейки $a = f(x)$ представлена на рис. 4.

Результаты эксперимента по изучению кристаллической структуры синтезированных составов в квазибинарном разрезе MnSe–TmSe указывают на отсутствие непрерывного ряда твердых растворов. Основные предпосылки для ограничения пределов растворимости исследуемых селенидов следующие: достаточно большая разница температур плавления марганца и тулия; различная активность химического взаимодействия халькогена Se с катионами Mn и Tm; различие в ионных радиусах Mn и Tm; наличие многовалентных состояний в Mn; предпочтительное образование фазы TmSe_2 при протекании диффузионных процессов высокотемпературного синтеза.

Поскольку главная отличительная особенность ферромагнетиков – обладание намагниченностью при отсутствии воздействия внешнего магнитного поля, то первоначально ставилась задача определения величины удельной намагниченности и магнитной восприимчивости синтезированных поликристаллических порошков составов и изучение их температурных зависимостей для разных составов по содержанию элемента тулия. Поскольку магнетизм конкретных атомов базируется на наличии спина у электронов, орбитальных моментов – у электронов и возможности изменений в орбитальных моментах, индуцированных внешним магнитным полем, то важно выявить новые закономерности и особенности взаимосвязи между ними в результате внешних энергетических воздействий, сопровождающихся фазовыми превращениями.

Результаты эксперимента по изучению температурных зависимостей удельной намагниченности и удельной магнитной восприимчивости поликристаллических порошков составов $\text{Mn}_{1-x}\text{Tm}_x\text{Se}$ и пленок свидетельствуют об изменении величин магнитных характеристик вещества с увеличением содержания тулия при катионном замещении.

На рис. 5 представлены температурные зависимости удельной намагниченности порошков твердых растворов $\text{Mn}_{1-x}\text{Tm}_x\text{Se}$ ($x = 0,05; 0,1; 0,2; 0,3$).

При температуре ~ 80 К, когда тепловые колебания атомов в узлах элементарной кристаллической ячейки значительно ослаблены, величина удельной намагниченности порошков изменяется от $0,64 \text{ A} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{кг}^{-1}$ для образца с концентрацией $x = 0,05$ до $2,24 \text{ A} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{кг}^{-1}$ для образца с концентрацией $x = 0,7$.

Следует отметить, что ход температурных зависимостей удельной намагниченности, а также зависимостей $10^{-2}/\chi = f(T)$ идентичен при измерениях в режиме «нагрев-охлаждение», при этом магнитные характеристики исследуемых составов сохраняют свои величины и устойчивы к прогреву до температуры ~ 900 К. Выявленная особенность имеет практическое значение: использование впервые синтезированных новых веществ в приборных матрицах может обеспечить их устойчивую работу в широком интервале температур.

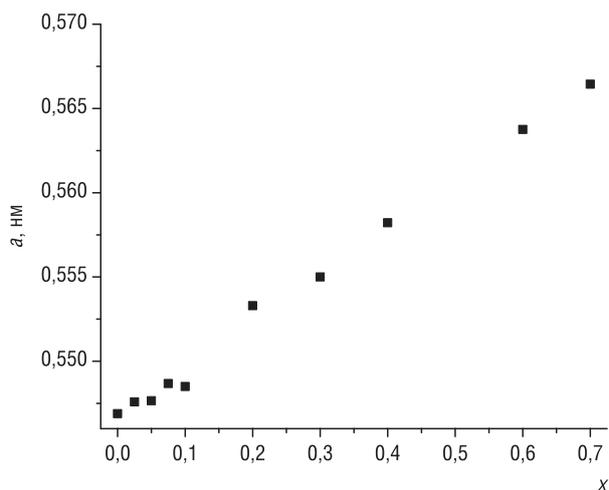


Рис. 4. Концентрационная зависимость параметра a элементарной кристаллической ячейки твердых растворов системы $\text{Mn}_{1-x}\text{Tm}_x\text{Se}$

Fig. 4. Concentration dependence of the parameter a of the unit cell of solid solutions of the $\text{Mn}_{1-x}\text{Tm}_x\text{Se}$ system

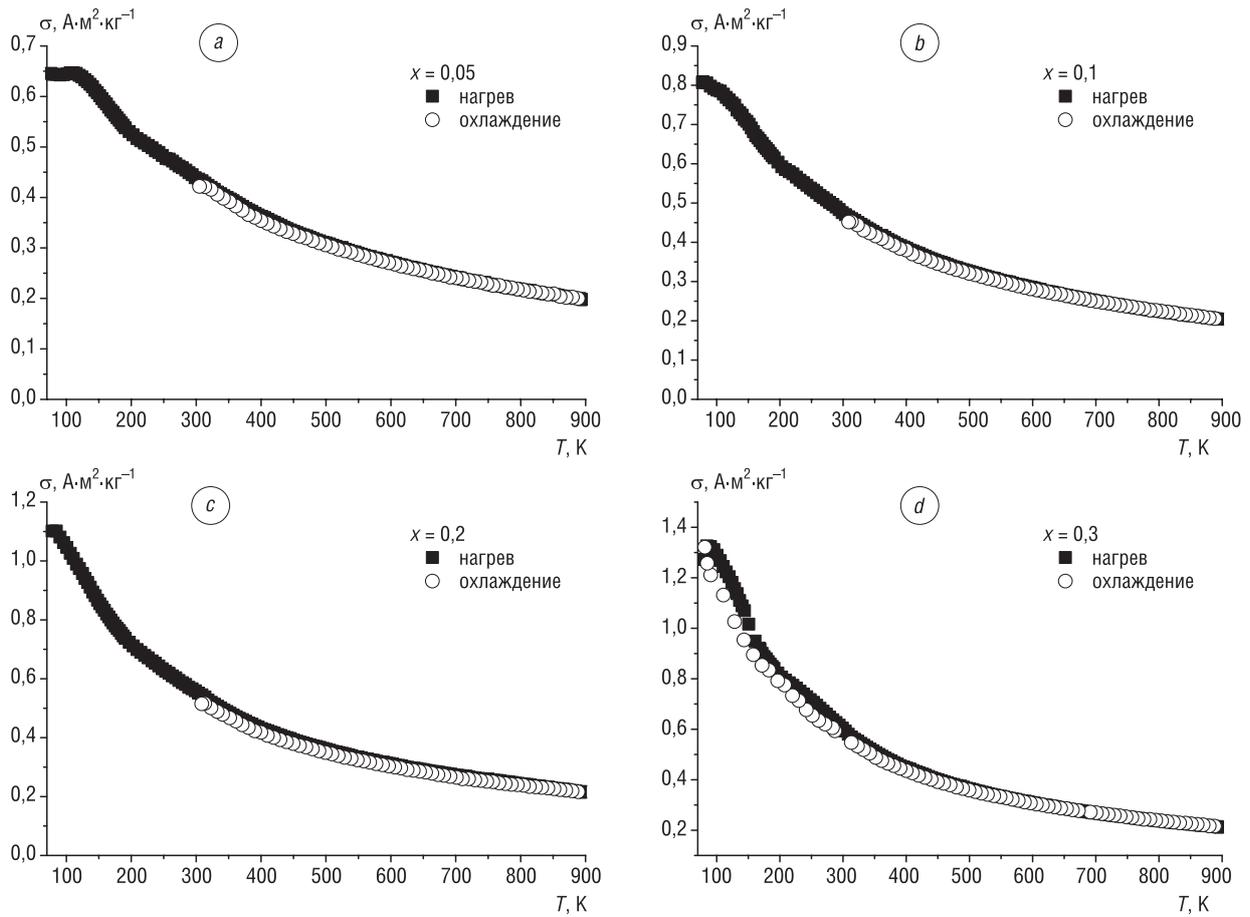


Рис. 5. Температурные зависимости удельной намагниченности твердых растворов $Mn_{1-x}Tm_xSe$: $a - x = 0,05$; $b - x = 0,1$; $c - x = 0,2$; $d - x = 0,3$

Fig. 5. Temperature dependences of the specific magnetization of solid solutions $Mn_{1-x}Tm_xSe$: $a - x = 0.05$; $b - x = 0.1$; $c - x = 0.2$; $d - x = 0.3$

В окрестности комнатных температур наблюдается аномальный ход температурных зависимостей намагниченности и магнитной восприимчивости исследуемых составов, что, вероятнее всего, может свидетельствовать об изменениях кристаллического состояния с особенностями взаимодействия и упорядочения ионов как в анионной, так и катионной подрешетках.

На рис. 6 представлены температурные зависимости удельной намагниченности пленок $Mn_{1-x}Tm_xSe$ составов с концентрацией $x = 0,05$; $0,1$. При температурах вблизи жидкого азота величины удельной намагниченности исследуемых составов имеют, соответственно, значения: $\sigma \approx 0,08 \text{ A} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$ и $\sigma \approx 0,09 \text{ A} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$.

При изменении концентрации содержания в пленках тулия всего на 5 % происходит увеличение удельной намагниченности на $0,1 \text{ A} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$. Имеет место и различие в ходе температурных зависимостей $\sigma = f(T)$ в интервале температур $80 \text{ K} \leq T \leq 150 \text{ K}$.

Последнее свидетельствует об изменении обменных магнитных взаимодействий между катионами в тонких слоях с введением в состав небольшой концентрации тулия. Измерения удельной намагниченности пленок в интервале температур $\sim 80 \text{ K} \leq T \leq 350 \text{ K}$ позволяют определить величину среднего магнитного момента пленок в единицах магнетона Бора для любой температурной точки этого интервала, используя соотношение

$$\mu_{\text{midl}} = \frac{\sigma M}{N_A} \mu_B, \quad (2)$$

где N_A – число Авогадро, μ_B – величина магнетона Бора, σ – удельная намагниченность, M – молекулярный вес.

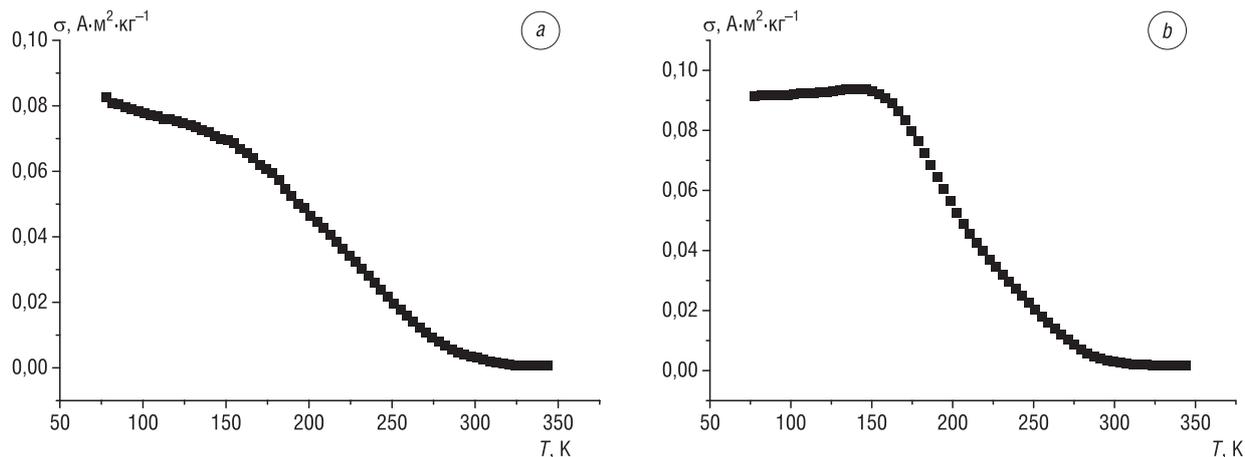


Рис. 6. Температурные зависимости удельной намагниченности тонких пленок $Mn_{0,95}Tm_{0,05}Se$ (a) и $Mn_{0,9}Tm_{0,1}Se$ (b)
 Fig. 6. Temperature dependences of the specific magnetization of thin films $Mn_{0,95}Tm_{0,05}Se$ (a) and $Mn_{0,9}Tm_{0,1}Se$ (b)

Температурные зависимости $\sigma = f(T)$ в интервале $\sim 80\text{ K} \leq T \leq 350\text{ K}$ позволяют наблюдать проявление слабого ферромагнитного взаимодействия при $T < 300\text{ K}$ с величинами среднего магнитного момента $\mu_{midl} = 2,02 \cdot 10^{-3} \mu_B$ и $\mu_{midl} = 2,38 \cdot 10^{-3} \mu_B$ в разрезе $MnSe-TmSe$. Установлено, что средний магнитный момент тонких пленок увеличился при допировании селенида марганца тулием.

Эксперимент по изучению температурных зависимостей удельной намагниченности поликристаллических порошков и тонких пленок составах $Mn_{1-x}Tm_xSe$ при замещении катионов марганца тулием убедительно демонстрирует, что имеет место возникновение слабого ферромагнитного взаимодействия в антиферромагнитной матрице селенида марганца.

Заключение. Методом реакций в твердой фазе синтезированы селениды $Mn_{1-x}Tm_xSe$ ($0 \leq x \leq 0,7$) с кубической структурой пространственной группы $Fm\bar{3}m$. Увеличение концентрации катионов Tm приводит к увеличению параметра a элементарной ячейки от $0,547\text{ нм}$ для состава $Mn_{0,975}Tm_{0,025}Se$ до $0,566\text{ нм}$ для состава $Mn_{0,3}Tm_{0,7}Se$. Методом «flash» синтезированы тонкие слои $Mn_{1-x}Tm_xSe$. Толщины пленок заключены в интервале значений от $0,8$ до $3,2\text{ мкм}$. Определены величины удельной намагниченности и магнитной восприимчивости твердых растворов $Mn_{1-x}Tm_xSe$ ($0 \leq x \leq 0,7$) в интервале температур $\sim 80-900\text{ K}$. Установлено, что величина удельной намагниченности при температуре $\sim 80\text{ K}$ изменяется от $0,64\text{ A}\cdot\text{m}^2\cdot\text{kg}^{-1}$ для образца с концентрацией $x = 0,05$ до $2,24\text{ A}\cdot\text{m}^2\cdot\text{kg}^{-1}$ – для образца с концентрацией $x = 0,7$.

Разработана методика синтеза новых магнитных полупроводниковых веществ, в том числе и в пленочном состоянии. Новые вещества можно использовать в устройствах микроэлектроники многофункционального назначения. Режимы синтеза и свойства новых материалов могут служить справочной информацией для технологов электронной промышленности, при разработке новых перспективных материалов, способных работать в широких интервалах температур и воздействия внешних магнитных полей.

Благодарности

Работа выполнена при финансовой поддержке Белорусского республиканского фонда фундаментальных исследований (проект № T20P-052) и Российского фонда фундаментальных исследований (проект №20-52-00005 Bel_a).

Acknowledgements

This work was supported by the Belarusian Republican Foundation for Basic Research (project no. T20R-052) and the Russian Foundation for Basic Research (project no. 20-52-00005 Bel_a).

Список использованных источников

1. Звездин, А.К. Фазовые переходы и гигантский магнитоэлектрический эффект в мультиферроиках / А.К. Звездин, А.П. Пятаков // Успехи физ. наук. – 2004. – Т. 174, №4. – С. 465–470. <https://doi.org/10.3367/UFNr.0174.200404n.0465>
2. Аплеснин, С.С. Магнитные и электрические свойства сильнокоррелированных магнитных полупроводников с четырехспиновым взаимодействием и с орбитальным упорядочением / С.С. Аплеснин. – М.: Физматлит, 2013. – 176 с.

3. Interface-induced phenomena in magnetism / F. Hellman [et al.] // *Rev. Mod. Physics*. – 2017. – Vol. 89, iss. 2. – 025006. <https://doi.org/10.1103/RevModPhys.89.025006>
4. Фетисов, Ю. К. Спинтроника: физические основы и устройства / Ю. К. Фетисов, А. С. Сигов // *Радиоэлектроника, Наносистемы. Информационные технологии (РЭНСИТ)*. – 2018. – Т. 10, № 3. – С. 343–356. <https://doi.org/10.17725/rensit.2018.10.343>
5. Spintronics based random access memory: a review / S. Bhatti [et al.] // *Mater. Today*. – 2017. – Vol. 20, № 9. – P. 530–548. <https://doi.org/10.1016/j.mattod.2017.07.007>
6. Электрофизические свойства поликристаллических пленок $\text{BiFe}_{0.95}\text{Co}_{0.05}\text{O}_3$ / О. Б. Романова [и др.] // *Физика твердого тела*. – 2021. – Т. 63, вып. 6. – С. 721–728. <https://doi.org/10.21883/FTT.2021.06.50928.015>
7. MnSe: Rocksalt versus zinc-blende structure / Hyuning Kim [et al.] // *Phys. Rev. B*. – 1998. – Vol. 58, № 11. – P. 6700–6703. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.58.6700>
8. Magnetic and some thermal properties of chalcogenides of Pr and Tm and a few other rare earths / E. Bucher [et al.] // *Phys. Rev. B*. – 1975. – Vol. 11, № 1. – P. 500–513. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.11.500>
9. Диаграммы состояния двойных металлических систем / под ред. Н. П. Лякишева. – М.: Машиностроение, 2000. – Т. 3, кн. 2. – 448 с.
10. Predel, B. Se-Tm (Selenium-Thulium) [Electronic Resource] / B. Predel // *Phase Equilibria, Crystallographic and Thermodynamic Data of Binary Alloys Pu-Re – Zn-Zr* / ed. O. Madelung. – Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1998. Mode of access: https://materials.springer.com/lb/docs/sm_lbs_978-3-540-70705-9_2721. https://doi.org/10.1007/10551312_2721
11. CRC Handbook of Chemistry and Physics. – 89th ed. – Taylor and Francis Group, LLC, 2008–2009.
12. Диаграммы состояния двойных металлических систем / под ред. Н. П. Лякишева. – М.: Машиностроение, 2001. – Т. 3, кн. 1. – 972 с.
13. Янушкевич, К. И. Твердые растворы монохалькогенидов 3d-металлов / К. И. Янушкевич. – Минск: Изд. центр, 2009. – 230 с.
14. Магнитные фазовые переходы и кинетические свойства халькогенидов 3d-металлов / С. С. Аплеснин [и др.]. – Красноярск: Сиб. гос. фэрокозм. ун-т., 2017. – 208 с.
15. Rietveld refinement of powder X-ray diffraction, microstructural and mechanical studies of magnesium matrix composites processed by high-energy ball milling / T. Ramkumar [et al.] // *J. Magn. Alloys*. – 2018. – Vol. 6, № 4. – P. 390–398. <https://doi.org/10.1016/j.jma.2018.08.002>

References

1. Zvezdin A. K., Pyatakov A. P. Phase transitions and the giant magnetoelectric effect in multiferroics. *Physics–Uspekhi*, 2004, vol. 47, no. 4, pp. 416–421. <http://doi.org/10.1070/PU2004v047n04ABEH001752>
2. Aplesnin S. S. *Magnetic and Electrical Properties of Strongly Correlated Magnetic Semiconductors with Four-Spin Interaction and Orbital Ordering*. Moscow, Fizmatlit Publ., 2013. 176 p. (in Russian).
3. Hellman F., Hoffman A., Tserkovnyak Y. et al. Interface-induced phenomena in magnetism. *Reviews of Modern Physics*, 2017, vol. 89, iss. 2, 025006. <https://doi.org/10.1103/RevModPhys.89.025006>
4. Fetisov Y. K., Sigov A. S. Spintronics: physical foundations and devices. *Radioelektronika, Nanosistemy, Informacionnyye Tehnologii = RENSIT*, 2018, vol. 10, no. 3, pp. 343–356 (in Russian). <https://doi.org/10.17725/rensit.2018.10.343>
5. Bhatti S., Sbiaa R., Hirohata A., Ohno H., Fukami S., Piramanayagam S. N. Spintronics based random access memory: a review. *Materials Today*, 2017, vol. 20, no. 9, pp. 530–548. <https://doi.org/10.1016/j.mattod.2017.07.007>
6. Romanova O. B., Kretinin V. V., Aplesnin S. S., Sitnikov M. N., Udod L. V., Yanushkevich K. I. Electrophysical properties of polycrystalline films $\text{BiFe}_{0.95}\text{Co}_{0.05}\text{O}_3$. *Physics of the Solid State*, 2021, vol. 63, iss. 6, pp. 897–903. <https://doi.org/10.1134/s1063783421060184>
7. Kim H., Vogelgesang R., Ramdas A. K., Peiris F. C., Bindley U., Furdyna J. K. MnSe: Rocksalt versus zinc-blende structure. *Physical Review B*, 1998, vol. 58, no. 11, pp. 6700–6703. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.58.6700>
8. Bucher E., Andres K., Salvo F. J. di, Maita J. P., Gossard A. C., Cooper A. S., Hull G. W., Jr. Magnetic and some thermal properties of chalcogenides of Pr and Tm and a few other rare earths. *Physical Review B*, 1975, vol. 11, no. 1, pp. 500–513. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.11.500>
9. Lyakishev N. P. (ed.). *State Diagrams of Binary Metallic Systems. Volume 3. Book 2*. Moscow, Mashinostroenie Publ., 2000. 448 p. (in Russian).
10. Predel B. Se-Tm (Selenium-Thulium). Madelung O. (ed.). *Phase Equilibria, Crystallographic and Thermodynamic Data of Binary Alloys Pu-Re – Zn-Zr*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1998. Available at: https://materials.springer.com/lb/docs/sm_lbs_978-3-540-70705-9_2721. https://doi.org/10.1007/10551312_2721
11. CRC Handbook of Chemistry and Physics. 89th ed. Taylor and Francis Group, LLC, 2008–2009.
12. Lyakishev N. P. (ed.). *State Diagrams of Binary Metallic Systems. Volume 3. Book 1*. Moscow, Mashinostroenie Publ., 2001. 972 p. (in Russian).
13. Yanushkevich K. I. *Solid Solutions of Monochalcogenides of 3d-Metals*. Minsk, Publ. Centre, 2009. 230 p. (in Russian).
14. Aplesnin S. S., Romanova O. B., Demidenko O. F., Yanushkevich K. I. *Magnetic Phase Transitions and Kinetic Properties of 3d-Metal Chalcogenides*. Krasnoyarsk, Siberian State Aerospace University, 2017. 208 p. (in Russian).
15. Ramkumar T., Selvakumar M., Vasanthsankar R., Sathishkumar A. S., Narayanasamy P., Girijab G. Rietveld refinement of powder X-ray diffraction, microstructural and mechanical studies of magnesium matrix composites processed by high-energy ball milling. *Journal of Magnesium and Alloys*, 2018, vol. 6, no. 4, pp. 390–398. <https://doi.org/10.1016/j.jma.2018.08.002>

Информация об авторах

Аплеснин Сергей Степанович – доктор физико-математических наук, ведущий научный сотрудник лаборатории теоретической физики, Институт физики имени Л. В. Киренского Сибирского отделения Российской академии наук (ул. Академгородок, 50, 660036, Красноярск, Российская Федерация). E-mail: apl@iph.krasn.ru

Романова Оксана Борисовна – кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник лаборатории резонансных свойств магнитоупорядоченных веществ, Институт физики имени Л. В. Киренского Сибирского отделения Российской академии наук (ул. Академгородок, 50, 660036, Красноярск, Российская Федерация). E-mail: rob@iph.krasn.ru

Галяс Анатолий Иванович – кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник лаборатории физики магнитных материалов, Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по материаловедению (ул. П. Бровки, 19-5, 220072, Минск, Республика Беларусь).

Живулько Алена Михайловна – кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник лаборатории физики магнитных материалов, Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по материаловедению (ул. П. Бровки, 19-5, 220072, Минск, Республика Беларусь). E-mail: alyona_panasevich@mail.ru

Янушкевич Казимир Иосифович – доктор физико-математических наук, старший научный сотрудник лаборатории физики магнитных материалов, Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по материаловедению (ул. П. Бровки, 19-5, 220072, Минск, Республика Беларусь). E-mail: k.yanushkevitch@yandex.by

Information about the authors

Sergey S. Aplesnin – D. Sc. (Physics and Mathematics), Leading Researcher of the Laboratory of Theoretical Physics, Kirensky Institute of Physics, Federal Research Center KSC Siberian Branch Russian Academy of Sciences (50, Akademgorodok Str., 660036, Krasnoyarsk, Russian Federation). E-mail: apl@iph.krasn.ru

Oksana B. Romanova – Ph. D. (Physics and Mathematics), Senior Researcher of the Laboratory of Resonant Properties of Magnetically Ordered Substances, Kirensky Institute of Physics, Federal Research Center KSC Siberian Branch Russian Academy of Sciences (50, Akademgorodok Str., 660036, Krasnoyarsk, Russian Federation). E-mail: rob@iph.krasn.ru

Anatoly I. Galyas – Ph. D. (Physics and Mathematics), Senior Researcher of the Laboratory of Physics of Magnetic Materials, Scientific-Practical Materials Research Center of the National Academy of Sciences of Belarus (19, room 5, P. Brovka Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus).

Aliona M. Zhivulko – Ph. D. (Physics and Mathematics), Senior Researcher of the Laboratory of Physics of Magnetic Materials, Scientific-Practical Materials Research Center of the National Academy of Sciences of Belarus (19, room 5, P. Brovka Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: alyona_panasevich@mail.ru

Kazimir I. Yanushkevich – D. Sc. (Physics and Mathematics), Senior Researcher of the Laboratory of Physics of Magnetic Materials, Scientific-Practical Materials Research Center of the National Academy of Sciences of Belarus (19, room 5, P. Brovka Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: k.yanushkevitch@yandex.by

В. Т. Сенюць

Объединенный институт машиностроения Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь

**ПОЛУЧЕНИЕ НАНО- И МИКРОПОРОШКОВ КУБИЧЕСКОГО ВН
ИЗ МЕХАНОАКТИВИРОВАННОГО ГРАФИТОПОДОБНОГО ВН В УСЛОВИЯХ
ВЫСОКИХ ДАВЛЕНИЙ И ТЕМПЕРАТУР С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ АЛЮМИНИЯ
В КАЧЕСТВЕ ИНИЦИАТОРА ФАЗОВОГО ПРЕВРАЩЕНИЯ**

Аннотация. Рассмотрено влияние механоактивации графитоподобного (гексагонального) нитрида бора (hBN) на процесс каталитического синтеза в условиях высоких давлений и температур нано- и микропорошков кубического нитрида бора (cBN). Выдвинуто предположение, что в ходе механоактивации в структуре hBN происходит образование зародышей плотных фаз нитрида бора – кубической и вюрцитной, которые служат центрами кристаллизации, стимулирующими процесс формирования кристаллов cBN при последующей термобарической обработке. Дополнительное химико-термическое модифицирование hBN алюминием, выступающим в качестве катализатора (инициатора) фазового превращения hBN в cBN, наряду с увеличением давления синтеза способствует существенному повышению содержания cBN в спеках. Так, введение добавки Al в количестве 10 мас.% приводит к росту содержания фазы cBN с 10–15 % при давлении синтеза 2,5 ГПа до 90 % при давлении 5,5 ГПа. При этом размер зерен cBN, оцененный методами сканирующей и атомно-силовой микроскопии, составляет преимущественно 200–400 нм и 40–120 нм для образцов спеков, синтезированных при давлении 2,5 и 5,5 ГПа соответственно. Повышение содержания инициатора с 10 до 40 мас.% при увеличении времени изотермической выдержки с 15 до 60 с в исследованном диапазоне давлений и температур приводит к формированию сростков зерен cBN нано- и субмикронных размеров и отдельных монокристаллов cBN кубического габитуса зернистостью 1–4 мкм, а также поликристаллических частиц cBN от 10 до 50 мкм. При этом максимум распределения микропорошков cBN по размерам в диапазоне до 50 мкм приходится на частицы до 5 мкм (~ 70 %). В субмикронном диапазоне зернистостей максимальный выход (~ 50 %) отмечается для частиц cBN размером 0,5–0,7 мкм. Полученные порошки могут быть использованы для изготовления абразивного и лезвийного инструмента.

Ключевые слова: механическая активация, фазовое превращение, модифицирование, наноструктурный кубический нитрид бора, высокое давление и температура, синтез

Для цитирования: Сенюць, В. Т. Получение нано- и микропорошков кубического ВН из механоактивированного графитоподобного ВН в условиях высоких давлений и температур с использованием алюминия в качестве инициатора фазового превращения / В. Т. Сенюць // Вес. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2022. – Т. 67, №2. – С. 144–155. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-144-155>

Vladimir T. Senyut

Joint Institute of Mechanical Engineering of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Republic of Belarus

**PRODUCTION OF NANO- AND MICROPOWDERS OF CUBIC BN FROM MECHANICALLY ACTIVATED
GRAPHITE-LIKE BN UNDER HIGH PRESSURES AND TEMPERATURES USING ALUMINUM AS A PHASE
CONVERSION INITIATOR**

Abstract. An effect of mechanical activation of graphite-like (hexagonal) boron nitride (hBN) on catalytic synthesis of nano- and micropowders of cubic boron nitride (cBN) under conditions of high pressures and temperatures is shown in the article. It has been suggested that nuclei of dense phases of boron nitride (cubic and wurtzite) are formed in the hBN structure during mechanical activation they serve as crystallization centers stimulating the formation of cBN crystals under subsequent thermobaric treatment. Additional chemical-thermal modification of hBN with aluminum as a catalyst (initiator) for the phase transformation of hBN into cBN leads to a significant increase in the content of cBN along with an increase in the synthesis pressure. Thus, the introduction of Al additives in the amount of 10 wt.% leads to an increase in the content of the cBN phase from 10–15 % under synthesis pressure of 2.5 GPa up to 90 % under pressure of 5.5 GPa. In this case, the grain size of cBN, estimated by scanning and atomic force microscopy, is mainly 200–400 nm and 40–120 nm for the samples synthesized under pressure of 2.5 and 5.5 GPa, respectively. The increase in the content of the initiator from 10 to 40 wt.% with an increase in isothermal holding time from 15 to 60 s in the studied range of pressures and temperatures leads to the formation of intergrowths

of cBN grains in nano- and submicron sizes and individual cBN single crystals of a cubic habit with a grain size of 1–4 μm , as well as polycrystalline cBN particles from 10 to 50 μm . In this case, the maximum size distribution of cBN micropowders in the range up to 50 μm falls on particles up to 5 μm (~ 70 %). In the submicron grain size range the maximum yield (~ 50 %) is marked for cBN particles 0.5–0.7 μm in size. The obtained powders can be used to make abrasive and cutting tools.

Keywords: mechanical activation, phase transformation, modification, nanostructured cubic boron nitride, high pressure and temperature, synthesis

For citation: Senyut V. T. Production of nano- and micropowders of cubic BN from mechanically activated graphite-like BN under high pressures and temperatures using aluminium as a phase conversion initiator. *Vestsi Natsyyanal' nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2022, vol. 67, no. 2, pp. 144–155 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-144-155>

Введение. При выпуске абразивного и лезвийного инструмента для высокопроизводительной обработки закаленных сталей, чугунов, износостойких покрытий, наплавов и т. д. широко используется кубический нитрид бора (КНБ, cBN), уступающий по твердости алмазу и обладающий при этом более высокой термостойкостью и химической инертностью [1, 2].

Промышленное производство порошков cBN основано на фазовом превращении графитоподобного нитрида бора (hBN) в кубический при высоких давлениях и температуре в присутствии катализаторов (инициаторов) превращения [3]. Как правило, метод спонтанной кристаллизации, используемый в промышленности, позволяет эффективно синтезировать порошки cBN от единиц до нескольких сотен микрометров. Синтез нано-, субмикро- и микропорошков cBN узких фракций сопряжен со значительным удорожанием процесса производства таких порошков, что обуславливает их высокую стоимость на рынке.

В то же время повышение уровня физико-механических и эксплуатационных характеристик лезвийного и абразивного инструмента связано с применением нано-, субмикро- и микропорошков cBN фракций зернистостью 0,1–10 мкм.

Поэтому разработка эффективных высокопроизводительных процессов получения дисперсных порошков cBN узкого фракционного состава, соответствующего нано- и субмикронному (микронному) диапазонам зернистости, является сегодня актуальной задачей.

Влияние механоактивации на трансформацию структуры и фазового состава hBN. Фракционный состав (зернистость) и свойства порошков cBN зависят от ряда технологических факторов, прежде всего давления, температуры и времени синтеза, вида катализатора, а также от дисперсности и структурного состояния исходного порошка hBN [4–6]. В [7–9] описано значительное влияние механической активации на структуру hBN, степень и параметры его последующего превращения в cBN.

Так, изучение процесса обработки порошка hBN в шаровой мельнице показало, что в этом случае наблюдается измельчение частиц hBN, сопровождающееся снижением размера областей когерентного рассеяния (ОКР) hBN от 120 нм для исходного до 100 нм для обработанного в течение 7,5 ч и до 63 нм – для обработанного в течение 15 ч порошка hBN. Также отмечается уменьшение параметров решетки и, как следствие, снижение объема элементарной ячейки в первом случае на 0,059 % и во втором – на 0,171 %. Сдвиг рефлексов при увеличении времени механической обработки в сторону больших углов и их уширение свидетельствуют о развитии дефектной структуры hBN. Фазовый состав порошка при этом не изменяется [9].

В [10] было показано, что механическая активация (МА) в планетарной мельнице в течение 10 мин приводит к значительному увеличению удельной поверхности порошка hBN с 2,4 до 85,5 м²/г. С ростом времени обработки происходит трансформация субструктуры исходных частиц hBN от кристаллической к нанокристаллической и аморфной. Дальнейшее измельчение в течение 4 ч позволяет получить частицы BN размером 35–300 нм.

По данным [11] основная фаза после МА порошка как в атриторе, так и планетарной мельнице – hBN. При этом обработка в мельнице приводит к значительному снижению интенсивности рефлекса от плоскости (002) фазы hBN, а также к смещению углового положения и уширению рефлекса (002) hBN, что обусловлено уменьшением размеров кристаллитов, формированием дефектной структуры и процессами разупорядочения (аморфизации) hBN. Более интенсивная активация в планетарной мельнице способствует формированию частиц с более мелким (в 10 раз) размером кристаллитов (4–10 нм), чем механоактивация в атриторе, при этом удельная поверхность активированного порошка BN увеличивается в 3–6 раз по сравнению с атриторной

обработкой. Порошок hBN после активации находится в агрегированном состоянии и представляет агрегаты размером 0,5–2,0 мкм, состоящие из отдельных частиц размером 50–200 нм [11].

В [12] показано, что в результате длительной (180 ч) механоактивации hBN в планетарной мельнице наблюдается образование продукта на основе нанокристаллического и аморфизированного hBN с турбоэпитаксиальной структурой с размером зерен нанокристаллов менее 3 нм. В полученном аморфном (a-BN) наряду с sp^2 -гибридизированными межатомными связями отмечается наличие связей sp^3 -типа, характерных для алмазоподобных структур.

В [13] установлено превращение hBN в процессе механической активации в планетарной мельнице в алмазоподобные фазы высокого давления (вюрцитный BN (wBN) и cBN). После 12-часовой обработки выход указанных фаз составил порядка 20 % и не изменился при дальнейшем увеличении длительности, что говорит об обратимом характере фазового превращения. Обратный переход фазы cBN в hBN с рекристаллизацией последнего в процессе механоактивации hBN наблюдался также в [10].

После химической обработки (очистки) активированного hBN с целью удаления намола железа и части аморфизированного hBN остается порошок светло-желтоватого цвета, характерного для cBN, в количестве 5–20 мас.% от массы исходного hBN. Данные рентгеноструктурного анализа, а также наличие у данного порошка абразивной способности могут свидетельствовать об образовании в структуре hBN зародышей плотных фаз нитрида бора – кубической и вюрцитной, которые являются центрами кристаллизации cBN при дальнейшей термобарической обработке [10, 11, 14]. При этом добавка 1–3 мас.% наноалмазов в качестве активатора способствует повышению содержания фазы cBN в механоактивированном hBN (пат. BY 8324 «Способ получения порошков кубического нитрида бора», авторы – П. А. Витязь, В. Т. Сеньюль, Л. М. Гамеза, А. А. Стефанович).

Термобарическая обработка механически активированного hBN. Известно, что МА hBN приводит к снижению параметров термобарической обработки при синтезе cBN. Так, при использовании в качестве исходного материала hBN, обработанного сначала в вибромельнице, а затем под давлением 7,7 ГПа, достигается снижение температуры синтеза cBN на 200 °С по сравнению с необработанным hBN [15]. Спекание механоактивированного порошка hBN без активирующих добавок в диапазоне давлений 6,0–7,7 ГПа и при температуре до 2200 °С позволяет сформировать наноструктурный поликристаллический сверхтвердый материал (ПСТМ) преимущественно на основе фазы cBN с размером зерен в пределах 0,4–1,1 мкм. В свою очередь зерна кубического нитрида бора характеризуются фрагментированной субструктурой с размером субзерен на уровне 25–50 нм [11].

Термобарическая обработка порошка hBN после МА без добавок при более низких параметрах (давление 3,5–5,5 ГПа и температура 1100–1350 °С), соответствующих условиям промышленного синтеза порошков cBN, приводит к образованию наноструктурного композиционного материала, фазовый состав которого представлен преимущественно гексагональной (графитоподобной) фазой BN с примесями кубического, ромбоэдрического, орторомбического и тетрагонального BN нестехиометричного состава. Рост температуры термобарической обработки выше 1350–1400 °С в указанном диапазоне давлений приводит к образованию графитоподобного нитрида бора hBN [16]. Таким образом, результаты экспериментальных работ по спеканию hBN после МА без активирующих добавок при высоких давлениях указывают на возможность синтеза фазы cBN при более низких температурах. Термобарическая обработка механоактивированного порошка hBN в условиях высоких давлений и температур приводит к образованию наноструктурного ПСТМ на основе cBN. При одновременном снижении давления и температуры формируется композиционный материал на основе hBN с невысоким содержанием cBN.

Стимулировать процесс образования cBN при более низких давлениях (4–5 ГПа) возможно за счет использования катализаторов (инициаторов) фазового превращения hBN → cBN [17]. Например, применение механоактивированного hBN при синтезе cBN в присутствии инициаторов повышает степень превращения hBN → cBN с 40 до 70 % (по массе) при получении относительно крупнозернистых (40–315 мкм) порошков cBN [14]. Повышение дисперсности порошков (нано- и субмикрочернистостей) требует увеличения параметров синтеза, что удорожает продукт. В то же время на практике сегодня стоит задача повышения выхода нано-, субмикрочернистостей cBN при более низких параметрах синтеза, прежде всего давления.

Поэтому *цель настоящей работы* – изучение процессов получения дисперсных порошков cBN из механоактивированного hBN в присутствии катализатора (инициатора) фазового превращения hBN → cBN в условиях высоких давлений и температур, соответствующих параметрам промышленного синтеза cBN.

Исходные материалы и методики исследований. В качестве исходного порошка использовали hBN производства ПАО «Запорожбразив» (Украина) с содержанием гексагональной фазы 97–98 % с размерами частиц от 5 до 100 мкм. Механическую активацию порошка hBN осуществляли в планетарной шаровой мельнице «Активатор-2S» (Россия) при скорости вращения барабана 1820 об/мин в течение 10 мин. Отношение масс размольных тел к массе обрабатываемого порошка (Мш/М) составило 10.

После МА порошок подвергли очистке от намола железа путем травления в 10%-ном водном растворе HCl с последующей промывкой в дистиллированной воде и сушкой. Частицы порошка hBN после МА имели размер в пределах 0,05–0,20 мкм, удельная площадь поверхности, установленная методом определения удельной поверхности (метод БЭТ), составила 27 м²/г.

Термобарическую обработку механоактивированных порошков hBN выполняли в аппарате высокого давления «наковальня с лункой» под давлением 2,5 и 5,5 ГПа при температурах от 1400 до 1950 °С в течение 15–60 с. В качестве среды, передающей давление, использовали контейнер из литографского камня, внутри которого располагался трубчатый графитовый нагреватель с исследуемым материалом.

Морфологию поверхности и излома спеченных образцов исследовали на атомно-силовом микроскопе (АСМ) NT-206 (ОДО «МикроТестМашины», Беларусь) в контактном режиме. Микроструктуру полученных алмазных материалов изучали на сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) высокого разрешения Mira фирмы Tescan (Чехия).

Рентгеновские исследования порошков выполнены на дифрактометре фирмы Bruker D8 ADVANCE в CuK_α-излучении в автоматическом режиме съемки. Фазовый анализ дифрактограмм произведен с применением базы рентгенографических стандартов ICDD PDF2. Структурные параметры рассчитаны согласно методу наименьших квадратов с проведением полнопрофильного анализа дифрактограмм в ПО TOPAS с использованием итерационной процедуры Паули (Pawley). Полуколичественный фазовый анализ (S-Q) проводился с использованием корундового числа RIR (Reference Intensity Ratio).

Экспериментальная часть. На рис. 1. представлена рентгенограмма порошка hBN после МА и химической обработки, на которой отмечено присутствие сильно разупорядоченной фазы hBN, а также «следов» плотных фаз BN – кубической (cBN) и вюрцитной (wBN). Наночастицы указанных фаз (hBN, wBN и cBN) могут служить зародышами кристаллов cBN в ходе дальнейшей термобарической обработки шихты (пат. ВУ 8324, [9–11, 18]).

Известно, что добавки алюминия используются в качестве инициатора прямого фазового превращения при синтезе поликристаллического cBN (а. с. СССР 603299 «Способ получения сверхтвердого материала», авторы – Н. Н. Сирота, М. М. Жук, А. А. Леусенко, [19]). Ранее было показано, что формирование Al пленки на поверхности порошка hBN (то есть модифицирование hBN алюминием) способствует повышению содержания дисперсного cBN и снижению технологических параметров фазового перехода hBN → cBN ([9], пат. ВУ 18274 «Способ синтеза поликристаллического сверхтвердого материала на основе кубического нитрида

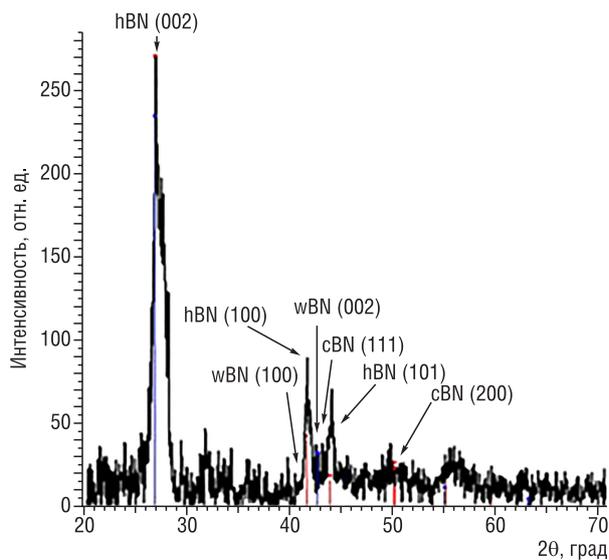


Рис. 1. Рентгенограмма hBN после механической активации

Fig. 1. hBN X-ray diffraction pattern after mechanical activation

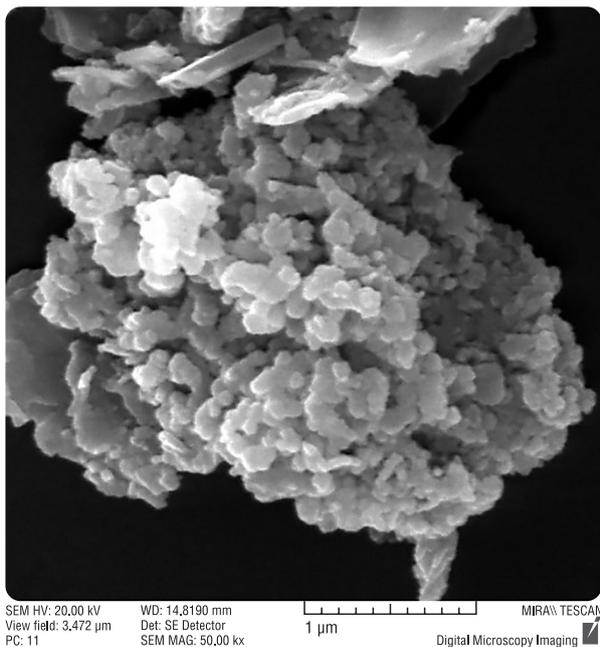


Рис. 2. Механоактивированный порошок hBN с покрытием на основе Al

Fig. 2. Mechanically activated hBN powder with Al based coating

и AlN (рис. 3). Указанные соединения, наряду с алюминием, также инициируют процесс фазового превращения графитоподобного нитрида бора в кубический (а. с. СССР 595255 «Способ получения блоков высокопрочного материала», авторы – Н. Н. Сирота, М. М. Жук).

Анализ тонкой структуры полученных образцов показал, что размер ОКР фазы cBN составляет 20 нм, параметр решетки a увеличен и равен 0,3679 нм, что может быть связано с образованием твердых растворов Al в cBN [19]. Содержание фазы cBN в полученном материале составляет порядка 10–15 %.

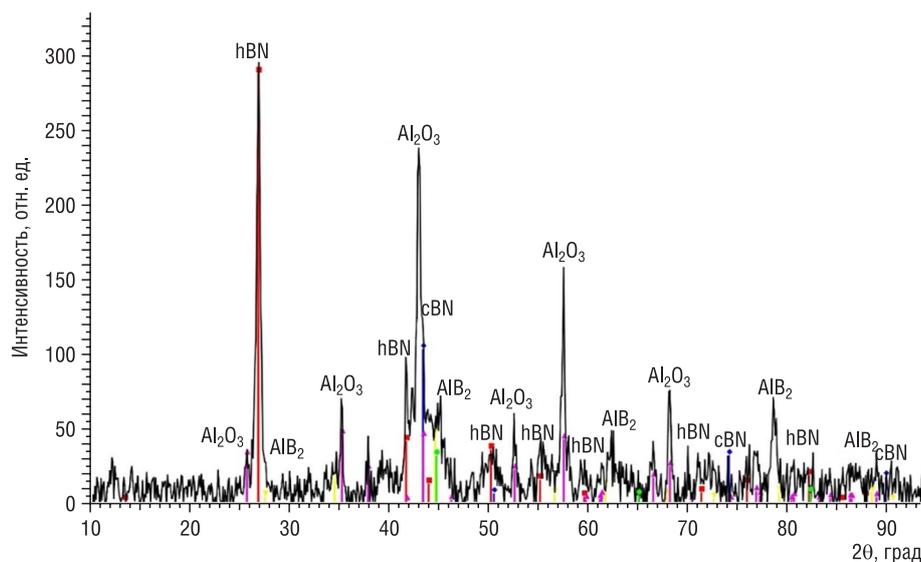


Рис. 3. Рентгенограмма спека после термобарической обработки при давлении 2,5 ГПа и температуре 1550 °С, время синтеза 15 с. Добавка – 10 мас.% Al

Fig. 3. X-ray pattern of the sinter after thermobaric treatment at the pressure of 2.5 GPa and the temperature of 1550 °C, synthesis time was 15 s. Additive – 10 wt.% Al

бора», авторы – В. Т. Сенють, В. М. Кучинский, И. В. Валькович). В данной работе инициатор превращения Al в количестве 10 и 40 мас.% наносили непосредственно на механоактивированный порошок hBN методом химико-термического осаждения [9].

На рис. 2 показан механоактивированный порошок hBN (hBN_{MA}) после модифицирования Al в количестве 10 мас.%. Порошок состоит из отдельных частиц нитрида бора порядка 100–150 нм округлой и полиэдрической формы, собранных в агломераты микронных размеров. На поверхности агломератов порошка в результате модифицирования сформирована алюминиевая пленка островкового типа (светлые области на поверхности BN агломератов).

Синтез в системе hBN_{MA} – 10 % Al. Рентгеноструктурный анализ спеков на основе hBN с добавкой 10 мас.% Al, полученных при давлении 2,5 ГПа в температурном диапазоне 1400–1550 °С в течение 15–30 с, показал наличие в них фаз нитрида бора – hBN и cBN, а также соединений алюминия – α -Al₂O₃, AlB₂

Для фазы hBN размер ОКР составляет 30 нм, параметры решетки: $a = 0,2498$ нм, $b = 0,2504$ нм, $c = 0,6651$ нм, что практически совпадает с табличными значениями из используемой базы рентгенографических стандартов ICDD PDF2. Размеры ОКР корунда $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ и борида алюминия AlB_2 равны 280 и 35 нм соответственно. Образование корунда $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ в материале может быть связано с наличием кислорода (кислородсодержащих соединений), адсорбированных поверхностью исходных порошков hBN и алюминия.

Рентгеноструктурный анализ образцов с добавкой 10 % Al, полученных при давлении синтеза 5,5 ГПа в температурном интервале 1550–1750 °C и выдержке в течение 15–30 с (рис. 4), показал наличие в них в основном фазы cBN с содержанием (до 10 %) hBN.

На основании анализа тонкой структуры установлено, что размер ОКР фазы cBN равен 40 нм, параметр решетки $a = 0,3617$ нм. Для фазы hBN размер ОКР составляет порядка 50 нм. Содержание фазы cBN в полученном материале оценивается на уровне 90 %.

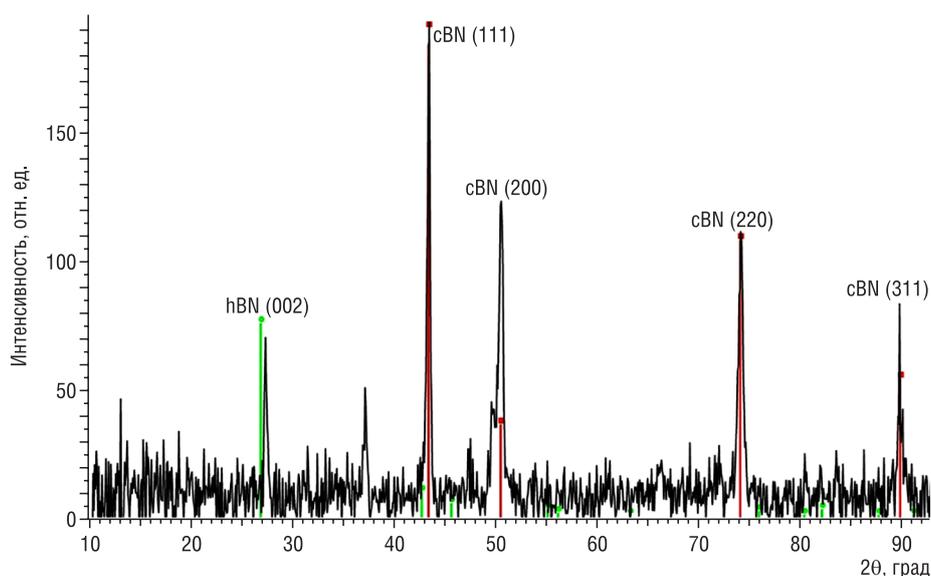


Рис. 4. Рентгенограмма спека после термобарической обработки при давлении 5,5 ГПа и температуре 1750 °C, время синтеза 15 с. Добавка – 10 мас.% Al

Fig. 4. X-ray pattern of the sinter after thermobaric treatment at the pressure of 5.5 GPa and the temperature of 1750 °C, synthesis time was 15 s. Additive – 10 wt.% Al

На рис. 5 представлена структура образцов материала, полученных с добавкой 10 % Al при давлениях 2,5 и 5,5 ГПа и температурах 1550 и 1750 °C соответственно. Размер зерен cBN, оцененный методами АСМ и СЭМ, находится в диапазоне 200–500 нм и 40–120 нм для спеков, синтезированных при давлении 2,5 и 5,5 ГПа соответственно. Крупных частиц hBN микронных размеров с характерной слоистой структурой в образцах при данных режимах синтеза выявлено не было.

Сохранение высокодисперсных зерен cBN может быть обусловлено структурными и технологическими факторами. Во-первых, в процессе синтеза происходит образование наноструктурных тугоплавких соединений $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ и AlB_2 , наличие которых по границам зерен cBN препятствует их росту. Во-вторых, технологические режимы (высокое давление и небольшое время синтеза) также стабилизируют размеры зерен cBN.

Синтез в системе hBN_{МА} – 40 % Al. В результате фазового анализа спеков, синтезированных в указанной системе при давлении 2,5 ГПа в температурном диапазоне 1400–1550 °C, установлено присутствие в них $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, AlB_2 , AlN, а также hBN и cBN. Содержание фазы cBN, как и для спеков с 10 % Al, полученных при данных параметрах термобарической обработки, не превышает 15 %. Таким образом, при давлении синтеза 2,5 ГПа увеличение количества добавки Al не ведет к росту количества центров кристаллизации cBN.

На рис. 6 представлена микроструктура спеков, полученных в системе hBN_{МА} – 40 % Al при давлении 2,5 ГПа и температуре 1550 °C.

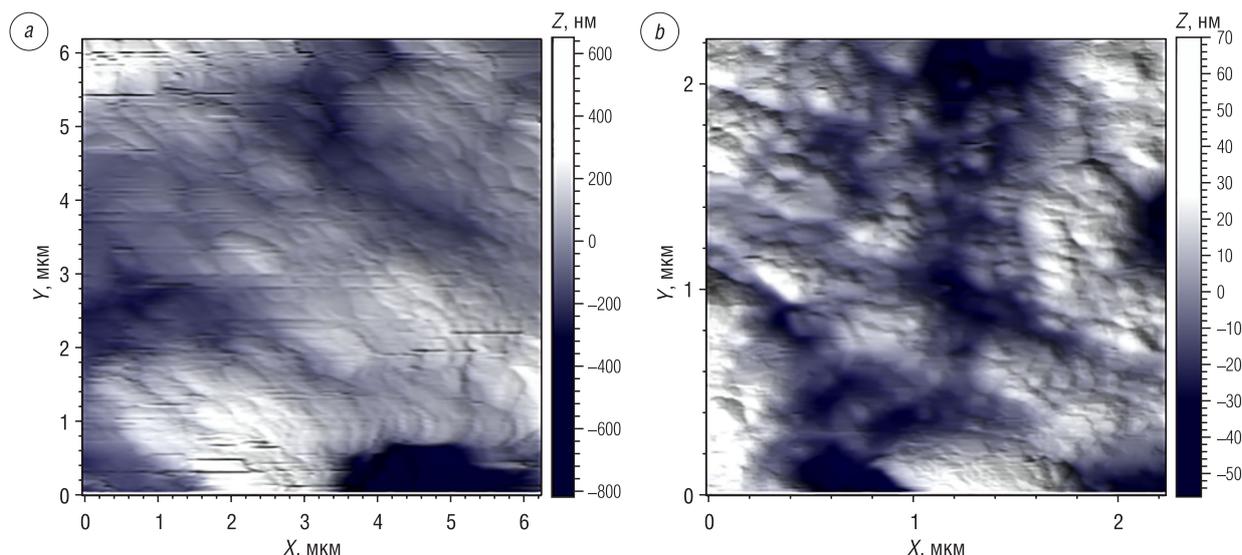


Рис. 5. Структура излома спеков, полученных в системе $\text{hBN}_{\text{МА}} - 10\% \text{ Al}$, после синтеза в течение 30 с: *a* – при давлении 2,5 ГПа, температуре 1550 °С; *b* – при давлении 5,5 ГПа, температуре 1750 °С

Fig. 5. Fracture structure of sinters obtained in the $\text{hBN}_{\text{МА}} - 10\% \text{ Al}$ system after synthesis for 30 s: *a* – at pressure 2.5 GPa, temperature 1550 °C; *b* – at pressure 5.5 GPa, temperature 1750 °C

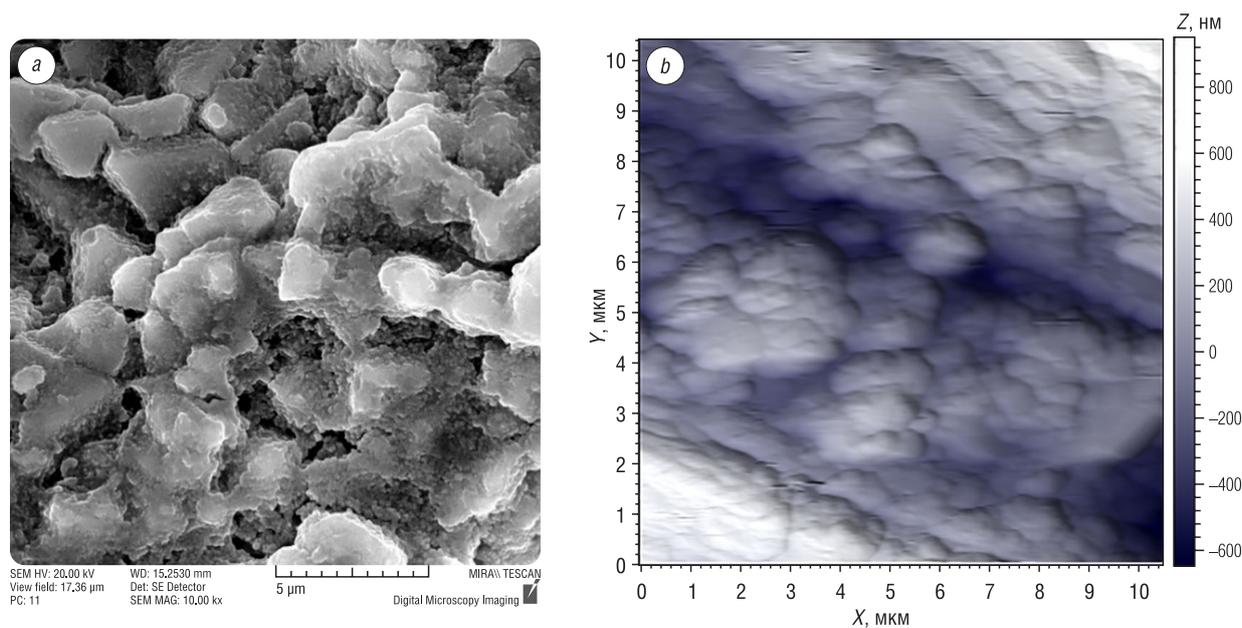


Рис. 6. Микроструктура спека после термобарической обработки при давлении 2,5 ГПа, температуре 1550 °С, времени синтеза 30 с: *a* – излом поверхности спека, съемка СЭМ; *b* – микроструктура агломератов, съемка АСМ

Fig. 6. Sinter microstructure after thermobaric treatment at the pressure of 2.5 GPa, the temperature of 1550 °C, synthesis time was 30 s: *a* – fracture of the sinter surface, SEM; *b* – microstructure of agglomerates, AFM

В частности, материал, полученный в течение 30 с, состоит из отдельных частиц hBN , cBN и соединений BN и Al размером до 0,5 мкм и рыхлых агломератов до 5 мкм на их основе (см. рис. 6, *a*). Анализ, проведенный методом АСМ, подтвердил наличие областей из частиц cBN размером 0,2–0,8 мкм в агломератах (см. рис. 6, *b*).

Иная структура наблюдается у спеков, полученных термобарической обработкой при давлении 5,5 ГПа, температурах 1800–1950 °С в течение 60 с. Как показал анализ, выполненный методом СЭМ, в спеках (рис. 7, *a, b*) наблюдаются частицы двух типов: наряду с крупными поликристаллическими зёрнами cBN размером 10–50 мкм (рис. 7, *a*) имеются области с кристаллами cBN кубического габитуса размером 1–4 мкм (рис. 7, *b*). Съемка АСМ подтвердила наличие в спеках

как поли- и монокристаллов cBN субмикронных размеров 400–800 нм, так и частиц размером до 5 мкм (рис. 7, *c, d*). Высокое содержание нано- и субмикронных зерен cBN в спеках обусловлено, наряду с добавкой алюминия, образованием в ходе МА наночастиц hBN, wBN и cBN. На возможность рекристаллизационного роста cBN, модифицированного Al, и образования на его основе микронных частиц cBN в процессе термобарической обработки указано в [16, 17].

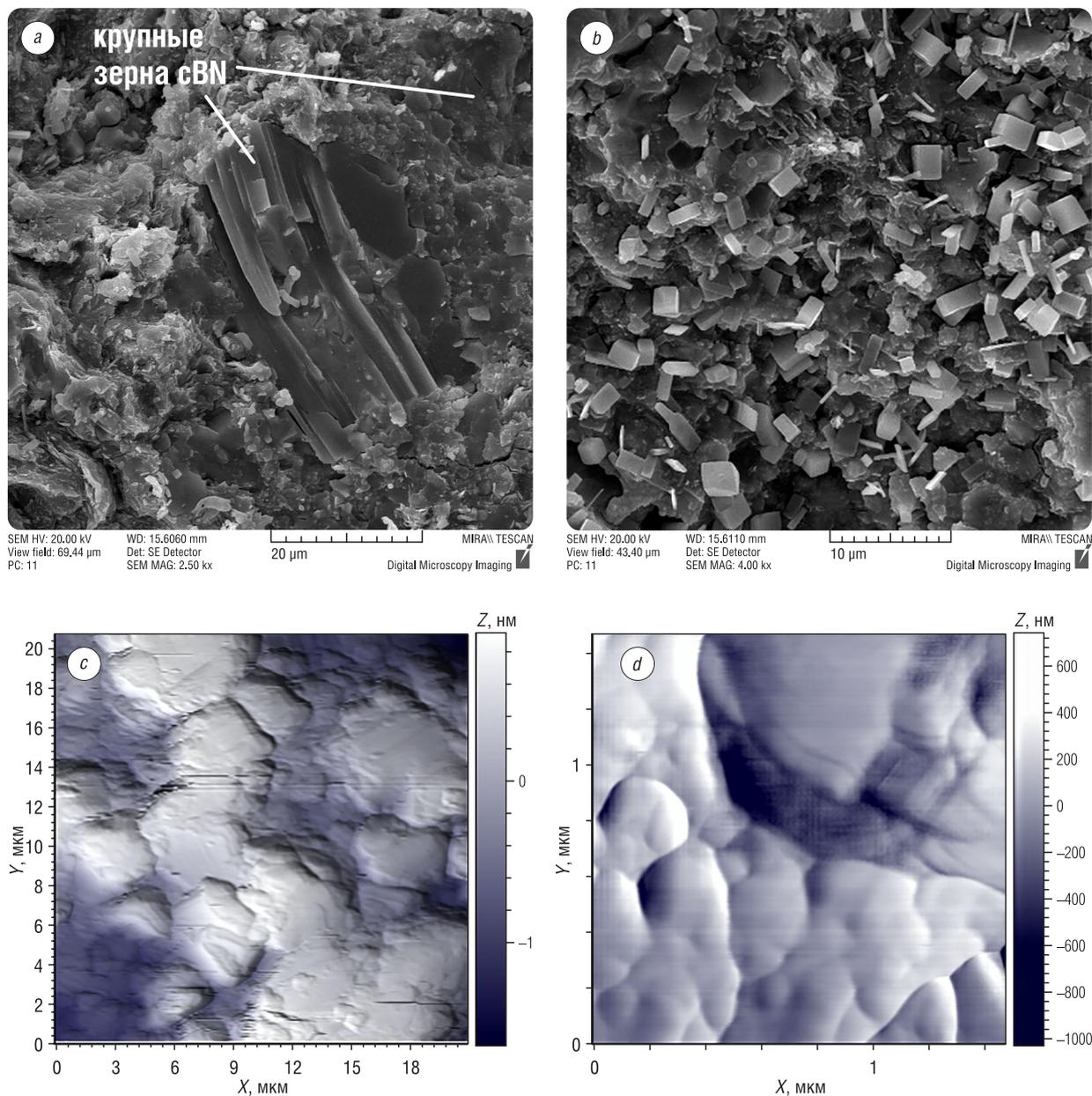


Рис. 7. Структура спека после термобарической обработки при давлении 5,5 ГПа, время синтеза 60 с: *a* – общий вид излома спека с крупными поликристаллическими частицами cBN; *b* – кристаллы cBN размером 1–4 мкм, съемка СЭМ; *c* – излом спека с кристаллами (поликристаллами) cBN; *d* – структура cBN кристаллов (поликристаллов), съемка АСМ

Fig. 7. Sinter structure after thermobaric treatment at the pressure of 5.5 GPa, synthesis time was 60 s: *a* – general view of a sinter fracture with large polycrystalline cBN particles; *b* – cBN crystals 1–4 μm in size, SEM; *c* – a sinter fracture with cBN crystals (polycrystals); *d* – structure of cBN crystals (polycrystals), AFM

По данным рентгеноструктурного анализа (рис. 8) основными фазами в синтезированных при давлении 5,5 ГПа и температурах 1800–1950 °C образцах являются cBN (до 70 %), корунд $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (до 20 %), алюминий Al и фаза $\text{B}_{50}\text{N}_{1,87}$ – остальное.

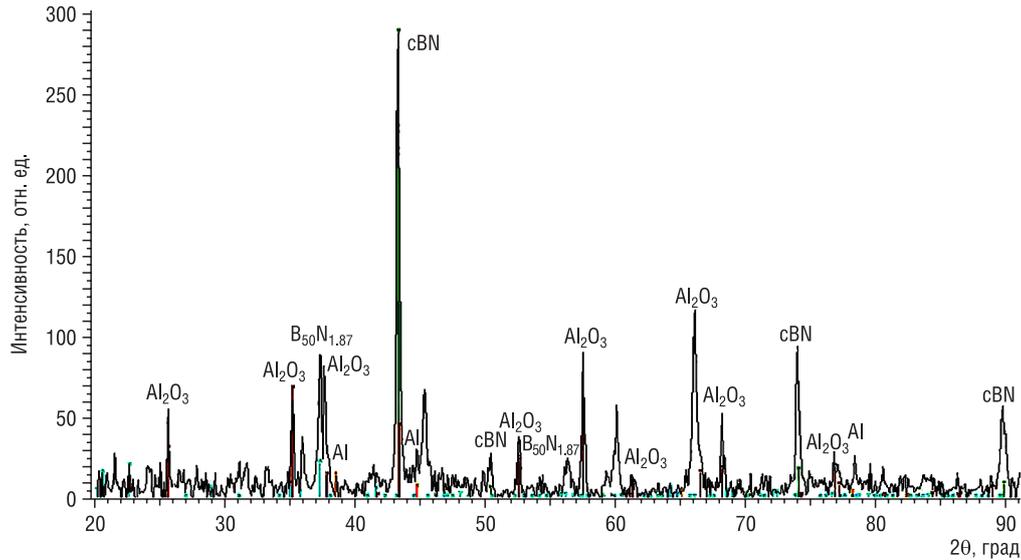


Рис. 8. Рентгенограмма спека, полученного в системе $hBN_{MA} - 40\% Al$, после термобарической обработки при давлении 5,5 ГПа, температуре 1950 °С, времени синтеза 60 с

Fig. 8. X-ray pattern of the sinter obtained in the $hBN_{MA} - 40\% Al$ system after thermobaric treatment at the pressure of 5.5 GPa, the temperature of 1950 °C, synthesis time was 60 s

Спеки, полученные при давлении 5,5 ГПа, температуре 1850 °С и времени 60 с, подвергали механическому размолу и химической очистке.

На рис. 9 и 10 представлены гистограммы распределения полученного в системе $hBN_{MA} - 40\% Al$ порошка cBN по классам в диапазонах менее 5 мкм и от 5 до 50 мкм (рис. 9), а также в диапазоне от 0,1 до 1 мкм (рис. 10).

Из рис. 9 следует, что максимум распределения по количеству приходится на зерна cBN размером до 5 мкм, что составляет порядка 70 % от общего количества зерен cBN в диапазоне до 50 мкм. Максимум распределения по количеству в диапазоне размеров от 0,1 до 1 мкм (см. рис. 10) приходится на зерна размером 0,5–0,7 мкм (50 %), а зерна cBN размером 0,8–1,0 мкм составляют ~ 30 %. Выход зерен cBN размером 0,1–0,4 мкм равен ~ 20 %.

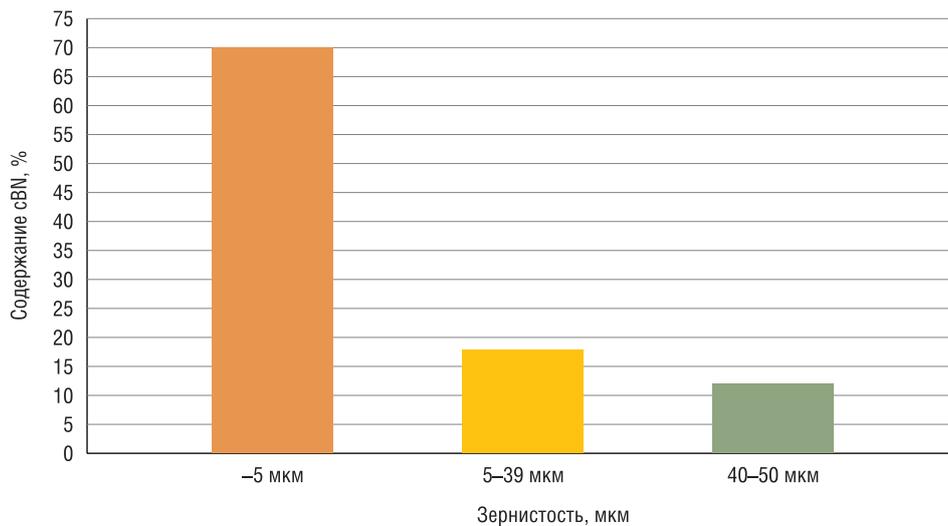


Рис. 9. Распределение синтезированного в системе $hBN_{MA} - 40\% Al$ при давлении 5,5 ГПа и температуре 1850 °С порошка cBN по классам в диапазонах менее 5 мкм и от 10 до 50 мкм

Fig. 9. Distribution of cBN powder synthesized in the $hBN_{MA} - 40\% Al$ system at the pressure of 5.5 GPa and the temperature of 1850 °C by classes in the ranges of less than 5 μm and from 10 to 50 μm

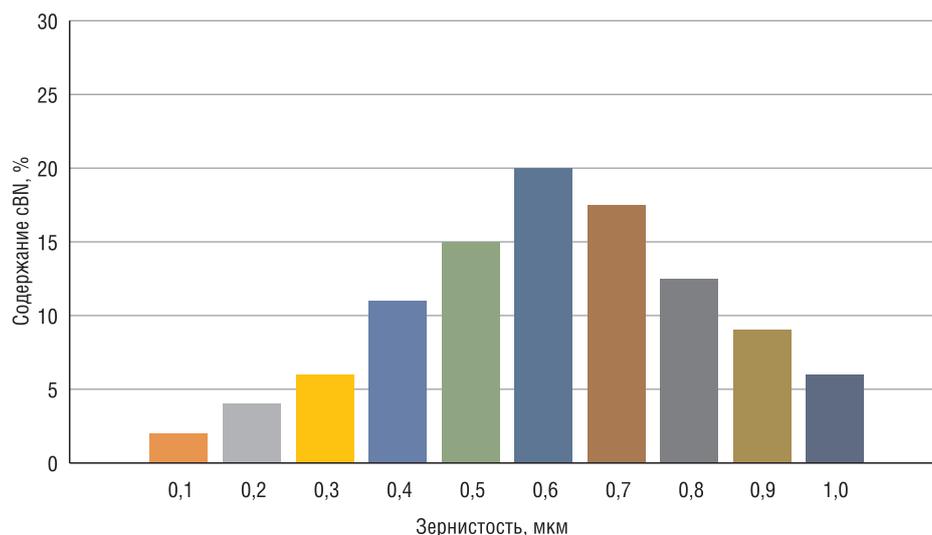


Рис. 10. Распределение синтезированного в системе $hBN_{МА} - 40\% Al$ при давлении 5,5 ГПа и температуре 1850 °С порошка cBN по классам в диапазоне от 0,1 до 1 мкм

Fig. 10. Distribution of cBN powder synthesized in the $hBN_{МА} - 40\% Al$ system at the pressure of 5.5 GPa and the temperature of 1850 °C by classes in the range from 0.1 to 1 μm

Выводы

1. Механоактивация порошка hBN приводит к образованию зародышей плотных фаз нитрида бора – кубической и вюрцитной, которые являются центрами кристаллизации, стимулирующими процесс формирования кристаллов cBN в ходе последующей термобарической обработки.
2. Использование графитоподобного VN после МА и дополнительного модифицирования Al, являющегося инициатором процесса синтеза cBN, способствует развитию фазового превращения $hBN \rightarrow cBN$ в условиях высоких давлений 2,5–5,5 ГПа и температур 1400–1950 °С. Содержание nano- и субмикрочастиц cBN в спеках, синтезированных с добавкой 10 мас.% Al, составляет от 10–15 % для давления синтеза 2,5 ГПа и до 90 % – для давления 5,5 ГПа.
3. Применение механоактивированных порошков hBN, модифицированных добавкой Al в количестве 40 мас.%, приводит к формированию в условиях высоких давлений (5,5 ГПа) и температур (1800–1950 °С) преимущественно микропорошков cBN зернистостью менее 5 мкм.
4. Образование относительно крупных (свыше 10 мкм) поликристаллических частиц cBN происходит за счет рекристаллизации высокодисперсных (nano- и субмикронных) зерен cBN в процессе активированного спекания в присутствии Al и его соединений при высоких температурах и более длительной изотермической выдержке.

Список использованных источников

1. Инструменты из сверхтвердых материалов / Г.П. Богатырева [и др.]; под ред. Н.В. Новикова, С.А. Клименко. – М.: Машиностроение, 2014. – 608 с.
2. Синтез, спекание и свойства кубического нитрида бора / А.А. Шульженко [и др.]. – Киев: Наук. думка, 1993. – 255 с.
3. Сверхтвердые материалы. Получение и применение: в 6 т. / под общ. ред. Н.В. Новикова. – Киев: Ин-т сверхтв. материалов им. В.Н. Бакуля, ИПЦ «АЛКОН» Нац. акад. наук Украины, 2003. – Т. 1: Синтез алмазов и подобных материалов / под ред. А.А. Шульженко. – 320 с.
4. Получение, свойства и применение порошков алмаза и кубического нитрида бора / В.Б. Шипило [и др.]; под ред. П.А. Витязя. – Минск: Беларус. навука, 2003. – 335 с.
5. Шипило, В.Б. Кинетические особенности процесса кристаллизации сфалеритного нитрида бора в системе $BN-Li_3N (H, N)$ / В.Б. Шипило, Л.М. Гамеза, А.И. Лукомский // Сверхтвердые материалы. – 1995. – №5. – С. 16–21.
6. Исследование влияния механической активации гексагонального нитрида бора на фазовое превращение в кубическую модификацию / А.Н. Соколов [и др.] // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника, технология его изготовления и применения. – Киев: Ин-т сверхтв. материалов им. В.Н. Бакуля, 2005. – Вып. 8. – С. 149–154.

7. Механохимия гексагонального нитрида бора. 1. Разрушение и аморфизация при механической обработке / А. Н. Стрелецкий [и др.] // Коллоид. журн. – 2010. – Т. 72, № 4. – С. 532–541.
8. Synthesis of Cubic Boron Nitride Using Ball Milling Hexagonal Boron Nitride / Du Yong-Hui [et al.] // J. Synthetic Crystals. – 2016. – Vol. 45, № 10. – P. 2441–2445. <https://doi.org/10.16553/j.cnki.issn1000-985x.2016.10.016>
9. Витязь, П. А. Синтез и применение наноструктурных сверхтвердых материалов инструментального назначения / П. А. Витязь, В. Т. Сенють // Вес. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2015. – № 3. – С. 60–76.
10. Структурные и фазовые превращения в нитриде бора при атриторной обработке / В. Т. Сенють [и др.] // Химия в интересах устойчивого развития. – 2009. – Т. 17, № 6. – С. 647–652.
11. Исследование структурных особенностей нитрида бора после механоактивации в атриторе и планетарной мельнице с последующим спеканием в условиях высоких давлений и температур / В. Т. Сенють [и др.] // Химия в интересах устойчивого развития. – 2016. – Т. 24, № 2. – С. 169–175. <https://doi.org/10.15372/KhUR20160208>
12. Huang, J. Y. HRTEM and EELS Studies on the Amorphization of Hexagonal Boron Nitride Induced by Ball Milling / J. Y. Huang, H. Yasuda, H. Mori // J. Am. Ceram. Soc. – 2000. – Vol. 83, № 2. – P. 403–409. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.2000.tb01204.x>
13. Обратимое фазовое превращение в нитриде бора при импульсном механическом воздействии / С. С. Бацанов [и др.] // Неорганические материалы. – 2008. – Т. 44, № 11. – С. 1332–1334.
14. Влияние интенсивности механической активации на структуру гексагонального нитрида бора / А. А. Шульженко [и др.] // Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника, технология его изготовления и применения. – Киев: Ин-т сверхтв. материалов им. В. Н. Бакуля, 2011. – Вып. 14. – С. 370–376.
15. Facilitated synthesis of cubic boron nitride by a mechanochemical effect / S. Horiuchi [et al.] // Phil. Mag. A. – 1998. – Vol. 78, № 5. – P. 1065–1072.
16. Effect of mechanical activation and high pressure high temperature treatment on the synthesis of the material based on nanostructured boron nitride / V. T. Senyut [et al.] // Механика машин, механизмов и материалов. – 2019. – № 3 (48). – С. 69–76.
17. Голубев, А. С. Нитрид бора: структура, свойства, получение / А. С. Голубев, А. В. Курдюмов, А. Н. Пилянкевич. – Киев: Наук. думка, 1987. – 200 с.
18. Bogdanov, S. P. Role of the Particle Size of Graphite-Like Boron Nitride in Nucleation of Cubic Boron Nitride / S. P. Bogdanov // Glass Phys. Chem. – 2008. – Vol. 34, № 2. – P. 213–217. <https://doi.org/10.1134/s1087659608020168>
19. Легирование кубического нитрида бора алюминием / А. К. Бутыленко [и др.] // Письма в ЖТФ. – 1977. – Т. 3, вып. 20. – С. 1094–1095.

References

1. Bogatyreva G. P., Burykin V. V., Gargin V. V., Gurvich R. A., Devin L. N., Dub S. N. et al.; Novikov N. V., Klimenko S. A. (eds.) *Superhard Material Tools*. Moscow, Mashinostroenie Publ., 2014. 608 p. (in Russian).
2. Shulzhenko A. A., Bozhko S. A., Sokolov A. N., Petruscha I. A. *Synthesis, Sintering and Properties of Cubic Boron Nitride*. Kiev, Naukova dumka Publ., 1993. 255 p. (in Russian).
3. Shulzhenko A. A. (ed.) *Superhard Materials. Obtaining and Application. Volume 1: Synthesis of Diamonds and Similar Materials*. Kiev, V. Bakul Institute for Superhard Materials, IPC “ALKON” of the National Academy of Sciences of Ukraine, 2003. 320 p. (in Russian).
4. Shipilo V. B., Zvonarev E. V., Kuzey A. M., Starovoitov A. S., Zaitsev V. A., Gorchach A. G.; Vityaz P. A. (ed.) *Obtaining, Properties and Application of Powders of Diamond and Cubic Boron Nitride*. Minsk, Belorusskaya nauka Publ., 2003. 335 p. (in Russian).
5. Shipilo V. B., Gameza L. M., Lukomsky A. I. Kinetic features of the process of crystallization of sphalerite boron nitride in the BN-Li₃N (H, N) system. *Sverkhverdnye materialy* [Superhard Materials], 1995, no. 5, pp. 16–21 (in Russian).
6. Sokolov A. N., Shulzhenko A. A., Tkach V. N., Budyak A. A. Investigation of the effect of mechanical activation of hexagonal boron nitride on the phase transformation into cubic modification. *Porodorazrushayushchii i metalloobrabatyvayushchii instrument – tekhnika, tekhnologiya ego izgotovleniya i primeneniya* [Rock-Cutting and Metal-Working Tools – Equipment, Technology for its Manufacture and Use]. Kiev, V. Bakul Institute for Superhard Materials, 2005, iss. 8, pp. 149–154 (in Russian).
7. Streletsky A. N., Permenov D. G., Streletsky K. A., Bokhonov B. B., Leonov A. V. Mechanochemistry of a hexagonal boron nitride. 1. Destruction and amorphization during mechanical treatment. *Colloid Journal*, 2010, vol. 72, no. 4, pp. 544–552. <https://doi.org/10.1134/s1061933x10040162>
8. Du Yong-Hui, Zhang Bo-Bo, Wang Shao-Wei, Zhang Tie-Chen. Synthesis of Cubic Boron Nitride Using Ball Milling Hexagonal Boron Nitride. *Journal of Synthetic Crystals*, 2016, vol. 45, no. 10, pp. 2441–2445. <https://doi.org/10.16553/j.cnki.issn1000-985x.2016.10.016>
9. Vityaz P. A., Senyut V. T. Synthesis and application of nanostructural superhard materials of tool appointment. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2015, no. 3, pp. 60–76 (in Russian).
10. Senyut V. T., Kovaleva S. A., Mosunov E. I., Stefanovich A. A. Structural and phase transformations in boron nitride during attritor treatment. *Khimiya v interesakh ustoichivogo razvitiya* [Chemistry for Sustainable Development], 2009, vol. 17, no. 6, pp. 647–652 (in Russian).
11. Senyut V. T., Kovaleva S. A., Gamzeleva T. V., Grigorieva T. F. Investigation of the structural features of boron nitride after mechanical activation in attritor and planetary mill followed by agglomeration at high pressure and temperature. *Khimiya v interesakh ustoichivogo razvitiya* [Chemistry for Sustainable Development], 2016, vol. 24, no. 2, pp. 169–175. (in Russian). <https://doi.org/10.15372/KhUR20160208>

12. Huang J. Y., Yasuda H., Mori H. HRTEM and EELS Studies on the Amorphization of Hexagonal Boron Nitride Induced by Ball Milling. *Journal of the American Ceramic Society*, 2000, vol. 83, no. 2, pp. 403–409. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.2000.tb01204.x>
13. Batsanov S. S., Gavrilkin S. M., Bezduganov S. V., Romanov P.N. Reversible phase transformation in boron nitride upon pulsed mechanical action. *Inorganic Materials*, 2008, vol. 44, no. 11, pp. 1199–1201. <https://doi.org/10.1134/s0020168508110101>
14. Shulzhenko A. A., Borimsky I. A., Borimsky A. I., Sokolov A. N., Belyavina N. N., Timofeeva I. I., Bykov A. I., Tkach V.N. Effect of the intensity of mechanical activation on the structure of the hexagonal boron nitride. *Porodorazrushayushchii i metalloobrabatyvayushchii instrument – tekhnika, tekhnologiya ego izgotovleniya i primeneniya* [Rock-Cutting and Metal-Working Tools – Equipment, Technology for its Manufacture and Use]. Kiev, V. Bakul Institute for Superhard Materials, 2011, iss. 14, pp. 370–376 (in Russian).
15. Horiuchi S., Huang J. Y., He L. L., Mao J. F., Taniguchi T. Facilitated synthesis of cubic boron nitride by a mechanochemical effect. *Philosophical Magazine A*, 1998, vol. 78, no. 5, pp. 1065–1072.
16. Senyut V. T., Kovaleva S. A., Valkovich I. V., Zhornik V. I., Li Wensheng, Cheng Bo, He Dongqing, Zhai Haimin. Effect of mechanical activation and high pressure high temperature treatment on the synthesis of the material based on nanostructured boron nitride. *Mekhanika mashin, mekhanizmov i materialov = Mechanics of Machines, Mechanisms and Materials*, 2019, no. 3 (48), pp. 69–76.
17. Golubev A. S., Kurdyumov A. V., Pilyankevich A. N. *Boron Nitride: Structure, Properties, Obtaining*. Kiev, Naukova dumka Publ., 1987. 200 p. (in Russian).
18. Bogdanov S. P. Role of the Particle Size of Graphite-Like Boron Nitride in Nucleation of Cubic Boron Nitride. *Glass Physics and Chemistry*, 2008, vol. 34, no. 2, pp. 213–217. <https://doi.org/10.1134/s1087659608020168>
19. Butylenko A. K., Bartnitskaya T. S., Lugovskaya E. S., Timofeeva I. I. Doping of cubic boron nitride by aluminum. *Pis'ma v Zhurnal tekhnicheskoi fiziki = Technical Physics Letters*, 1977, vol. 20, no. 3, pp. 1094–1095 (in Russian).

Информация об авторе

Сенют 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 the National Academy of Sciences of Belarus. (12, Akademicheskaya Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: vsenyut@tut.by

Л. Н. Дьячкова

Институт порошковой металлургии имени академика О. В. Романа, Минск, Республика Беларусь

ЗАКОНОМЕРНОСТИ УПРОЧНЕНИЯ ПСЕВДОСПЛАВОВ СТАЛЬ – МЕДНЫЙ СПЛАВ, ПОЛУЧАЕМЫХ ИНФИЛЬТРАЦИЕЙ, ПРИ ГОРЯЧЕЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

Аннотация. Исследовано влияние режимов пластической деформации получаемых инфильтрацией псевдосплавов сталь – медный сплав на их структуру, механические свойства и анизотропию свойств. Установлено, что горячая штамповка псевдосплавов при температурах 700–950 °С обеспечивает повышение прочности в 1,5–3 раза, ударной вязкости – в 1,5–2,5 раза, пластичности – на 1,5–2 %, а при 1100–1150 °С (выше температуры плавления меди) – приводит к растрескиванию материала. Показано, что свойства псевдосплавов на основе стали, легированной хромом, ниже, чем на основе стали, легированной никелем, что связано с образованием оксидов хрома вследствие его повышенного сродства к кислороду. Установлено образование макротекстуры в псевдосплавах после горячей штамповки, что приводит к вторичной анизотропии свойств, уровень которой определяется степенью деформации и температурой и не превышает 15–20 %. Построена деформационная кривая псевдосплава при горячей штамповке, выявившая оптимальную температуру (700–900 °С) и предельную степень деформации (65 %) в зависимости от состава псевдосплава. При повышении степени деформации происходит образование микротрещин на границе железной и медной фаз, что в свою очередь приводит к снижению прочности, пластичности, а также в 1,5–2 раза ударной вязкости псевдосплавов с содержанием медной фазы 15 % и разрушению псевдосплавов с содержанием медной фазы 25 %, в которых протяженность межфазных железомедных границ значительно больше. Достиженные механические свойства горячештампованных псевдосплавов сталь – медный сплав позволяют использовать их для деталей тяжело нагруженных узлов трения, а также деталей конструкционного назначения.

Ключевые слова: псевдосплав на основе железа, инфильтрация, горячая деформация, структура, свойства, анизотропия

Для цитирования: Дьячкова, Л. Н. Закономерности упрочнения псевдосплавов сталь – медный сплав, получаемых инфильтрацией, при горячей пластической деформации / Л. Н. Дьячкова // Вес. Нац. акад. наук Беларуси. Сер. физ.-техн. наук. – 2022. – Т. 67, № 2. – С. 156–166. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-156-166>

Larisa N. Dyachkova

O. V. Roman Powder Metallurgy Institute, Minsk, Republic of Belarus

PECULIARITIES OF HARDENING OF STEEL – COPPER ALLOY PSEUDO-ALLOYS OBTAINED BY INFILTRATION DURING HOT PLASTIC DEFORMATION

Abstract. The influence of the regimes of plastic deformation of steel – copper alloy pseudo-alloys obtained by infiltration on their structure, mechanical properties and anisotropy of properties is investigated. It has been established that hot forging of pseudo-alloys at a temperature of 700–950 °C provides an increase in strength by 1.5–3 times, impact strength by 1.5–2.5 times, plasticity by 1.5–2 %, and at 1100–1150 °C (above the melting point of copper) – leads to cracking of the material. It is shown that the properties of pseudo-alloys based on steel alloyed with chromium are lower than those based on steel alloyed with nickel, which is associated with the formation of chromium oxides due to its increased affinity for oxygen. The formation of macro-texture in pseudo-alloys after hot stamping has been established, which leads to secondary anisotropy of properties, the level of which is determined by the degree of deformation and temperature, but does not exceed 15–20 %. The deformation curve of the pseudo-alloy during hot forging was constructed, which revealed the optimum temperature (700–900 °C) and the limiting degree of deformation (65 %) depending on the composition of the pseudo-alloy. With an increase in the degree of deformation, microcracks form at the interface between the iron and copper phases, which in turn leads to a decrease in strength, ductility, as well as a 1.5–2-fold decrease in the impact strength of pseudo-alloys with a copper phase content of 15 % and destruction of pseudo-alloys with a 25 % copper content phases, in which the length of interphase iron-copper boundaries is much greater. The achieved mechanical properties of hot-forged steel-copper alloy pseudo-alloys make it possible to use them for parts of heavily loaded friction units, as well as parts for structural purposes.

Keywords: iron based pseudo-alloy, infiltration, hot deformation, structure, properties

For citation: Dyachkova L. N. Peculiarities of hardening of steel – copper alloy pseudo-alloys obtained by infiltration during hot plastic deformation. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2022, vol. 67, no. 2, pp. 156–166 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-156-166>

Введение. Существенное снижение надежности и долговечности механизмов в грузовых машинах, различного вида насосах станочного оборудования и дорожных машин, прокатных станах, печах для отжига силикатных изделий, строительной и горнодобывающей технике связано с износом узлов трения [1, 2]. Это вызывает потребность в узлах трения, работающих в тяжелых условиях (при высоких удельных нагрузках, в широком температурном диапазоне, в агрессивной среде). Вследствие высоких нагрузок при тяжелом режиме эксплуатации смазочный слой теряет сплошность, коэффициент трения повышается, соответственно растет температура в зоне трения [3]. В связи с этим особое значение для работоспособности тяжело нагруженного узла трения имеют не только удовлетворительные триботехнические характеристики, но и высокая прочность, теплопроводность, коррозионная и жаростойкость антифрикционных материалов. Анализ достижений современного трибоматериаловедения позволяет сделать вывод о том, что антифрикционные материалы нового поколения для тяжело нагруженных режимов работы должны иметь гетерогенную структуру и, согласно основному принципу конструирования антифрикционных материалов, состоять из компонентов, существенно различающихся по твердости [4, 5]. Такому строению в большей степени отвечают псевдосплавы, представляющие собой материалы, которые состоят из компонентов, слабо или не взаимодействующих между собой, чьи физические и механические свойства могут различаться на несколько порядков [6]. Перспективным процессом получения высокоплотных псевдосплавов системы железо–медь является инфильтрация медью или медными сплавами каркаса на основе железа, полученного методом порошковой металлургии [7]. Поскольку при инфильтрации остаточная пористость может составлять 5–7 % и возможно наличие крупных пор (более 20 мкм), недопустимых в ряде изделий, например в стеклоформирующем инструменте, целесообразно проводить холодную и горячую пластическую деформацию заготовок из псевдосплавов.

Горячая штамповка занимает первое место среди других методов получения высокопрочных порошковых изделий [8, 9], достаточно хорошо изучена и производится по различным схемам [10–22]. Горячая штамповка пористых заготовок происходит в две стадии [16]: на первой стадии идет уплотнение заготовки до предельной плотности (90–95 %), на второй – происходят процессы пластической деформации и доуплотнения. На практике разделить эти стадии практически невозможно, так как они накладываются одна на другую, и можно говорить лишь о преимущественном их действии.

При горячей штамповке псевдосплавов практически отсутствует стадия объемного уплотнения, потому что пористость их не превышает 5–7 %. В связи с этим доуплотнение происходит на стадии деформации. Процессы структурообразования и деформации псевдосплавов при горячей штамповке отличаются от компактных и пористых однородных материалов из-за наличия в них двух фаз с различными механическими и физическими свойствами, которые по-разному ведут себя при высокотемпературной деформации.

Цель настоящей работы – исследование влияния горячей пластической деформации на изменение структуры и свойств псевдосплавов порошковая сталь – медный сплав, получаемых инфильтрацией.

Методика исследований. В качестве объекта исследования использовали псевдосплавы, которые изготавливались инфильтрацией медью спрессованных каркасов из железа, углеродистой стали ПК80, никелевой стали ПК80Н4, хромистой стали ПК80Х3.

Шихту на основе железа получали смешиванием в шаровом смесителе типа «пьяная бочка» в течение 1 ч исходных порошков железа, меди и графита в состоянии поставки со средним размером частиц соответственно 160, 70 и 20 мкм. Шихту прессовали до плотности 75, 80 и 85 %.

Инфильтрацию проводили в атмосфере эндогаза при температуре 1120 °С.

Исследовали влияние степени деформации при холодной и горячей штамповке, а также температуры штамповки на механические свойства и структуру псевдосплавов. Холодную деформацию

осуществляли доуплотнением в пресс-форме при давлении 800 и 1000 МПа свободной осадкой, горячую деформацию – штамповкой по схеме одноосной осадки в штампе. Температура штамповки псевдосплавов с каркасом из никелевой и хромистой стали составляла 700–1000 °С через каждые 50 °С, с каркасом из железа и углеродистой стали – 700 и 900 °С соответственно. Заготовки перед нагревом под штамповку покрывали смазкой из коллоидного графита, которая предохраняла их от окисления в процессе нагрева и штамповки. Степень деформации, рассчитанная по изменению высоты заготовки, составляла 15 %, 30, 45, 65 %. Штамп перед экспериментом нагревали путем деформации нескольких заготовок, при этом достигалась его стабильная температура.

Поскольку псевдосплавы обладают повышенной коррозионной стойкостью, нагрев заготовок проводили на воздухе.

Механические свойства оценивали при испытании на растяжение, сжатие, по твердости и вязкости. Испытания на растяжение и сжатие выполняли на испытательной машине Instron со скоростью нагружения 2 мм/мин, твердость определяли на твердомере по Бринеллю при нагрузке 187,5 Н и диаметре шарика 2,5 мм, ударную вязкость – на копре IT406 фирмы Tinius Olsen (Великобритания).

Структуру исследовали на металлографическом микроскопе MEF-3 (Австрия), шлифы травили 4%-ным раствором пикриновой кислоты в этиловом спирте, а также на электронном микроскопе Miра (Чехия).

Результаты исследований и их обсуждение. Исследование доуплотнения при холодной деформации показало, что максимальная степень деформации при свободной осадке составила 10 %. При большей степени деформации происходит разрушение образцов. Уплотнения и повышения свойств псевдосплавов при такой обработке не наблюдалось.

Доуплотнение в пресс-форме при комнатной температуре привело к незначительному уменьшению пористости и повышению прочности на 30–40 МПа только у псевдосплава с каркасом из железа с исходной плотностью 75 %.

При горячей штамповке при температуре 1100–1150 °С (выше температуры плавления меди) медная фаза в псевдосплаве переходит в жидкое состояние, и в процессе деформации происходит ее выдавливание из стального каркаса и растрескивание образцов. В [23] авторы также отмечали, что под действием внешних растягивающих напряжений возникновение расплава вдоль границ зерен приводит к катастрофическому разрушению твердого тела.

Максимальная пластичность и вязкость псевдосплавов, как показали исследования, достигались при степени деформации 45 %, прочность – при 30 %. При деформации со степенью более 65 % происходило разрушение образцов из псевдосплавов с плотностью каркаса 75 %, а с плотностью каркаса 85 % – наблюдалось незначительное снижение прочности и пластичности и снижение в 1,5–2 раза ударной вязкости. Это связано с тем, что при высокой степени деформации образуются большие напряжения на межфазных границах и происходит образование микротрещин. В псевдосплаве с плотностью каркаса 75 % протяженность межфазных границ железо–медь значительно больше, поэтому количество микротрещин больше и материал разрушается, а в псевдосплаве с каркасом плотностью 85 % количество микротрещин не достигает критического значения, материал не разрушается, но существенно снижается ударная вязкость, так как эта характеристика является наиболее структурно чувствительной.

Установлено, что горячая штамповка полностью исключила остаточную пористость (табл. 1) и существенно повысила механические свойства псевдосплавов (рис. 1). При повышении температуры штамповки до 950 °С прочность псевдосплавов возрастает, а при температуре 1000 °С происходит снижение прочности на 20–50 МПа в зависимости от исходной плотности каркаса.

Ударная вязкость псевдосплавов на основе сталей с исходной плотностью 80 и 85 % с повышением температуры штамповки снижается, с исходной плотностью 75 % – незначительно повышается. Это объясняется следующими изменениями структуры псевдосплавов: увеличение температуры горячей штамповки до 800–850 °С приводит к растягиванию участков медной фазы в направлении, перпендикулярном приложению нагрузки (рис. 2, *a, b*), а при 900 °С под действием пластической деформации каркаса наблюдается дробление и частичная их коагуляция, участки меди располагаются дискретно (рис. 2, *c*). При штамповке при температуре 1000 °С дискретные участки медной фазы вновь вытягиваются (рис. 2, *d*).

Таблица 1. Влияние температуры штамповки на плотность псевдосплава, кг/м³
 Table 1. Influence of the forging temperature on the density of the pseudo-alloy, kg/m³

Материал каркаса	Пористость каркаса, %	Температура штамповки, °С					
		700	750	800	850	900	950
ПК80Н4	25	7980	8030	8040	8040	8040	8040
	20	7940	7940	7960	7960	7960	7960
	15	7890	7890	7890	7910	7920	7920
ПК80Х3	25	7850	7860	7870	7890	7890	7920
	20	7840	7860	7860	7870	7870	7880
	15	7840	7840	7850	7860	7860	7860

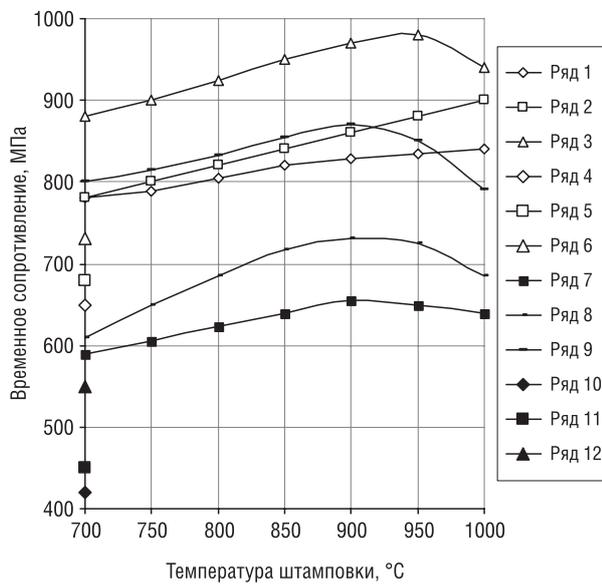


Рис. 1. Влияние температуры горячей штамповки на свойства псевдосплава, полученного инфильтрацией медью каркаса из различных сталей: ряды 1, 2, 3, 4, 5, 6 – ПК80Н4; ряды 7, 8, 9, 10, 11, 12 – ПК80Х3; ряды 4, 5, 6, 10, 11, 12 – без горячей штамповки; ряды 1, 4, 7, 10 – исходная плотность 75 %; ряды 2, 5, 8, 11 – исходная плотность 80 %; ряды 3, 6, 9, 12 – исходная плотность 85 %

Fig. 1. Influence of hot forging temperature on the properties of a pseudo-alloy obtained by copper infiltration of a skeleton made of various steels: rows 1, 2, 3, 4, 5, 6 – FeC0.8Ni4; rows 7, 8, 9, 10, 11, 12 – FeC0.8Cr3; rows 4, 5, 6, 10, 11, 12 – without hot forging; rows 1, 4, 7, 10 – density of skeleton 75 %; rows 2, 5, 8, 11 – density of skeleton 80 %; rows 3, 6, 9, 12 – density of skeleton 85 %

Такое же изменение морфологии структуры медной фазы наблюдается и в псевдосплавах с каркасом, исходная плотность которого равна 80 %.

Эффект текстурирования легкоплавкой фазы в псевдосплавах наблюдали и в [24]. Авторы в процессе исследования с помощью рентгеноструктурного анализа обнаружили, что в псевдосплавах W–Cu, W–Ni–Fe, Ag–Ni при нагружении сначала деформируются металлы с границей трированной кубической кристаллической решеткой, к которым относится медь. Происходит это

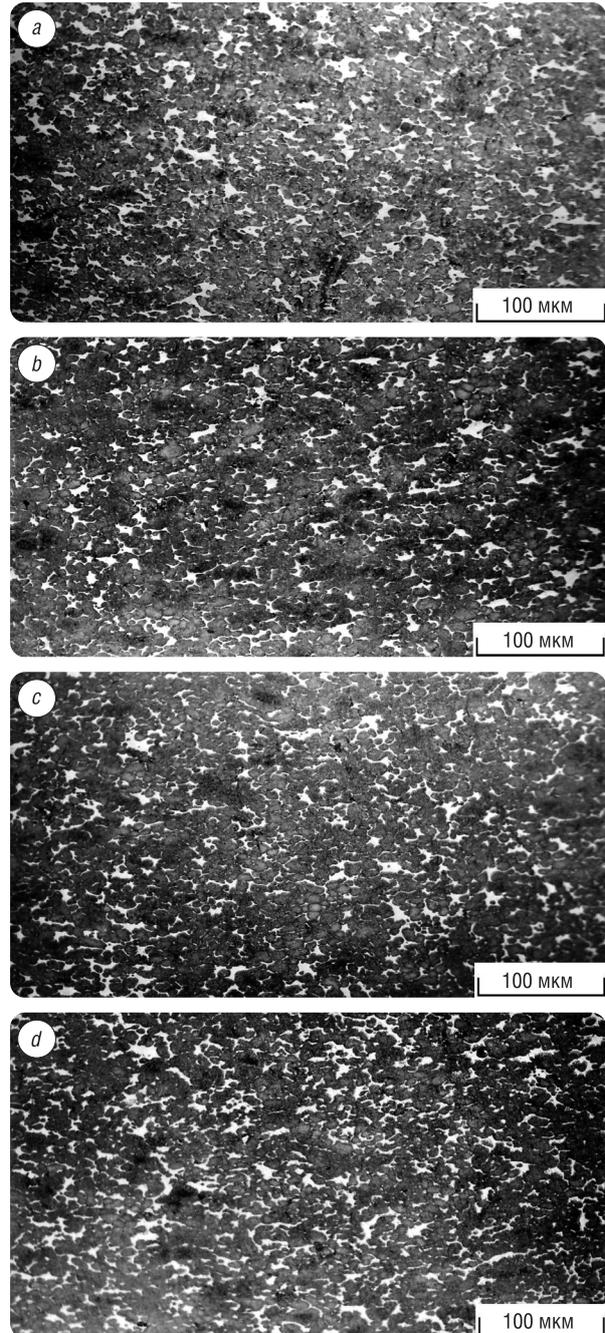


Рис. 2. Микроструктура псевдосплава с инфильтрованным медью каркасом плотностью 75 % из стали ПК80Н4, штампованного при различных температурах: a – 700 °С; b – 800 °С; c – 900 °С; d – 1000 °С

Fig. 2. Microstructure of a pseudo-alloy with a skeleton with a density of 75 % made of steel FeC0.8Ni4, infiltrated with copper, forging at different temperatures: a – 700 °С; b – 800 °С; c – 900 °С; d – 1000 °С



Рис. 3. Микроструктура штампованного при температуре 700 °С псевдосплава с инфильтрированным медью каркасом плотностью 75 % из стали ПК80Х3,

Fig. 3. Microstructure of a pseudo-alloy forged from a temperature of 700 °C with a skeleton with a density of 75 % made of FeCo.8Cr3 steel infiltrated with copper

потому, что формоизменение образца при пластической деформации определяется вязким течением и внутризеренным сдвигом, а локализация деформации у межфазной границы приводит к тому, что тугоплавкая составляющая не текстурируется. Повышение прочности межфазных и внутрифазных границ, снижение исходной пористости способствует увеличению степени текстурированности составляющих.

Свойства горячештампованных псевдосплавов с каркасом из никелевой стали выше, чем с каркасом из хромистой стали, независимо от температуры штамповки. Это связано с тем, что в структуре каркаса из хромистой стали имеют место оксиды хрома, образующиеся при нагреве под штамповку как в стальной основе, так и в медной фазе (рис. 3), в которую они выдавливаются из каркаса в процессе деформации. В результате ударная

вязкость псевдосплавов с каркасом из хромистой стали ниже, чем из никелевой стали.

Горячая штамповка обеспечила повышение на 1,5–2,0 % пластичности псевдосплавов. Относительное удлинение горячештампованных псевдосплавов с каркасом из никелевой стали с исходной плотностью 75 % составляет 2,8–4,9 %, относительное сужение – 2,9–3,6 %; с исходной плотностью 80 % – соответственно 2,0–4,1 % и 1,5–2,9 %. Относительное удлинение псевдосплава с каркасом из хромистой стали не превышает 0,5–1,5 % независимо от исходной плотности стального каркаса.

Исследование изломов псевдосплавов, штампованных при 700 °С, показало, что вследствие упрочнения каркаса при пластической деформации имеет место межзеренное разрушение преимущественно по медной фазе (рис. 4) как менее прочной. На фрактограммах выявляется ямочный характер излома (рис. 4, *a*), но ямки неглубокие, что говорит о том, что происходит упрочнение и медной фазы.

Дискретное расположение медной фазы в псевдосплавах, штампованных при высоких температурах, приводит к тому, что разрушение происходит преимущественно по межзеренным границам стального каркаса (рис. 4, *b*, 5, *b*). Это подтверждает микрорентгеноспектральный анализ (рис. 5, *c*). Текстурированность медной фазы проявляется в образовании вытянутых ямок разрушения на изломах (рис. 4, *b*).

Дискретное расположение участков медной фазы в псевдосплавах с исходной плотностью каркаса 85 % наблюдается уже при температуре штамповки 800 °С (рис. 6). В связи с этим ударная вязкость материала с повышением температуры штамповки снижается в большей степени.

Т а б л и ц а 2. Зависимость твердости (НВ) псевдосплава от температуры штамповки

Table 2. Dependence of the hardness (НВ) of the pseudo-alloy on the forging temperature

Материал каркаса	Исходная плотность, %	Температура штамповки, °С					
		700	750	800	850	900	950
ПК80Н4	75	232	243	235	230	248	252
	80	246	258	255	258	296	321
	85	267	281	289	299	311	336
ПК80Х3	75	237	252	237	296	321	352
	80	262	266	270	318	321	375
	85	266	294	299	328	352	415

Увеличение ударной вязкости псевдосплавов с каркасом плотностью 75 %, штампованных при температурах 800–850 °С, объясняется тем, что с ростом температуры штамповки повышается растворимость меди в железе и железе в меди, кроме того, медная фаза в большей степени обогащается никелем. С повышением плотности каркаса до 85 % площадь контакта между медной и стальной фазами меньше, соответственно степень диффузии меди и железа уменьшается. Повышение легированности твердого раствора железной основы и медной фазы в псевдосплавах, штампованных при высоких температурах, подтверждается также ростом их твердости (табл. 2).

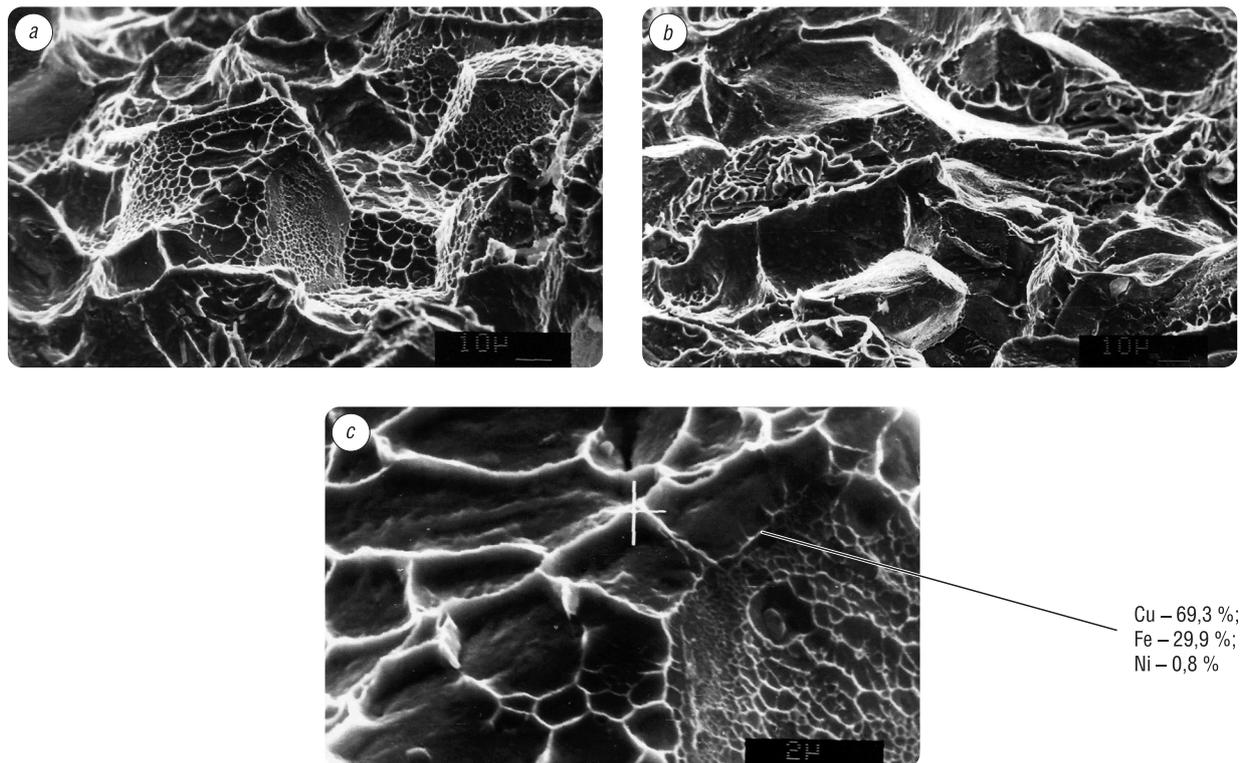


Рис. 4. Фрактограммы изломов горячештампованного псевдосплава с инфильтрированным медью каркасом плотностью 75 % из стали ПК80Н4: *a, c* – температура штамповки 700 °С; *b* – температура штамповки 900 °С

Fig. 4. Fractograms of fractures of a hot-forged pseudo-alloy with a skeleton of 75 % density made of FeC0.8Ni4 steel infiltrated with copper: *a, c* – forging temperature 700 °С; *b* – forging temperature 900 °С

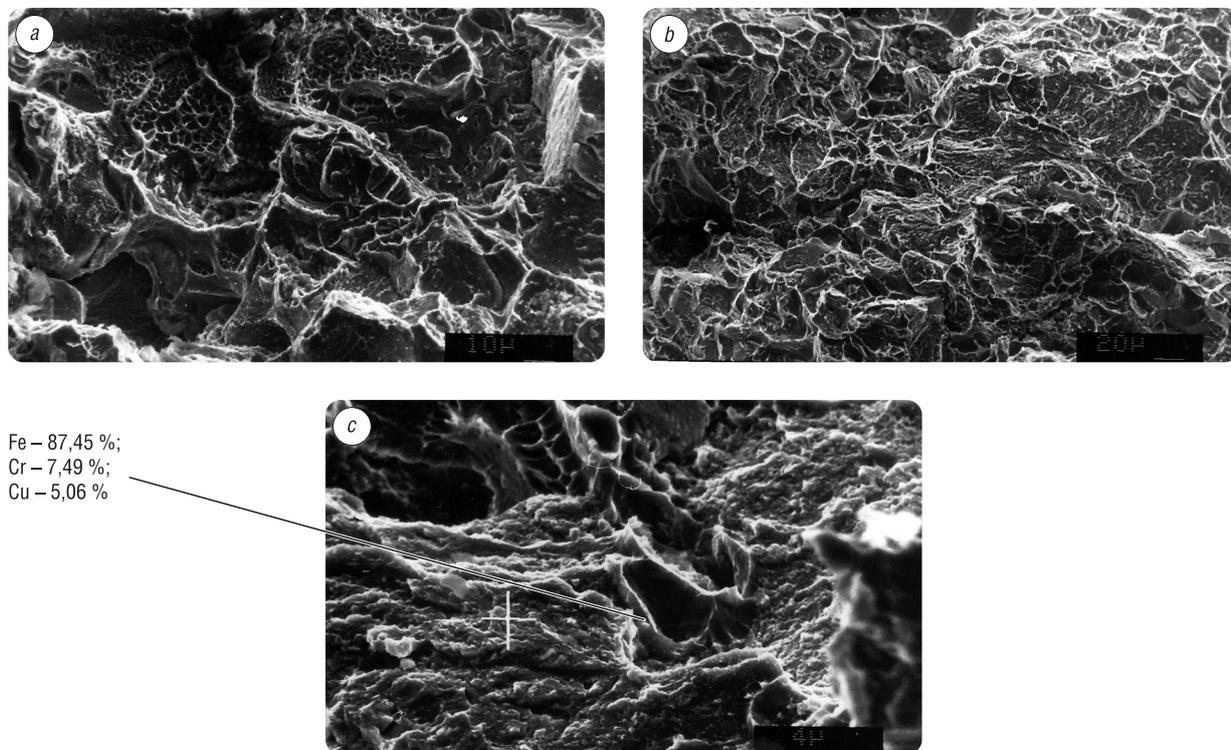


Рис. 5. Фрактограммы изломов штампованного псевдосплава с инфильтрированным медью каркасом плотностью 75 % из стали ПК80Х3: *a* – температура штамповки 700 °С; *b, c* – температура штамповки 900 °С

Fig. 5. Fractograms of fractures of a forged pseudo-alloy with a skeleton of 75 % density made of FeC0.8Cr3 steel infiltrated with copper: *a* – forging temperature 700 °С; *b, c* – forging temperature 900 °С

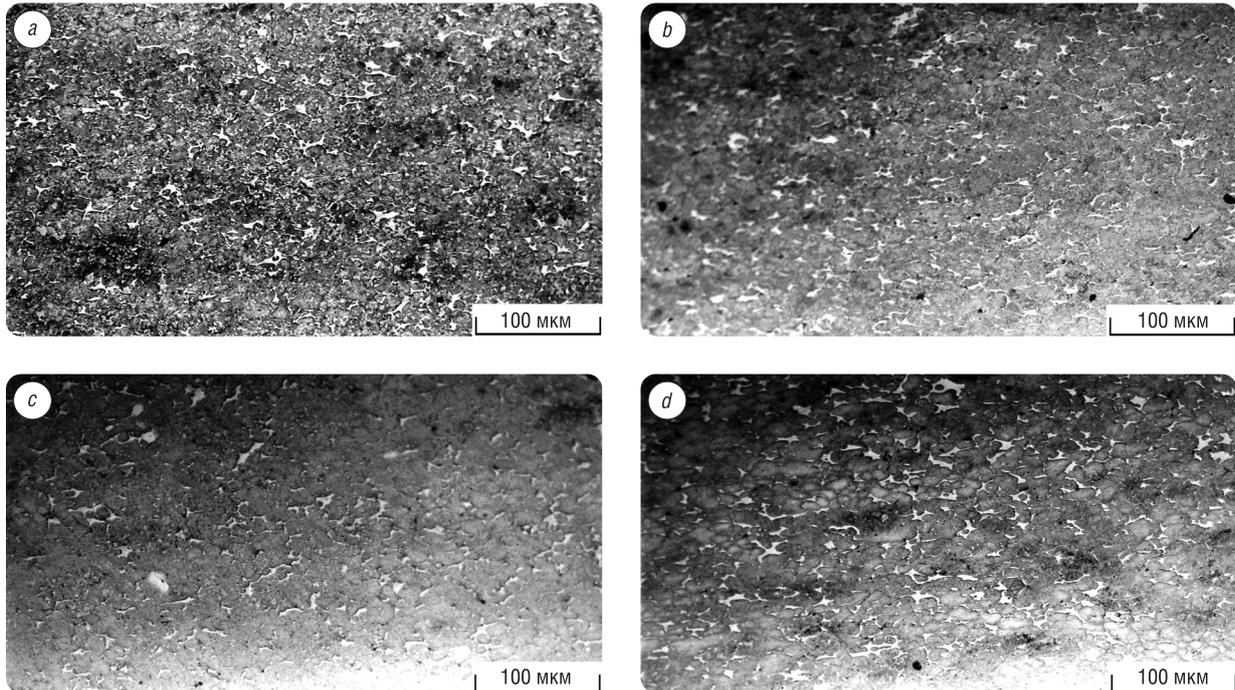


Рис. 6. Микроструктура горячештампованного псевдосплава с инфильтрированным медью каркасом плотностью 85 % из стали ПК80Н4: *a* – температура штамповки 700 °С, *b* – температура штамповки 800 °С, *c* – температура штамповки 900 °С, *d* – температура штамповки 1000 °С

Fig. 6. Microstructure of a hot-forged pseudo-alloy with a skeleton of 85 % density made of FeC0.8Ni4 steel infiltrated with copper: *a* – forging temperature 700 °C, *b* – forging temperature 800 °C, *c* – forging temperature 900 °C, *d* – forging temperature 1000 °C

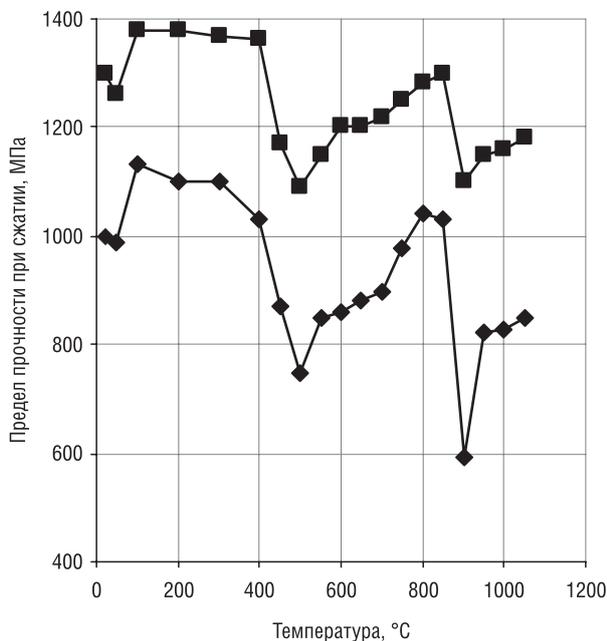


Рис. 7. Зависимость прочности при сжатии псевдосплава с каркасом из стали ПК80 от температуры штамповки: ■ – инфильтрация медью, ◆ – инфильтрация оловянной бронзой

Fig. 7. Dependence of the compressive strength of the pseudo-alloy with a skeleton made of FeC0.8 steel on the forging temperature: ■ – copper infiltration, ◆ – tin bronze infiltration

Горячая штамповка при температуре 800–850 °С позволила существенно повысить свойства псевдосплавов с каркасом из углеродистой стали. Так, временное сопротивление псевдосплава с каркасом из стали ПК80 с исходной плотностью 75 % после инфильтрации медью составляет 380 МПа, с исходной плотностью 85 % – 470 МПа, после горячей штамповки – 520 и 590 МПа соответственно. Твердость псевдосплавов повысилась на 40–60 НВ.

Из кривых зависимости предела прочности при сжатии псевдосплавов с каркасом из углеродистой стали ПК80, инфильтрированным медью и оловянистой бронзой (5 % олова) от температуры свободной осадки образцов диаметром 14 мм, высотой 22 мм, изменяемой через каждые 50 °С в интервале 20–1150 °С, видно (рис. 7), что при температуре 100–400 °С наблюдается незначительное повышение усилия разрушения, связанное с началом растворения графита в железе и образованием перлита в каркасе.

Далее при температуре 500 °С происходит снижение усилия разрушения в среднем

на 200–300 МПа, а при температурах 550–850 °С усилие разрушения медленно возрастает. Это объясняется дисперсионным твердением медной фазы и повышением легированности железного каркаса. В интервале температур 700–850 °С происходит $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращение. При температуре 900 °С наблюдается резкое снижение усилия разрушения, следовательно, эта температура является оптимальной для горячей пластической деформации псевдосплава с каркасом из углеродистой стали. Таким образом, применение горячей штамповки позволяет полностью исключить пористость и существенно повысить свойства псевдосплавов.

Горячая штамповка, приводящая к возникновению макротекстуры в псевдосплавах, вызывает образование вторичной анизотропии. Уровень анизотропии свойств зависит от степени и температуры деформации.

Анизотропию свойств определяли на образцах из псевдосплава с каркасом из железа, инфильтрированным медью. Деформацию осуществляли свободной осадкой со степенью 15 %, 30 и 45 %. Для определения анизотропии свойств из заготовок вырезали образцы в трех взаимно перпендикулярных направлениях для испытания на растяжение, изгиб и ударную вязкость.

В качестве каркаса псевдосплава использовали железо, чтобы исключить влияние гетерогенности структуры каркаса, неизбежно возникающее в порошковых углеродистых и легированных сталях, а также для получения более высоких характеристик пластичности и вязкости по сравнению с псевдосплавами на основе углеродистых и легированных сталей.

Установлено, что после горячей штамповки анизотропия свойств в большей степени, так же как и в исходном состоянии, проявляется в пластичности (рис. 8) и ударной вязкости (рис. 9).

Уровень анизотропии относительного удлинения при деформации со степенью 15 % в материалах с исходной плотностью каркаса 75 % составляет 51 %, с исходной плотностью каркаса 85 % – 61 %; относительного сужения – 47 и 44 % соответственно. Повышение степени деформации до 30 % приводит к незначительному (до 5 %) возрастанию анизотропии пластичности.

Степень анизотропии прочности псевдосплава невелика при деформации 15 % и составляет 14 % при плотности каркаса 75 % и 9 % – при плотности 85 %. При степени деформации 30 % уровень анизотропии повышается и равен соответственно 20 и 14 % (рис. 10). При повышении температуры горячей штамповки до 900 °С существенных изменений в степени анизотропии не наблюдается (см. рис. 8, *b*; 10, *b*).

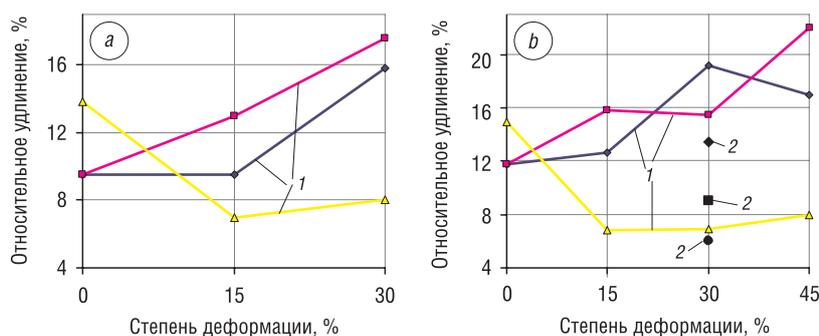


Рис. 8. Влияние степени деформации и температуры горячей штамповки на относительное удлинение псевдосплава с каркасом различной плотности из железа, инфильтрированным медью, в трех взаимно-перпендикулярных направлениях: *a* – плотность каркаса 75 %, температура штамповки 700 °С; *b* – плотность каркаса 85 %, 1 – температура штамповки 700 °С, 2 – температура штамповки 900 °С

Fig. 8. Influence of the degree of deformation and temperature of hot forging on the elongation of a pseudo-alloy with a skeleton of different density made of iron infiltrated with copper, in three mutually perpendicular directions: *a* – skeleton density 75 %, forging temperature 700 °С; *b* – skeleton density 85 %, 1 – forging temperature 700 °С, 2 – forging temperature 900 °С

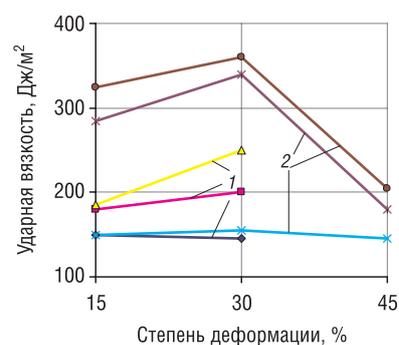


Рис. 9. Влияние степени деформации при штамповке при 700 °С на ударную вязкость псевдосплава с каркасом различной плотности из железа, инфильтрированным медью: 1 – плотность каркаса 75 %, 2 – плотность каркаса 85 %

Fig. 9. Influence of the degree of deformation when forging at 700 °С on the impact toughness of a pseudo-alloy with a skeleton of different density made of iron infiltrated with copper: 1 – skeleton density 75 %, 2 – skeleton density 85 %

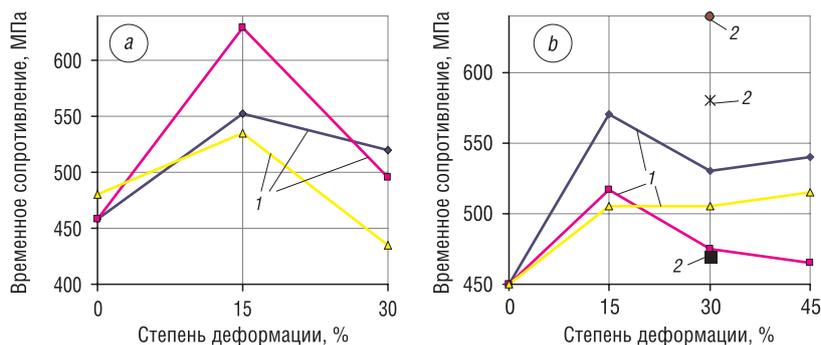


Рис. 10. Влияние степени и температуры горячей штамповки на временное сопротивление псевдосплава с инфильтрованным медью каркасом различной плотности из железа: *a* – плотность каркаса 75 %, температура штамповки 700 °С; *b* – плотность каркаса 85 %, 1 – температура штамповки 700 °С, 2 – температура штамповки 900 °С

Fig. 10. Influence of the degree and temperature of hot forging on the tensile strength of a pseudo-alloy with a skeleton of different density made of iron infiltrated with copper: *a* – skeleton density 75 %, forging temperature 700 °С; *b* – skeleton density 85 %, 1 – forging temperature 700 °С, 2 – forging temperature 900 °С

Заклучение. Исследовано влияние режимов пластической деформации псевдосплавов сталь – медный сплав, получаемых инфильтрацией, на их структуру, механические свойства и анизотропию свойств. Установлено, что горячая штамповка псевдосплавов при температурах 700–950 °С обеспечивает повышение прочности в 1,5–3 раза, ударной вязкости – в 1,5–2,5 раза, пластичности – на 1,5–2 %, а при 1100–1150 °С (выше температуры плавления меди) приводит к растрескиванию материала, так как медная фаза в псевдосплаве ведет себя как несжимаемая жидкость.

Определено, что из-за наличия оксидов хрома как в каркасе из стали, легированной хромом, образующихся при нагреве под штамповку, так и в инфильтрате вследствие выдавливания оксидов в медную фазу в процессе деформации свойства псевдосплавов ниже, чем с каркасом из стали, легированной никелем.

Показано, что морфология медной фазы в псевдосплаве зависит от температуры деформации. Установлено образование макротекстуры в псевдосплавах после горячей штамповки, что приводит к вторичной анизотропии свойств, уровень которой определяется степенью деформации и температурой, но не превышает 15–20 %. Построена деформационная кривая псевдосплава, выявившая, что оптимальной температурой штамповки является 700–900 °С в зависимости от состава псевдосплава, предельная степень деформации псевдосплавов при горячей штамповке составляет 65 %. Установлено, что при повышении степени деформации происходит образование микротрещин на границе железной и медной фаз, что обуславливает снижение прочности, пластичности и в 1,5–2 раза ударной вязкости псевдосплавов с содержанием медной фазы 15 % и разрушение псевдосплавов с содержанием медной фазы 25 %, в которых протяженность межфазных железомедных границ значительно больше.

Список использованных источников

1. Трибология: исследования и приложения: опыт США и стран СНГ / под ред. А.В. Белого, К. Лудемы, Н.К. Мышкина. – М.: Машиностроение; Нью-Йорк: Аллертон Пресс, 1993. – 454 с.
2. Сорокин, Г.М. Проблемы технического обновления различных отраслей машиностроения / Г.М. Сорокин // Трение и износ. – 2001. – Т. 22, №3. – С. 322–331.
3. Гаркунов, Д.Н. Триботехника. Конструирование, изготовление и эксплуатация машин / Д.Н. Гаркунов. – М.: МСХА, 2002. – 626 с.
4. Чичинадзе, А.В. Трение, износ и смазка (трибология и триботехника) / А.В. Чичинадзе, Э.М. Берлинер, Э.Д. Браун. – М.: Машиностроение, 2003. – 576 с.
5. Триботехническое материаловедение и триботехнология / Н.Е. Денисова [и др.]. – Пенза: ПГУ, 2006. – 257 с.
6. Тучинский, Л.И. Композиционные материалы, получаемые методом пропитки / Л.И. Тучинский. – М.: Металлургия, 1986. – 208 с.

7. Швецова, Е. М. Классификация видов разрушения поверхностей деталей машин в условиях сухого и гранично-го трения / Е. М. Швецова, И. В. Крагельский // Трение и износ в машинах. – М.: АН СССР, 1953. – Вып. 8. – С. 16–38.
8. Шатт, В. Порошковая металлургия. Спеченные и композиционные материалы / В. Шатт. – М.: Металлургия, 1983. – 519 с.
9. Промышленная технология горячего прессования порошковых изделий / Ю. Г. Дорофеев [и др.]. – М.: Металлургия, 1990. – 206 с.
10. Кун, Х. А. Основные принципы штамповки порошковых заготовок / Х. А. Кун // Порошковая металлургия материалов специального назначения / под ред. Д. Барка, В. Вейса. – М.: Металлургия, 1977. – С. 143–158.
11. Антес, Х. В. Технология изготовления и свойства порошковых поковок / Х. В. Антес // Порошковая металлургия материалов специального назначения / под ред. Д. Барка, В. Вейса. – М.: Металлургия, 1977. – С. 159–197.
12. Бокштигель, Г. Некоторые технологические вопросы горячей деформации порошковых заготовок / Г. Бокштигель // Порошковая металлургия: респ. межведомств. сб. науч. тр. – Минск, 1977. – Вып. 1. – С. 75–81.
13. Sjöberg, G. Die-Filling and Densification in Hot Extrusion Forging of Porous Performs / G. Sjöberg, V. Mironov, H. E. Fischmeister // Powder Metallurgy Int. – 1977. – Vol. 9, №4. – P. 160–163.
14. Дорофеев, Ю. Г. Особенности деформации и трещинообразования нагретых цилиндрических порошковых заготовок / Ю. Г. Дорофеев, В. В. Синельщиков // Порошковая металлургия. – 1980. – № 1. – С. 25–30.
15. Друянов, Б. Ф. Исследование процесса экструзии пористого материала / Б. Ф. Друянов, А. Р. Пирумов // Вестн. машиностроения. – 1980. – № 9. – С. 61–62.
16. Дорофеев, Ю. Г. Особенности уплотнения порошковых материалов при динамическом горячем прессовании / Ю. Г. Дорофеев // Реологические модели и процессы деформирования пористых порошковых и композиционных материалов. – Киев: Наук. думка, 1985. – С. 136–145.
17. Oh, Hung-Kuk. A study of the extrusion of sintered porous metal / Hung-Kuk Oh, Jeong-Keun Lee // J. Mech. Work. Technol. – 1985. – Vol. 11, № 1. – P. 53–69. [https://doi.org/10.1016/0378-3804\(85\)90112-3](https://doi.org/10.1016/0378-3804(85)90112-3)
18. Сращивание на контактных поверхностях при различных технологических вариантах горячей обработки давлением порошковых материалов / Ю. Г. Дорофеев [и др.] // Порошковая металлургия. – 1986. – № 10. – С. 31–34.
19. Баглюк, Г. А. Развитие работ в области горячей штамповки пористых порошковых заготовок / Г. А. Баглюк, Г. Е. Мажарова, Л. А. Позняк. – Киев: ИПМ АН УССР, 1986. – 27 с.
20. Павлов, В. А. Влияние горячей деформации на формирование структуры и свойств порошковых металлов / В. А. Павлов, М. И. Носенко // Порошковая металлургия. – 1988. – № 2. – С. 16–20.
21. Павлов, В. А. Исследование горячей деформации и уплотнения порошковых металлов / В. А. Павлов, М. И. Носенко // Порошковая металлургия. – 1988. – № 1. – С. 1–6.
22. Hendrickson, A. A. Impact forging of sintered steel performs / A. A. Hendrickson, P. M. Machmeier, D. W. Smith // Powder Metallurgy. – 2000. – Vol. 43, № 4. – P. 327–344. <https://doi.org/10.1179/003258900666050>
23. Савицкий, А. П. Жидкофазное спекание систем с взаимодействующими компонентами / А. П. Савицкий. – Новосибирск: Наука. Сиб. отд-ние, 1991. – 181 с.
24. Особенности текстурирования при холодной прокатке псевдосплавов / Р. В. Минакова [и др.] // Порошковая металлургия. – 2000. – № 1–2. – С. 88–96.

References

1. Bely A. V., Ludema K., Myshkin N. K. (eds.) *Tribology: Research and Applications: Experience of the USA and CIS Countries*. Moscow, Mashinostroenie Publ.; New York: Allerton Press, 1993. 454 p. (in Russian).
2. Sorokin G. M. Problems of technical renewal of various branches of mechanical engineering. *Trenie i iznos = Friction and Wear*, 2001, vol. 22, no. 3, pp. 322–331 (in Russian).
3. Garkunov D. N. *Tribotechnics. Design, Manufacture and Operation of Machines*. Moscow, Moscow Agricultural Academy named after K. A. Timiryazev, 2002. 626 p. (in Russian).
4. Chichinadze A. V., Berliner E. M., Brown E. D. *Friction, Wear and Lubrication (Tribology and Tribotechnics)*. Moscow, Mashinostroenie Publ., 2003. 576 p. (in Russian).
5. Denisova N. E., Shorin V. A. *Tribotechnical Materials Science and Tribotechnology*. Penza, Penza State University, 2006. 257 p. (in Russian).
6. Tuchinsky L. I. *Composite Materials Obtained by the Impregnation Method*. Moscow, Metallurgiya Publ., 1986. 208 p. (in Russian).
7. Shvetsova E. M., Kragelsky I. V. Classification of types of destruction of surfaces of machine parts in conditions of dry and boundary friction. *Trenie i iznos v mashinakh* [Friction and Wear in Machines]. Moscow, Academy of Sciences of the USSR, 1953, issue 8, pp. 16–38 (in Russian).
8. Shutt V. *Powder Metallurgy. Sintered and Composite Materials*. Moscow, Metallurgiya Publ., 1983. 519 p. (in Russian).
9. Dorofeev Yu. G., Hasanov B. G. *Industrial Technology of Hot Pressing of Powder Products*. Moscow, Metallurgiya Publ., 1990. 206 p. (in Russian).
10. Kuhn H. A. Basic Principles of Stamping Powder Blanks. Bark D., Veis V. (eds.) *Powder Metallurgy of Special-Purpose Materials*. Moscow, Metallurgiya Publ., 1977, pp. 143–158 (in Russian).
11. Antes H. V. Manufacturing technology and properties of powder forgings. Bark D., Veis V. (eds.) *Powder Metallurgy of Special-Purpose Materials*. Moscow, Metallurgiya Publ., 1977, pp. 159–197 (in Russian).
12. Bokshigel G. Some technological issues of hot deformation of powder blanks. *Poroshkovaya metallurgiya: respublikanskii mezvedomstvennyi sbornik nauchnykh trudov* [Powder Metallurgy: Republican Interdepartmental Collection of Scientific Papers]. Minsk, 1977, issue 1, pp. 75–81 (in Russian).

13. Sjöberg G., Mironov V., Fischmeister H.E. Die-Filling and Densification in Hot Extrusion Forging of Porous Performs. *Powder Metallurgy International*, 1977, vol. 9, no. 4, pp. 160–163.
14. Dorofeev Yu. G., Sinelshchikov V. V. Deformation and cracking behavior of preheated cylindrical powder blanks. *Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 1980, vol. 19, no. 1, pp. 20–23. <https://doi.org/10.1007/bf00798156>
15. Druyanov B. F., Pirumov A. R. Investigation of the process of extrusion of porous material. *Vestnik mashinostroeniya* [Bulletin of Mechanical Engineering], 1980, no. 9, pp. 61–62 (in Russian).
16. Dorofeev Yu. G. Features of compaction of powder materials during dynamic hot pressing. *Rheological Models and Processes of Deformation of Porous Powder and Composite Materials*. Kiev, Naukova dumka Publ., 1985, pp. 136–145 (in Russian).
17. Hung-Kuk Oh, Lee Jeong-Keun. A study of the extrusion of sintered porous metal. *Journal of Mechanical Working Technology*, 1985, vol. 11, no. 1, pp. 53–69. [https://doi.org/10.1016/0378-3804\(85\)90112-3](https://doi.org/10.1016/0378-3804(85)90112-3)
18. Dorofeev Yu. G., Dorofeev V. Yu., Egorov S. N., Gorshkov S. A. Welding on contact surfaces in different technological variants of the hot plastic working of P/M materials. *Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 1986, vol. 25, no. 10, pp. 813–816. <https://doi.org/10.1007/bf00801427>
19. Baglyuk G. A., Mazharova G. E., Poznyak L. A. *Development of Works in the Field of Hot Stamping of Porous Powder Blanks*. Kiev, Institute of Problems of Materials Science of the Academy of Sciences of the Ukrainian SSR, 1986. 27 p. (in Russian).
20. Pavlov V. A., Nosenko M. I. Effect of hot working on the formation of structure and properties in sintered metals. *Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 1988, no. 2, pp. 103–107. <https://doi.org/10.1007/bf00802731>
21. Pavlov V. A., Nosenko M. I. Research of hot deformation and compaction of powder metals. *Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 1988, vol. 27, no. 1, pp. 1–6. <https://doi.org/10.1007/bf00799727>
22. Hendrickson A. A., Machmeier P. M., Smith D. W. Impact forging of sintered steel performs. *Powder Metallurgy*, 2000, vol. 43, no. 4, pp. 327–344. <https://doi.org/10.1179/003258900666050>,
23. Savitsky A. P. *Liquid Phase Sintering of Systems with Interacting Components*. Novosibirsk, Nauka Publ., Siberian branch, 1991. 181 p. (in Russian).
24. Minakova R. V., Rachek A. P., Kryachko L. A., Kresanova A. P., Zatovsky V. G. Features of texturing during cold rolling of pseudo-alloys. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 2000, vol. 39, no. 1–2, pp. 78–84. <https://doi.org/10.1007/bf02677447>

Информация об авторе

Дьячкова Лариса Николаевна – доктор технических наук, доцент, заведующий лабораторией, Институт порошковой металлургии имени академика О.В. Романа (ул. Платонова, 41, 220005, Минск, Республика Беларусь). <https://orcid.org/0000-0003-1850-6221>. E-mail: dyachkova@tut.by

Information about the author

Larisa N. Dyachkova – D. Sc. (Engineering), Associate Professor, Head of the Laboratory, Academician O. V. Roman Powder Metallurgy Institute (41, Platonov Str., 220005, Minsk, Republic of Belarus). <https://orcid.org/0000-0003-1850-6221>. E-mail: dyachkova@tut.by

МАШИНОСТРОЕНИЕ, МЕХАНИКА
MECHANICAL ENGINEERING, MECHANICS

УДК 620.179
<https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-167-181>

Поступила в редакцию 23.12.2021
Received 23.12.2021

А. Ю. Кутепов, А. П. Крень, Е. В. Гнутенко

Институт прикладной физики Национальной академии наук Беларуси, Минск, Республика Беларусь

**ВОЗМОЖНОСТЬ ОЦЕНКИ МЕХАНИЧЕСКИХ НАПРЯЖЕНИЙ В НИКЕЛЕ
МАГНИТНЫМ ПОНДЕРОМОТОРНЫМ МЕТОДОМ**

Аннотация. Рассмотрена методика оценки механических напряжений в покрытиях магнитным пондеромоторным методом, основанная на использовании данных о величине магнитоотрывного усилия и его связи с магнитными характеристиками никеля (магнитной восприимчивостью), изменяющимися под действием напряжений. Показано, что существующее оборудование для определения механических напряжений рентгеновским, магнитным или ультразвуковым методами контроля имеет ограничения по размеру для контролируемых образцов либо низкую локальность измерений. Представлен магнитный пондеромоторный метод контроля механических напряжений, не имеющий указанных недостатков. Теоретически обосновано изменение магнитоотрывного усилия от толщины, приложенных и остаточных напряжений, обусловленных упругими и пластическими деформациями в образце. Показано, что наличие в образце остаточных напряжений изменяет характер зависимости магнитоотрывного усилия от приложенных напряжений. Разработан алгоритм расчета, позволяющий по одному измерению магнитоотрывного усилия получить соотношение между величинами приложенных и остаточных напряжений. Показано, что соотношение между остаточными и приложенными напряжениями может быть использовано для оценки степени приближения к критическим значениям напряжений, приводящим к разрушению. Построены градуировочные поверхности зависимости приложенных напряжений от магнитоотрывного усилия и толщины, соответствующие упругопластической деформации, а также уровневые градуировочные поверхности, соответствующие упругой деформации при наличии в материале остаточных напряжений. Выполнены эксперименты на никелевых образцах и покрытиях по оценке приближения механических напряжений в материале к критическим уровням, приводящим к разрушению. Показано, что при сравнении показаний градуированных датчиков с аттестованным средством наибольшее отклонение происходит при малых величинах напряжений вследствие обратной зависимости отрывного усилия от уровня напряжений.

Ключевые слова: никель, пластические деформации, остаточные напряжения, приложенные напряжения, магнитоотрывное усилие, пондеромоторный метод

Для цитирования: Кутепов, А. Ю. Возможность оценки механических напряжений в никеле магнитным пондеромоторным методом / А. Ю. Кутепов, А. П. Крень, Е. В. Гнутенко // Вест. Нац. акад. наук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2022. – Т. 67, №2. – С. 167–181. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-167-181>

Ales Yu. Kutepov, Alexander P. Kren, Egor V. Gnutenko

Institute of Applied Physics of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Republic of Belarus

**POSSIBILITY OF ESTIMATION OF MECHANICAL STRESSES IN NICKEL BY THE MAGNETIC
PONDEROMOTIVE METHOD**

Abstract. The paper considers a technique for assessing mechanical stresses in coatings by the magnetic ponderomotive method, based on the use of the magnitude of the magnet breakaway force and its relation to the magnetic characteristics of nickel (magnetic susceptibility), which change under the action of internal stresses. It is shown that the existing mechanical stress measuring equipment using X-ray, magnetic or ultrasonic methods have specimen size limitations or have low measurement locality. At the same time, a magnetic ponderomotive method for controlling mechanical stresses is presented, which

does not have the indicated disadvantages. The change in the magnetic breakaway force on the thickness, applied and residual stresses caused by elastic and plastic deformations in the sample is theoretically substantiated. It is shown that the presence of residual stresses in the sample changes the nature of the dependence of the magnet breakaway force on the applied stresses. A calculation algorithm has been developed that allows measuring the magnet breakaway force to obtain the ratio between the applied and residual stresses. It is shown that the ratio between residual and applied stresses can be used to assess the degree of proximity to the critical stresses levels that lead to failure. Calibration surfaces are constructed for the dependence of applied stresses on magnetic separation force and thickness, corresponding to elastic-plastic deformation, as well as leveled calibration surfaces, corresponding to elastic deformation in the presence of residual stresses in the material. Experiments have been carried out on real samples and coatings, that determine the degree of approximation of internal stresses in the material to critical levels that may lead to destruction. It is shown that when comparing the readings of calibrated gauges with a certified tool, the largest deviation occurs at low stress values due to the inverse dependence of the breakaway force on the stress level.

Keywords: nickel, plastic deformation, residual stress, applied stress, magnet breakaway force, ponderomotive method

For citation: Kutepov A. Yu., Kren A. P., Gnutenko E. V. Possibility of estimation of mechanical stresses in nickel by the magnetic ponderomotive method. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2022, vol. 67, no. 2, pp. 167–181 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-167-181>

Введение. Определение величины напряжений является важным аспектом контроля качества функциональных теплозащитных никелевых покрытий. Такие покрытия часто применяются в авиационной и космической технике для защиты изделий, подвергающихся интенсивным температурным и силовым воздействиям: камер сгорания, лопаток турбин и др. Высокий исходный уровень напряжений, вызванный нарушением технологического процесса их нанесения, может привести к растрескиванию и отслаиванию покрытий, что в свою очередь может нарушить работоспособность всего изделия и привести к аварийной ситуации.

Существует ряд методов определения механических напряжений: рентгеновский, магнитный, ультразвуковой и др. [1–10]. Однако, оборудование, которое их реализует, как правило, позволяет проводить контроль только на специальных образцах (либо небольших изделиях) или не обладает достаточной локальностью измерений. Одним из методов, который может быть использован для целей оценки механических напряжений в покрытиях, является магнитный пондеромоторный метод [11], развиваемый в Институте прикладной физики НАН Беларуси [12]. Данный метод обладает высокой локальностью измерений с информативной зоной до 25 мм² и позволяет создавать портативные малогабаритные измерительные устройства.

Метод заключается в воздействии на объект полем постоянного магнита и регистрации усилия отрыва магнита от исследуемой поверхности. Величина отрывного усилия K_f несет информацию о толщине и магнитных характеристиках покрытия (например, магнитной проницаемости), на которые оказывают влияние механические напряжения [3, 13].

Цель работы – изучение возможности определения механических напряжений в никелевых образцах (имитациях покрытий на ферромагнитных основаниях) магнитным пондеромоторным методом с учетом изменения толщины покрытия h и исходного уровня напряжений, вызванного пластическими деформациями.

Методика проведения исследований. Во избежание неоднозначности трактовки обозначим контекст применения основных терминов и определений, которые используются в работе. Приложенные растягивающие одноосные напряжения $\sigma_{\text{прил}}$ – напряжения, сформированные под действием внешних сил (макронапряжения). Эти напряжения также называют внешними, и они полностью исчезают при снятии нагрузки. Известно, что остаточные напряжения классифицируются следующим образом: остаточные макронапряжения (I рода) и остаточные микронапряжения (II и III рода). Рассмотренные в статье остаточные напряжения $\sigma_{\text{ост}}$ сформированы при одноосной упругопластической деформации и являются микронапряжениями. Они остаются в материале после снятия внешней нагрузки и также называются внутренними напряжениями [14, с. 5].

Для оценки возможности использования существующих теоретических основ и разработки алгоритма, позволяющего оценить механические напряжения в покрытиях магнитным пондеромоторным методом, были проведены соответствующие эксперименты. Эти работы позволили получить необходимый объем данных и выполнить их последующую теоретическую интерпретацию и адаптацию непосредственно к используемому методу для нахождения корреляционной связи между K_f и искомой характеристикой – механическими напряжениями.

В качестве имитаторов покрытий был использован никелевый прокат разной толщины h марки НПО. Поскольку для никелевых гальванических покрытий характерны растягивающие напряжения [15, 16], то приложенные напряжения $\sigma_{\text{прил}}$ создавались путем растяжения на разрывной машине образцов, изготовленных согласно ГОСТ 11701 «Металлы. Методы испытаний на растяжение тонких листов и лент». Образцы имели разные исходные толщины h (100, 200, 400, 500, 800 мкм) и шероховатость $Ra0,8$. Для снятия исходных напряжений $\sigma_{\text{ост}}$, созданных при прокатке и изготовлении образцов, была проведена их термическая обработка в виде отжига при температуре 850 °С на протяжении 2 ч в вакуумной печи.

Измерения на разрывной машине проводились с регистрацией изменения поперечного сечения образца и делились на два вида: 1) предварительные, при которых устанавливались физико-механические свойства образцов (физический предел текучести σ_T и временное сопротивление σ_B), и 2) основные, при которых проводилось нагружение образцов и измерение магнитоотрывного усилия K_f с помощью прибора НТ-800, представленного на рис. 1. Отличительной особенностью прибора является возможность подключения как датчиков для контроля толщины, схожих с магнитными толщиномерами Акулова (а. с. СССР № 185495 «Магнитный толщиномер», автор – Н. С. Акулов), так и датчиков для оценки напряжений. Как показали исследования [3, 17], оптимальная с точки зрения контроля напряжений индукция магнитного поля B находится в пределах от 15 до 100 мТл. В работе при выполнении исследований $B \approx 25$ мТл.

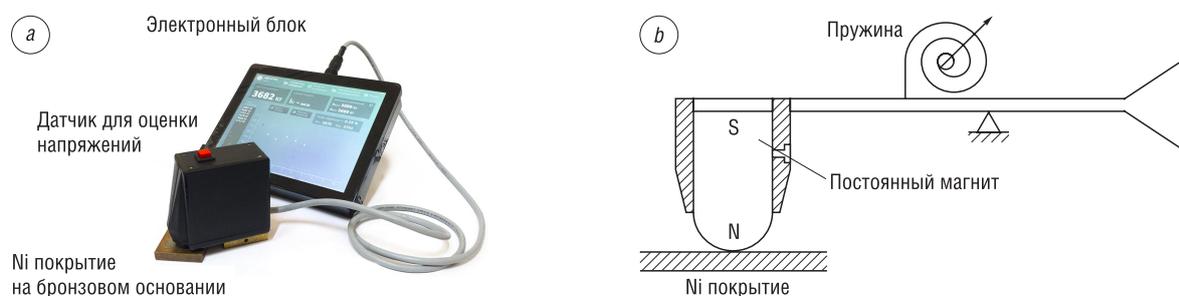


Рис. 1. Внешний вид прибора НТ-800 для измерения K_f (a) и схема реализации его датчика (b)
 Fig. 1. NT-800 device dedicated to measuring K_f (magnet breakaway force) appearance (a) and its sensor schematic (b)

Последовательность приложения и снятия нагрузки к образцам показана на рис. 2. При основных испытаниях проводились измерения K_f в зависимости от приложенных напряжений $\sigma_{\text{прил}}$ на циклах нагружения и разгрузки. Для каждого цикла проводилось нагружение образцов для формирования определенного максимального для этого цикла значения $\sigma_{\text{прил}}$. Это значение соответствовало вершине цикла и обозначалось как $\sigma_{\text{верш}}$ (рис. 2). Далее производилась ступенчатая разгрузка и последующее повторное ступенчатое нагружение. Поскольку перед началом цикла нагружение проводилось до значения $\sigma_{\text{верш}}$, образец был подвержен пластическим деформациям. В процессе деформирования в образце возникали напряжения $\sigma_{\text{ост}}$, отличные от нулевого уровня, сформировавшегося после отжига. Обусловленный нагружением до вершины цикла уровень остаточных напряжений $\sigma_{\text{ост}}$ сохранялся и при полной разгрузке. Пример цикла представлен на рис. 2.

В ходе испытаний каждый образец подвергался нагружению до пяти разных $\sigma_{\text{верш}}$ (по возрастанию) и для каждого значения $\sigma_{\text{верш}}$ осуществлялся цикл «разгрузка-нагружение» (см. рис. 2). Для первого цикла $\sigma_{\text{прил}} = \sigma_{\text{верш}} = \sigma_T = 80$ МПа, последующие $\sigma_{\text{верш}}$ выбирались таким образом, чтобы они располагались на равном удалении друг от друга Δx в диапазоне от σ_T до $0,95\sigma_B$ при $\sigma_B = 315$ МПа. Промежуточные значения напряжений внутри циклов выбирались таким образом, чтобы от каждой вершины цикла $\sigma_{\text{верш}}$ до нуля, точки располагались на равном удалении друг от друга Δy , одинаковом для разгрузки и нагружения. Δy определялись отдельно для каждого цикла нагружения-разгрузки. Величина K_f фиксировалась как среднее серии измерений в каждой точке цикла с фиксацией соответствующих значений приложенных напряжений $\sigma_{\text{прил}}$, регистрируемых разрывной машиной. Статистическая обработка данных проводилась автоматически прибором НТ-800 с использованием критерия Граббса.

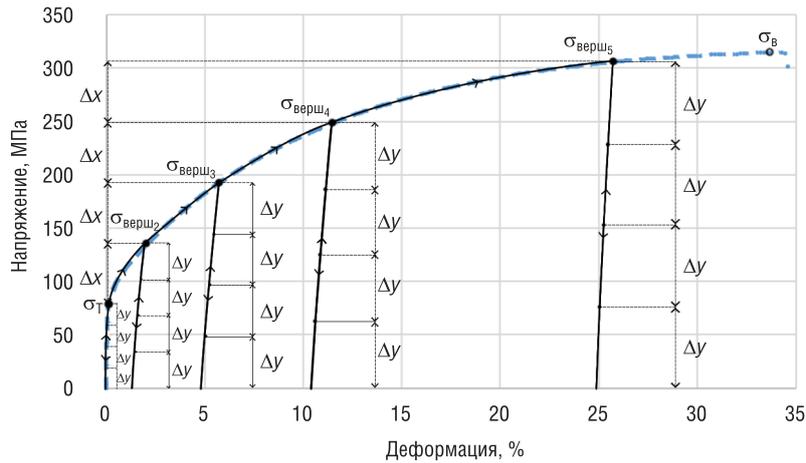


Рис. 2. Пример циклов нагружения, схема расположения точек контроля и очередность циклов на диаграмме условные напряжения-деформация

Fig. 2. An example of loading cycles, a scheme of test spots placement and cycles queue on an engineering stress-deformation plot

Экспериментальные данные и их обсуждение. На рис. 3 показан типичный пример изменения K_f для образца при его циклическом нагружении согласно схеме, представленной на рис. 2. Измерение K_f не только в вершинах циклов, но и в промежуточных точках, отстоящих друг от друга на Δu , позволило установить характерные закономерности. После пересчета напряжений из условных в истинные на участке, где $\sigma_{\text{прил}}$ принимают значения от 0 до σ_T , изменение K_f происходит по линии цикла 1 (рис. 3). Значения K_f при нагружении равны K_f при разгрузке для одинаковых $\sigma_{\text{прил}}$, а $\sigma_{\text{ост}} = 0$. При дальнейшем увеличении прикладываемых напряжений $\sigma_{\text{прил}} > \sigma_T$ до вершины цикла 2 величины K_f при первичном нагружении до вершины цикла и в цикле для одинаковых $\sigma_{\text{прил}}$ не совпадают.

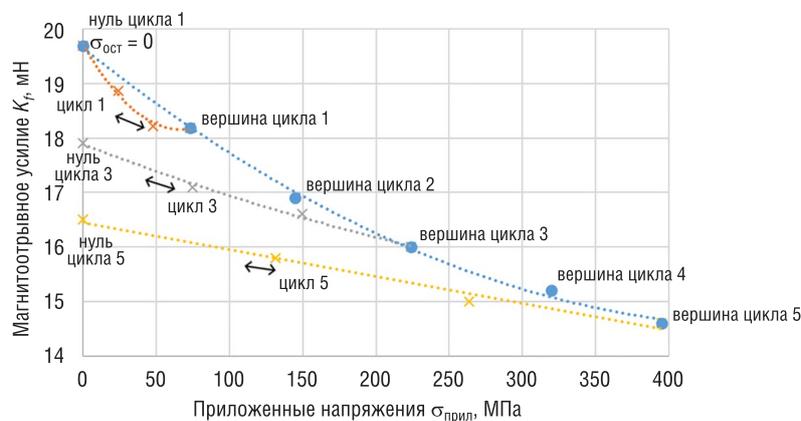


Рис. 3. Изменение K_f от $\sigma_{\text{прил}}$ в вершинах циклов и их промежуточных точках при разгрузке и повторном нагружении для никелевого образца с исходной толщиной 400 мкм

Fig. 3. K_f variation from $\sigma_{\text{прил}}$ (applied stressed) in cycles heights and their intermediate spots during unload and second load for a nickel specimen with a starting width of 400 μm

При измерении K_f после снятия нагрузки заметно значительное снижение его величины относительно нуля первого цикла. Такой характер изменения K_f обусловлен возникновением и ростом пластических деформаций в никеле и формированием $\sigma_{\text{ост}}$, которые сохраняются в образце при его последующей разгрузке и нагрузке в цикле.

Снижение значения K_f происходит для нуля каждого последующего цикла. На рис. 3 представлен конкретный пример изменения K_f при деформировании никелевого образца с исход-

ной начальной толщиной 400 мкм. Стрелками показан характер изменения K_f в процессе приложения и снятия нагрузки. Как видно из рисунка, если до нагружения образца значение $K_f = 19,8$ мН (нуль цикла 1), то при нагружении до $\sigma_{\text{верш}} = 220$ МПа $K_f = 16,0$ мН (вершина 3 цикла), а при последующей разгрузке $K_f = 17,9$ мН (нуль цикла 3). Если дальше нагружать образец до $0,95\sigma_b = 395$ МПа (вершина цикла 5), то $K_f = 14,5$ мН, а при последующей разгрузке $K_f = 16,5$ мН (нуль цикла 5). При этом разгрузка и последующее нагружение образца в рамках одного цикла представляют собой исключительно упругое деформирование, а пластические деформации в образце формируются при нагружении по кривой, которая проходит через значения напряжений $\sigma_{\text{верш}}$, достигаемых в вершинах циклов. Поэтому ход зависимости $K_f = f(\sigma_{\text{прил}})$ на этапах разгрузка-нагружение внутри цикла не совпадает с зависимостью $K_f = f(\sigma_{\text{верш}})$, построенной исходя из соответствующих значений в вершинах циклов, на которую влияют как приложенные напряжения, так и напряжения, формирующиеся в процессе пластической деформации.

Из полученных данных следует, что по отрывному усилию можно оценивать степень приближения к критическим значениям напряжений, которые складываются из остаточных и приложенных. В реальном изделии соотношение приложенных и остаточных напряжений неизвестно. Эти результаты не противоречат полученным ранее [18], существенно их дополняют и позволяют выполнить определенный анализ.

Построенные зависимости (см. рис. 3) дают представление о влиянии $\sigma_{\text{прил}}$ и $\sigma_{\text{ост}}$ на K_f , но не позволяют разделить их вклад. Как видно из рис. 3, одному и тому же значению K_f могут соответствовать разные напряженно-деформированные состояния образца. Например, отрывное усилие в 18 мН соответствует приблизительно как состоянию нагрузки до вершины цикла 1, так и полной разгрузке образца после приложения к нему растягивающего усилия $\sigma_{\text{верш}}$ в цикле 3, а также другим промежуточным состояниям. Если при проведении экспериментов заранее известно, что в образце действуют $\sigma_{\text{прил}}$ и до каких максимальных значений напряжений $\sigma_{\text{прил}} = \sigma_{\text{верш}}$ нагружался образец, то в случае с реальными изделиями, такая информация отсутствует.

Зависимости, аналогичные показанным на рис. 3, были получены и для образцов с другой исходной толщиной в диапазоне 200–800 мкм. При увеличении толщины магнитоотрывное усилие росло, при уменьшении толщины наблюдалась обратная картина.

Таким образом, на K_f влияют как напряжения, так и толщина покрытия. Получение значений K_f и $\sigma_{\text{прил}}$ в вершинах циклов ($\sigma_{\text{верш}}$) для разных h (с учетом ее уменьшения на этапе растяжения образца) позволило установить характер зависимости, связывающей K_f , h и $\sigma_{\text{верш}}$ (рис. 4). Расхождение между истинным значением (т. е. данными, которые аппроксимировались) и значением, рассчитанным аппроксимирующей функцией, выраженное в процентах (далее невязка), для функции $\sigma_{\text{верш}} = f(K_f, h)$ не превышало 10 %.

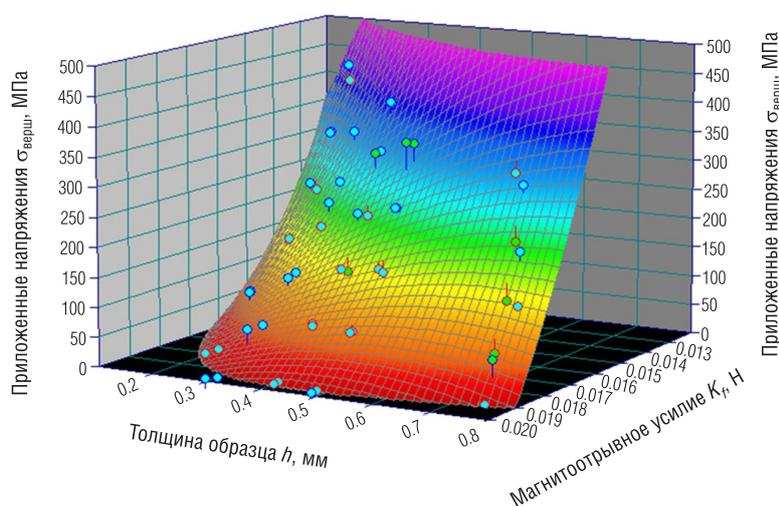


Рис. 4. Поверхность $\sigma_{\text{верш}} = f(K_f, h)$
 Fig. 4. Surface $\sigma_{\text{верш}} = f(K_f, h)$

Если считать, что действующие в образце из никеля напряжения – это максимальные напряжения, которым он подвергался, то градуировочная поверхность $\sigma_{\text{верш}} = f(K_f, h)$, представленная на рис. 4, позволяет определить эти напряжения. Для этого необходимо измерить текущую толщину и магнитоотрывное усилие и по соответствующему уравнению поверхности рассчитать значение $\sigma_{\text{прил}} = \sigma_{\text{верш}} = f(K_f, h)$.

В противном случае на K_f будут оказывать влияние уже не только $\sigma_{\text{прил}}$, но и $\sigma_{\text{ост}}$, соотношение между которыми неизвестно. Естественно, что по значению K_f нельзя получить точные значения двух параметров $\sigma_{\text{прил}}$ и $\sigma_{\text{ост}}$. Использование теоретических положений, изложенных далее в статье, дает возможность определить диапазоны изменения значений $\sigma_{\text{прил}}$ и $\sigma_{\text{ост}}$. При этом максимальным значением $\sigma_{\text{прил}}$, принадлежащим диапазону возможных значений, будет являться $\sigma_{\text{верш}}$.

Теоретическое обоснование контроля механических напряжений магнитным пonde-ромоторным методом. Для получения соотношения между $\sigma_{\text{ост}}$ и $\sigma_{\text{прил}}$ рассмотрим характер изменения K_f при нагружении образца с некоторой исходной толщиной h . На рис. 5 показан пример значения $K_f = K_{f_min}$, которое может соответствовать многочисленным сочетаниям $\sigma_{\text{ост}}$ и $\sigma_{\text{прил}}$. Если предположить, что измеренное значение K_f соответствует точке A , то это означает, что $\sigma_{\text{прил}}$ принимают максимально возможные значения, равные $\sigma_{\text{верш}1}$, и попадают на кривую вершин циклов. При этом сформировавшиеся при пластическом деформировании $\sigma_{\text{ост}}$ для этого случая минимальны, обусловлены нагружением материала до уровня $\sigma_{\text{верш}1}$. При снятии приложенных напряжений, имевшихся в точке A , магнитоотрывное усилие вырастет до $K_f = K_{f_max}$ и будет обусловлено только минимальными остаточными напряжениями $\sigma_{\text{ост}} = \sigma_{\text{ост}}^{\text{min}}$ (точка D). Также, измеренное значение $K_f = K_{f_min}$ может соответствовать точке C , в которой $\sigma_{\text{прил}} = 0$, а имеющиеся $\sigma_{\text{ост}} = \sigma_{\text{ост}}^{\text{max}}$ максимальны и обусловлены формированием пластических деформаций при нагружении материала до уровня $\sigma_{\text{верш}2}$ ранее. K_{f_min} может соответствовать и любой произвольной промежуточной точке (например, точке B), в которой величины $\sigma_{\text{прил}}$ и $\sigma_{\text{ост}}$ могут принимать определенные сочетания значений. При этом $\sigma_{\text{прил}} \in (0, \sigma_{\text{верш}})$, а $\sigma_{\text{ост}} \in (\sigma_{\text{ост}}^{\text{min}}, \sigma_{\text{ост}}^{\text{max}})$.

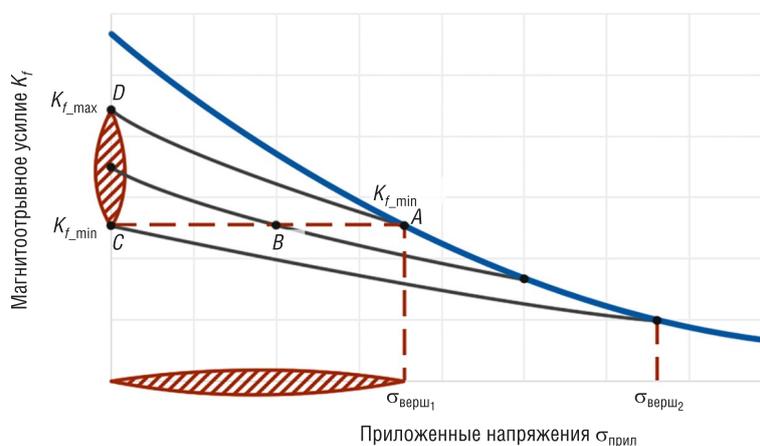


Рис. 5. Диапазоны изменения $\sigma_{\text{прил}}$ и K_f в зависимости от наличия $\sigma_{\text{ост}}$

Fig. 5. $\sigma_{\text{прил}}$ and K_f measurement range with a dependence on a presence of $\sigma_{\text{ост}}$ (residual stressed)

Для того чтобы рассчитать значения $\sigma_{\text{ост}}$, которые были сформированы предварительным нагружением в каждом цикле, воспользуемся уравнением [12], связывающим магнитную восприимчивость материала x с напряжениями:

$$x = \frac{2\mu_0 J_s^2}{9\lambda_s \sigma_i} \left[1 - \frac{\sigma}{5\sigma_i} \right], \quad (1)$$

где μ_0 – магнитная постоянная, J_s – намагниченность, λ_s – коэффициент магнитострикции, σ – приложенные (внешние) напряжения, σ_i – остаточные (внутренние) напряжения.

Как сказано в [13], уравнение (1) используется скорее для качественной оценки, чем для количественной, то есть является приближенным. Также выражение (1) справедливо только в случае, когда остаточные напряжения гораздо больше и энергии поля, и внешних растягивающих напряжений. Магнит в датчике, использованном в экспериментах, был подобран так, чтобы соответствовать первому условию. Значения остаточных напряжений были рассчитаны для каждого цикла, поскольку полагалось, что после нагружения образца до вершины цикла формируются пластические деформации и дальнейшая разгрузка и нагружение в цикле исключительно упругие. То есть определение остаточных напряжений возможно в случае отсутствия приложенных напряжений.

Используем уравнение, связывающее магнитоотрывное усилие K_f , толщину h и магнитную восприимчивость материала x [19, 20]:

$$K_f = \frac{c_1 x h}{1 + N x}, \tag{2}$$

где c_1 – размерный коэффициент (устанавливается численно на основании измерений K_f на образцах с известной магнитной восприимчивостью); N – размагничивающий фактор, который может быть определен экспериментально для каждого цикла [21, 22].

Решая совместно (1) и (2), можно получить выражение

$$\frac{\sigma_{\text{ост}}^2}{5\sigma_{\text{ост}} - \sigma_{\text{прил}}} = \frac{2\mu_0 J_s^2 (c_1 h - K_f N)}{45\lambda_s K_f}.$$

Составив систему уравнений для случая полностью нагруженного состояния $K_f = K_{f_min}$ (точка A) и при разгрузке $K_f = K_{f_max}$ (точка D), получим

$$\begin{cases} \frac{\sigma_{\text{ост}}^2}{5\sigma_{\text{ост}} - \sigma_{\text{прил}}} = \frac{2\mu_0 J_s^2 (c_1 h - K_{f_min} N)}{45\lambda_s K_{f_min}} \text{ (под нагрузкой),} \\ \sigma_{\text{ост}} = \frac{2\mu_0 J_s^2 (c_1 h - K_{f_max} N)}{9\lambda_s K_{f_max}} \text{ (в разгруженном состоянии).} \end{cases}$$

С учетом того, что под нагрузкой $\sigma_{\text{прил}} = \sigma_{\text{верш}}$, и решив систему уравнений для $\sigma_{\text{ост}}$, получим выражение

$$\sigma_{\text{ост}} = \frac{\sigma_{\text{верш}} (K_{f_min} K_{f_max} N - K_{f_max} c_1 h)}{5(K_{f_min} c_1 h - K_{f_max} c_1 h)}, \tag{3}$$

где $\sigma_{\text{верш}}$ – величина приложенных напряжений $\sigma_{\text{прил}}$, до которых нагружался образец; K_{f_min} – величина отрывного усилия при нагружении в условиях воздействия на образец приложенных напряжений $\sigma_{\text{верш}}$; K_{f_max} – величина отрывного усилия при разгрузке, то есть когда приложенные напряжения равны нулю, а остаточные напряжения $\sigma_{\text{ост}}$ сформированы при предварительном нагружении до $\sigma_{\text{верш}}$.

N близок к 1 и мало изменяется для покрытия определенной толщины при изменении напряжений в нем. Для упрощения расчетов может быть условно принят за 1, что не внесет значительной погрешности в них. Выражение (3) позволяет установить $\sigma_{\text{ост}}$ по полученным в ходе экспериментов данным по магнитоотрывному усилию K_f и значениям $\sigma_{\text{верш}}$.

Построение градуировочных зависимостей для оценки напряжений пондеромоторным методом. Получив по формуле (3) массив информации о $\sigma_{\text{ост}}$, формирующихся при одноосном нагружении образца до $\sigma_{\text{верш}}$ для каждого цикла каждого образца (разной толщины), можно перейти к построению градуировочных зависимостей для $\sigma_{\text{ост}}$. Однако во время испытаний образца на растяжение его толщина постепенно уменьшается. Для построения градуировочной поверхности для $\sigma_{\text{верш}}$ от K_f (аналогичных показанной на рис. 4) достаточно было учесть только толщину образца, тогда как в случае с $\sigma_{\text{ост}}$ необходимо использовать $\sigma_{\text{прил}}$ и текущее значение h , то есть $\sigma_{\text{ост}}$ является функцией трех переменных $\sigma_{\text{ост}} = f(K_f, h, \sigma_{\text{прил}})$.

Для упрощения получения градуировочных зависимостей для $\sigma_{ост}$, использованы поверхности уровня. Поверхность уровня представляет собой зависимость $\sigma_{прил} = f(K_f, h)$ для отдельной величины $\sigma_{ост}$. При заранее известной величине $\sigma_{прил}$ несколько поверхностей уровня позволяют проводить расчет $\sigma_{ост}$ путем аппроксимации по точкам между ближайшими поверхностями, а в ситуации неизвестного значения $\sigma_{прил}$ – получить диапазоны возможных значений $\sigma_{ост}$ и $\sigma_{прил}$.

Чтобы получить достаточный объем данных, для каждого образца с определенной начальной толщиной для каждого значения $\sigma_{верш}$, то есть для каждого цикла, по формуле (3) были рассчитаны значения $\sigma_{ост}$. Полученный массив информации позволил построить поверхности, описывающие зависимость $\sigma_{прил} = f(K_f, \sigma_{ост})$, без учета в явном виде изменения толщины (рис. 6). При этом на каждом цикле разгрузка-нагрузка $\sigma_{ост} = const$ и текущая толщина $h = const$ (деформации исключительно упругие), а h изменяется при переходе к следующему значению $\sigma_{верш}$ в результате пластического деформирования. То есть каждому значению остаточных напряжений соответствует одно и то же значение толщины.

На рис. 6 видно, что точки данных, по которым строилась вся поверхность, находятся на линиях, для которых $\sigma_{ост} = const$ и $h = const$. Эти линии соответствуют циклам нагружения-разгрузки и заканчиваются пересечением с еще одной линией, для которой $\sigma_{прил} = \sigma_{верш}$. По линиям $\sigma_{прил} = \sigma_{верш}$ для разных образцов и строилась градуировочная поверхность, отображенная на

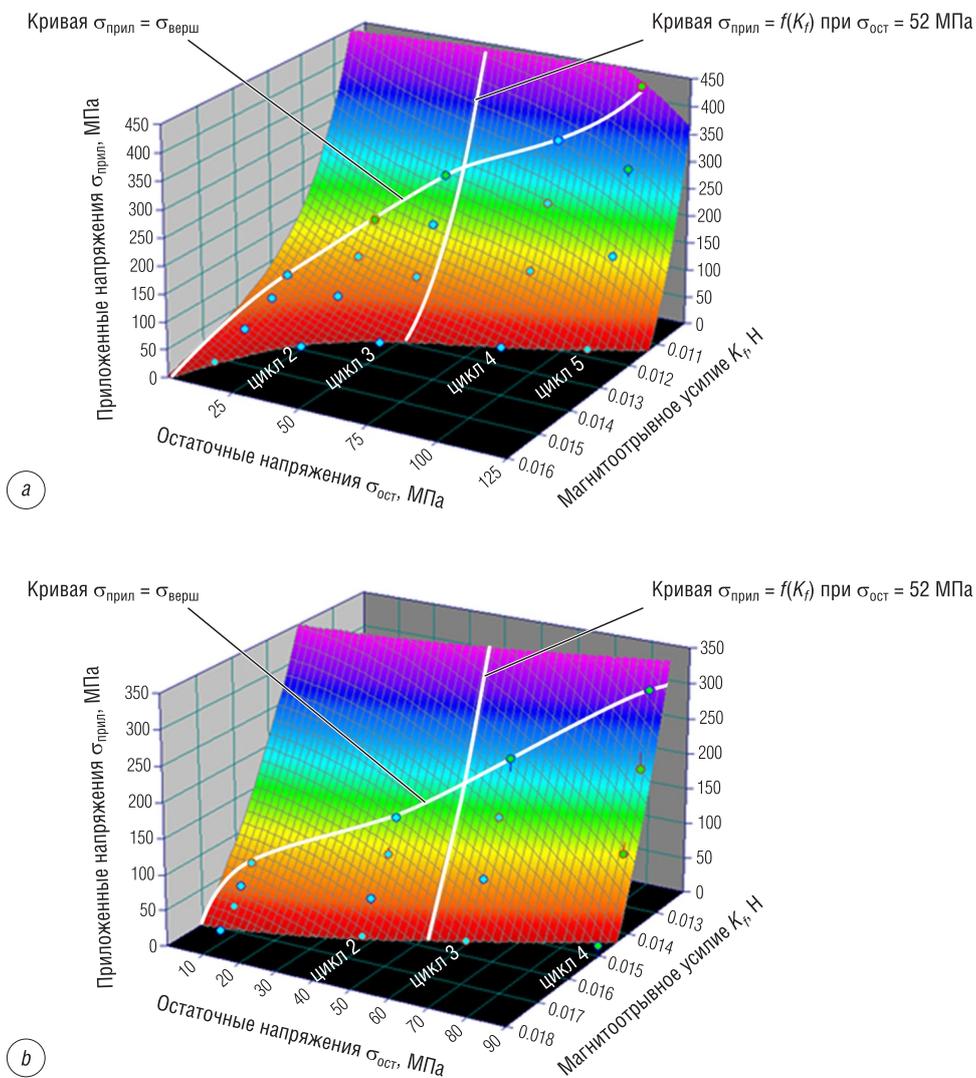


Рис. 6. Пример поверхности $\sigma_{прил} = f(K_f, \sigma_{ост})$ и выделенной на ней кривой $\sigma_{прил,x} = f(K_f)$ при $\sigma_{ост,x} = 52$ МПа для образца с исходной толщиной 200 мкм (а) и 800 мкм (b)

Fig. 6. An example of a $\sigma_{прил} = f(K_f, \sigma_{ост})$ surface and of a highlighted $\sigma_{прил,x} = f(K_f)$ with $\sigma_{ост,x} = 52$ МПа for a specimen with a starting width of 200 μm (a) и 800 μm (b)

рис. 4. Эта градуировочная поверхность ограничивает максимально возможное значение диапазона изменения $\sigma_{\text{прил}}$ таким же образом, как кривая $\sigma_{\text{верш}}$ ограничивает кривые циклов на рис. 3.

Значение h при деформировании образца между вершинами циклов неизвестно. Поэтому для их получения после определения значений $\sigma_{\text{ост}}$ рассчитывались зависимости толщины от остаточных напряжений $h = f(\sigma_{\text{ост}})$ для каждого образца. Эти зависимости в дальнейшем позволили установить толщину при произвольном значении $\sigma_{\text{ост}}$.

Поверхности уровня $\sigma_{\text{прил}_x} = f(K_f, h)$ необходимо построить для разных определенных значений $\sigma_{\text{ост}_x}$. Причем эти значения $\sigma_{\text{ост}_x}$ должны принадлежать как можно большему числу испытываемых образцов (образцов с разной исходной толщиной).

При проведении исследований использовано 10 фиксированных значений $\sigma_{\text{ост}_x}$, рассчитываемых по формуле

$$\sigma_{\text{ост}_x} = x \frac{\sigma_{\text{ост}}^{\text{max}}}{10}, \quad (4)$$

где x – порядковый номер $\sigma_{\text{ост}_x} = \text{const}$ от 1 до 10, для которого находятся значения $\sigma_{\text{прил}_x} = f(K_f)$; $\sigma_{\text{ост}}^{\text{max}}$ – максимальное значение $\sigma_{\text{ост}}$ по всем образцам.

Используя получаемое путем аппроксимации данных уравнение поверхности (рис. 6) $\sigma_{\text{прил}} = f(K_f, \sigma_{\text{ост}})$ при некотором $\sigma_{\text{ост}_x} = \text{const}$, определенным по формуле (4), можно рассчитать значения $\sigma_{\text{прил}_x} = f(K_f)$. Причем каждой кривой $\sigma_{\text{прил}_x} = f(K_f)$ будет соответствовать лишь одно значение толщины образца, что позволяет в дальнейшем учитывать h в градуировочных поверхностях.

Получив массив значений $\sigma_{\text{прил}_x}$, K_f для рассчитанных ранее $\sigma_{\text{ост}_x}$ и имея соответствующие значения h (для разных образцов и для одного образца при деформировании), можно построить соответствующие поверхности уровня (рис. 7) с невязкой до 20 %.

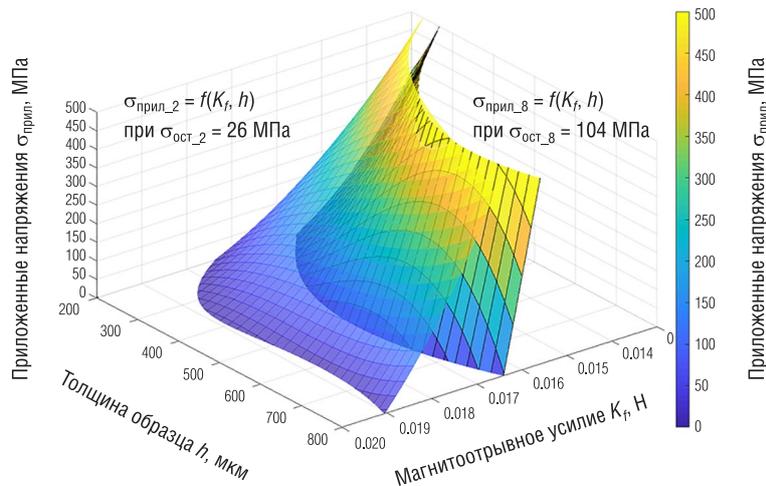


Рис. 7. Поверхность зависимости $\sigma_{\text{прил}_2} = f(K_f, h)$ при $\sigma_{\text{ост}_2} = 26$ МПа и $\sigma_{\text{прил}_8} = f(K_f, h)$ при $\sigma_{\text{ост}_8} = 104$ МПа

Fig. 7. $\sigma_{\text{прил}_2} = f(K_f, h)$ surface with $\sigma_{\text{ост}_2} = 26$ MPa and $\sigma_{\text{прил}_8} = f(K_f, h)$ with $\sigma_{\text{ост}_8} = 104$ MPa

Как уже упоминалось, эти поверхности должны быть ограничены поверхностью, отображенной на рис. 4 (значениями $\sigma_{\text{прил}} = \sigma_{\text{верш}}$). Однако, как можно заметить на рис. 7, полученные поверхности $\sigma_{\text{прил}_x} = f(K_f, h)$ для каждой $\sigma_{\text{ост}_x}$ не имеют ограничений и продолжают за пределами максимальных значений, что не имеет физического смысла. На рис. 8 показано это ограничение – зависимость $\sigma_{\text{верш}} = f(K_f, h)$. Она по сути является трехмерным представлением графика, показанного на рис. 3, третьей осью которого выступает ось с отложенными на ней значениями толщины образцов.

Использование методики для измерений на реальных изделиях. Таким образом, имеются все данные, чтобы определить диапазоны изменения приложенных и остаточных напряжений и их соотношение. Определение диапазонов напряжений в никелевом покрытии по полученным градуировочным поверхностям производится путем установления толщины покрытия h и магнитоотрывного

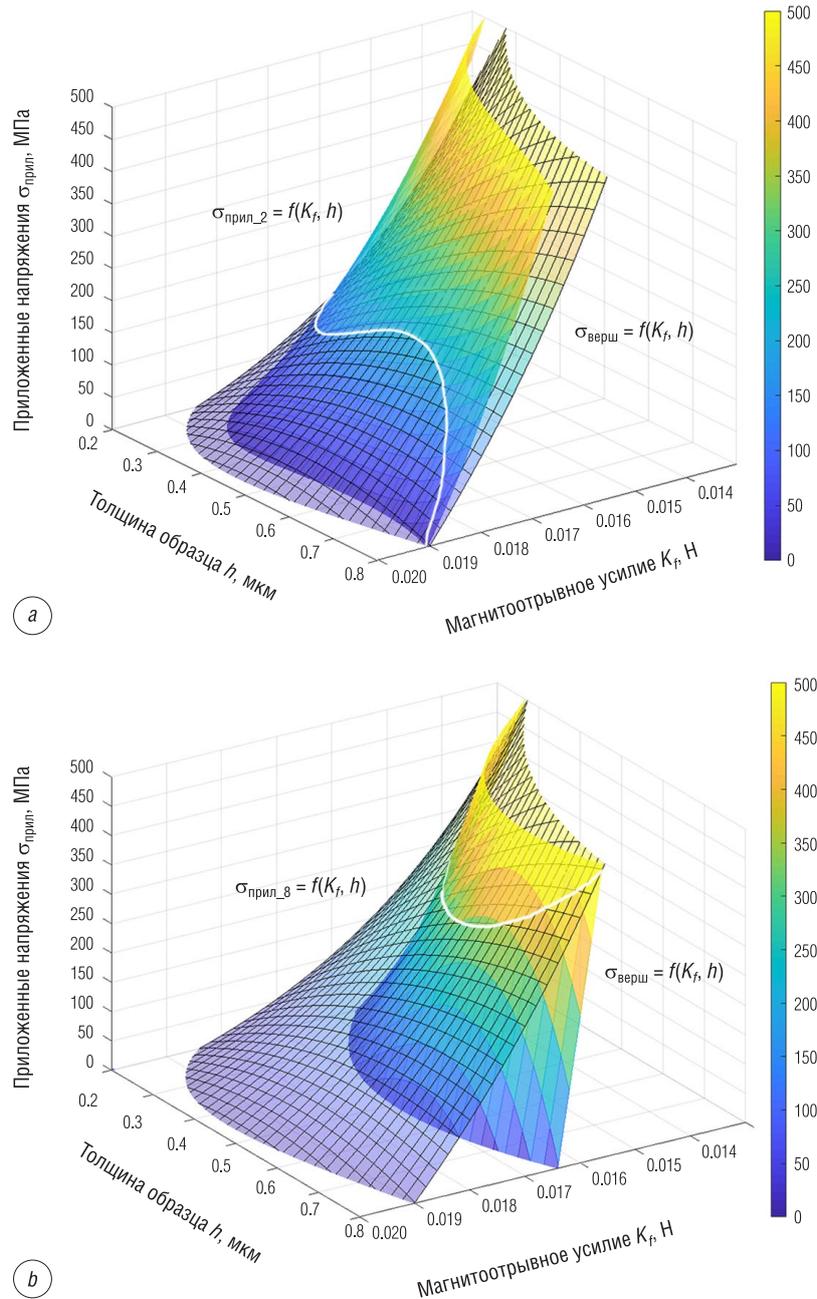


Рис. 8. Пересечение градуировочных поверхностей $\sigma_{\text{верш}} = f(K_f, h)$ и $\sigma_{\text{прил}_x} = f(K_f, h)$ для $\sigma_{\text{ост}_2} = 26$ МПа (а) и $\sigma_{\text{ост}_8} = 104$ МПа (б)

Fig. 8. Intersection of calibration surfaces $\sigma_{\text{верш}} = f(K_f, h)$ and $\sigma_{\text{прил}_x} = f(K_f, h)$ for $\sigma_{\text{ост}_2} = 26$ МПа (а) and $\sigma_{\text{ост}_8} = 104$ МПа (б)

усилия K_f прибором НТ-800 (см. рис. 1, а). По полученным значениям K_f и h определяется максимальное значение $\sigma_{\text{прил}} = \sigma_{\text{верш}}$ (по зависимости, отображенной на рис. 4 и ограничивающей верхний диапазон $\sigma_{\text{прил}}$), а также рассчитываются величины $\sigma_{\text{прил}}$ для каждой поверхности уровня $\sigma_{\text{ост}_x} = \text{const}$. Из полученных значений строится зависимость $\sigma_{\text{ост}_x}$ от $\sigma_{\text{прил}}$. Пример такой зависимости приведен на рис. 9, где показаны диапазоны изменения $\sigma_{\text{прил}}$ и $\sigma_{\text{ост}}$ для образца с исходной начальной толщиной 400 мкм, которая уменьшилась при растяжении до 360 мкм.

На рис. 9 точками обозначены значения $\sigma_{\text{прил}_x}$ для каждой $\sigma_{\text{ост}_x}$, а вертикальными пунктирными линиями – ограничения этой зависимости внизу диапазона приложенных напряжений нулем и вверху диапазона $\sigma_{\text{верш}} = 160$ МПа. Диапазон возможных значений остаточных напряжений $\sigma_{\text{ост}}$ составляет от 48 до 95 МПа. Корректность полученного диапазона остаточных на-

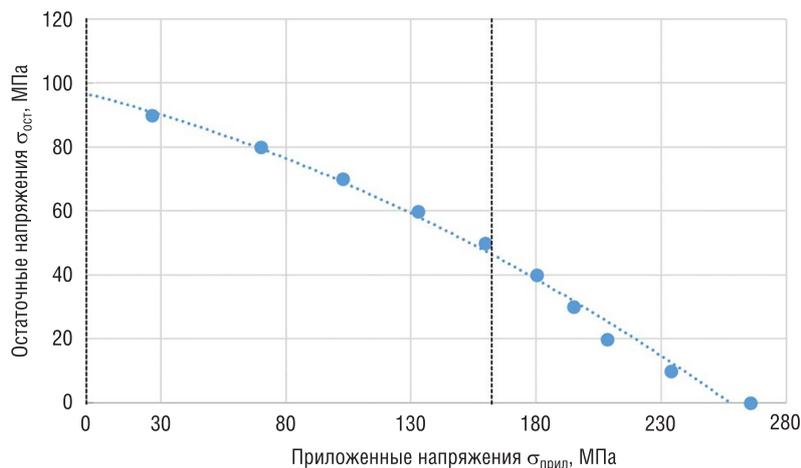


Рис. 9. Пример графика диапазонов приложенных и остаточных напряжений

Fig. 9. An example of ranges plot for applied and residual stresses

пряжений может быть в дальнейших исследованиях проверена измерениями на рентгеновском дифрактометре. Если сравнить полученные результаты с графиком на рис. 3, то можно заметить, что полученное значение $K_f \approx 16,7$, соответствующее $\sigma_{\text{верш}} = 160$ МПа, в случае разгруженного состояния будет близко к начальной точке 5-го цикла, на котором остановились испытания образца с исходной $h = 400$ мкм, а следовательно, полученные по градуировочным поверхностям результаты оценки диапазона приложенных напряжений соответствуют действительности.

Явление снижения магнитоотрывного усилия при наличии в образце напряжений также наблюдалось при проведении экспериментов на реальном гальваническом покрытии. Так, были измерены K_f на участках образца с отслоившимся и прочно удерживаемым силами адгезии покрытием (рис. 10, a), имеющим толщину, близкую к 400 мкм ($h = 396$ мкм). На графике (рис. 10, b) видно, что отрывное усилие на отслоившемся участке выше. Это можно объяснить тем, что отслаивание покрытия привело к снятию приложенных растягивающих напряжений в покрытии.

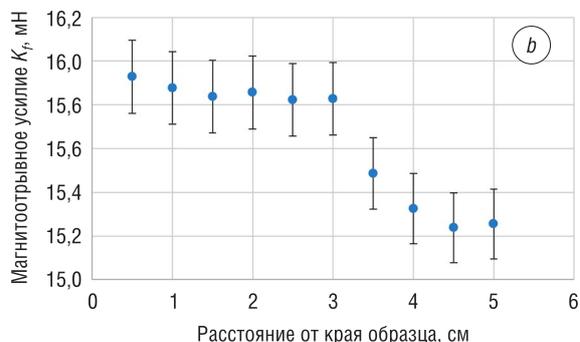


Рис. 10. Образец никелевого покрытия с отслоившейся частью и изменение значений K_f при удалении от края образца ($h = 400$ мкм)

Fig. 10. A nickel plating specimen with exfoliated part and K_f variation from moving off a specimen edge ($h = 400$ μm)

Если сравнить значения K_f на рис. 3 и 10, можно отметить, что значение отрывного усилия в неотслоившейся части покрытия близко к критическим значениям. При этом разрушение покрытия может произойти по двум вариантам: растрескивание, если напряжения превышают временное сопротивление, или отслаивание – при превышении ими (напряжениями) сил адгезии.

Ввиду слабого поля используемого магнита и его малых геометрических размеров на образцах с равномерным распределением напряжений и толщины изменения пондеромоторной силы начинают происходить на расстоянии 5 мм от края образца и менее. Поскольку измерения, представленные на графике рис. 10, b, были получены по центру образца, а максимальное приближение к границе составляло 5 мм, данным эффектом можно пренебречь. Также стоит упомянуть,

что на другом краю образца, где отслоения покрытия не произошло, изменение отрывного усилия отсутствует.

Также из рис. 10, b можно отметить, что изменения отрывного усилия находятся в диапазоне от 15,25 до 15,95 мН, то есть примерно $\pm 2,5\%$ от средней величины 15,6 мН. Следовательно, прибор НТ-800 должен обеспечивать точность на порядок выше. Диапазон измерений отрывного усилия датчиков напряжений находится в пределах 14–25 мН (см. рис. 3). В [23] было показано, что прецизионность измерений (согласно ГОСТ Р ИСО 5725 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений») находится в пределах 1,05% от диапазона измерений, что является достаточным для оценки изменения отрывного усилия от 15,25 до 15,95 мН.

Ввиду отсутствия государственных эталонов единицы механических напряжений, которые требуются для оценки погрешности измерений НТ-800 в соответствии с правилами законодательной метрологии, представление о точностных характеристиках прибора можно получить по рассчитанным значениям прецизионности [23] и сравнением показаний прибора НТ-800 с данными разрывной машины для образца никелевого покрытия толщиной 400 мкм (таблица).

Зависимость разницы показаний прибора НТ-800 и разрывной машины от уровня приложенных напряжений, регистрируемых разрывной машиной, пересчитанных в истинные
A dependence of the NT-800 readings and a testing machine readings difference from the applied stress level, registered by the testing machine and calculated in true coordinates

Приложенные напряжения (по показаниям разрывной машины), МПа	0	60	124	193	264
Разница показаний НТ-800 и разрывной машины при нагружении, МПа	13	–30	–10	–22	
Разница показаний НТ-800 и разрывной машины при разгрузке, МПа		–34	–9	–10	–18

Поскольку зависимость показаний датчиков НТ-800 от приложенных напряжений является обратной (см. рис. 3), невязка градуировочной поверхности (рис. 4) приводит к наибольшему отклонению показаний датчика при наименьшем уровне напряжений.

Закключение. В работе предложено применять магнитный пондеромоторный метод для оценки одноосных растягивающих напряжений в никелевых покрытиях и образцах с толщиной в диапазоне 200–800 мкм.

На основе проведенных экспериментальных исследований установлена возможность использования существующих теоретических основ для оценки напряжений в никелевых образцах путем воздействия на них магнитным полем постоянного магнита и регистрации магнитоотрывного усилия K_f .

Получено соотношение, связывающее магнитоотрывное усилие, толщину образца (покрытия), величину приложенных $\sigma_{\text{прил}}$ и остаточных напряжений $\sigma_{\text{ост}}$.

Разработана методика, позволяющая по одному измерению получить соотношение между величинами приложенных и остаточных напряжений.

На реальных образцах и покрытиях экспериментально доказана возможность определения степени близости напряжений к критическим уровням, приводящим к разрушению, даже в случае, если соотношение приложенных и остаточных напряжений в образце неизвестно.

Дальнейшая работа в этом направлении может вестись с целью упрощения расчетов и вида градуировочных поверхностей, а также упрощения способа получения этих поверхностей. Для этого может быть использован рентгеновский дифрактометр. Это позволит также провести оценку погрешности метода определения остаточных напряжений, приведенного в данной работе. Следует учитывать, что прослеживается однозначная связь магнитоотрывного усилия с уровнем приложенных напряжений. Остаточные напряжения неразрывно связаны с пластической деформацией, увеличение которой приводит к росту плотности дислокаций в образце. Анализ и использование связи плотности дислокаций и остаточных напряжений, определяемых приведенным в настоящей статье методом и методом рентгеновской дифракции, также может стать направлением дальнейших исследований.

Благодарности

Авторы выражают благодарность доктору технических наук, профессору В. А. Рудницкому за полезное обсуждение результатов данной работы.

Acknowledgment

We thank Doctor of Technical Sciences, Professor V. A. Rudnitskiy for a helpful discussion of the results of this work.

Список использованных источников

1. Буркин, С. П. Остаточные напряжения в металлопродукции : учеб. пособие / С. П. Буркин, Г. В. Шимов, Е. А. Андриюкова. – Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2015. – 248 с.
2. Улыбин, А. В. Особенности применения резистивного электроконтактного метода для контроля напряженно-деформированного состояния стальных конструкций / А. В. Улыбин, Г. А. Кукушкина // Инженер.-строит. журн. – 2010. – № 3 (13). – С. 32–34. <https://doi.org/10.18720/MCE.13.13>
3. Equivalent Strain and Stress Models for the Effect of Mechanical Loading on the Permeability of Ferromagnetic Materials / P. Rasilo [et al.] // IEEE Trans. Magn. – 2019. – Vol. 55, № 6. – P. 1–4. <http://doi.org/10.1109/TMAG.2018.2890407>
4. Weisensel, N. Magnetotagging, A New Method for Active and Passive Nondestructive Evaluation of Stresses and Defects in Composite Structures / N. Weisensel, C. Liang // Mater. Technol. – 2016. – Vol. 10. – P. 142–144. <https://doi.org/10.1080/10667857.1995.11752613>
5. Костин, В. Н. Оценка упругих и пластических деформаций ферритоперлитных сталей по магнитным свойствам вещества / В. Н. Костин, А. В. Кадров, А. Е. Кусков // Дефектоскопия. – 2005. – № 10. – С. 13–22.
6. Необратимые изменения намагниченности как индикаторы напряженно-деформированного состояния ферромагнитных объектов / В. Н. Костин [и др.] // Дефектоскопия. – 2009. – № 11. – С. 54–67.
7. Влияние упругой деформации на гистерезисные свойства двуслойного ферромагнетика, составленного из компонентов, обладающих магнитострикцией разных знаков / Э. С. Горкунов [и др.] // Дефектоскопия. – 2014. – № 8. – С. 42–56.
8. Иванова, И. Сравнительные измерения напряженного состояния проката углеродистой стали посредством шума Баркгаузена и ультразвука / И. Иванова, Т. Парталин // Дефектоскопия. – 2012. – № 2. – С. 83–94.
9. Магнитные и магнитоакустические параметры контроля напряженно-деформированного состояния углеродистых сталей, подвергнутых холодной пластической деформации и отжигу / В. Н. Костин [и др.] // Дефектоскопия. – 2015. – № 10. – С. 33–41.
10. Филинов, В. В. Контроль напряженного состояния трубопроводов по магнитным параметрам металла / В. В. Филинов, А. Н. Кузнецов, П. Г. Аракелов // Дефектоскопия. – 2017. – № 1. – С. 41–50.
11. Акулов, Н. С. К теории пондеромоторного магнитного контроля металлов / Н. С. Акулов, В. А. Рудницкий // Докл. АН БССР. – 1970. – Т. 14, № 10. – С. 889–892.
12. Гнутенко, Е. В. Определение толщин составляющих двухслойного никель-хромового покрытия магнитным пондеромоторным методом при одностороннем доступе к контролируемой поверхности / Е. В. Гнутенко, В. А. Рудницкий // Приборы и методы измерений. – 2017. – Т. 8, № 4. – С. 365–373. <https://doi.org/10.21122/2220-9506-2017-8-4-38-45>
13. Вонсовский, С. В. Ферромагнетизм / С. В. Вонсовский, Я. С. Шур. – М.; Л.: Гос. изд-во техн.-теор. лит., 1948. – 816 с.
14. Биргер, И. А. Остаточные напряжения / И. А. Биргер. – М.: Гос. науч.-тех. изд-во машиностр. лит., 1963. – 232 с.
15. Schlesinger, M. Modern Electroplating / M. Schlesinger, M. Paunovic. – 5th ed. – Hoboken: John Wiley & Sons, 2011. – 736 p. <https://doi.org/10.1002/9780470602638>
16. Моргун, А. И. Возникновение и релаксация внутренних напряжений в гальванических покрытиях: дис. ... канд. техн. наук / А. И. Моргун. – Тюмень, 2003. – 109 л.
17. Кутепов, А. Ю. Влияние внутренних напряжений в никелевых покрытиях на их магнитную проницаемость / А. Ю. Кутепов, А. П. Крень // Приборостроение-2017: материалы 10-й Междунар. науч.-техн. конф., 1–3 нояб. 2017 г., г. Минск / редкол.: О. К. Гусев (предс.) [и др.]. – Минск: БНТУ, 2017. – С. 223–224.
18. Кутепов, А. Ю. Оценка растягивающих напряжений в никелевых покрытиях магнитным пондеромоторным методом / А. Ю. Кутепов, А. П. Крень, Е. В. Гнутенко // Приборостроение-2018: материалы 11-й Междунар. науч.-техн. конф., 14–16 нояб. 2018 г., г. Минск / редкол.: О. К. Гусев (предс.) [и др.]. – Минск: БНТУ, 2018. – С. 28–30.
19. Рудницкий, В. А. Особенности измерения толщины никелевых покрытий магнитным методом / В. А. Рудницкий, В. И. Антипенко // Докл. Акад. наук БССР. – 1977. – № 3. – С. 202–204.
20. Козлов, А. Г. К оценке влияния напряженного состояния гальванических никелевых покрытий на показания магнитных толщиномеров / А. Г. Козлов, В. А. Рудницкий, А. К. Шукевич // Дефектоскопия. – 1977. – № 5. – С. 61–65.
21. Сандомирский, С. Г. Расчет и анализ размагничивающего фактора ферромагнитных тел / С. Г. Сандомирский. – Минск: Беларус. наука, 2015. – 244 с.
22. Толмачев, И. И. Физические основы и технология магнитопорошкового контроля / И. И. Толмачев. – Томск: Изд-во ТПУ, 2007. – 130 с.
23. Кутепов, А. Ю. Оценка прецизионности прибора НТ-800 для контроля никелевых покрытий / А. Ю. Кутепов, А. П. Крень, Е. В. Гнутенко // Приборостроение-2020: материалы 13-й Междунар. науч.-техн. конф., 18–20 нояб. 2020 г., г. Минск, Респ. Беларусь / редкол.: О. К. Гусев (предс.) [и др.]. – Минск: БНТУ, 2020. – С. 71–72.

References

1. Burkin S. P., Shimov G. V., Andrukova E. A. *Residual Stresses in Metal Products*. Yekaterinburg, Ural University Press, 2015. 248 p. (in Russian).
2. Ulybin A. V., Kukushkina G. A. Features of the application of the resistive electrical contact method for steel structures stress-strain state monitoring. *Inzhenerno-stroitel'nyi zhurnal = Magazine of Civil Engineering*, 2010, no. 3 (13), pp. 32–34. <https://doi.org/10.18720/MCE.13.13> (in Russian).
3. Rasilo P., Aydin U., Martin F., Belahcen A., Kouhia R., Daniel L. Equivalent Strain and Stress Models for the Effect of Mechanical Loading on the Permeability of Ferromagnetic Materials. *IEEE Transactions on Magnetics*, 2019, vol. 55, no. 6, pp. 1–4. <https://doi.org/10.1109/tmag.2018.2890407>
4. Weisensel N., Liang C. Magnetotagging, A New Method for Active and Passive Nondestructive Evaluation of Stresses and Defects in Composite Structures. *Materials Technology*, 2016, vol. 10, pp. 142–144. <https://doi.org/10.1080/10667857.1995.11752613>
5. Kostin V. N., Kadrov A. V., Kuskov A. E. Magnetic Properties of a Material Used to Estimate Elastic and Plastic Strains of Ferrite-Pearlite Steels. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2005, vol. 41, iss. 10, pp. 632–639. <https://doi.org/10.1007/s11181-006-0014-7>
6. Kostin V. N., Tsar'kova T. P., Nichipuruk A. P., Loskutov V. E., Lopatin V. V., Kostin K. V. Irreversible changes in the magnetization as indicators of stressed-strained state of ferromagnetic objects. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2009, vol. 45, iss. 11, pp. 786–796. <https://doi.org/10.1134/S1061830909110059>
7. Gorkunov E. S., Subachev Y. V., Povolotskaya A. M., Zadvorkin S. M. The influence of elastic deformations on the hysteresis properties of a two-layer ferromagnet composed of components with magnetostrictions of opposite signs. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2014, vol. 50, iss. 8, pp. 469–480. <https://doi.org/10.1134/S1061830914080051>
8. Ivanova I., Partalin T. Comparative measurements of the stress state in a rolled carbon steel using magnetic Barkhausen noise and ultrasonic method. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2012, vol. 48, iss. 2, pp. 137–146. <https://doi.org/10.1134/S1061830912020040>
9. Kostin V. N., Vasilenko O. N., Filatenkov D. Y., Chekasina Yu. A., Serbin E. D. Magnetic and magnetoacoustic testing parameters of the stressed-strained state of carbon steels that were subjected to a cold plastic deformation and annealing. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2015, vol. 51, iss. 10, pp. 624–632. <https://doi.org/10.1134/S1061830915100071>
10. Filinov V. V., Kuznetsov A. N., Arakelov P. G. Monitoring stressed state of pipelines by magnetic parameters of metal. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2017, vol. 53, iss. 1, pp. 51–61. <https://doi.org/10.1134/S1061830917010065>
11. Akulov N. S., Rudnitskiy V. A. On the ponderomotive magnetic metal testing theory *Doklady Akademii nauk BSSR* [Reports of the Academy of Sciences of the BSSR], 1970, vol. 14, no. 10, pp. 889–892 (in Russian).
12. Gnutenko Y. V., Rudnitskiy V. A. Determination of the thickness of the components of a double-layer nickel-chromium coating by magnetic ponderomotive method with unilateral access to the controlled surface. *Pribory i metody izmerenii = Devices and Methods of Measurements*, 2017, vol. 8, no. 4, pp. 365–373 (in Russian). <https://doi.org/10.21122/2220-9506-2017-8-4-38-45>
13. Vonsovskiy S. V., Shur I. S. *Ferromagnetism*. Moscow, Leningrad, State Publ. House of Technical and Theoretical Literature, 1948. 816 p. (in Russian).
14. Birger I. A. *Residual Stresses*. Moscow, State Scientific and Technical Publ. House of Machine-building Literature, 1963. 232 p. (in Russian).
15. Schlesinger M., Paunovic M. *Modern Electroplating*. 5th ed. Hoboken, John Wiley & Sons, 2011. 736 p. <https://doi.org/10.1002/9780470602638>
16. Morgun A. I. *The Emergence and Relaxation of Internal Stresses in Electroplated Coatings*. Tyumen, 2003. 109 p. (in Russian).
17. Kutepov A. Yu., Kren A. P. The influence of internal stresses in nickel coating on its magnetic permeability. *Priborostroenie-2017: materialy 10-i Mezhdunarodnoi nauchno-tekhnicheskoi konferentsii, 1–3 noyabrya 2017 goda, Minsk* [Instrument Engineering-2017: Proceedings of the 10th International Scientific and Technical Conference, November 1–3, 2017, Minsk]. Minsk, BNTU, 2017, pp. 223–224 (in Russian).
18. Kutepov A. Yu., Kren A. P., Gnutenko E. V. Tensile stresses evaluation in nickel coating using magnetic ponderomotive method. *Priborostroenie-2018: materialy 11-i Mezhdunarodnoi nauchno-tekhnicheskoi konferentsii, 14–16 noyabrya 2018 goda, Minsk* [Instrument Engineering-2018: Proceedings of the 11th International Scientific and Technical Conference, November 14–16, 2018, Minsk]. Minsk, BNTU, 2018, pp. 28–30 (in Russian).
19. Rudnitskiy V. A., Antipenko V. I. Features of nickel coating thickness measurement using magnetic method. *Doklady Akademii nauk BSSR* [Reports of the Academy of Sciences of the BSSR], 1977, no. 3, pp. 202–204 (in Russian).
20. Kozlov A. G., Rudnitskiy V. A., Shukevich A. K. On evaluation of galvanic nickel coatings stress state influence on magnetic thickness gauges readings. *Defektoskopiya* [Defectoscopy], 1977, no. 5, pp. 61–65 (in Russian).
21. Sandomirski S. G. *Calculation and Analysis of the Demagnetizing Factor of Ferromagnetic Objects*. Minsk, Belaruskaya navuka Publ., 2015. 244 p. (in Russian).
22. Tolmachev I. I. *Physical Foundations and Technology of Magnetic Particle Testing*. Tomsk, TPU Publ. House, 2007. 130 p. (in Russian).
23. Kutepov A. Yu., Kren A. P., Gnutenko E. V. NT-800 nickel testing device precision evaluation. *Priborostroenie-2020: materialy 13-i Mezhdunarodnoi nauchno-tekhnicheskoi konferentsii, 18–20 noyabrya 2020 goda, Minsk* [Instrument Engineering-2020: Proceedings of the 13th International Scientific and Technical Conference, November 18–20, 2020, Minsk]. Minsk, BNTU, 2020, pp. 71–72 (in Russian).

Информация об авторах

Кутепов Алесъ Юрьевич – младший научный сотрудник лаборатории контактно-динамических методов контроля, Институт прикладной физики Национальной академии наук Беларуси (ул. Академическая, 16, 220072, Минск, Республика Беларусь). E-mail: ales.kutepov@gmail.com

Крень Александр Петрович – доктор технических наук, доцент, заведующий лабораторией контактно-динамических методов контроля, Институт прикладной физики Национальной академии наук Беларуси (ул. Академическая, 16, 220072, Минск, Республика Беларусь). <https://orcid.org/0000-0001-9658-1003>. E-mail: alekspk@mail.ru

Гнутенко Егор Владимирович – старший научный сотрудник лаборатории контактно-динамических методов контроля, Институт прикладной физики Национальной академии наук Беларуси (ул. Академическая, 16, 220072, Минск, Республика Беларусь). E-mail: gnutenkoev@gmail.com

Information about the authors

Ales Yu. Kutepov – Junior Researcher of the Mechanical Testing Laboratory, Institute of Applied Physics of the National Academy of Sciences of Belarus (16, Akademicheskaya Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: ales.kutepov@gmail.com

Alexander P. Kren – D. Sc. (Engineering), Associate Professor, Head of the Mechanical Testing Laboratory, Institute of Applied Physics of the National Academy of Sciences of Belarus (16, Akademicheskaya Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus). <https://orcid.org/0000-0001-9658-1003>. E-mail: alekspk@mail.ru

Egor V. Gnutenko – Senior Researcher of the Mechanical Testing Laboratory, Institute of Applied Physics of the National Academy of Sciences of Belarus (16, Akademicheskaya Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: gnutenkoev@gmail.com

Ivan I. Golovaty¹, Sergei A. Chizhik², Andrey B. Petrovskiy¹, Viktor Ya. Prushak³

¹JSC “Belaruskali”, Soligorsk, Minsk Region, Belarus

²Presidium of the National Academy of Sciences of the Republic of Belarus, Minsk, Belarus

³Soligorsk Institute of Resources Saving Problems with Pilot Production, Soligorsk, Minsk Region, Belarus

DEVELOPMENT OF TECHNOLOGY FOR ADDITIONAL EXTRACTION OF POTASH ORE RESERVES FROM PREVIOUSLY MINED OUT PANELS AT THE DEPTHS EXCEEDING 600 METRES OF THE STAROBIN POTASH SALT DEPOSIT

Abstract. Studied the possibility to extend the life of the Production Unit no. 3 mine of JSC “Belaruskali” through the additional extraction of sylvinitic ore reserves left in the previously mined panels of the mine field of the 3rd potash level. It was determined, that during the period from 1971 to 1980 a considerable part of the southern direction of the mine field on the area of more than 5,3 million m² was mined by the roadways on the layers 2, 2–3, 3 without the mining of the 4th sylvinitic layer. The volume of the leftover reserves of minerals in the mined panels makes more than 22 million tons. There is direct access to these panels from the main southern gates. As a study result of geological structure of the mined panels it was determined that under the influence of rock pressure the undermined sylvinitic layer no. 4 took the form of a wave-shaped seam with the capacity of about 1 meter which rests on compressed inter-chamber pillars and on compressed rocks of layers 2, 2–3, 3 of destroyed inter-roadway pillars, which fills the space of the roadways. Such geological structure of the seam enables to extract minerals using the technology of selective layer mining by successive top and bottom faces. As a study result of the stability of the mine workings performed along the roadways and inter-chamber pillars under conditions of different roof positioning, it was determined that during the preparation of the faces the most advantageous locations for development workings are the areas previously mined by the room and pillar mining system. In this case, the highest stability of mine workings located in the stopes of the room and pillar mining system will be provided by their roofing location with cut of 0.15 m of the 4th sylvinitic layer. When this occurs, their predicted life without repair, even without the use of special protection methods, would be between 3.5 and 8 years. Based on the results of the study, a conclusion was made on the technical possibility and economic feasibility of additional extraction of sylvinitic ore reserves left in the western panels of the southern direction of the mine field of the 3rd potash level of the Production Unit no. 3 mine, finished over 40 years ago by the room and pillar mining system using selective layer mining technology by the longwall faces. With minimal capital, organizational and technical expenditures, the extraction of these reserves will allow the company to produce additionally 5.5 million tons of potash fertilizers.

Keywords: mine, seam, stopes, potash ore, geological structure

For citation: Golovaty I. I., Chizhik S. A., Petrovskiy A. B., Prushak V. Ya. Development of technology for additional extraction of potash ore reserves from previously mined out panels at the depths exceeding 600 metres of the Starobin potash salt deposit. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2022, vol. 67, no. 2, pp. 182–190. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-182-190>

И. И. Головатый¹, С. А. Чижик², А. Б. Петровский¹, В. Я. Прушак³

¹ОАО «Беларуськалий», Солигорск, Минская область, Республика Беларусь

²Президиум Национальной академии наук Беларуси, Минск, Республика Беларусь

³Солигорский Институт проблем ресурсосбережения с Опытным производством, Солигорск, Минская область, Республика Беларусь

РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ДОИЗВЛЕЧЕНИЯ ЗАПАСОВ КАЛИЙНОЙ РУДЫ ИЗ РАНЕЕ ОТРАБОТАННЫХ ПАНЕЛЕЙ НА ГЛУБИНАХ СВЫШЕ 600 МЕТРОВ СТАРОБИНСКОГО МЕСТОРОЖДЕНИЯ КАЛИЙНЫХ СОЛЕЙ

Аннотация. Изучена возможность продления срока службы рудника Третьего рудоуправления ОАО «Беларуськалий» за счет доизвлечения запасов сильвинитовой руды, оставленных на глубинах свыше 600 м в отработанных ранее панелях шахтного поля Третьего калийного горизонта Старобинского месторождения калийных солей. Установлено, что в период с 1971 по 1980 г. значительная часть южного направления шахтного поля на площади более 5,3 млн м² была отработана очистными ходами по слоям 2, 2–3, 3 без выемки 4-го сильвинитового слоя. Объем оставленных запасов полезного ископаемого в отработанных панелях составляет более 22 млн т. При этом имеется прямой

доступ к этим панелям со стороны главных южных штреков. В результате изучения геологического строения отработанных панелей установлено, что под воздействием горного давления, подработанный 4-й сильвинитовый слой принял вид пласта волнообразного профиля, мощностью около 1 м, который покоится на сдавленных межкамерных целиках и на уплотненных породах слоев 2, 2–3, 3 разрушенных межходовых целиков, заполнивших пространство очистных ходов. Такое геологическое строение пласта делает возможным извлечение полезного ископаемого с применением технологии слоевой селективной выемки последовательно верхней и нижней лавами. В результате изучения устойчивости выработок, пройденных по очистным ходам и межкамерным целикам, в условиях разной привязки кровли установлено, что при подготовке очистных лав наиболее рациональными местами заложения подготовительных выработок являются участки ранее отработанные камерной системой, при этом наиболее высокую устойчивость выработок при расположении в очистных блоках камерной системы обеспечит привязка их кровли с прирезкой 0,15 м 4-го сильвинитового слоя. В этом случае их прогнозируемый безремонтный срок службы, даже без применения специальных способов охраны, составит от 3,5 до 8 лет. На основании результатов исследования сделан вывод о технической возможности и экономической целесообразности доизвлечения запасов сильвинитовой руды, оставленных в западных панелях южного направления шахтного поля Третьего калийного горизонта рудника Третьего рудоуправления, отработанных более 40 лет назад камерной системой разработки с использованием технологии слоевой селективной выемки пласта очистными лавами. При минимальных капитальных и организационно-технических затратах извлечение указанных запасов полезного ископаемого позволит предприятию выпустить дополнительно около 5,5 млн т калийных удобрений.

Ключевые слова: рудник, пласт, очистные камеры, калийная руда, геологическое строение

Для цитирования: Разработка технологии доизвлечения запасов калийной руды из ранее отработанных панелей на глубинах свыше 600 метров Старобинского месторождения калийных солей / И. И. Головатый [и др.] // Вест. Нац. акад. наук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2022. – Т. 67, №2. – С. 182–190. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-182-190>

Introduction. JSC “Belaruskali” is the world’s largest producer of potash fertilizers. Its main raw material base is the Starobin potash deposit. The development of the deposit is carried out by four Production Units, including the Production Unit no. 3 (PU 3), which mined out and processed 14.3 million tons of sylvinite ore in 2020. Such intensive extraction of minerals from the subsurface is rapidly depleting mineral reserves. Currently, the mine mines out the second and third potash levels, which contain all the resources of the PU 3 mine field and previously they were classified as commercial reserves. The 2nd potash level is mined out for 90 %, while the 3rd level, which is the main one in terms of reserves and ore extraction volumes, is mined out for 75 %.

The urgent need to replenish and develop the mine’s resource base requires careful, resource-efficient approaches to mining the left reserves. One such promising approach, aimed at extending the mine life, is the additional extraction of potash reserves left in the 4th sylvinite layer and the inter-chamber and inter-roadway pillars in the areas of the 3rd potash level previously mined out using the room and pillar mining system.

It is known that initially since 1971 the 3rd potash level at the PU 3 mine was mined out using a room and pillar mining system with a low mineral extraction rate. Only since the 1980s progressive longwall mining began to be used to ensure a more complete extraction of sylvinite ore from the rock mass [1, 2]. As a result of the ten-year period of intensive application of the room and pillar mining system, a large section of the mine field has formed, containing significant amounts of minerals left in the 4th sylvinite layer, inter-chamber and inter-roadway pillars. According to preliminary estimates, this amount significantly exceeds the annual output of the mine. However, the possibility of re-mining the stated area in order to mine additionally the left reserves has not been studied and appears to be a complex scientific and technical problem. Till now, many important geological and mining and technical aspects of this problem have not been investigated. Although there are a number of works devoted to the study of geological structure of the seam, describing the features of the distribution of rock pressure in the development and mining workings during the extraction of undermined and abandoned reserves in the 4th sylvinite layer and between the pillars under conditions typical to the 3rd potash level of the PU 3 mine [3–8]. However, the following important aspects regarding the problem of abandoned mineral reserves mining in areas mined out by the room and pillar mining system at depths greater than 600 m have not been studied or have been insufficiently studied in these works: a condition and a degree of disturbance of the left reserves, a character of lowering the 4th sylvinite layer above the roadways, a geological structure of rocks above the face roof; the content of KCl on the collapsed rocks in the inter-roadway pillars and roadways; possibility of extraction of the left reserves in relation to the sylvinite layers 2, 2–3, 3, 4; a character of the workings deformation, caused by roadways and inter-chamber pillars, their stability in conditions of different roof location. Currently, there is only one known work [9], which addresses some aspects of the above problems in relation to other

geological and mining conditions of the Starobin deposit, different from the conditions of the PU 3 mine, characterized, first, by a significantly lower formation depth of mineral deposit. Therefore, the results of the abovementioned work could not be directly used to solve the problem of re-mining the mentioned sections of the 3rd potash level of the PU 3 mine, although we have used the methodology of this study. The task of the study was to solve the abovementioned issues, and the purpose of which was to assess the technical feasibility and economic viability of extracting the reserves left in the 4th sylvinite layer, inter-chamber and inter-roadway pillars at the sections of the 3rd potash level of the PU 3 mine, previously mined out using the room and pillar mining system, as well as to develop a technology for re-mining these sections.

Results and discussion. In accordance with the methodology adopted, the study was carried out along the following lines: study of the mine surveyor’s documents describing the location of the mine field areas, mined out by the room and pillar mining system; time and mining technologies used; visual and instrumental study of the rocks geological structure in the mined out area, characteristics of the rock pressure and course of deformation processes in the workings; calculation of mineral reserves in the areas available for re-mining; developing the ways for re-mining these areas, selecting the best methods for performing the development workings and assessing their stability.

Parameters of stopes driven by the room and pillar mining system in the 3rd potash level of the PU 3 mine were studied during the analysis of the survey documents taking into account the layers and the time for minerals mining. It was determined that in the period from 1971 to 1980 a part of the area of the mine field of the 3rd potash level, on the panels of the south direction from the 1st west to the 18th west panel (Figure 1, *a*), was mined out by room and pillar mining system on the layers 2, 2–3, 3. At the



Figure 1. Mining plan of the 3rd potash horizon of mine: *a* – plan of the mine field (1 – blocks of the chamber development system, 2 – research area); *b* – layout of the research work (1 – research work, 2 – auxiliary drift no. 1 drift no. 11-5, 3 – lava transport drift no. 11-5, 4 – lava conveyor drift no. 11-5, 5 – drifts of the 18th western panel, 6 – lava drifts no. 4); St. 28–St. 59 – research stations

same time, significant amounts of minerals were left not only in the undermined 4th sylvinite layer, but also in inter-chamber and inter-roadway pillars where layers 2, 2–3, 3 were mined with recovery factor 0.38–0.45. Accordingly, should be investigated the possibility of preparing for mining followed by the extraction of the reserves left in all abovementioned layers of the western panels 1–18. It was assumed that the reserves of the 4th sylvinite layer, being prepared for mining, might have changed their spatial position over the past 40 years after undermining. Moreover, the main transport and air-feeding workings of the future face, its assembly gate on the pillar to be mined out should be carried out in the stope area of the room and pillar mining system.

The mined out panels 1–18 are located close to the active main south gates, but direct access for visual and instrumental investigation of the geological and mining conditions was not possible due to destruction of the panel entries. Taking into account the inaccessibility of these sections of the mine field for visual and instrumental studies, it was decided to fulfill a special research working (Figure 1, *b*) in the roadways and inter-chamber pillars of the 18th west panel in its north-east section adjacent to the face no. 4, that undermined the 4th sylvinite layer in the period from 1979 to 1981. Considering the fact, that while starting the researches described above, driving the development workings of the face no. 11-5, in the border zone of the 18th west panel, parallel to old gates of the above panel began, a research working, 240 m long, was made by the roadheading machine KRP-3 starting from the haulage road of the face no. 11-5.

As a result of visual inspection and instrumental measurements in the research working, it was found that the panel workings and the roadways of the 18th west panel, made 40 years ago, are collapsed and are in “compressed” condition, i.e. the previously mined out space is filled with rock debris. The soft pillars in the roadways were crushed and compressed by about 1 m. Accordingly, layers 3–4, 4, 4–5, 5 were lowered by the same value in this area; hard inter-chamber pillars with the width from 5.0 to 9.0 m were slightly compressed by 50–150 mm, in comparison with their capacity in the virgin rock. The results obtained are well in line with the results of the previous study of the geological structure of the deposit rocks in the southeastern border zone of the 18th west panel in its southeastern section [8].

The geological structure of the roof rocks was also investigated in the research working, with core sampling over 3.0 m high. Samples were taken from the bored core to assess the KCl content in the ore by chemical analysis. The boreholes chart for core samples collection and the geological structure of the roof rocks are shown in Figure 2.

Analysis and compilation of the obtained data on the geological structure of the deposit rocks of the 18th western panel enabled to calculate forecast values in relation to quantity and quality of the remaining ore reserves in other western panels of the south direction, mined out by the room and pillar mining system. According to the calculations, more than 22 million tons of sylvinite ore are concentrated in the area of 5.3 million m², including 13.4 million tons in the 4th sylvinite layer and 9 million tons in compressed and collapsed rocks of layers 2, 2–3, 3.

Analysis of the identified features of the seam geological structure allowed drawing the conclusions about its important features directly affecting the choice of mining technology of minerals left in the 18th western panel and, by analogy, in other western panels, mined out by the room and pillar mining system. It was found that the 4th underworked sylvinite layer took the form of a wave-shaped seam with the capacity of about 1 meter, with the wave height of 0.6–1.3 m at a wave pitch of about 17–20 m. The wave crests, located above the inter-chamber pillars, are parallel and directed along the strike of the roadways. Such geological structure of the 4th sylvinite layer enables to mine it with a top face using the SL-300-type shearers, with subsequent mining the layers 2, 2–3, and the 3rd layer – with a bottom face, i.e. the layer can be mined out by the widely used selective mining technology with longwall faces. This technology is described in “Instructions on application of development systems at the Starobin deposit” (Soligorsk, 2018).

In order to select the possibility and optimal locations for development workings of the future faces designed to mine the western panels of the south direction, the deformation character of the research workings contour was studied, including measuring the deformations of the workings contour according to the stations of the contour survey plugs; assessment of the workings stability and preliminary calculation of their maintenance-free period, depending on the chosen roof positioning; visual assessment of the workings contour condition after the mining.

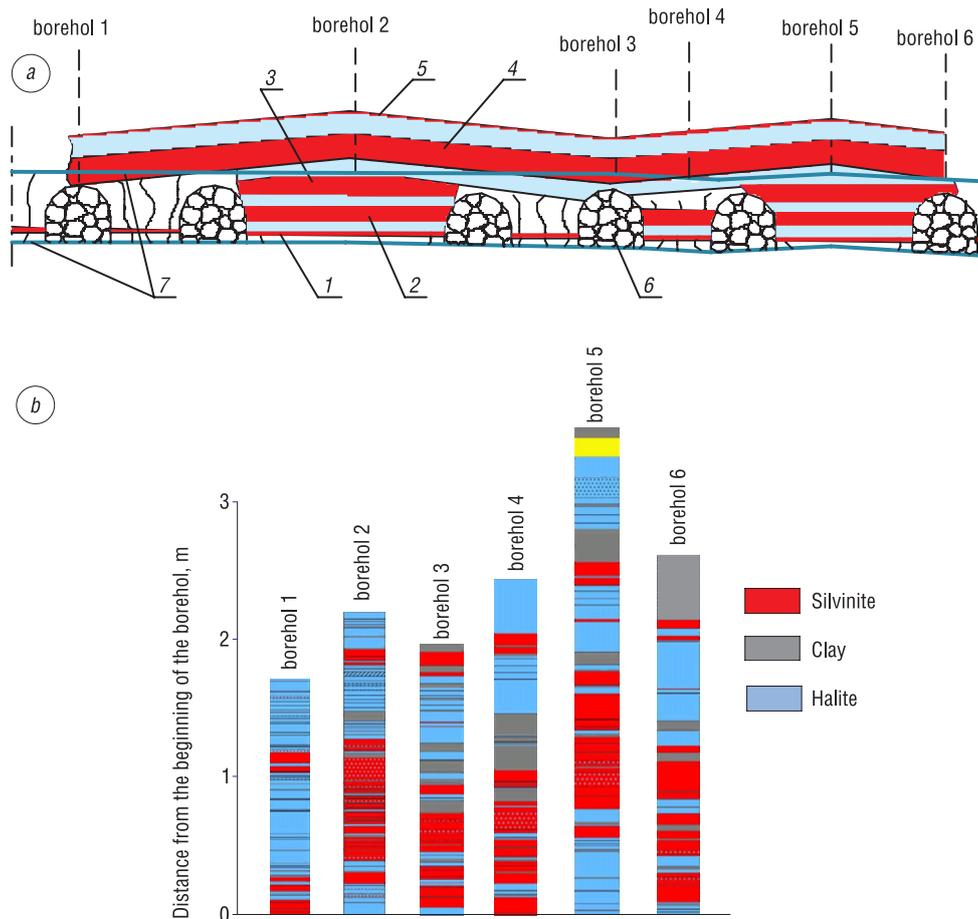


Figure 2. Study of geology aspects of the deposit rock from the research working: a – boreholes chart for core samples collection in the roof of the research working no. 5 (1 – 1st sylvinite layer, 2 – 2nd sylvinite layer, 3 – 3rd sylvinite layer, 4 – 4th sylvinite layer, 5 – 5th sylvinite layer, 6 – roadways of the 18th western panel, 7 – roof and ground profile of the research working no. 5); b – geological structure of roof rocks by boreholes

The research working was made in stages with several risings in order to study its stability in different roof locations. The working was conventionally divided into 4 sections, differing in their location and roof positioning:

section 1 is approximately 90.0 m long. The working was made in a protective pillar, with a protective band, left in the roof, in the 3rd sylvinite layer with the capacity of 0.25–0.30 m;

section 2 is approximately 60.0 m long. The working was made in the roadways and in the inter-chamber pillars; the roof positioning was done with 0.15 m cut of the 4th sylvinite layer;

section 3 is approximately 60.0 m long. The working was made in the roadways and in the inter-chamber pillars, with a protective band, left in the roof, in the 4th sylvinite layer with the capacity of 0.3 m;

section 4 is approximately 30.0 m long. The working was made by the 5th sylvinite layer.

The research working width was 3.0 m. There was no anchoring. As a protection measure in section 1, compensating slots were cut in the ground, roof and walls of the working.

Installation lay-out of the monitoring stations for the roof-ground convergence and the convergence of the workings walls is shown in Figure 1b. Previous investigations in the border zone of the 18th western panel in its northeastern part showed that the contour of the working is deformed more in the areas where it crosses the inter-chamber pillars, and the de-stressed zone is still kept in the roadways [8]. This is why it was decided to install monitoring stations in the most highly stressed zones of the working, i.e. where the linear parts of the workings intersect the inter-chamber pillars. The monitoring stations were installed following the roadheader with the lag not exceeding 30.0 m from the face.

During the whole monitoring period of 231–306 days, the convergence of the research working was 12–62 mm and the convergence of the walls was 7–48 mm. The minimum deformations values of the working contour were observed at the stations installed in the sections worked out by the room and pillar mining system and were on average 2 times less than at the section of the working made in the protective pillar (station no. 28). The lowest convergence rate was observed at the section 2 (stations no. 30, no. 34, no. 36) and it was 0.04–0.09 mm/day. The maximum rate of 0.12–0.20 mm/day was recorded at the section 1 (stations no. 28 and no. 29) in the protective pillar. At the sections 3 and 4 these rates were 0.13–0.15 mm/day and 0.09 mm/day respectively.

Figure 3 shows the visual condition of the research working and the nature of the deformation along the entire length of the working. After more than 300 days from start of instrumental as well as visual monitoring, the condition of the research working was satisfactory. The graphs in Figure 3, *e* show that the convergence values in all the study sections do not exceed the maximum permissible values.

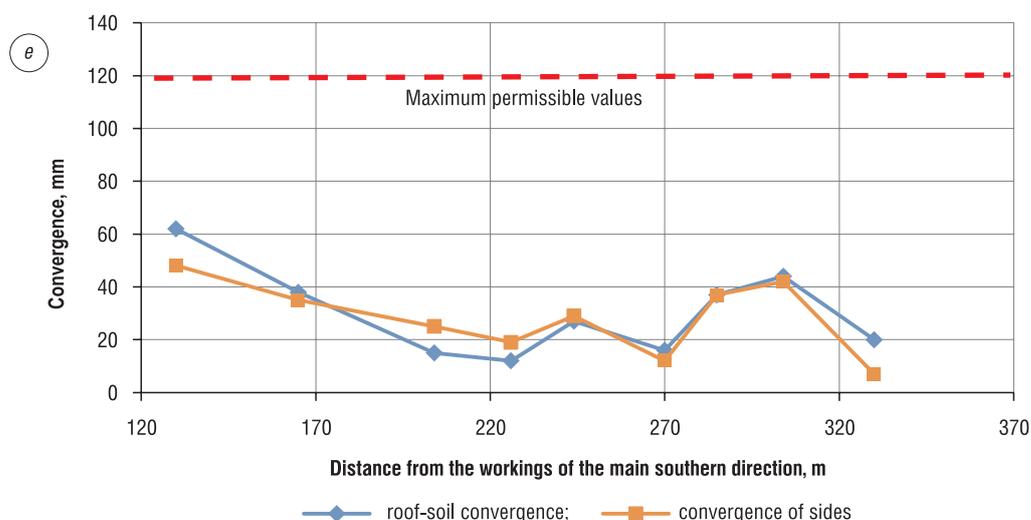
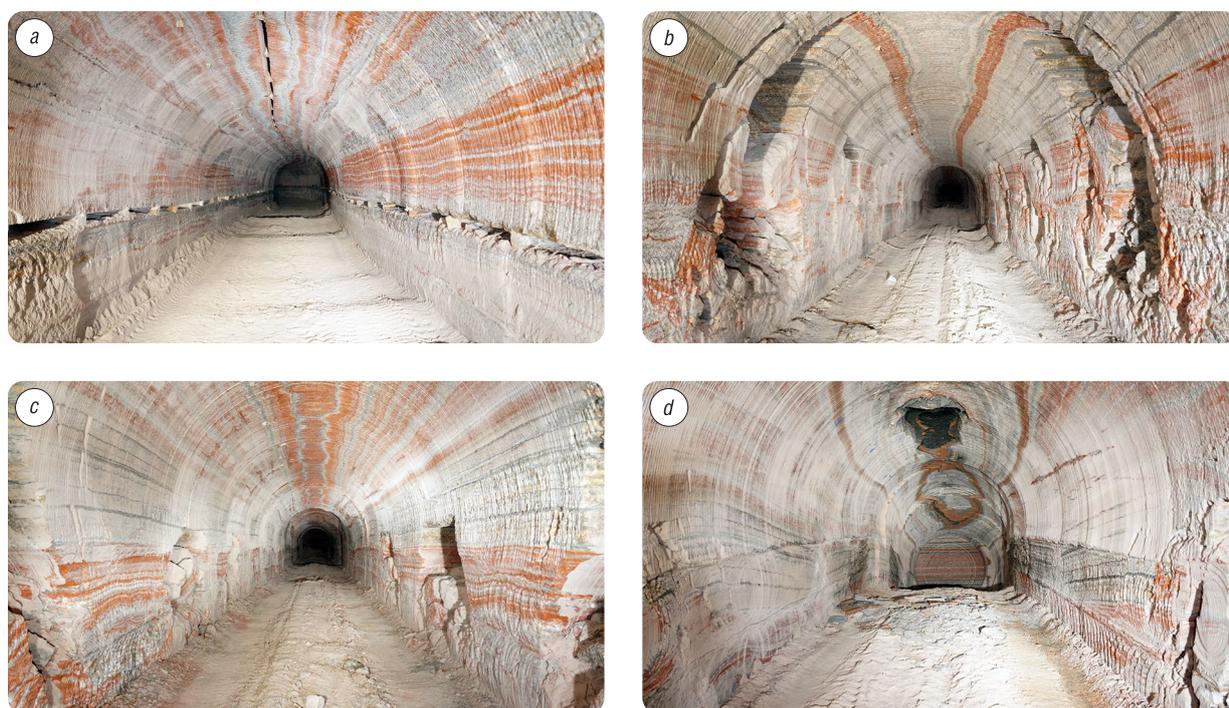


Figure 3. Nature of research working deformation along the entire length after 231–306 days of monitoring: *a* – 1st section visual condition 1, *b* – 2nd section visual condition, *c* – 3rd section visual condition, *d* – 4th section visual condition, *e* – contour deformation values

The summary table presents the value on the deformation of the research working and the remaining time of its maintenance-free condition. The forecast calculation of the remaining maintenance-free service life of the working was carried out according to the formula:

$$t = U_{\max.\text{perm.}}/V_{\text{st}},$$

where t – maintenance-free life of the working, day; $U_{\max.\text{perm.}}$ – maximum permissible values of the working contour deformation in mm according to the “Instruction on protection and support of mine workings in the Starobin deposit” (Soligorsk, 2018); V_{st} – average steady deformation rate of the working part, mm/day.

Summary of the deformation nature of the research working

Station number	Conditions/roof positioning	Monitoring time, days	Accumulated deformations of the contour U , mm		Maximum permissible values of the convergence, $U_{\max.\text{perm.}}$, mm	Steady convergence rate, mm/day	Remaining maintenance-free service life, t , days(years)
			Roof-ground convergence	Convergence of the walls			
28	Section no. 1 in the protective pillar / 0.25–0.30 m 3 rd sylvinitic layer	306	62.0	48.0	120	0.20	530 (1.45)
29		306	38.0	35.0	120	0.12	928 (2.54)
30	Section no. 2 in the roadways / 0.15 m 4 th sylvinitic layer	306	15.0	25.0	120	0.05	2433 (6.67)
34		299	12.0	19.0	120	0.04	2978 (8.16)
36		294	27.0	29.0	120	0.09	1280 (3.51)
37	Section no. 3 in the roadways / 0.3 m 4 th sylvinitic layer	294	16.0	12.0	120	0.05	2189 (6.0)
38		294	37.0	37.0	120	0.13	917 (2.51)
39		294	44.0	42.0	120	0.15	758 (2.08)
59	Section no. 4 in the roadways / 5 th sylvinitic layer	231	20.0	7.0	120	0.09	1366 (3.74)

According to calculations, the longest period of 3.5–8.2 years of maintenance-free working life is predicted for section no. 2, the shortest of 1.5–2.5 years – for section no. 1.

As a study result of stability of workings made along the roadways and inter-chamber pillars, their stability in conditions of different roof positioning, it was concluded that the most advantageous places for the development workings are areas previously mined out by room and pillar mining system, completely destroyed and filled with consolidated rocks. Thus the highest stability of mine workings while locating in the roadways of room and pillar mining system will be ensured by their roof positioning with 0.15 m cut of the 4th sylvinitic layer.

In this case the forecast period of their maintenance-free condition, even without the use of special protection methods, will be from 3.5 to 8 years.

Then, the studies performed enabled to determine that it is technically possible to extract additionally sylvinitic ore reserves from the western panels of the southern direction of the 3rd potash level of PU 3 mine, which were mined out 40–50 years ago by the room and pillar mining system. Extraction of mineral reserves is possible and reasonable by means of faces using the selective layer mining. Preparation of longwall faces will require minimal capital expenditures, associated with development workings, mainly in the de-stressed zones, with minimum protective equipment, provided that there is an optimal roof positioning. Re-mining these areas is very convenient from an organizational and technical point of view, as they are compactly located, close to the skip shafts and adjoin directly to the existing main southern gates.

The economic feasibility of additional mineral resources extraction at the western panels is also evident. With minimal capital and organizational and technical costs, about 22 million tons of ore can be extracted, from which, with the existing beneficiation technology, about 5.5 million tons of potash fertilizers.

Conclusion. Studied the possibility of extending the life of the PU 3 mine through the extraction of off-balance reserves of sylvinitic ore left in the mine field section of the 3rd potash level, which was mined more than 40 years ago by the room and pillar mining system. It was determined, that during the

period from 1971 to 1980 a considerable part of the mine field on the area of more than 5300 million m² was mined out by the roadways on the layers 2, 2–3, 3 without mining of the 4th sylvinite layer. The amount of the mineral resources left in the mined out panels exceeds 22 million tons, including 13.4 million tons of the 4th sylvinite layer and 9 million tons of the 2nd and 3rd sylvinite layers. However, these panels are close to the shaft yard and are directly accessible from the main southern gates.

As a result of studying the geological aspects of the mined panels, it was determined that under the influence of rock pressure, the undermined sylvinite layer no. 4 took the form of a wave-shaped seam with the capacity of about 1 meter which rests on compressed inter-chamber pillars and on compressed rocks of layers 2, 2–3, 3 of destroyed inter-roadway pillars, which fill the space of roadways. Such geological structure of the seam enables to extract minerals using the technology of selective layer mining by successive top and bottom faces.

Based on the study result of the stability of the mine workings made along the roadways and inter-chamber pillars, as well as their stability under conditions of different roof positioning, it was determined that the most advantageous locations for development workings are the areas previously mined out by the room and pillar mining system, fully destroyed and filled with the consolidated rocks. Thus, the highest stability of mine workings, when located in the roadways of the room and pillar mining system, will be ensured by their roof positioning with 0.15 m cut of the 4th sylvinite layer. In this case, the forecast period of their maintenance-free condition, even without the use of special protection methods, will be from 3.5 to 8 years.

As a study result the conclusion was made about the technical feasibility and economic viability of additional extraction of sylvinite ore reserves in the mine field of the 3rd potash level of the PU 3 mine, mined more than 40 years ago by the room and pillar mining system using the selective layer mining of the seam by longwall faces. With minimal capital, organizational and technical expenditures, the extraction of these reserves will allow the company to produce about 5.5 million tons of potash fertilizers.

References

1. Zubov V. P., Smychnik A. D., Kirienko V.M. Enhancement of the development system of the 3rd potash seam at the mines of PA “Belaruskali”. *Zapiski Gornogo instituta = Journal of Mining Institute*, 2006, vol. 168, no. 3, pp. 15–18 (in Russian).
2. Podlesnyi I. A., Getmanov V. N., Petrovskii B. I., Nosulya I.E. Technology of the layer mining while developing the 3rd potash level of the Starobin deposit. *Gornyi zhurnal = Mining Journal*, 2018, no. 8, pp. 59–64 (in Russian). <https://doi.org/10.17580/gzh.2018.08.08>
3. Polyakov A. L. Analysis of the geological structure of the roof of the 3rd potash layer at the Starobin potash deposit. *Gornaya mekhanika [Mining Mechanics]*, 2002, no. 2, pp. 30–36 (in Russian).
4. Puzanov D. A., Mozgoenko M. S., Gubanov V. A. Study results on the stability of mine openings when they are driven in the 4th sylvinite layer, undermined by the bottom face, PU 3 mine, JSC Belaruskali. *Gornaya mekhanika i mashinostroenie [Mining Mechanics and Mechanical Engineering]*, 2014, no. 1, pp. 26–34 (in Russian).
5. Gubanov V. A., Puzanov D. A., Mozgoenko M. S., Erokhin K. A., Podlesny I. A., Petrovsky A. B., Dolgikh A. S. Study of manifestations of rock pressure in development and stope workings during mining the underworked and left reserves in the 4th sylvinite layer and inter-stope pillar by the test face No. 11-3 of the level – 620 m, PU 3 mine, JSC Belaruskali. *Gornaya mekhanika i mashinostroenie [Mining Mechanics and Mechanical Engineering]*, 2017, no. 2, pp. 5–18 (in Russian).
6. Gubanov V. A., Puzanov D. A., Mozgoenko M. S., Erokhin K. A., Podlesny I. A., Petrovsky A. B., Dolgikh A. S. Justification of mining and maintenance methods of development workings of a test face on extraction of the 4th underworked sylvinite layer and of written-off reserves in the inter-stope pillars of the level – 620 m, PU 3 mine, JSC Belaruskali. *Gornaya mekhanika i mashinostroenie [Mining Mechanics and Mechanical Engineering]*, 2016, no. 4, pp. 5–17 (in Russian).
7. Polyakov A. L., Gubanov V. A., Puzanov D. A., Mozgoenko M. S. New deformation patterns of the single working contour in the “massif” and de-stressed zones. *Gornaya mekhanika i mashinostroenie [Mining Mechanics and Mechanical Engineering]*, 2015, no. 4, pp. 13–20 (in Russian).
8. Petrovsky A. B., Prushak V. Ya., Puzanov D. A. Features of the development of longwalls that extract the underworked sylvinite layer in the deep horizons of the Starobin potash salt deposit. *Doklady Natsional’noi akademii nauk Belarusi = Doklady of the National Academy of Sciences of Belarus*, 2020, vol. 64, no. 4, pp. 477–487 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8323-2020-64-4-477-487>
9. Golovaty I. I., Petrovskii A. B., Prushak V. Ya. Substantiation of the possibility of developing reserves of the Third potash horizon of the Starobin deposit, previously worked out by the chamber system. *Vestsi Natsyyanal’nai akademii nauk Belarusi. Seryya fizika-technichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2019, vol. 64, no. 4, pp. 497–510 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-4-497-510>

Information about the authors

Ivan I. Golovaty – General Director, JSC “Belaruskali” (5, Korzh Str., 223710, Soligorsk, Minsk Region, Republic of Belarus). E-mail: belaruskali.office@kali.by

Sergei A. Chizhik – Academician of the National Academy of Sciences of Belarus, D. Sc. (Engineering), Professor, First Deputy Chairman of the Presidium of the National Academy of Sciences of Belarus (66, Nezavisimosti Ave., 220072, Minsk, Republic of Belarus); Chief Researcher, A. V. Luikov Heat and Mass Transfer Institute of National Academy of Sciences of Belarus (15, P. Brovka Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: chizhik_sa@tut.by

Andrey B. Petrovskiy – Deputy Chief Engineer for Mining, JSC “Belaruskali” (5, Korzh Str., 223710, Soligorsk, Minsk Region, Republic of Belarus). E-mail: belaruskali.office@kali.by

Viktor Ya. Prushak – Academician of the National Academy of Sciences of Belarus, D. Sc. (Engineering), Professor, Technical Director, Soligorsk Institute of Resource Saving Problems with Pilot Production (69, Kozlov Str., 223710, Soligorsk, Minsk Region, Republic of Belarus). E-mail: ipr@sipr.by

Информация об авторах

Головатый Иван Иванович – генеральный директор, ОАО «Беларуськалий» (ул. Коржа 5, 223710, Солигорск, Минская область, Республика Беларусь). E-mail: belaruskali.office@kali.by

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

Петровский Андрей Борисович – заместитель главного инженера по горным работам, ОАО «Беларуськалий» (ул. Коржа, 5, 223710, Солигорск, Минская область, Республика Беларусь). E-mail: belaruskali.office@kali.by

Прушак Виктор Яковлевич – академик Национальной академии наук Беларуси, доктор технических наук, профессор, технический директор, Солигорский Институт проблем ресурсосбережения с Опытным производством (ул. Козлова, 69, 223710, Солигорск, Минская область, Республика Беларусь). E-mail: ipr@sipr.by

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

УДК 66.047.7
<https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-191-203>

Поступила в редакцию 10.02.2022
Received 10.02.2022

А. И. Ольшанский, А. А. Котов, С. М. Кузьменков

Витебский государственный технологический университет, Витебск, Республика Беларусь

**ТЕПЛО- И МАССОБМЕН ОБОБЩЕННЫМИ КОМПЛЕКСНЫМИ ПЕРЕМЕННЫМИ
ПРИ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ И СУШКЕ ТЕПЛОИЗОЛЯЦИОННЫХ
МАТЕРИАЛОВ**

Аннотация. Изложены результаты анализа экспериментальных данных по термической обработке в процессах сушки тонких теплоизоляционных материалов. В результате обработки опытных данных обобщенными комплексными переменными получены формулы для определения плотности тепловых потоков, среднеинтегральных температур, интенсивности испарения влаги, продолжительности процесса термической обработки материалов. На основе элементов теории теплового регулярного режима обработкой опытных данных методом наименьших квадратов установлены формулы для определения темпа нагрева влажного тела и темпа убыли влагосодержания. Рассмотрены условия протекания процесса сушки в регулярном режиме. Обработка экспериментальных данных обобщенными комплексными переменными позволяет переходить от одних систем координат к другим, от одних переменных к другим, без проведения дополнительных трудоемких экспериментов. На основе уравнения кинетики сушки и обобщенной кривой сушки приведена связь безразмерного потока теплоты с относительной скоростью сушки. Для однозонального метода расчета кривой скорости сушки дана приближенная зависимость для определения относительной скорости сушки. Установлена связь температуры поверхности материала с относительной скоростью сушки. По всем приведенным формулам проведена проверка достоверности полученных зависимостей, а также сопоставление расчетных значений основных параметров кинетики сушки с экспериментом.

Ключевые слова: влагосодержание, температура, коэффициент сушки, время сушки, теплопроводность, коэффициент теплоотдачи, число Био

Для цитирования: Ольшанский, А. И. Тепло- и массообмен обобщенными комплексными переменными при термической обработке и сушке теплоизоляционных материалов / А. И. Ольшанский, А. А. Котов, С. М. Кузьменков // Вест. Нац. акад. наук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2022. – Т. 67, №2. – С. 191–203. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-191-203>

Anatolii I. Ol'shanskii, Alexej A. Kotow, Sergey M. Kuzmenkov

Vitebsk State Technological University, Vitebsk, Republic of Belarus

**HEAT AND MASS TRANSFER BY GENERALIZED COMPLEX VARIABLES DURING HEAT TREATMENT
AND DRYING OF THERMAL INSULATION MATERIALS**

Abstract. The results of processing experimental data on heat treatment in drying processes of thin thermal insulation materials are presented. As a result of processing the experimental data by generalized complex variables, formulas for determining the heat flux density, average integral temperatures, the intensity of moisture evaporation, and the duration of the heat treatment process of materials were obtained. Based on the elements of the thermal regular regime theory, formulas for

determining the rate of heating of the wet body and the rate of loss of moisture content have been established by processing experimental data using the least squares method. The conditions of the drying process in the regular mode are considered. Processing experimental data with generalized complex variables allows you to move from one coordinate system to another, from one variable to another, without performing additional time-consuming experiments. Based on the equation of drying kinetics and the generalized drying curve, the relationship between the dimensionless heat flux and the relative drying rate is given. For the single-zone method of calculating the drying rate curve, an approximate relationship for determining the relative drying rate is given. The relationship between material surface temperature and the relative drying rate in the heat treatment processes of ceramic tiles, asbestos sheets, wool felts was established. All of the above formulas were used to check the reliability of the obtained dependencies, as well as to compare the calculated values of the main parameters of the drying kinetics with the experiment.

Keywords: moisture content, temperature, drying coefficient, drying time, thermal conductivity, heat transfer coefficient, Biot number

For citation: Ol'shanskii A. I., Kotow A. A., Kuzmenkov S. M. Heat and mass transfer by generalized complex variables during heat treatment and drying of thermal insulation materials. *Vesti Natsyonal'nai akademii navuk Belarusi. Seriya fizika-technichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2022, vol. 67, no. 2, pp. 191–203 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-191-203>

Введение. Невозможность точного аналитического решения дифференциального уравнения массопереноса с переменными коэффициентами переноса, зависящими от влагосодержания и температуры материала в очень сложной форме, вызывает необходимость в разработке простых приближенных опытных уравнений для расчета длительности сушки.

Наиболее эффективными являются методы обработки опытных данных, основанные на устойчивых комплексных переменных, характеризующих наиболее общие закономерности протекания процесса и устанавливающие связь между различными параметрами при тепловой обработке материалов.

К обобщенным переменным следует отнести следующие: обобщенное время тепловой обработки Nt , относительная скорость сушки N^* , относительное влагосодержание материала $\bar{u}/\bar{u}_{кр}$, отношение времени тепловой обработки в первом и втором периодах процесса сушки τ_{II}/τ_I .

Комплекс обобщенных переменных создает условия инвариантности величин основных параметров процесса тепловой обработки и сушки при данном начальном влагосодержании материала [1–3] независимо от режима процесса обработки. Перекрестная инвариантность величин, составляющих процесс тепловой обработки, позволяет разработать приближенные уравнения для расчета основных параметров процесса [1–3]. Инвариантность обобщенных переменных создает условия перехода от одних переменных к другим, от одной системы координат к другой без проведения дополнительных трудоемких экспериментов [1].

Кинетика тепловой обработки и сушки. Введение Г. К. Филоненко в практику сушки обобщенной кривой сушки сыграло значительную роль в развитии способов обработки опытных данных и в разработке приближенных методов расчета кинетики теплообмена [1–4].

Метод Г. К. Филоненко, основанный на обобщенных кривых сушки, был в дальнейшем развит и усовершенствован В. В. Красниковым [1–3]. На основе анализа многих экспериментальных данных по сушке различных материалов В. В. Красников установил, что при сушке любого материала с заданным начальным влагосодержанием \bar{u}_0 независимо от режима процесса сохраняется неизменной величина Nt [1]. Переменная Nt является устойчивым комплексом величин, характерных для всех процессов тепловой обработки и сушки различных влажных материалов при разных методах энергоподвода [1–3]. Величина Nt названа обобщенным временем тепловой обработки [1].

Относительная скорость сушки N^* в периоде падающей скорости (второй период) не зависит от режимных параметров процесса и представляет собой лишь функцию влагосодержания материала [1–4]. Анализ опытных данных по тепловой обработке различных влажных материалов показал, что комплексы $\bar{u}/\bar{u}_{кр}$ и τ_{II}/τ_I также являются обобщенными переменными и связаны с величиной скорости сушки в первом периоде N [1–3].

Эксперимент. Рассмотрим закономерности тепловой обработки в процессах сушки тонких теплоизоляционных материалов на основе обобщенных переменных.

Основное уравнение кинетики сушки А. В. Лыкова [2, 7–9]

$$q^* \approx \frac{q_{II}}{q_I} \approx N^* (1 + Rb), \quad (1)$$

где q^* – безразмерный тепловой поток; q_I, q_{II} – плотности потока тепла соответственно в первом и втором периодах сушки, Вт/м²; число Ребиндера Rb устанавливает связь между теплообменом q^* и влагообменом N^* [1–3].

При термообработке тонких плоских влажных материалов расход тепла на нагрев влажного тела много меньше расхода на испарение из него влаги и числа $Rb \ll 1$ [1–3].

Пренебрегая числом Rb при малых его значениях и учитывая, что максимальные значения $Rb \approx 0,25–0,35$ наблюдаются в конце процесса сушки при влагосодержании материала $\bar{u} \rightarrow u_p$ (u_p – равновесное влагосодержание материала), когда процесс необходимо заканчивать во избежание пересушки материала и перерасхода энергии на процесс [1, 2, 9]. Тогда приближенно можно записать

$$q^* \approx N^*. \quad (2)$$

Из метода обобщения кривых сушки и скорости сушки вытекает, что обобщенное время $N\tau_{II}$ и относительная скорость сушки N^* являются лишь функцией влагосодержания и можно записать $N^* = f(\bar{u})$, $N\tau_{II} = f(\bar{u})$. Следовательно, для безразмерного потока тепла [7, 10]

$$q^* \approx N^* \approx \frac{1}{N} \left| \frac{d\bar{u}}{d\tau} \right| = \exp(-aN\tau_{II}), \quad (3)$$

$$q^* \approx N^* \approx \frac{1}{N} \left| \frac{d\bar{u}}{d\tau} \right| = \exp\left(-m \frac{\tau_{II}}{\tau_I}\right). \quad (4)$$

Обработкой опытных данных для целого ряда влажных материалов были установлены приближенные выражения для постоянных a и m в уравнениях (3), (4) [7, 10]:

$$a \approx \frac{0,8}{\bar{u}_{кр}}, \quad (5)$$

$$m \approx 0,49 \frac{\bar{u}_0}{\bar{u}_{кр}}, \quad (6)$$

где $\bar{u}_{кр}$ – влагосодержание перехода первого периода сушки во второй.

На рис. 1 и 2 представлена обработка опытных данных для зависимостей (3) и (4) для процессов тепловой обработки и сушки керамической плитки, листового асбеста и шерстяного войлока.

Интегрируя уравнения (3) и (4) для второго периода сушки от $\tau = 0$ до текущего τ (мин) и влагосодержания от $\bar{u}_{кр}$ до текущего \bar{u} , получим [7, 8, 10]:

$$\tau_{II} = -\frac{1}{aN} \ln(1 - a(\bar{u}_{кр} - \bar{u})), \quad (7)$$

$$\tau_{II} = -\frac{\bar{u}_0 - \bar{u}_{кр}}{mN} \ln\left(1 - \left(\frac{\bar{u}_{кр} - \bar{u}}{\bar{u}_0 - \bar{u}_{кр}}\right) m\right). \quad (8)$$

Скорость сушки рассчитывается согласно выражению [1–3]

$$\left| \frac{d\bar{u}}{d\tau} \right| = K(\bar{u} - u_p). \quad (9)$$

Коэффициент сушки в свою очередь определяется следующим образом [1–3]:

$$K = \frac{N}{\bar{u}_{кр} - u_p}. \quad (10)$$

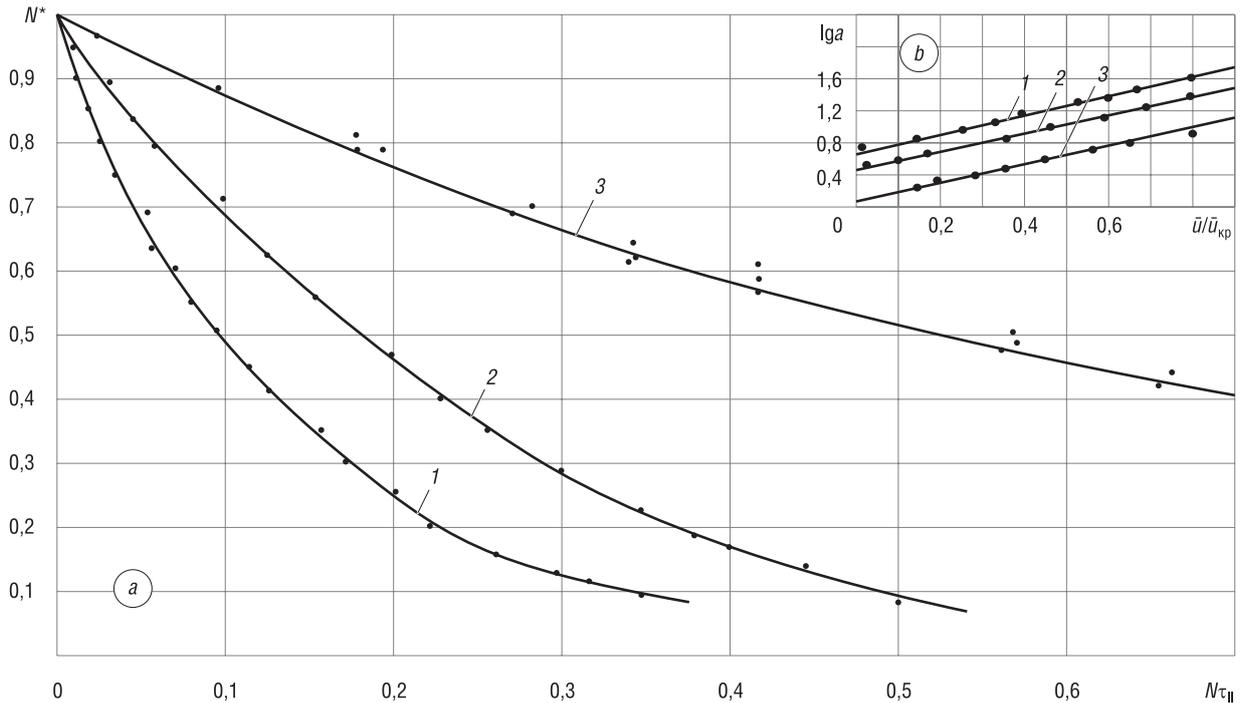


Рис. 1. Зависимость относительной скорости сушки N^* от обобщенного времени $N\tau_{II}$ (a) и коэффициента $lga = f(\bar{u}/\bar{u}_{kp})$ (b) для исследованных материалов: 1 – керамическая плитка, 2 – листовый асбест, 3 – шерстяной строительный войлок. Режим сушки: $t_c = 90^\circ\text{C}$ и 120°C ; скорость воздуха $v = 3$ м/с и 5 м/с; относительная влажность воздуха $\varphi = 5\%$

Fig. 1. Dependence of the relative drying speed N^* on the generalized time $N\tau_{II}$ (a) and factor $lga = f(\bar{u}/\bar{u}_{kp})$ (b) for the studied materials: 1 – ceramic tiles, 2 – sheet asbestos, 3 – wool construction felt. Drying mode: $t_c = 90^\circ\text{C}$ and 120°C ; air speed $v = 3$ m/s and 5 m/s; relative air humidity $\varphi = 5\%$

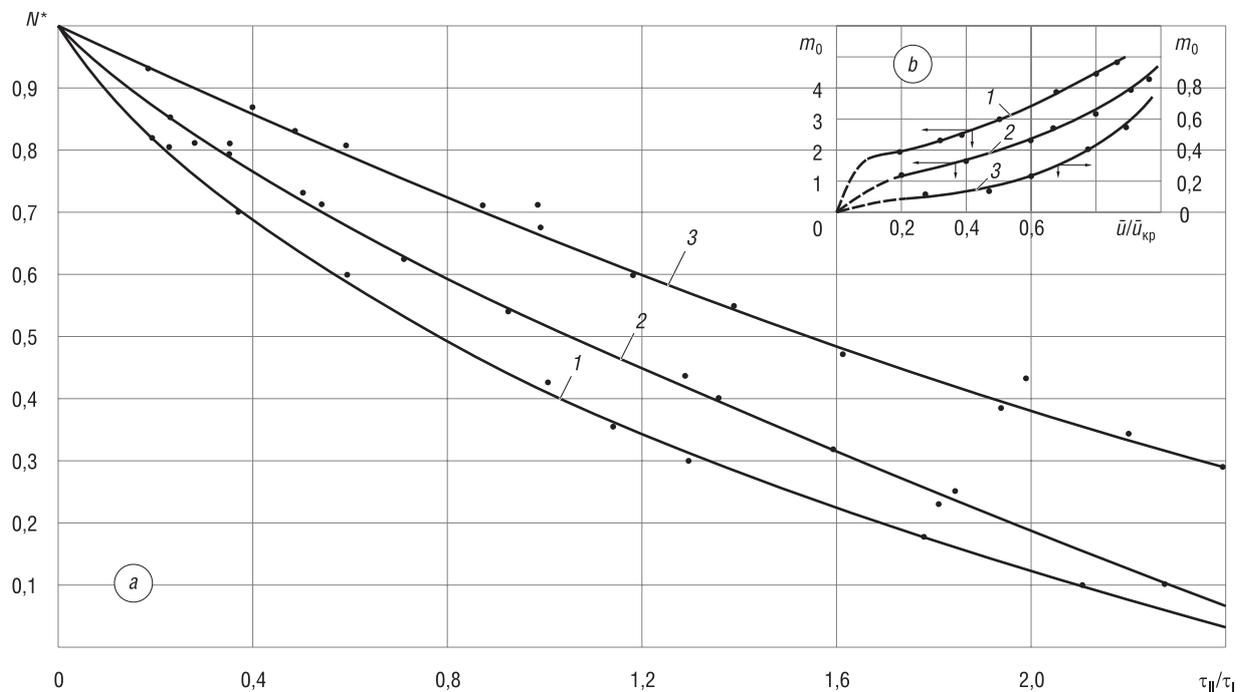


Рис. 2. Зависимость относительной скорости сушки N^* от безразмерного времени τ_{II}/τ_I (a) и коэффициента m_0 от относительного влагосодержания \bar{u}/\bar{u}_{kp} (b) для процессов сушки исследованных материалов: 1 – керамическая плитка, 2 – листовый асбест, 3 – шерстяной строительный войлок. Режимы тепловой обработки указаны на рис. 1

Fig. 2. Dependence of the relative drying rate N^* on the dimensionless time τ_{II}/τ_I (a) and the coefficient m_0 on the relative moisture content \bar{u}/\bar{u}_{kp} (b) for drying processes of the studied materials: 1 – ceramic tiles, 2 – sheet asbestos, 3 – wool construction felt. Heat treatment modes are shown in Fig. 1

Подставляя (9) и (10) в (2), получим выражение для относительной скорости сушки N^* :

$$N^* \approx \frac{1}{N} \left| \frac{d\bar{u}}{d\tau} \right| \approx \frac{\bar{u} - u_p}{\bar{u}_{кр} - u_p} \approx \frac{\bar{u}}{\bar{u}_{кр}}. \quad (11)$$

При температурах теплоносителя $t_c > 90$ °С равновесное влагосодержание материала $u_p \approx 0$. Используя (11), запишем уравнения (3) и (4) в виде:

$$\frac{\bar{u}}{\bar{u}_{кр}} \approx \exp(-a_0 N \tau_{II}) \approx \exp\left(-m_0 \frac{\tau_{II}}{\tau_I}\right). \quad (12)$$

Значения постоянных a_0 и m_0 устанавливаются обработкой экспериментальных данных [7, 10]. Время сушки во втором периоде определяется из уравнения

$$\tau_{II} = \frac{1}{a_0 N} \left(1 - \ln \frac{\bar{u}}{\bar{u}_{кр}} \right) = \frac{1}{m_0} \frac{\bar{u}_0 - \bar{u}_{кр}}{N} \left(1 - \ln \frac{\bar{u}}{\bar{u}_{кр}} \right). \quad (13)$$

Обработкой кривых, представленных на рис. 1, b и рис. 2, b , установлено, что коэффициенты a_0 и m_0 в уравнении (12) изменяются от влагосодержания материала по сложным экспоненциальным зависимостям.

В результате обработки полученных данных эксперимента методом наименьших квадратов выведены приближенные формулы для коэффициентов a_0 и m_0 :

$$a_0 = B \exp\left(2,0 \frac{\bar{u}}{\bar{u}_{кр}}\right), \quad (14)$$

$$m_0 = A \exp\frac{\bar{u}}{\bar{u}_{кр}}. \quad (15)$$

На рис. 3 даны зависимости $\tau_{II}/\tau_I = f(\bar{u}/\bar{u}_{кр})$ в процессах сушки керамики, асбеста, войлока и натуральной кожи.

Обработка кривых проведена в виде степенной зависимости $\tau_{II}/\tau_I = f(A_0 \bar{u}/\bar{u}_{кр})^n$ и экспоненциальной $\tau_{II}/\tau_I = f(\exp(M_0 \bar{u}/\bar{u}_{кр}))$. В результате такой обработки данных методом наименьших квадратов получены приближенные формулы:

$$\tau_{II} \approx \frac{\bar{u}_0 - \bar{u}_{кр}}{N} A_0 \left(\frac{\bar{u}}{\bar{u}_{кр}} \right)^{-1,25}, \quad (16)$$

$$\tau_{II} \approx \frac{\bar{u}_0 - \bar{u}_{кр}}{N} M_0 \exp\left(-2,5 \frac{\bar{u}}{\bar{u}_{кр}}\right). \quad (17)$$

Регулярный тепловой режим нагрева твердого влажного тела. Второй период тепловой обработки при влагосодержании материала $\bar{u} < \bar{u}_{кр}$ протекает в стадии регулярного теплового режима [2, 5, 6]. Основным признаком регулярного режима является соотношение [6]

$$\frac{1}{t_c - \bar{t}} \frac{d\bar{t}}{d\tau} = m_t = \text{const}, \quad (18)$$

где $d\bar{t}/d\tau$ – скорость возрастания температуры во времени; m_t – темп нагрева тела, мин⁻¹. Регуляризация по температурам и тепловым потокам происходит во втором периоде с увеличением температуры $\bar{t} > t_m$ (t_m – температура мокрого термометра), а по влагосодержаниям – после окончания стадии прогрева материала [5, 6].

Темп нагрева влажного тела m_t и темп убыли влагосодержания m_u (мин⁻¹) находятся экспериментально путем построения графических зависимостей $\ln(t_c - \bar{t}) = f(\tau)$ и $\ln(\bar{u}_0 - \bar{u}) = f(\tau)$ для двух произвольных моментов времени регулярного режима [6, 11]:

$$m_t = \frac{\ln(t_c - \bar{t}_1) - \ln(t_c - \bar{t}_2)}{\tau_2 - \tau_1},$$

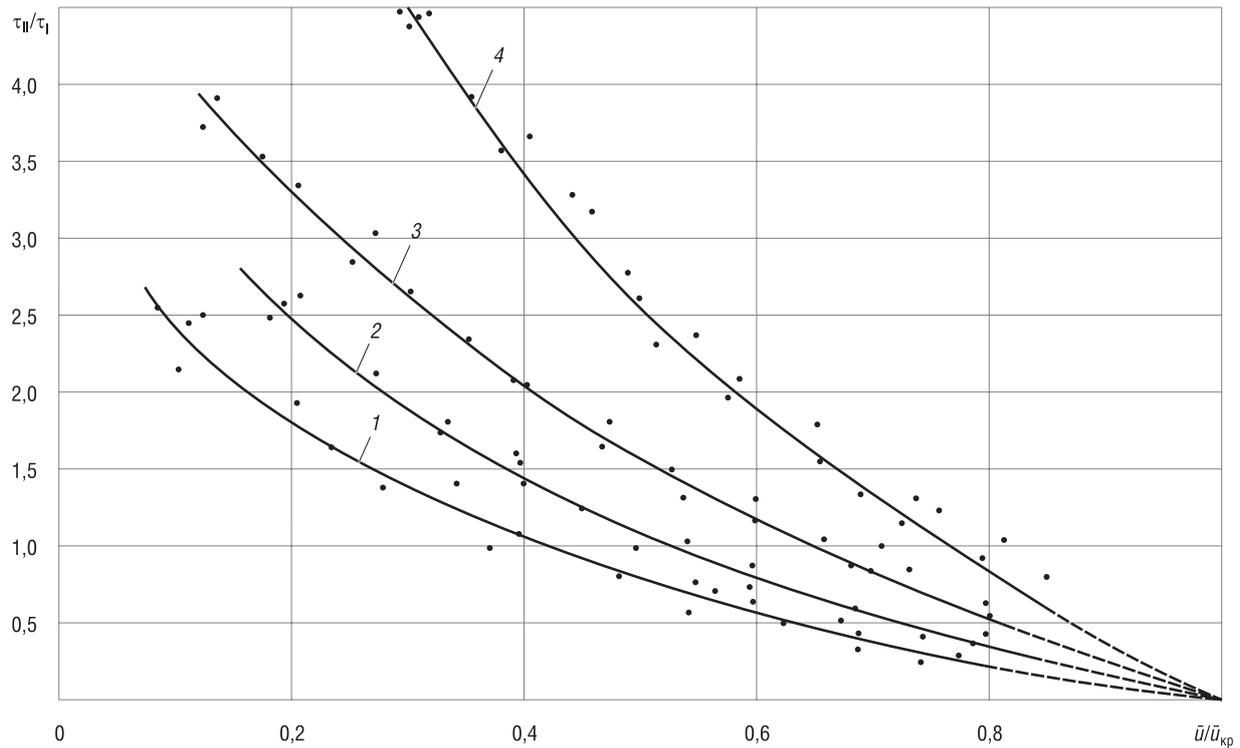


Рис. 3. Зависимость комплексной переменной τ_{II}/τ_I от обобщенных переменной $\bar{u}/\bar{u}_{кр}$ в процессах сушки исследованных материалов: 1 – листовый асбест, 2 – керамическая плитка, 3 – шерстяной войлок, 4 – натуральная кожа (юфть). Для кривых 1, 2, 3 тепловые режимы даны на рис. 1; режимы сушки кожи (кривая 4): $t_c = 30^\circ\text{C}$; 40 и 50°C ; $v = 0,5$ м/с и 1 м/с; относительная влажность воздуха $\varphi = 35\%$; 45 и 60 %

Fig. 3. Dependence of the complex variable τ_{II}/τ_I on the generalized variables $\bar{u}/\bar{u}_{кр}$ in drying processes of the studied materials: 1 – sheet asbestos, 2 – ceramic tiles; 3 – wool felt, 4 – natural leather (yuft). For curves 1, 2, 3 thermal modes are given in Fig. 1; modes of skin drying (curve 4): $t_c = 30^\circ\text{C}$, 40 and 50°C ; $v = 0.5$ m/s and 1 m/s; relative humidity $\varphi = 35\%$; 45 and 60 %

$$m_u = \frac{\ln(\bar{u}_0 - \bar{u}_1) - \ln(\bar{u}_0 - \bar{u}_2)}{\tau_2 - \tau_1}.$$

Графические зависимости для m_t и m_u в принятой системе координат представляют собой прямые и, следовательно, являются экспонентами. Обработкой большого числа таких зависимостей для керамики, асбеста, войлока, картона, тканей при различных режимах сушки установлены следующие приближенные зависимости [5]:

$$m_t \approx 0,105 \exp(-2\bar{u}_{кр}), \tag{19}$$

$$m_u \approx 8,7N \exp(-2\bar{u}_0). \tag{20}$$

На рис. 4, а изображена зависимость $m_u/N = f(\bar{u}_0)$ для процессов сушки различных материалов. Обработкой этой экспоненциальной кривой получена формула (20). Отношение m_u/N при данном начальном влагосодержании \bar{u}_0 является величиной постоянной и зависит только от вида влажного материала [5].

Из решения дифференциального уравнения тепло- и массопереноса для неограниченной пластины при краевых условиях третьего рода (сушка), при равномерном начальном распределении температуры в пластине, нагреваемой в среде $t_c = \text{const}$ при значениях числа Био $Bi < 1$, когда критерий Поснова $Pn = 0$ А.В. Лыковым для безразмерных температур (Θ) и влагосодержаний (\bar{U}) получены уравнения [6]:

$$\bar{\Theta} = \frac{t_c - \bar{t}}{t_c - t_H} = \frac{t_c - \bar{t}}{t_c - t_M} = \exp(-Bi \cdot Fo) = \exp(-m_t \cdot \tau_{II}), \tag{21}$$

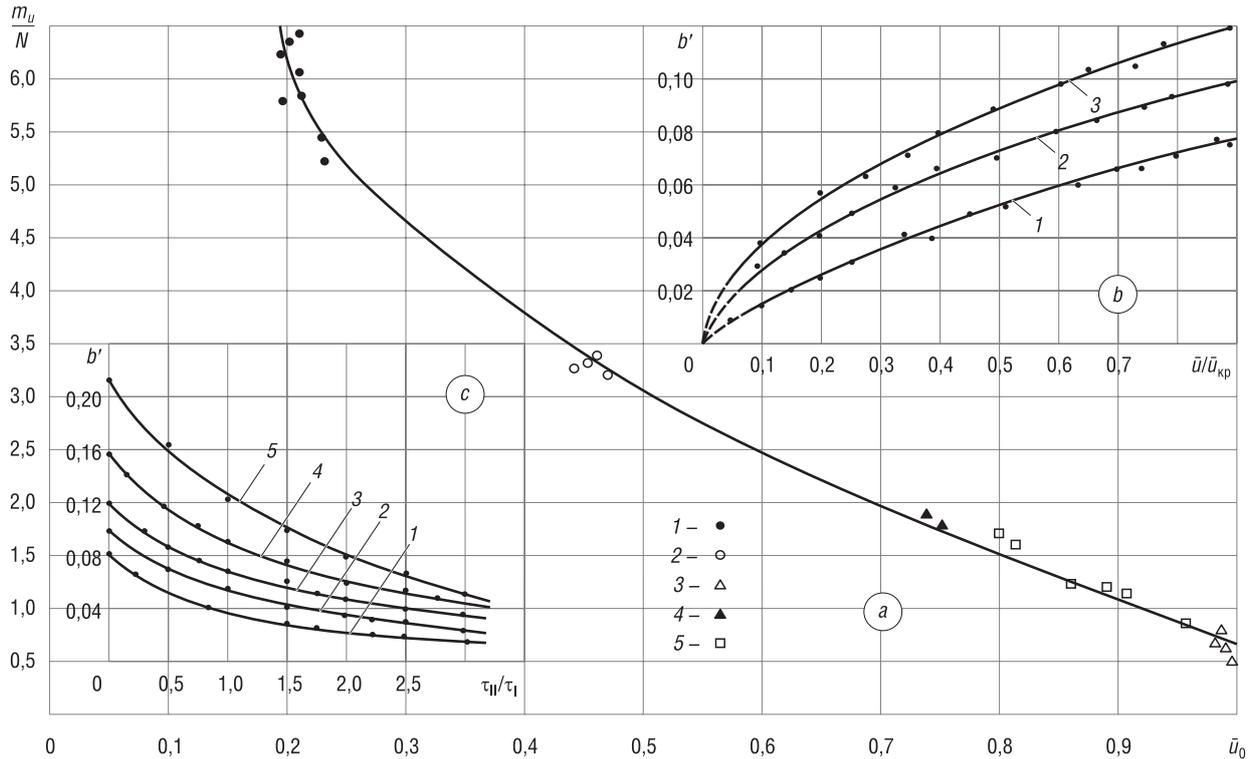


Рис. 4. Зависимость обобщенной комплексной переменной m_u/N от начального влагосодержания \bar{u}_0 для процессов сушки: 1 – керамическая плитка, 2 – листовый асбест, 3 – шерстяной войлок, 4 – технический картон, 5 – натуральная кожа. Для кривых 1–3, 5 тепловые режимы даны на рис. 1 и рис. 2; режимы сушки картона (кривая 4): $t_c = 90^\circ\text{C}$ и 110°C ; $v = 3\text{ м/с}$ и 5 м/с

Fig. 4. Dependence of the generalized complex variable m_u/N on the initial moisture content \bar{u}_0 for drying processes: 1 – ceramic tile, 2 – asbestos sheet, 3 – wool felt, 4 – technical cardboard, 5 – natural leather. For curves 1–3, 5, the thermal modes are given in Fig. 1 and Fig. 2; the cardboard drying modes (curve 4): $t_c = 90^\circ\text{C}$ and 110°C ; $v = 3\text{ m/s}$ and 5 m/s

$$\bar{U} = \frac{\bar{u} - u_p}{\bar{u}_0 - u_p} = \exp(-\text{Bi}_m \cdot \text{Fo}_m) = \exp(-m_u \cdot \tau), \tag{22}$$

где Bi , Bi_m , Fo , Fo_m – тепло- и массообменные критерии Био и Фурье для второго периода. Начальная температура $t_n = t_m$. Из теории регулярного теплового режима для твердых тел заданной формы следует для комплексов $\text{Bi} \cdot \text{Fo} = m_t \cdot \tau_{II}$; $\text{Bi}_t \cdot \text{Fo}_t = m_u \cdot \tau$ [6, 11].

Из уравнений (21) и (22) определяются среднеинтегральные температуры материала во втором периоде и длительность тепловой обработки и сушки [5, 12, 13, 14]:

$$t = t_c - (t_c - t_m) \cdot \exp(-m_t \cdot \tau_{II}), \tag{23}$$

$$\tau = -\frac{1}{m_u} \ln \frac{\bar{u} - u_p}{\bar{u}_0 - u_p}. \tag{24}$$

Время сушки во втором периоде [5] равно

$$\tau_{II} = -\frac{1}{m_u} \ln \frac{\bar{u} - u_p}{\bar{u}_{кр} - u_p}. \tag{25}$$

В табл. 1 дано сопоставление расчетных значений длительности тепловой обработки с экспериментальными при сушке керамической плитки, листового асбеста и шерстяного войлока, вычисленных по формулам (7), (8), (13), (16), (24).

Обозначим скорость нагрева тела $d\bar{t}/d\tau = b'$ (град/с) и запишем

$$b' = \frac{d\bar{t}}{d\tau} = m_t \cdot (t_c - \bar{t}). \tag{26}$$

где τ – в с, m_t – в с^{-1} .

Т а б л и ц а 1. Сопоставление экспериментальных значений длительности тепловой обработки и сушки с расчетными значениями по формулам (7), (8), (13), (16), (24)

Table 1. Comparison of experimental values of heat treatment and drying duration with calculated values by formulas (7), (8), (13), (16), (24)

\bar{t}	$\bar{t}/\bar{t}_{кр}$	$\tau_{п, мин экс}$	$\tau_{п, мин (7)}$	$\tau_{п, мин (8)}$	$\tau_{п, мин (13)}$	$\tau_{п, мин (13)}$	$\tau_{п, мин (16)}$	$\tau_{п, мин (16)}$	$\tau, мин экс$	$\tau, мин (24)$
Листовой асбест: $\delta = 6 \cdot 10^{-3}$ м; $\rho = 770$ кг/м ³ ; $\bar{u}_0 = 0,46$; $\bar{u}_{кр} = 0,2$; $N = 0,028$ мин ⁻¹ ; $\tau_1 = 8,6$ мин; $q_1 = 5300$ Вт/м ² ; $t_M = 42$ °С; $m_u = 0,09$ мин ⁻¹ . Режим сушки: $t_c = 120$ °С; $v = 5$ м/с; $\varphi = 5$ %										
0,16	0,8	1,7	1,55	1,52	1,8	1,82	1,8	2,0	10,5	11,0
0,14	0,7	2,5	2,46	2,42	2,2	2,25	2,6	2,65	11,0	12,2
0,12	0,6	3,6	3,46	3,37	4,0	3,90	3,6	3,45	12,5	13,4
0,08	0,4	6,8	5,86	5,74	5,96	6,25	6,4	6,2	15,5	16,4
0,04	0,2	11,5	9,22	9,21	11,35	11,6	11,7	10,8	20,5	21,8
0,02	0,1	14,5	11,40	11,88	14,8	14,8	–	13,6	23,5	25,5
Керамическая плитка: $\delta = 5 \cdot 10^{-3}$ м; $\rho = 1860$ кг/м ³ ; $\bar{u}_0 = 0,2$; $\bar{u}_{кр} = 0,1$; $N = 0,0156$ мин ⁻¹ ; $\tau_1 = 6,5$ мин; $q_1 = 5800$ Вт/м ² ; $t_M = 48,5$ °С; $m_u = 0,12$ мин ⁻¹ . Режим сушки: $t_c = 120$ °С; $v = 3$ м/с; $\varphi = 5$ %										
0,08	0,8	1,6	1,52	1,50	1,72	1,76	1,72	1,76	8,0	7,8
0,06	0,6	3,5	3,15	3,34	3,17	3,10	3,10	3,35	10,0	10,2
0,04	0,4	6,0	5,32	5,86	5,85	5,27	5,8	5,96	12,5	13,6
0,02	0,2	10,5	8,9	9,9	10,9	8,96	10,8	9,95	17,5	18,5
Шерстяной войлок: $\delta = 8 \cdot 10^{-3}$ м; $\rho = 200$ кг/м ³ ; $\bar{u}_0 = 1,4$; $\bar{u}_{кр} = 0,75$; $N = 0,048$ мин ⁻¹ ; $\tau_1 = 8,2$ мин; $q_1 = 3150$ Вт/м ² ; $t_M = 37,5$ °С; $m_u = 0,0512$ мин ⁻¹ . Режим сушки: $t_c = 90$ °С; $v = 5$ м/с; $\varphi = 6$ %										
0,6	0,80	4,5	3,39	3,85	3,72	3,74	4,4	4,90	12,5	12,8
0,5	0,67	7,0	6,23	5,86	5,75	5,87	6,6	6,95	15,0	15,6
0,4	0,53	10	9,15	9,64	9,38	9,62	9,8	9,78	18,5	19,6
0,3	0,40	13,5	12,8	14,5	13,62	12,6	12,8	13,55	21,5	22,7
0,2	0,27	19,0	17,27	18,2	19,7	17,4	19,2	17,40	27,5	29

П р и м е ч а н и е: δ – толщина материала, ρ – плотность материала.

Коэффициент b' определяется графическим дифференцированием температурной кривой $\bar{t} = f(\tau)$. Впервые такой метод был предложен А. В. Лыковым [15].

Если построить зависимости $b' = f(\bar{t})$, то они будут представлять собой прямые, продолжения которых отсекают по осям координат отрезки, обозначенные на рис. 5 как OB и OA .

На рис. 5, *a* дана зависимость температурного коэффициента b' от средней температуры в процессах сушки керамики для разных режимов. На рис. 5, *b* представлена кривая сушки $\bar{u} = f(\tau)$ и температурная кривая $\bar{t} = f(\tau)$ для керамики при режиме сушки $t_c = 120$ °С; $v = 3$ м/с.

При значениях числа $Bi < 1$ темп нагрева тела определяется зависимостью [6]

$$m_t = \frac{\bar{\alpha}}{c_{вл} \cdot \rho \cdot R_V}, c^{-1},$$

где $\bar{\alpha}$ – средний коэффициент теплоотдачи во втором периоде, Вт/м² · град; $c_{вл}$ – удельная теплоемкость влажного тела, Дж/кг · град; ρ – плотность, кг/м³; R_V – отношение объема тела к поверхности, м. В процессе конвективного нагрева тела мгновенный поток тепла из уравнения баланса [16]

$$\bar{\alpha} \cdot (t_c - \bar{t}) = c_{вл} \cdot \rho \cdot R_V \cdot \frac{d\bar{t}}{d\tau}. \tag{27}$$

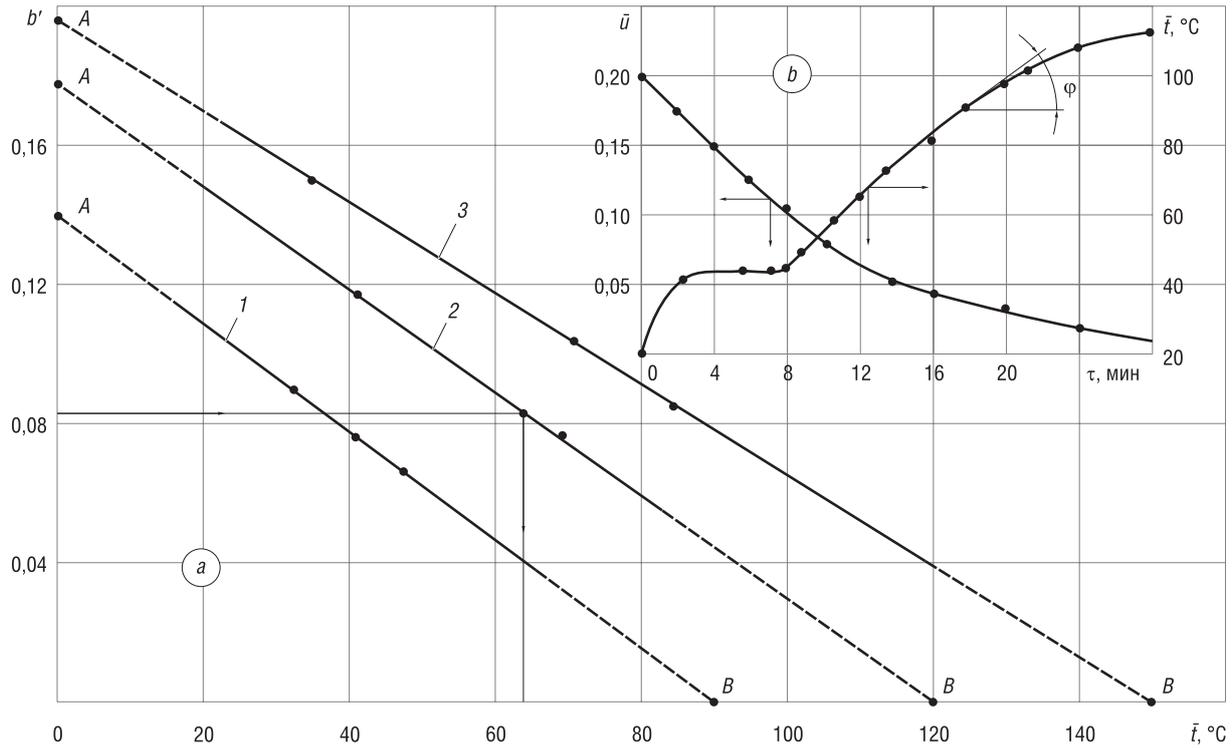


Рис. 5. Зависимость температурного коэффициента b' от среднеинтегральной температуры \bar{t} для сушки керамики (а). Режимы сушки: 1 – $t_c = 90$ °C, $v = 10$ м/с; 2 – $t_c = 120$ °C, $v = 3$ м/с; 3 – $t_c = 150$ °C, $v = 5$ м/с. Кривая сушки $\bar{u} = f(\tau)$ и температурная кривая $\bar{t} = f(\tau)$ (б) для сушки керамической плитки: $t_c = 120$ °C; $v = 3$ м/с, $\varphi = 5$ %

Fig. 5. Dependence of the temperature coefficient b' on the average integral temperature \bar{t} for drying ceramics (a). Drying modes: 1 – $t_c = 90$ °C, $v = 10$ m/s; 2 – $t_c = 120$ °C, $v = 3$ m/s; 3 – $t_c = 150$ °C, $v = 5$ m/s. Drying curve $\bar{u} = f(\tau)$ and temperature curve $\bar{t} = f(\tau)$ (b) for drying ceramic tiles: $t_c = 120$ °C; $v = 3$ m/s, $\varphi = 5$ %

Согласно уравнению (26) тангенс угла наклона прямых $b' = f(\bar{t})$ (рис. 5, а) равен [15]

$$\operatorname{tg} \varphi = \frac{\bar{\alpha}}{c_{\text{вл}} \cdot \rho \cdot R_V},$$

отрезки, отсекаемые на осях координат (рис. 5, а), –

$$OA = \frac{\bar{\alpha}}{c_{\text{вл}} \cdot \rho \cdot R_V},$$

а отрезок OB равен температуре среды t_c , и, следовательно, темп нагрева тела

$$m_t = \frac{b'(OA)}{t_c}.$$

Таким образом, зависимость $b' = f(\bar{t})$ по одному режиму и по одному значению температуры при данном влагосодержании материала определяет величину m_t для различных режимов тепловой обработки конкретного материала.

На основе коэффициента b' устанавливается связь между обобщенными переменными $\bar{u}/\bar{u}_{\text{кр}}$ и τ_{II}/τ_I . На рис. 4, б, с приводятся результаты опытов для зависимостей $b' = f(\bar{u}/\bar{u}_{\text{кр}})$ и $b' = f(\tau_{\text{II}}/\tau_I)$ в процессах сушки керамической плитки. Видно, что образуются экспоненциальные кривые, которые аппроксимируются приближенными уравнениями [17]:

$$b' = \frac{d\bar{t}}{d\tau} = S \cdot \exp\left(Z \frac{\bar{u}}{\bar{u}_{\text{кр}}}\right), \tag{28}$$

$$b' = \frac{d\bar{t}}{d\tau} = K_0 \cdot \exp\left(-\Psi \frac{\tau_{II}}{\tau_I}\right). \quad (29)$$

Здесь постоянная S – линейная функция температуры, $S = 1,9 \cdot 10^{-4} t_c$. Величина Z для керамики и асбеста составляет

$$Z \approx \frac{1}{0,5 \frac{\bar{u}}{\bar{u}_{кр}} + 0,2},$$

для войлока –

$$Z \approx 0,375 \frac{\bar{u}}{\bar{u}_{кр}} - 0,05.$$

Постоянная K_0 также линейная функция температуры t_c , $K_0 \approx 10^{-3} t_c$. Коэффициент Ψ в процессах сушки керамики, асбеста и войлока приближенно определяется соотношением $\Psi \approx \bar{u}_{кр}/\bar{u}_0$.

Решением уравнений (28) и (29) устанавливается среднеинтегральная температура во втором периоде [17]:

$$\bar{t} = t_A - \frac{1,9 \cdot 10^{-4} t_c}{m_t} \cdot \exp\left(Z \frac{\bar{u}}{\bar{u}_{кр}}\right), \quad (30)$$

$$\bar{t} = t_c - \frac{10^{-4} t_c}{\Psi} \cdot \frac{\bar{u}_0 - \bar{u}_{кр}}{N} \cdot \exp\left(-\Psi \frac{\tau_{II}}{\tau_I}\right). \quad (31)$$

На основе решения уравнения кривой скорости сушки $|d\bar{u}|/|d\tau| = NN^*$ Г. К. Филоненко [4] установил связь между теплообменом и влагообменом в виде уравнения

$$\frac{t_c - t_{II}}{t_c - t_M} = N^*, \quad (32)$$

где t_{II} – температура на поверхности материала.

Температура на поверхности материала из уравнения (32) равна

$$t_{II} = t_c - (t_c - t_M) \cdot N^*, \quad (33)$$

или

$$t_{II} = t_M + (t_c - t_M) \cdot (1 - N^*). \quad (34)$$

Подставляя (11) в (33), получаем

$$t_{II} = t_c - (t_c - t_M) \frac{\bar{u} - u_p}{\bar{u}_{кр} - u_p}. \quad (35)$$

Интенсивность испарения влаги с поверхности материала в процессе постоянной скорости сушки определяется выражением [2, 3]

$$j_I = \rho \cdot N \cdot R_V, \text{ кг/м}^2 \cdot \text{с},$$

Интенсивность испарения влаги в периоде падающей скорости сушки [12] рассчитывается следующим образом:

$$j_{II} = \rho_0 \cdot R_V \left| \frac{d\bar{u}}{d\tau} \right| = \rho_0 \cdot R_V \cdot N \frac{\bar{u}}{\bar{u}_{кр}} = j_I \frac{\bar{u}}{\bar{u}_{кр}}. \quad (36)$$

Значения коэффициентов A_0 , M_0 , Ψ даны в табл. 2, сопоставление экспериментальных значений параметров кинетики сушки с расчетными, вычисленными по формулам, – в табл. 3.

Т а б л и ц а 2. Значения коэффициентов в формулах (14), (15), (16), (17), (29) в процессах сушки керамической плитки, листового асбеста, строительного шерстяного войлока

Table 2. Values of the coefficients in formulas (14), (15), (16), (17), (29) in the processes of drying of ceramic tiles, sheet asbestos, construction wool felt

Материал	Коэффициенты				
	B (14)	A (15)	A ₀ (16)	M ₀ (17)	Ψ (29)
Листовой асбест	5,5	1,8	0,226	1,9	0,435
Керамическая плитка	9,2	1,6	0,225	2,5	0,500
Строительный шерстяной войлок	1,3	1,0	0,500	4,5	0,760

Т а б л и ц а 3. Значения плотностей тепловых потоков, относительной скорости сушки, интенсивности испарения влаги, среднелинейных температур во втором периоде тепловой обработки керамической плитки и листового асбеста по формулам (1), (2), (3), (4), (23), (30), (31), (33), (36)

Table 3. Values of heat flux densities, relative speed of drying, intensity of moisture evaporation, average integral temperatures during the second period of heat treatment of ceramic tiles and sheet asbestos according to formulas (1), (2), (3), (4), (23), (30), (31), (33), (36)

\bar{u}	$\bar{u}/\bar{u}_{кр}$	q^*, N^* (3)	q^*, N^* (4)	q^*, N^* (2)	$q_{II}, \text{Вт/м}^2$ (1)	$t_{пс}, ^\circ\text{C}$ экс	$\bar{t}, ^\circ\text{C}$ (23)	$\bar{t}, ^\circ\text{C}$ (30)	$\bar{t}, ^\circ\text{C}$ (31)	$t_{пс}, ^\circ\text{C}$ (33)	$j_I, 10^3 \text{ кг/м}^2 \cdot \text{с}$ (36)
Плитка керамическая: $\delta = 5 \cdot 10^{-3} \text{ м}$; $\rho = 1860 \text{ кг/м}^3$; $\bar{u}_0 = 0,2$; $\bar{u}_{кр} = 0,1$; $N = 0,0156 \text{ мин}^{-1}$; $q_I = 5800 \text{ Вт/м}^2$; $t_M = 48,5 \text{ }^\circ\text{C}$; $m_I = 0,0945 \text{ мин}^{-1}$; $j_I = 0,24 \cdot 10^{-3} \text{ кг/м}^2 \cdot \text{с}$. Режим сушки: $t_c = 120 \text{ }^\circ\text{C}$; $v = 3 \text{ м/с}$; $\varphi = 5 \%$											
0,08	0,8	0,82	0,82	0,81	4756	65	64	63	63,5	63,5	0,197
0,06	0,6	0,63	0,64	0,63	3712	75	75	73	73,5	73,5	0,154
0,04	0,4	0,43	0,44	0,43	2494	84	86	84	82,5	84,5	0,104
0,02	0,2	0,23	0,24	0,23	1390	103	102	99	101	102	0,0576
Асбест листовый: $\delta = 6 \cdot 10^{-3} \text{ м}$; $\rho = 770 \text{ кг/м}^3$; $\bar{u}_0 = 0,46$; $\bar{u}_{кр} = 0,2$; $N = 0,028 \text{ мин}^{-1}$; $q_I = 5300 \text{ Вт/м}^2$; $t_M = 42 \text{ }^\circ\text{C}$; $m_I = 0,077 \text{ мин}^{-1}$; $j_I = 0,215 \cdot 10^{-3} \text{ кг/м}^2 \cdot \text{с}$. Режим сушки: $t_c = 120 \text{ }^\circ\text{C}$; $v = 5 \text{ м/с}$; $\varphi = 5 \%$											
0,16	0,8	0,82	0,81	0,8	4292	59	58	57	58	56	0,174
0,14	0,7	0,73	0,74	0,75	3922	65	66	64	63	62	0,157
0,12	0,6	0,67	0,67	0,64	3445	71	71	68	70	69	0,144
0,08	0,4	0,44	0,43	0,42	2280	79	80	78	80	76	0,095
0,04	0,2	0,28	0,27	0,26	1490	86	–	88	85	85	0,060
0,02	0,1	0,23	0,24	0,22	1450	101	–	98	–	98	0,043

Заключение. Обработкой опытных данных, основанных на обобщенных комплексных переменных, получены приближенные экспериментальные уравнения для расчета кинетики сушки теплоизоляционных материалов. Инвариантность группы обобщенных переменных позволяет переходить от одного вида переменных к другим, от одной системы координат к другой независимо от режима термической обработки, без проведения дополнительных трудоемких экспериментов. Инвариантность величин обобщенных переменных позволяет сократить число экспериментов, избежать ошибок, уменьшить погрешность обработки опытных данных и разработать более точные приближенные уравнения для расчета основных параметров кинетики сушки.

Список использованных источников

1. Красников, В.В. Кондуктивная сушка / В.В. Красников. – М.: Энергия, 1973. – 288 с.
2. Лыков, А.В. Теория сушки / А.В. Лыков. – М.: Энергия, 1968. – 472 с.
3. Акулич, П.В. Расчеты сушильных и теплообменных установок / П.В. Акулич. – Минск: Беларус. наука, 2010. – 444 с.

4. Филоненко, Г.К. Сушильные установки / Г.К. Филоненко, П.Д. Лебедев. – М.; Л.: Госэнергоиздат, 1952. – 264 с.
5. Ольшанский, А.И. Регулярный тепловой режим нагревания влажных плоских капиллярно-пористых материалов в процессе сушки / А.И. Ольшанский, В.И. Ольшанский // Инженер.-физ. журн. – 2014. – Т. 87, № 6. – С. 1308–1318.
6. Лыков, А.В. Теория тепло- и массопереноса / А.В. Лыков, Ю.А. Михайлов. – М.: Госэнергоиздат, 1963. – 536 с.
7. Куц, П.С. Некоторые закономерности теплообмена и приближенные методы расчета кинетики процесса сушки влажных материалов / П.С. Куц, А.И. Ольшанский // Инженер.-физ. журн. – 1977. – Т. 32, № 6. – С. 1007–1014.
8. Лыков, А.В. Кинетика теплообмена в процессе сушки влажных материалов / А.В. Лыков, П.С. Куц, А.И. Ольшанский // Инженер.-физ. журн. – 1972. – Т. 23, № 3. – С. 401–406.
9. Ольшанский, А.И. Экспериментальное исследование кинетики сушки тонких плоских влажных материалов методом регулярного режима с использованным обобщенных комплексных переменных / А.И. Ольшанский, А.М. Гусаров // Инженер.-физ. журн. – 2017. – Т. 90, № 3. – С. 700–713.
10. Левина, Н.С. Исследование кинетики нагрева и сушки пористых материалов / Н.С. Левина // Ползунов. вестн. – 2008. – № 1–2. – С. 49–53.
11. Шорин, С.Н. Теплопередача / С.Н. Шорин. – М.: Высш. шк., 1964. – 490 с.
12. Натареев, С.В. Массоперенос в процессе сушки влажного материала при конвективном подводе теплоты / С.В. Натареев, Е.Н. Венкин, О.С. Натареев // Изв. вузов. Химия и хим. технология. – 2012. – Т. 55, № 3. – С. 104–108.
13. Натареев, О.С. Теплоперенос в процессе конвективной сушки влажного материала / О.С. Натареев, Н.Р. Кокина, С.В. Натареев // Изв. вузов. Химия и хим. технология. – 2015. – Т. 58, № 2. – С. 67–72.
14. Ольшанский, А.И. Исследование теплообмена в процессе сушки влажных материалов по экспериментальным данным влажнообменного режима с использованным обобщенных комплексных переменных / А.И. Ольшанский // Инженер.-физ. журн. – 2014. – Т. 87, № 4. – С. 887–897.
15. Лыков, А.В. Тепло- и массообмен в процессах сушки / А.В. Лыков. – М.; Л.: Госэнергоиздат, 1956. – 464 с.
16. Лыков, А.В. Теоретические основы строительной теплофизики / А.В. Лыков. – Минск: АН БССР, 1961. – 520 с.
17. Ольшанский, А.И. Исследование процесса сушки плоских влажных материалов методов обобщенных переменных / А.И. Ольшанский // Инженер.-физ. журн. – 2013. – Т. 86, № 1. – С. 66–76.

References

1. Krasnikov V.V. *Conductive Drying*. Moscow, Energiya Publ., 1973. 288 p. (in Russian).
2. Luikov A.V. *Drying Theory*. Moscow, Energiya Publ., 1968. 472 p. (in Russian).
3. Akulich P.V. *Calculations Drying and Heat Exchange Systems*. Minsk, Belorusskaya nauka Publ., 2010. 444 p. (in Russian).
4. Filonenko G. K., Lebedev P.D. *Drying Systems*. Moscow; Leningrad, Gosenergoizdat Publ., 1952. 264 p. (in Russian).
5. Olshanskii A.I. Regular Heat Regime of Heating of Moist Capillary-Porous Materials in the Process of Their Drying. *Journal of Engineering Physics and Thermophysics*, 2014, vol. 87, no. 6, pp. 1362–1373. <https://doi.org/10.1007/s10891-014-1139-5>
6. Luikov A. V., Mikhajlov Yu. A. *Theory of Heat- and Mass Transfer*. Moscow, Gosenergoizdat Publ., 1963. 536 p. (in Russian).
7. Kuts P. S., Olshanskii A.I. Some features of heat and moisture transfer and approximate methods of calculating the drying kinetics of moist materials. *Journal of Engineering Physics*, 1977, vol. 32, no. 6, pp. 650–656. <https://doi.org/10.1007/bf00862568>
8. Luikov A. V., Kuts P. S., Olshanskii A.I. Heat transfer kinetics in the process of wet materials drying. *Inzhenerno-fizicheskii zhurnal = Journal of Engineering Physics and Thermophysics*, 1972, vol. 23, no. 3, pp. 401–406 (in Russian).
9. Olshanskii A. I., Gusarov A. M. Experimental Study of the Kinetics of Drying of Thin Plane Moist Materials by the Regular-Regime Method Using Generalized Complex Variables. *Journal of Engineering Physics and Thermophysics*, 2017, vol. 90, no. 3, pp. 665–678. <https://doi.org/10.1007/s10891-017-1614-x>
10. Levina N. S. Investigation of kinetics of heating and drying of porous materials. *Polzunovskii vestnik = Polzunovsky Bulletin*, 2008, no. 1–2, pp. 49–53 (in Russian).
11. Shorin S.N. *Heat Transfer*. Moscow, Vyshaya shkola Publ., 1964. 490 p. (in Russian).
12. Natareev S. V., Venkin E. N., Natareev O.S. Mass transfer in the process of drying wet material with convective heat supply. *Izvestija vuzov. Himiya i himicheskaya tekhnologiya = News of Institutes of Higher Education. Chemistry and Chemical Technology*, 2012, vol. 55, no. 3, pp. 104–108 (in Russian).
13. Natareev O. S., Kokina N. R., Natareev S.V. Heat transfer in the process of convective drying of wet material. *Izvestija vuzov. Himiya i himicheskaya tekhnologiya = News of Institutes of Higher Education. Chemistry and Chemical Technology*, 2015, vol. 58, no. 2, pp. 67–72 (in Russian).
14. Olshanskii A.I. Study of the Heat Transfer in the Process of Drying of Moist Materials from Experimental Data on Moisture Transfer. *Journal of Engineering Physics and Thermophysics*, 2014, vol. 87, no. 4, pp. 917–928. <https://doi.org/10.1007/s10891-014-1089-y>
15. Luikov A. V. *Heat and Mass Transfer in Drying Processes*. Moscow; Leningrad, Gosenergoizdat Publ., 1956. 464 p. (in Russian).
16. Luikov A.V. *Theoretical Fundamentals of Construction Thermophysics*. Minsk, Publishing House of Academy of Sciences of BSSR, 1961. 520 p. (in Russian).
17. Olshanskii A.I. Investigation of the process of drying of plane moist materials by the method of generalized variables. *Journal of Engineering Physics and Thermophysics*, 2013, vol. 86, no. 1, pp. 69–79. <https://doi.org/10.1007/s10891-013-0806-2>

Информация об авторах

Ольшанский Анатолий Иосифович – кандидат технических наук, доцент, доцент кафедры «Теплоэнергетика», Витебский государственный технологический университет (Московский пр., 72, 210035, Витебск, Республика Беларусь). E-mail: tiomp@vstu.by

Котов Алексей Анатольевич – ассистент кафедры «Теплоэнергетика», Витебский государственный технологический университет (Московский пр., 72, 210035, Витебск, Республика Беларусь). E-mail: tiomp@vstu.by

Кузьменков Сергей Михайлович – ассистент кафедры «Технология машиностроения», Витебский государственный технологический университет (Московский пр., 72, 210035, Витебск, Республика Беларусь). E-mail: tiomp@vstu.by

Information about the authors

Anatolii I. Ol'shanskii – Ph. D. (Engineering), Associate Professor at the Department of Heat Power Engineering, Vitebsk State Technological University (72, Moskovsky Ave., 210035, Vitebsk, Republic of Belarus). E-mail: tiomp@vstu.by

Alexej A. Kotow – Assistant at the Department of Heat Power Engineering, Vitebsk State Technological University (72, Moskovsky Ave., 210035, Vitebsk, Republic of Belarus). E-mail: tiomp@vstu.by

Sergey M. Kuzmenkov – Assistant at the Department of Mechanical Engineering, Vitebsk State Technological University (72, Moskovsky Ave., 210035, Vitebsk, Republic of Belarus). E-mail: tiomp@vstu.by

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

¹*Белорусская государственная академия авиации, Минск, Республика Беларусь*

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

ВЛИЯНИЕ РАЗМЕРА ЧАСТИЦ ДОЛОМИТА НА КИНЕТИКУ ПРОЦЕССА ЕГО ТЕРМИЧЕСКОГО РАЗЛОЖЕНИЯ

Аннотация. Обсуждаются результаты экспериментального исследования термического разложения природного доломита, выполненного на лабораторном оборудовании при постоянных температурах 650 °С, 700, 750, 800 и 850 °С. В качестве исследуемых образцов использовались частицы белорусского доломита массой 0,58 г, 0,88, 2,3, 2,7, 7,6 и 16,3 г. Приведено уравнение, описывающее кинетику термического разложения природных доломитов Беларуси. Показано, что скорость реакции термического разложения доломита зависит не только от температурного режима в реакционной зоне, но и в значительной мере определяется массой исследуемых образцов. Установлено, что константа скорости термического разложения доломита в исследуемом диапазоне масс образцов может быть рассчитана по эмпирическому выражению, идентифицированному в ходе настоящего исследования. Определены константы скорости термического разложения частиц доломита различной массы. Приведено сравнение значений констант скорости, полученных эмпирическим путем и рассчитанных с учетом массы образцов. Отмечено, что разработанная модель является физически обоснованной, а предложенная в работе зависимость может быть инкорпорирована в существующие инженерные методики расчетов систем очистки генераторных газов, использующих доломит в качестве катализатора и сорбента.

Ключевые слова: топливный газ, доломит, термическое разложение, сорбент, термогравиметрический анализ, кинетика разложения, энергия активации, предэкспоненциальный фактор

Для цитирования: Влияние размера частиц доломита на кинетику процесса его термического разложения / С. В. Василевич [и др.] // Вестн. Нац. акад. наук Беларуси. Сер. физ.-техн. наук. – 2022. – Т. 67, №2. – С. 204–213. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-204-213>

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

¹*Belarusian State Aviation Academy, Minsk, Republic of Belarus*

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

INFLUENCE OF DOLOMITE PARTICLE SIZE ON THE KINETICS OF ITS THERMAL DECOMPOSITION PROCESS

Abstract. The results of an experimental study of the thermal decomposition of natural dolomite, carried out on laboratory equipment at constant temperatures of 650 °C, 700, 750, 800 and 850 °C, are discussed. Particles of Belarusian dolomite weighing 0.58 g, 0.88, 2.3, 2.7, 7.6 and 16.3 g were used as the test samples. An integral equation describing the kinetics of thermal decomposition of natural dolomites of Belarus is presented. It is shown that the reaction rate of thermal decomposition of dolomite depends not only on the temperature regime in the reaction zone, but is also largely determined by the mass of the samples under study. It has been established that the rate constant of thermal decomposition of dolomite in the studied range of sample masses can be determined by the empirical expression identified in the course of this study. The rate constants of thermal decomposition of dolomite particles of various masses have been determined. The values of the rate constants obtained empirically and those calculated taking into account the mass of the samples are compared. It is noted that the developed model is physically justified, and the dependence proposed in the work can be incorporated into existing engineering methods for calculating generator gas purification systems using dolomite as a catalyst and sorbent.

Keywords: fuel gas, dolomite, thermal decomposition, sorbent, thermogravimetric analysis, decomposition kinetics, activation energy, pre-exponential factor

For citation: Vasilevich S. V., Malko M. V., Degterov D. V., Asadchyi A. N. Influence of dolomite particle size on the kinetics of its thermal decomposition process. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2022, vol. 67, no. 2, pp. 204–213 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-204-213>

Введение. В настоящее время наблюдается тенденция к поиску решения проблем энергетической эффективности производств, диверсификации энергетики, в том числе за счет вовлечения неиспользуемых ранее видов топлива и/или расширения диапазона исходных характеристик используемых топлив. При этом интенсивно развивается система тепловых электрических станций (ТЭС), обладающих сравнительно малой мощностью и использующих различные виды местного топлива [1–4]. Подобные малые энергетические объекты, как правило, предполагают получение генераторного газа, а не прямое сжигание топлива [3–5].

Эффективность данного типа электростанций в настоящее время существенно лимитируется несовершенством процесса очистки и охлаждения генераторного газа при высокой стоимости (до 15–20 % от общей цены строительства ТЭС с парогазовой установкой [3]) аппаратного оформления необходимых для этого систем [3–5].

Перспективным катализатором-сорбентом для очистки генераторного газа является доломит. Использование доломита для этих целей обосновано на качественном уровне технологическим решением [4, 5]. Продукты разложения доломита (CaO и MgO) связывают содержащийся в газогенераторном газе диоксид углерода (CO₂), образуя карбонаты кальция и магния (CaCO₃ и MgCO₃) соответственно.

Частицы доломита при работе в качестве сорбента и катализатора обычно организуются в неподвижный слой, через который фильтруется генераторный газ. Подобный слой является объектом с распределенными параметрами, и одна из важных задач при проектировании оборудования очистки генераторного газа состоит в формировании условий, обеспечивающих разложение доломита с заданной скоростью. Продуктивное решение указанной задачи затруднительно, если нет достаточно простых, но физически адекватных макрокинетических моделей термического разложения доломита.

Таким образом, первоосновой для расчета аппаратуры очистки генераторных газов является достаточный уровень знания о реализации процесса в одиночной частице и ключевых факторах, влияющих на этот процесс. Изучение данных процессов, на наш взгляд, достаточно противоречиво. С одной стороны, в настоящее время достаточно широк фронт исследовательских работ, посвященных этой проблеме [5–16]. С другой стороны, авторы, излишне детализируя микро- и наноструктурные преобразования материала и эффекты, оставляют вне зоны своего внимания технологические аспекты процесса.

Так, в [6–8] затронуты вопросы относительно действительного механизма термопреобразования доломита. В [7] приведены результаты, свидетельствующие о топотактическом механизме реализации первичных структурных преобразований при термическом разложении кальцита, и показано, что сам процесс разложения может быть описан как реакция первого порядка.

Цель данной работы – определение значений кинетических параметров реакции термического разложения доломита в зависимости от размера (массы) исследуемого образца и температурного режима реализации процесса.

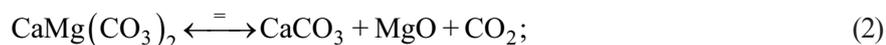
Методика исследования. Для экспериментального исследования процесса термического разложения использовались образцы природного белорусского доломита. Опыты проводились в статических условиях при температурах от 500 до 850 °С (с шагом 50 °С). Вне зависимости от выбранного температурного режима и массы навески образец доломита помещался в специальной кювете в лабораторную печь SNOL7,2/1300 (ОАО «Умега», Россия). Эта печь позволяет поддерживать постоянство температуры в интервале 500–1500 °С с точностью ± 2 °С. После достижения определенного периода времени кювета извлекалась из печи и взвешивалась на электронных весах Stohl с точностью ± 0,02 г.

В образце доломита в зависимости от температуры материала могут происходить последовательно и/или параллельно следующие химические реакции [14]:

при температуре от 311,2 °С



при температуре от 315,5 °С



при температуре от 331,9 °С



при температуре от 538,2 °С



при температуре от 845,8 °С



Согласно химическому уравнению (1) в области рассматриваемых в настоящем исследовании температур магнезит (MgCO_3) полностью распадается до оксида магния и диоксида углерода. Последнее позволяет сам процесс образования магнезита не рассматривать в контексте работы. Также можно допустить, что на брутто-реакцию термопреобразования образца практически не оказывает влияние образование оксида кальция (CaO), хотя теоретически оно возможно при температуре выше 846 °С.

Исходный доломит имеет кристаллическую атомарную структуру, которая нарушается после его термической обработки (рис. 1). Обработанный материал содержит сравнительно большее количество пор и мелких структур. Последнее обстоятельство косвенно указывает на то, что диффузия углекислого газа (CO_2) происходит в затрудненных условиях, а эвакуация газа из образца сопровождается разрушением структуры материала. Таким образом, построение адекватной физической модели продвижения и удаления CO_2 из частиц материала, очевидно, является необходимым для совершенствования методик расчета систем очистки генераторных газов.

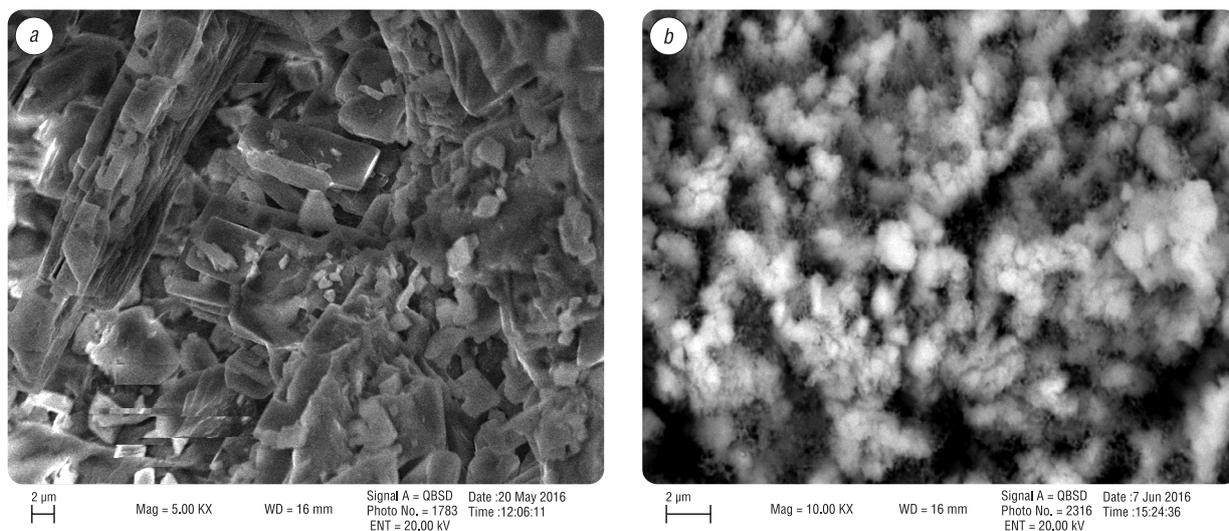


Рис. 1. Микрофотографии неотожженного (а) и отожденного (б) доломита

Fig. 1. Micrographs of unannealed (a) and annealed (b) dolomite

На рис. 2 представлены результаты экспериментальных термогравиметрических исследований по изучению динамики обжига частиц доломита разной массы при двух различных температурных режимах (в статических условиях при 650 и 850 °С). Погрешность измерения массы составляла 4 %.

Частицы с разной массой использовались и при проведении термогравиметрических опытов для других исследованных температурных режимов. В качественном отношении результаты этих экспериментов оказались хорошо согласованными. В частности, было определено, что при температуре до 500 °С химические процессы, определяющие брутто-реакцию разложения доломитов, происходят крайне медленно. В потерю массы частицами при этой температуре вносит вклад испарение гигроскопической воды в исходных образцах. При этом гигроскопичность

мелкой крошки ($m < 0,58$ г) необожженного доломита составляет от 5 до 7 %. Более крупная крошка ($m > 0,58$ г) имеет гигроскопичность от 0 до 3 %. Время выхода влаги из доломита – от 5 до 10 мин.

В случае использования более высоких температур (выше 600 °С) разложение доломита становится заметным, ускоряется с ростом температуры и уменьшением массы частиц, что подтверждается данными рис. 2. Зависимость степени разложения от массы образца указывает на существенное влияние процесса эвакуации молекул углекислого газа (CO₂) из объема образца.

Обсуждение полученного результата. Полученные экспериментальные данные были проанализированы на основе кинетических уравнений, применяемых при исследовании термического разложения доломита, а также других твердофазных процессов. Значение степени разложения определялось по выражению [12–15]

$$\alpha = \frac{m_0 - m}{m_0 - m_\infty}, \quad (6)$$

где m_0 – масса исходного образца, г; m – масса образца в текущий момент времени, г; m_∞ – минимальное значение массы образца, достигаемое в эксперименте, г.

На предыдущих этапах исследования [17–18] было установлено, что наиболее точное описание кинетики термического разложения природных доломитов Беларуси дает уравнение

$$\alpha^n = k \cdot t, \quad (7)$$

где n – эмпирический параметр; k – константа скорости брутто-реакции, с⁻¹; t – время выдержки, с.

В логарифмической форме равенство (7) примет вид:

$$\ln(\alpha) = (\ln(k) + \ln(t))/n. \quad (8)$$

Данные, представленные на рис. 3, показывают зависимость $\ln(\alpha)$ от $\ln(t)$, построенную на основании эмпирических значений степени разложения, которые были установлены в опытах по термическому разложению образца природного доломита Беларуси при температуре 800 °С.

Из рис. 3 видно, что для рассматриваемых образцов характерны линейные зависимости $\ln(\alpha)$ от $\ln(t)$, что указывает на возможность использования уравнения (7) для описания механизма термической конверсии доломита.

Для получения адекватного уравнения, которое приводит к линейности функции $\ln(\alpha)$ от $\ln(t)$, использован метод наименьших квадратов. Такая линейная зависимость возможна только в случае коэффициента детерминации R^2 аппроксимации значений этой функции от $\ln(t)$ близкого 1. Данное обстоятельство было использовано при нахождении для каждого эксперимента конкретных параметров линейной зависимости $Y = f(x)$, где $Y = \ln(\alpha)$, $x = \ln(t)$. Полученные зависимости также представлены на рис. 3. В общем виде эти зависимости можно записать как

$$Y = (1/n) \cdot x + z. \quad (9)$$

Здесь $Y = \ln(\alpha)$, $x = \ln(t)$, $z = (1/n) \cdot \ln(k)$.

Зная величины параметров линейной аппроксимации (которые определяются методом наименьших квадратов по данным экспериментов) и используя выражение (9), можно найти значения параметра n и k для всех зависимостей, графики которых представлены на рис. 3:

$$k = \exp(z \cdot n).$$

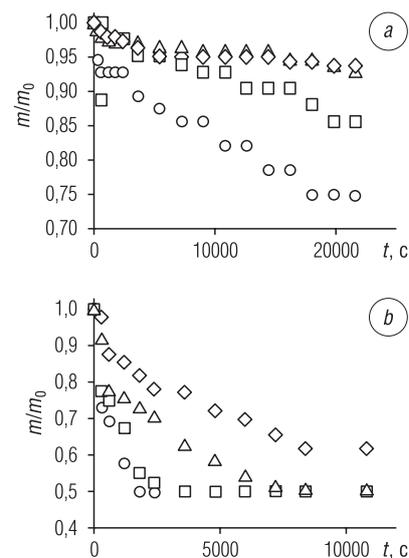


Рис. 2. Динамика изменения относительной массы частиц доломита при обжиге при температурах 650 °С (а) и 850 °С (б); ○ – масса исходного образца $m_0 = 0,58$ г, □ – масса исходного образца $m_0 = 0,88$ г, △ – масса исходного образца $m_0 = 2,3$ г, ◇ – масса исходного образца $m_0 = 2,7$ г.

Fig. 2. Dynamics of change in the relative mass of dolomite particles during firing at temperatures of 650 °C (a) and 850 °C (b); ○ – mass of the initial sample $m_0 = 0.58$ g, □ – mass of the initial sample $m_0 = 0.88$ g, △ – mass of the initial sample $m_0 = 2.3$ g, ◇ – mass of the initial sample $m_0 = 2.7$ g.

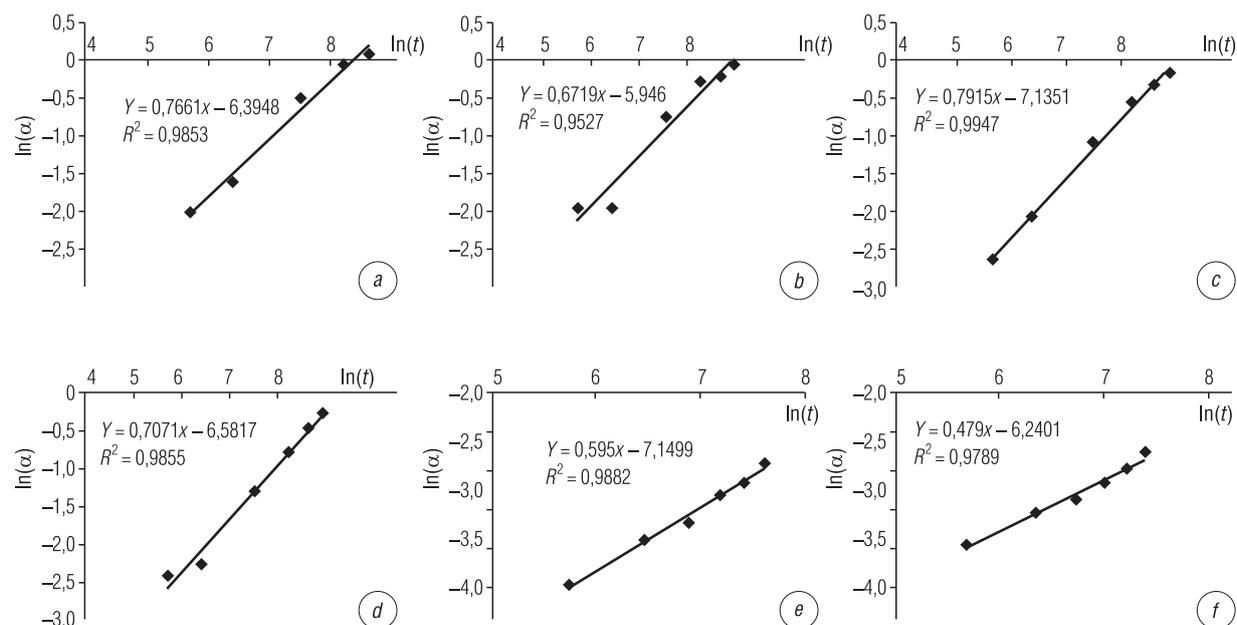


Рис. 3. Зависимость значения логарифма степени превращения α от логарифма времени тепловой обработки при 800 °С; маркеры – экспериментальные значения, линии – аппроксимация: *a* – масса исходного образца $m_0 = 0,58$ г; *b* – масса исходного образца $m_0 = 0,88$ г; *c* – масса исходного образца $m_0 = 2,3$ г; *d* – масса исходного образца $m_0 = 2,6$ г; *e* – масса исходного образца $m_0 = 7,6$ г; *f* – масса исходного образца $m_0 = 16,3$ г

Fig. 3. Dependence of the value of the logarithm of the degree of conversion α on the logarithm of the heat treatment time at 800 °С; markers – experimental values, lines – approximations: *a* – mass of the initial sample $m_0 = 0.58$ g; *b* – mass of the initial sample $m_0 = 0.88$ g; *c* – mass of the initial sample $m_0 = 2.3$ g; *d* – mass of the initial sample $m_0 = 2.6$ g; *e* – mass of the initial sample $m_0 = 7.6$ g; *f* – mass of the initial sample $m_0 = 16.3$ g

В ходе обработки полученных экспериментальных данных было определено, что эмпирический параметр n зависит от начальной массы m_0 (см. рис. 3), что объясняется влиянием диффузионных процессов на механизм термического разложения доломита. На рис. 4 приведен пример графика зависимости обратного параметра $1/n$ от начальной массы частицы доломита.

Показанная на графике зависимость описывается уравнением

$$1/n = -0,0174 \cdot m_0 + 0,7562. \quad (10)$$

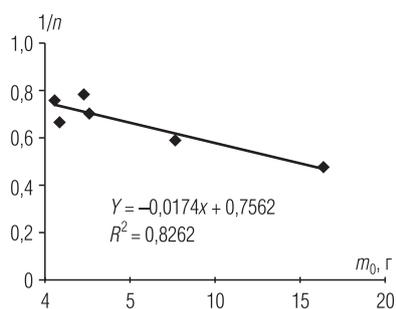


Рис. 4. Зависимость значения обратного параметра $1/n$ от начальной массы частицы доломита при 800 °С; маркеры – экспериментальные значения, линия – аппроксимация

Fig. 4. Dependence of the value of the inverse parameter $1/n$ on the initial mass of a dolomite particle at 800 °С; markers – experimental values, line – approximations

На основании экспериментальных зависимостей $\ln(\alpha)$ от $\ln(t)$ для всех рассматриваемых температур и начальных масс были определены значения параметров n и k , однако особое внимание авторами было уделено исследованию влияния массы частиц доломита на значение константы скорости реакции, так как данный параметр в большей степени характеризует темп протекания реакции, при этом значения константы скорости брутто-реакции определялись с помощью уравнения (8).

В таблице представлены значения констант скорости термического разложения частиц доломита различной массы, полученные при анализе результатов всех экспериментов (для различных температур и масс навесок) и использовании уравнения (8).

Из приведенных данных можно заключить, что для любой используемой температуры константа скорости существенно зависит от массы образца и для исследованного диапазона размеров отличается на один-два порядка.

Константы скорости термического разложения природного доломита
Rate constants of thermal decomposition of natural dolomite

$T, ^\circ\text{C}$	650	700	750	800	850
$m_0 = 0,58 \text{ г}$					
k, c^{-1}	$14,7 \pm 0,1 \cdot 10^{-6}$	$26,7 \pm 0,1 \cdot 10^{-6}$	$103,1 \pm 0,1 \cdot 10^{-6}$	$205,5 \pm 0,1 \cdot 10^{-6}$	$760,0 \pm 0,1 \cdot 10^{-6}$
$m_0 = 0,88 \text{ г}$					
k, c^{-1}	$7,2 \pm 0,1 \cdot 10^{-6}$	$36,5 \pm 0,1 \cdot 10^{-6}$	$37,9 \pm 0,1 \cdot 10^{-6}$	$143,5 \pm 0,1 \cdot 10^{-6}$	$313,6 \pm 0,1 \cdot 10^{-6}$
$m_0 = 2,3 \text{ г}$					
k, c^{-1}	$4,2 \pm 0,1 \cdot 10^{-6}$	$5,9 \pm 0,1 \cdot 10^{-6}$	$22,0 \pm 0,1 \cdot 10^{-6}$	$121,6 \pm 0,1 \cdot 10^{-6}$	$266,7 \pm 0,1 \cdot 10^{-6}$
$m_0 = 2,7 \text{ г}$					
k, c^{-1}	$2,5 \pm 0,1 \cdot 10^{-6}$	$7,1 \pm 0,1 \cdot 10^{-6}$	$23,6 \pm 0,1 \cdot 10^{-6}$	$90,7 \pm 0,1 \cdot 10^{-6}$	$272,9 \pm 0,1 \cdot 10^{-6}$
$m_0 = 7,6 \text{ г}$					
k, c^{-1}	$2,0 \pm 0,1 \cdot 10^{-6}$	$2,8 \pm 0,1 \cdot 10^{-6}$	$6,1 \pm 0,1 \cdot 10^{-6}$	$39,8 \pm 0,1 \cdot 10^{-6}$	$93,7 \pm 0,1 \cdot 10^{-6}$
$m_0 = 16,3 \text{ г}$					
k, c^{-1}	$0,6 \pm 0,1 \cdot 10^{-6}$	$2,4 \pm 0,1 \cdot 10^{-6}$	$2,2 \pm 0,1 \cdot 10^{-6}$	$17,7 \pm 0,1 \cdot 10^{-6}$	$74,9 \pm 0,1 \cdot 10^{-6}$

На рис. 5 представлены графики зависимости $\ln(k)$ от $\ln(1/m_0)$ (логарифма обратной величины начальной массы частицы) для некоторых температурных режимов обработки образцов.

Из рис. 5 видно, что в пределах рассматриваемых масс частиц зависимость $\ln(k)$ от $\ln(1/m)$ имеет линейный вид, а угол наклона графиков практически не зависит от температуры. В общем виде зависимость описывается выражением

$$\ln(k) = C \cdot \ln(1/m_0) + B, \tag{11}$$

где C – безразмерный эмпирический параметр, связанный с углом наклона и имеющий постоянное значение (определялся как среднее арифметическое для всех рассматриваемых образцов и составил 0,88); B – эмпирический параметр, не зависящий от массы образца.

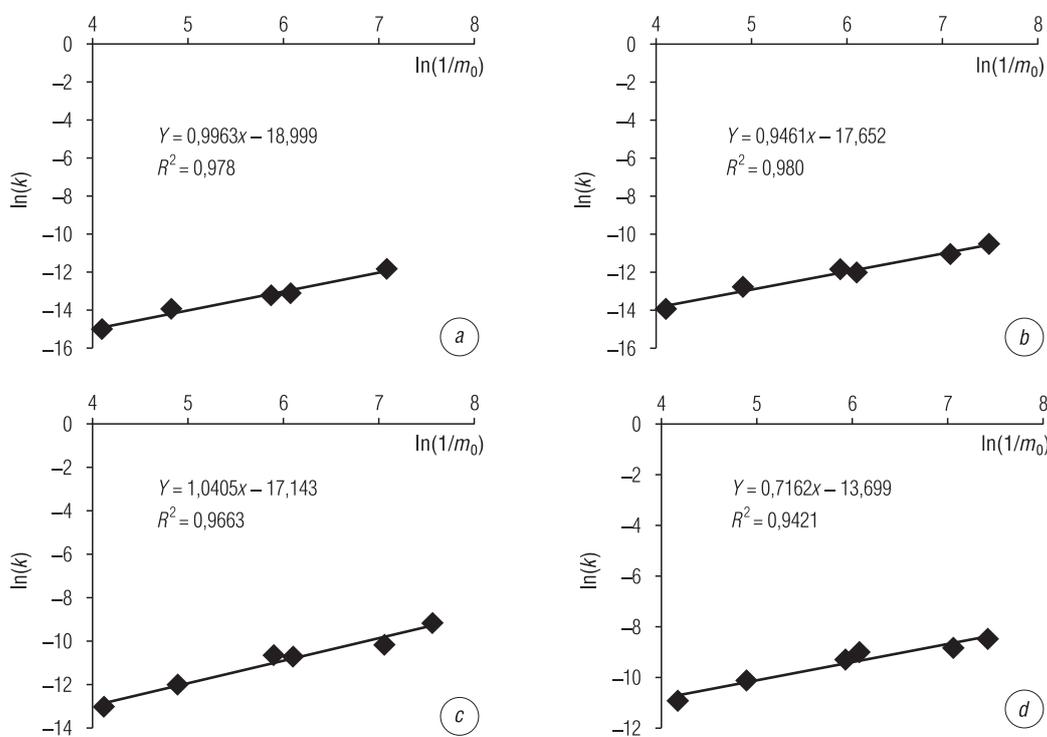


Рис. 5. Графики зависимости $\ln(k)$ от $\ln(1/m)$ для различных температур: a – 650 °C, b – 700 °C, c – 750 °C, d – 800 °C; маркеры – экспериментальные значения, линии – расчетные значения

Fig. 5. Plots of $\ln(k)$ versus $\ln(1/m)$ for various temperatures: a – 650 °C, b – 700 °C, c – 750 °C, d – 800 °C; markers – experimental values, lines – calculated values

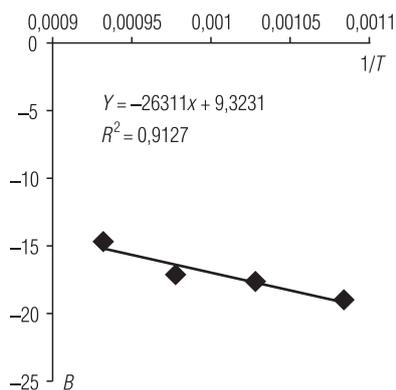


Рис. 6. График зависимости эмпирического параметра B от $1/T$
 Fig. 6. Graph of the dependence of the empirical parameter B on $1/T$

Параметр B обусловлен температурой процесса конверсии и может быть использован для определения энергии активации. На рис. 6 представлен график зависимости B от обратной величины температуры $1/T$.

Из рис. 6 видно, что зависимость B от $1/T$ имеет линейный вид, на что указывает близость коэффициента детерминации R^2 к 1. Подставляя выражение линейной аппроксимации в уравнение (11), получим:

$$\ln(k) = 0,88 \cdot \ln(1/m_0) + 9,3231 - 26311 \cdot (1/T),$$

$$k = (1/m_0)^{0,88} \cdot 11194 \cdot \exp(-26311/T), \text{ с}^{-1}, \quad (12)$$

$$k = (1/m_0)^{0,88} \cdot 671640 \cdot \exp(-26311/T), \text{ мин}^{-1}.$$

Исходя из (12) константа скорости может быть выражена в форме аррениусовского уравнения

$$k = f(m_0) \cdot A \cdot \exp(-E/R \cdot T), \quad (13)$$

где $f(m_0)$ – эмпирическая функция массы образца (для рассматриваемого процесса $f(m_0) = (1/m_0)^C$), A и E – соответственно предэкспоненциальный параметр и энергия активации процесса. Выше представлены кинетические параметры этого соотношения, что позволяет записать его в виде

$$k = (1/m_0)^C \cdot A \cdot \exp(-E/R \cdot T), \text{ мин}^{-1}, \quad (14)$$

где $A = 671\,600 \pm 50 \text{ мин}^{-1}$, $E = 218\,700 \pm 50 \text{ Дж/моль}$, $C = 0,88$.

На рис. 7 представлены графики зависимости константы скорости от массы для различных температур.

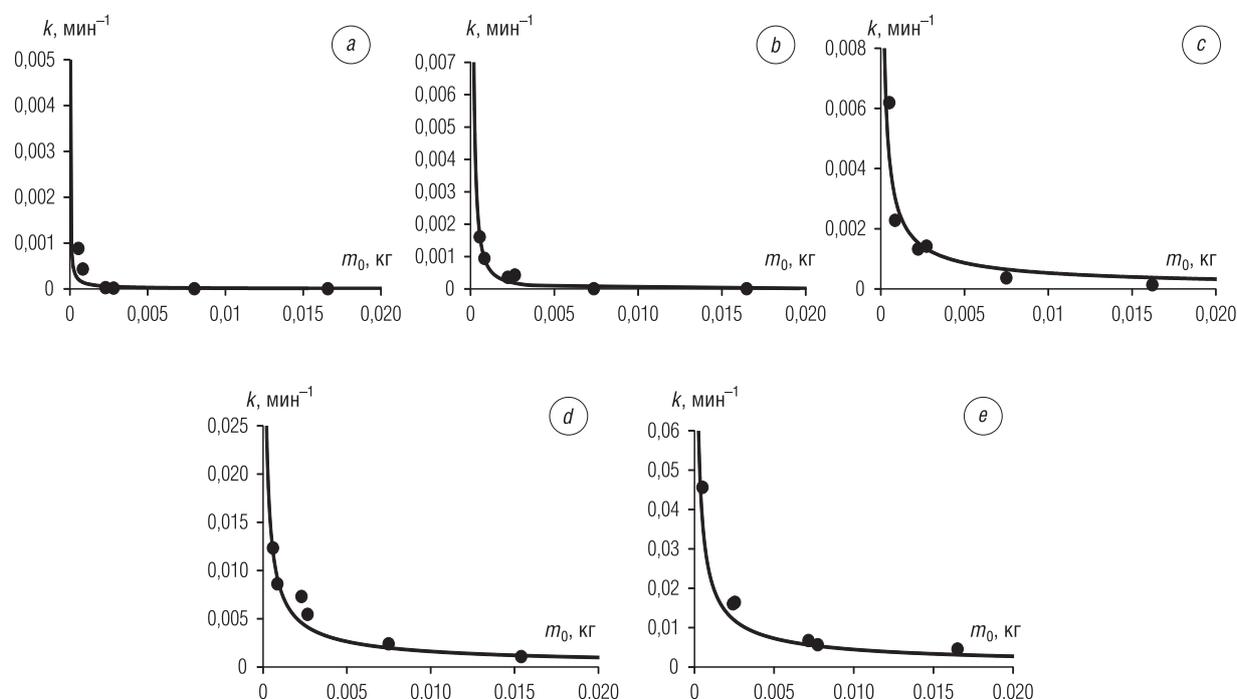


Рис. 7. Графики зависимости константы скорости термического разложения доломита от массы для различных температур: $a - 650 \text{ }^\circ\text{C}$, $b - 700 \text{ }^\circ\text{C}$, $c - 750 \text{ }^\circ\text{C}$, $d - 800 \text{ }^\circ\text{C}$, $e - 850 \text{ }^\circ\text{C}$; маркеры – экспериментальные значения, линии – расчетные значения

Fig. 7. Plots of the dependence of the rate constant of thermal decomposition of dolomite on the mass for different temperatures: $a - 650 \text{ }^\circ\text{C}$, $b - 700 \text{ }^\circ\text{C}$, $c - 750 \text{ }^\circ\text{C}$, $d - 800 \text{ }^\circ\text{C}$, $e - 850 \text{ }^\circ\text{C}$; markers – experimental values, lines – calculated values

Из рис. 7 видно, что расчетные значения константы скорости достаточно хорошо согласуются с результатами экспериментов для всех рассматриваемых масс частиц и температурных режимов обработки материала, что указывает на целесообразность использования выражений (13) и (14) при расчете константы скорости термического разложения доломита.

Выводы. Результаты анализа экспериментального исследования термического разложения природного доломита, выполненного в условиях на лабораторном оборудовании при постоянных температурах 650 °С, 700, 750, 800 и 850 °С, показали, что константа скорости термического разложения доломита в исследуемом диапазоне масс образцов может быть определена по эмпирическому выражению, идентифицированному в ходе настоящего исследования:

$$k = (1/m_0)^C \cdot A \cdot \exp(-E/R \cdot T), \text{ мин}^{-1}$$

где m_0 – начальная масса исследуемого образца доломита, кг; C – эмпирический параметр ($C = 0,88$), A – предэкспоненциальный параметр реакции термического разложения доломита ($A = 671600 \pm 50 \text{ мин}^{-1}$), E – энергия активации ($E = 218700 \pm 50 \text{ Дж/моль}$).

Следует отметить, что полученные в данном исследовании результаты (прежде всего зависимость кинетических параметров брутто-реакции от размера исходной частицы) имеют практическое значение, поскольку могут быть включены в различные методы расчета сорбционно-каталитических системы газоочистки на основе доломита, повышающие достоверность описания процесса и качество прогнозирования его параметров.

Благодарности

Работа выполнена при финансовой поддержке Белорусского республиканского фонда фундаментальных исследований (грант № Т22КИ-003).

Acknowledgements

The work was carried out with the financial support of the Belarusian Republican Foundation for Basic Research (grant no. T22KI-003).

Список использованных источников

1. Фортов, В.Е. Состояние развития возобновляемых источников энергии в мире и в России / В.Е. Фортов, О.С. Попель // Теплоэнергетика. – 2014. – № 6. – С. 4–13. <http://dx.doi.org/10.1134/S0040363614060022>
2. Coal and Biomass Gasification. Recent Advances and Future Challenges / S. De [et al.]. – Springer Nature, 2018. – 521 p. <https://doi.org/10.1007/978-981-10-7335-9>
3. Афанасьева, О.В. Эксергетическая эффективность угольных малых теплоэлектростанций как критерий перспективности их широкого использования / О.В. Афанасьева, Г.Р. Мингалеева // Химия твердого топлива. – 2009. – № 1. – С. 64–69.
4. Steam Gasification of Apricot Stones with Olivine and Dolomite as Downstream Catalysts / G. Hu [et al.] // Fuel Processing Technology. – 2006. – Vol. 87, № 5. – P. 375–382. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2005.07.008>
5. Доброго, К.В. Макрокинетические модели термического разложения доломита для расчета сорбционных систем газогенераторов / К.В. Доброго // Энергетика. Изв. высш. учеб. заведений и энерг. объединений СНГ. – 2015. – № 5. – С. 51–59.
6. Термическое разложение природного доломита / А.И. Ратько [и др.] // Неорганические материалы. – 2011. – Т. 47, № 12. – С. 1502–1507.
7. Thermal Decomposition of Calcite: Mechanisms of Formation and Textural Evolution of CaO Nanocrystals / C. Rodriguez-Navarro [et al.] // Am. Mineralogist. – 2009. – Vol. 94, № 4. – P. 578–593. <http://dx.doi.org/10.2138/am.2009.3021>
8. Rodriguez-Navarro, C. The mechanism of thermal decomposition of dolomite: New insights from 2D-XRD and TEM analyses / C. Rodriguez-Navarro, K. Kudlacz, E. Ruiz-Agudo // Am. Mineralogist. – 2012. – Vol. 97, № 1. – P. 38–51. <https://doi.org/10.2138/am.2011.3813>
9. Effect of compaction on the kinetics of thermal decomposition of dolomite under non-isothermal condition / S. Maitra [et al.] // J. Mater. Sci. – 2005. – Vol. 40. – P. 4749–4751. <https://doi.org/10.1007/s10853-005-0843-0>
10. Gunasekaran, S. Thermal decomposition of natural dolomite / S. Gunasekaran, G. Anbalagan // Bull. Mater. Sci. – 2007. – Vol. 30. – P. 339–344. <https://doi.org/10.1007/s12034-007-0056-z>
11. Beruto, D.T. Solid Products and rate-limiting step in the thermal half decomposition of natural dolomite in a CO₂ (g) atmosphere / D. T. Beruto, R. Vecchiattini, M. Giordani // Thermochim. Acta. – 2003. – Vol. 405. – P. 183–194. [https://doi.org/10.1016/S0040-6031\(03\)00190-4](https://doi.org/10.1016/S0040-6031(03)00190-4)
12. Olszak-Humienik, M. Kinetics of thermal decomposition of dolomite / M. Olszak-Humienik, J. Mozejko // J. Therm. Anal. Calorim. – 1999. – Vol. 56, iss. 2. – P. 829–833. <https://doi.org/10.1023/A%3A1010174726982>
13. Samtani, M. Comparison of dolomite decomposition kinetics with related carbonates and the effect of procedural variables on its kinetic parameters / M. Samtani, D. Dollimore, K. Alexander // Thermochim. Acta. – 2002. – Vol. 392–393. – P. 135–145. [http://dx.doi.org/10.1016/S0040-6031\(02\)00094-1](http://dx.doi.org/10.1016/S0040-6031(02)00094-1)

14. Olszak-Humienik, M. Thermal behavior of natural dolomite / M. Olszak-Humienik, M. Jablonski // *J. Therm. Anal. Calorim.* – 2015. – Vol. 119. – P. 2239–2248. <https://doi.org/10.1007/s10973-014-4301-6>
15. Predicting the rate of thermal decomposition of dolomite / M. Hartman [et al.] // *Chem. Eng. Sci.* – 1996. – Vol. 51, № 23. – P. 5229–5232. [https://doi.org/10.1016/S0009-2509\(96\)00363-6](https://doi.org/10.1016/S0009-2509(96)00363-6)
16. Characterization of monumental carbonate stones by thermal analysis (TG, DTG and DSC) / L.M. Barcina [et al.] // *Thermochim. Acta.* – 1997. – Vol. 290. – P. 181–189. [https://doi.org/10.1016/S0040-6031\(96\)03074-2](https://doi.org/10.1016/S0040-6031(96)03074-2)
17. Экспериментальное исследование кинетики термического разложения Белорусских доломитов / М. В. Малько [и др.] // *Вес. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук.* – 2015. – № 1. – С. 95–101.
18. Исследование кинетики и механизма термического разложения природных доломитов Беларуси / М. В. Малько [и др.] // *Тезисы докладов и сообщений XV Минского международного форума по тепло- и массообмену. Минск, 23–26 мая 2016 г. / Ин-т тепло- и массообмена им. А. В. Лыкова НАН Беларуси.* – Минск, 2016. – С. 125–128.

References

1. Fortov V. E., Popel' O. S. The current status of the development of renewable energy sources worldwide and in Russia. *Thermal Engineering*, 2014, vol. 61, no. 6, pp. 389–398. <http://dx.doi.org/10.1134/S0040601514060020>
2. De S., Agarwal A. K., Moholkar V. S., Bhaskar T. *Coal and Biomass Gasification. Recent Advances and Future Challenges*. Springer Nature, Singapore Pte Ltd., 2018. 521 p. <https://doi.org/10.1007/978-981-10-7335-9>
3. Afanas'eva O. V., Mingaleeva G. R. Energy Efficiency of Small Coal-Fired Power Plants as a Criterion of Their Wide Applicability. *Solid Fuel Chemistry*, 2009, vol. 43, no. 1, pp. 55–59. <https://doi.org/10.3103/S0361521909010121>
4. Hu G., Xu S., Li S., Xiao C., Liu S. Steam Gasification of Apricot Stones with Olivine and Dolomite as Downstream Catalysts. *Fuel Processing Technology*, 2006, vol. 87, no. 5, p. 375–382. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2005.07.008>
5. Dobrego K. V. Dolomite Thermal-Decomposition Macrokinetic Models for Evaluation of the Gasgenerators Sorbent Systems. *Energetika. Proceedings of CIS Higher Education Institutions and Power Engineering Associations*, 2015, no. 5, pp. 51–59 (in Russian).
6. Rat'ko A. I., Ivanets A. I., Kulak A. I., Morozov E. A., Sakhar I. O. Thermal decomposition of natural dolomite. *Inorganic Materials*, 2011, vol. 47, no. 12, pp. 1372–1377. <https://doi.org/10.1134/S0020168511120156>
7. Rodriguez-Navarro C., Ruiz-Agudo E., Luque A., Rodriguez-Navarro A. B., Ortega-Huertas M. Thermal Decomposition of Calcite: Mechanisms of Formation and Textural Evolution of CaO Nanocrystals. *American Mineralogist*, 2009, vol. 94, no. 4, pp. 578–593. <http://dx.doi.org/10.2138/am.2009.3021>
8. Rodriguez-Navarro C., Kudlacz K., Ruiz-Agudo E. The mechanism of thermal decomposition of dolomite: New insights from 2D-XRD and TEM analyses. *American Mineralogist*, 2012, vol. 97, no. 1, pp. 38–51. <https://doi.org/10.2138/am.2011.3813>
9. Maitra S., Chowdhury A., Das H., Pramanik Ms. Effect of compaction on the kinetics of thermal decomposition of dolomite under non-isothermal condition. *Journal of Materials Science*, 2005, vol. 40, pp. 4749–4751. <https://doi.org/10.1007/s10853-005-0843-0>
10. Gunasekaran S., Anbalagan G. Thermal decomposition of natural dolomite. *Bulletin of Materials Science*, 2007, vol. 30, pp. 339–344. <https://doi.org/10.1007/s12034-007-0056-z>
11. Beruto D. T., Vecchiattini R., Giordani M. Solid Products and rate-limiting step in the thermal half decomposition of natural dolomite in a CO₂ (g) atmosphere. *Thermochimica Acta*, 2003, vol. 405, pp. 183–194. [https://doi.org/10.1016/s0040-6031\(03\)00190-4](https://doi.org/10.1016/s0040-6031(03)00190-4)
12. Olszak-Humienik M., Mozejko J. Kinetics of thermal decomposition of dolomite. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 1999, vol. 56, iss. 2, pp. 829–833. <https://doi.org/10.1023/A%3A1010174726982>
13. Samtani M., Dollimore D., Alexander K. Comparison of dolomite decomposition kinetics with related carbonates and the effect of procedural variables on its kinetic parameters. *Thermochimica Acta*, 2002, vol. 392–393, pp. 135–145. [http://dx.doi.org/10.1016/S0040-6031\(02\)00094-1](http://dx.doi.org/10.1016/S0040-6031(02)00094-1)
14. Olszak-Humienik M., Jablonski M. Thermal behavior of natural dolomite. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 2015, vol. 119, pp. 2239–2248. <https://doi.org/10.1007/s10973-014-4301-6>
15. Hartman M., Trnka O., Vesely V., Svoboda K. Predicting the rate of thermal decomposition of dolomite. *Chemical Engineering Science*, 1996, vol. 51, no. 23, pp. 5229–5232. [https://doi.org/10.1016/S0009-2509\(96\)00363-6](https://doi.org/10.1016/S0009-2509(96)00363-6)
16. Barcina L. M., Espina A., Suárez M., García J. R., Rodríguez J. Characterization of monumental carbonate stones by thermal analysis (TG, DTG and DSC). *Thermochimica Acta*, 1997, vol. 290, pp. 181–189. [https://doi.org/10.1016/S0040-6031\(96\)03074-2](https://doi.org/10.1016/S0040-6031(96)03074-2)
17. Malko M. V., Vasilevich S. V., Degterov D. V., Bogach V. N. Experimental study of the kinetics of thermal decomposition of Belarusian dolomites. *Vestsi Natsyyanal'най akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2015, no. 1, pp. 95–101 (in Russian).
18. Malko M. V., Vasilevich S. V., Asadchii A. N. et al. Investigation of kinetics and mechanism of thermal decomposition of natural dolomites of Belarus. *Tezisy dokladov i soobshchenii XV Minskogo mezhdunarodnogo foruma po teplo- i massoobmenu. Minsk, 23–26 maya 2016 g.* [Abstracts of Reports and Reports of the XV Minsk International Forum on Heat and Mass Transfer. Minsk, May 23–26, 2016]. Minsk, A. V. Luikov Heat and Mass Transfer Institute of National academy of Sciences of Belarus, 2016, pp. 125–128 (in Russian).

Информация об авторах

Василевич Сергей Владимирович – кандидат технических наук, заведующий лабораторией, 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

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

Асадчий Андрей Николаевич – 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), Head of the Laboratory, Belarusian State Aviation Academy (77, Uborevich 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 – 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: ddegterov@mail.ru

Andrei N. Asadchyi – 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

РАДИОЭЛЕКТРОНИКА, ПРИБОРОСТРОЕНИЕ
RADIOELECTRONICS, INSTRUMENT-MAKING

УДК 621.3.085.345-026.66:004.056.5
<https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-214-221>

Поступила в редакцию 14.02.2022
Received 14.02.2022

С. Э. Саванович, Т. В. Борботько

*Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники, Минск,
Республика Беларусь*

**КОНСТРУКЦИЯ ЭКРАНА ЭЛЕКТРОМАГНИТНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ НА ОСНОВЕ
ПСЕВДООВАЛЬНЫХ РАССЕЙВАЮЩИХ ЭЛЕМЕНТОВ ДЛЯ ЗАЩИТЫ
ИНФОРМАЦИИ ОТ УТЕЧКИ ПО ЭЛЕКТРОМАГНИТНОМУ КАНАЛУ**

Аннотация. Рассмотрены результаты исследования значений коэффициентов отражения и эффективной поверхности рассеяния разработанной конструкции экрана электромагнитного излучения в диапазоне частот 2...12 ГГц. Конструкция состоит из слоя влагосодержащих псевдоовальных рассеивающих элементов с линейными размерами 1...4, 1...2 и 10...20 мм, который размещен между двумя слоями полиуретановой герметизирующей мастики. Применение в разработанной конструкции экрана электромагнитного излучения псевдоовальных элементов с линейными размерами 1...4 мм, содержащих растворы, выполненные на основе 20%-ного раствора, позволяет снизить значения коэффициентов отражения электромагнитного излучения на частотах 4,2...6,5 и 1,0...4,1, 8,0...12,0 ГГц. Формирование конструкции экрана электромагнитного излучения на основе элементов с линейными размерами 1...2 и 10...20 мм, пропитанных 20%-ным раствором хлорида натрия, приводит к снижению значений коэффициентов отражения в диапазоне частот 2...12 ГГц. Установлено, что значения эффективной поверхности рассеяния наземных объектов в случае размещения или закрепления на их поверхности указанного варианта конструкции экрана электромагнитного излучения составляют 0,6...24,0 м² в диапазоне частот 2...12 ГГц, что обуславливает существенное затруднение получение достоверной информации о местоположении и характеристиках наземных объектов в рассматриваемом диапазоне частот.

Ключевые слова: конструкция экрана, электромагнитный канал, защита информации, псевдоовальный рассеивающий элемент, хлорид натрия, метод вакуума, коэффициент отражения, эффективная поверхность рассеяния

Для цитирования: Саванович, С. Э. Конструкция экрана электромагнитного излучения на основе псевдоовальных рассеивающих элементов для защиты информации от утечки по электромагнитному каналу / С. Э. Саванович, Т. В. Борботько // Вес. Нац. акад. наук Беларуси. Сер. физ.-техн. наук. – 2022. – Т. 67, №2. – С. 214–221. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-214-221>

Sviatlana E. Savanovich, Timafey V. Borbotko

Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics, Minsk, Republic of Belarus

**ELECTROMAGNETIC SHIELD DESIGN BASED ON PSEUDO-OVAL SCATTERING ELEMENTS
FOR INFORMATION PROTECTION FROM LEAKAGE VIA THE ELECTROMAGNETIC CHANNEL**

Abstract. The results of the study of the values of the reflection coefficients and the effective scattering surface of the developed design of the electromagnetic radiation screen in the frequency range of 2...12 GHz are considered. The structure consists of a layer of moisture-containing pseudo-oval scattering elements with linear dimensions of 1...4, 1...2 and 10...20 mm, which is placed between two layers of polyurethane sealing mastic. The use of pseudo-oval elements with

linear dimensions of 1...4 mm containing solutions made on the basis of a 20 % solution in the developed electromagnetic radiation screen design allows reducing the values of the reflection coefficients of electromagnetic radiation at frequencies 4.2...6.5 and 1.0...4.1, 8.0...12.0 GHz. The formation of a screen design based on elements with linear dimensions of 1...2 and 10...20 mm, impregnated with a 20 % sodium chloride solution, leads to a decrease in the values of reflection coefficients in the frequency range of 2...12 GHz. It is established that the values of the effective scattering surface of ground objects in case of placing or fixing of the specified design variant of the electromagnetic radiation screen on their surface are 0.6...24.0 m² in the frequency range of 2...12 GHz. This makes it significantly difficult to obtain reliable information about the location and characteristics of ground objects in the frequency range under consideration.

Keywords: shield design, electromagnetic channel, information protection, pseudooval scattering element, sodium chloride, vacuum method, reflection coefficient, effective scattering surface

For citation: Savanovich S. E., Borbotko T. V. Electromagnetic shield design based on pseudooval scattering elements for information protection from leakage via the electromagnetic channel. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2022, vol. 67, no. 2, pp. 214–221 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-214-221>

Введение. Известно [1], что получение информации о наземных объектах осуществляется в результате сопоставления интенсивностей электромагнитных излучений (ЭМИ), образованных при отражении поверхностью этих объектов и окружающей средой излучений, формируемых техническими средствами (ТС), которые функционируют в диапазоне частот 2...12 ГГц [2, 3]. Защита таких сведений является одной из актуальных задач [4], а ее решение состоит из комплекса мер, включающих снижение отражающих свойств наземных объектов [5]. Реализация этого способа осуществляется закреплением или нанесением на их поверхность конструкций экранов ЭМИ [6], обеспечивающих снижение интенсивности отраженных излучений до требуемого уровня. В численном выражении эффективность применения конструкции экрана в целях защиты информации о наземных объектах оценивается их значениями эффективной поверхности рассеяния (ЭПР) в диапазоне частот функционирования ТС [7].

В [8, 9] показана целесообразность применения в твердотельных конструкциях экранов ЭМИ псевдоовальных рассеивающих элементов с линейными размерами 1...4, 1...2 и 10...20 мм, содержащих растворы, сформированные на основе хлорида натрия (NaCl). Учитывая значительный вес таких конструкций и нестабильность их значений коэффициентов отражения электромагнитного излучения вследствие испарения растворного наполнителя, перспективным представляется формирование конструкции экрана путем закрепления влагосодержащих псевдоовальных элементов в полимерных материалах, что позволит получить гибкие конструкции экрана при низких затратах на их изготовление. Таким образом, актуальным представляется выполнение исследований влияния линейных размеров псевдоовальных элементов на значения коэффициентов отражения и эффективной поверхности рассеяния гибкой конструкции экрана электромагнитного излучения, выполненной на их основе, в диапазоне частот 2...12 ГГц.

Методика проведения исследований. Разработана конструкция экрана ЭМИ в виде монослоя, полученного в результате объединения двух слоев связующего материала 2, между которыми равномерно распределен слой влагосодержащих псевдоовальных рассеивающих элементов 1 с линейными размерами 1...4 мм, 1...2 и 10...20 мм (рис. 1). Придание конструкции экрана ЭМИ прочностных свойств обеспечивалось применением армирующих элементов 3.

Учитывая, что снижение значений коэффициентов отражения ЭМИ конструкций экранов обусловлено согласованием волновых сопротивлений на границе сред «свободное пространство – поверхность экрана», «поверхность экрана – поверхность наземного объекта», в качестве связующего материала применялась двухкомпонентная герметизирующая полиуретановая мастика марки ПолиСил (ТУ РБ 191766081.0002–2013), которая является диэлектрическим материалом неорганического происхождения, характеризуется стойкостью к воздействию агрессивных сред, в том числе растворов с высокой концентрацией NaCl, и эксплуатационных факторов в диапазоне температур от –60 до +70 °С, а также обладает высокой адгезией к бетону, металлу и полимерным покрытиям.

Согласование волновых сопротивлений на границе сред «поверхность экрана – поверхность наземного объекта» осуществлялось выбором формы рассеивающих элементов, которые

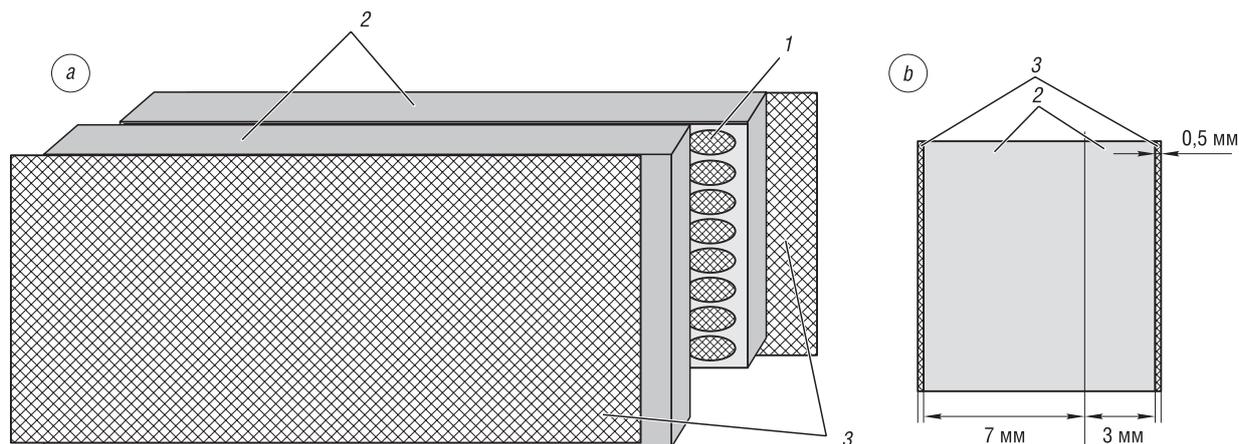


Рис. 1. Эскиз конструкции экрана электромагнитного излучения: *a* – составные элементы конструкции (*1* – псевдоовальные рассеивающие элементы, *2* – слои мастики, *3* – армирующие элементы); *b* – вид сбоку

Fig. 1. Sketch of electromagnetic shield design: *a* – composite design elements (*1* – pseudooval scattering elements, *2* – mastic layers, *3* – fiberglass); *b* – side view

пропитывались 20%-ным раствором NaCl и растворами, выполненными на основе 2%- и 4%-ного растворов карбоксиметилцеллюлозы (Na–КМЦ), в сочетании с раствором NaCl указанной концентрации. Толщина конструкции экрана ЭМИ определялась в результате экспериментальных исследований и составляла 10 мм при линейном ее размере 400×320 мм.

Для установления влияния элементов конструкции на ее значения коэффициента отражения ЭМИ в диапазоне частот 2...12 ГГц, было выполнено шесть образцов конструкции экрана (далее – образцы экрана № 1–6).

При формировании образцов экрана № 1 и 2 применялись псевдоовальные рассеивающие элементы с линейными размерами 1...4 и 10...20 мм, содержащие 20%-ный раствор NaCl; образцов № 3 и 5 – элементы с линейными размерами 1...4 и 1...2 мм, пропитанные раствором, выполненным на основе 2%-ного раствора Na–КМЦ и 20%-ного раствора NaCl; образцов № 4 и 6 – элементы с линейным размером 10...20 мм, содержащие 4%-ный раствор Na–КМЦ в сочетании с 20%-ным раствором NaCl. Пропитка элементов, применяемых в образцах № 1–4, выполнялась методом иммерсионного смачивания, в образцах № 5 и 6 – под воздействием вакуума.

Влагосодержание псевдоовальных элементов с линейным размером 1...4 мм в образцах экрана ЭМИ № 1 и 3 составляло 22...24 и 36...39 % соответственно; с линейным размером 1...2 мм в образце экрана № 5 – 45...48 %. Влагосодержание элементов с линейным размером 10...20 мм в образцах экрана ЭМИ № 2, 4 и 6 варьировалось в пределах 19...21 %, 38...40 и 41...45 % соответственно.

Определение значений коэффициентов отражения ЭМИ образцов экрана в диапазоне частот 2...12 ГГц осуществлялось с помощью панорамного измерителя коэффициентов передачи и отражения SNA 0,01-18 с рупорными антеннами П6-23 М по методике, приведенной в [10]. При измерении значений коэффициентов отражения ЭМИ образцы экрана № 1–6 размещались на металлической подложке, которая имитировала поверхность наземного объекта.

Измерение значений ЭПР образцов экрана ЭМИ выполнялось с помощью специализированного измерительного комплекса, состоящего из безэховой камеры, системы пространственной фиксации исследуемых образцов экрана, векторного анализатора электрических цепей Anritsu VectorStar MS4642B и комплекта антенн П6-23А, в соответствии с методикой, приведенной в [11].

Результаты и их обсуждение. На основании анализа полученных результатов установлено, что в диапазоне частот 1...17 ГГц значения коэффициентов отражения ЭМИ образцов экрана № 1 и 2 варьируются в пределах $-0,7...-9,9$ и $-0,1...-10,7$ дБ (рис. 2). Значения коэффициента отражения ЭМИ образцов экрана № 3 и 4 составляют от $-1,6$ до $-15,2$ и от $-2,8$ до $-14,1$ дБ (рис. 3), образцов № 5 и 6 – от $-0,3$ до $-15,6$ и от $-1,8$ до $-17,1$ дБ в рассматриваемом диапазоне частот (рис. 4).

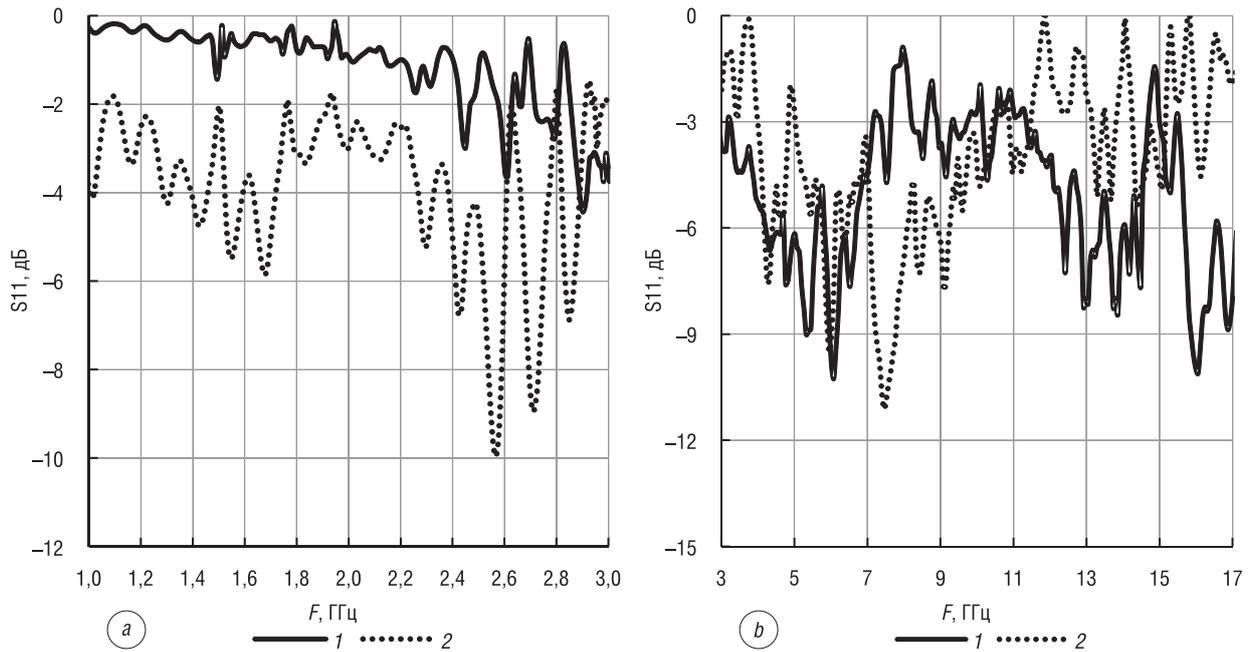


Рис. 2. Частотные зависимости (диапазон частот 1...17 ГГц) значений коэффициентов отражения электромагнитного излучения образцов экрана № 1 и 2, размещенных на металлической подложке; линейный размер псевдоэллиптических элементов: 1 – 1...4 мм, 2 – 10...20 мм

Fig. 2. Frequency dependencies (frequency range 1...17 GHz) of electromagnetic radiation reflection coefficients of shields samples no. 1 and 2 placed on a metal plate; linear size of pseudooval elements: 1 – 1...4 mm, 2 – 10...20 mm

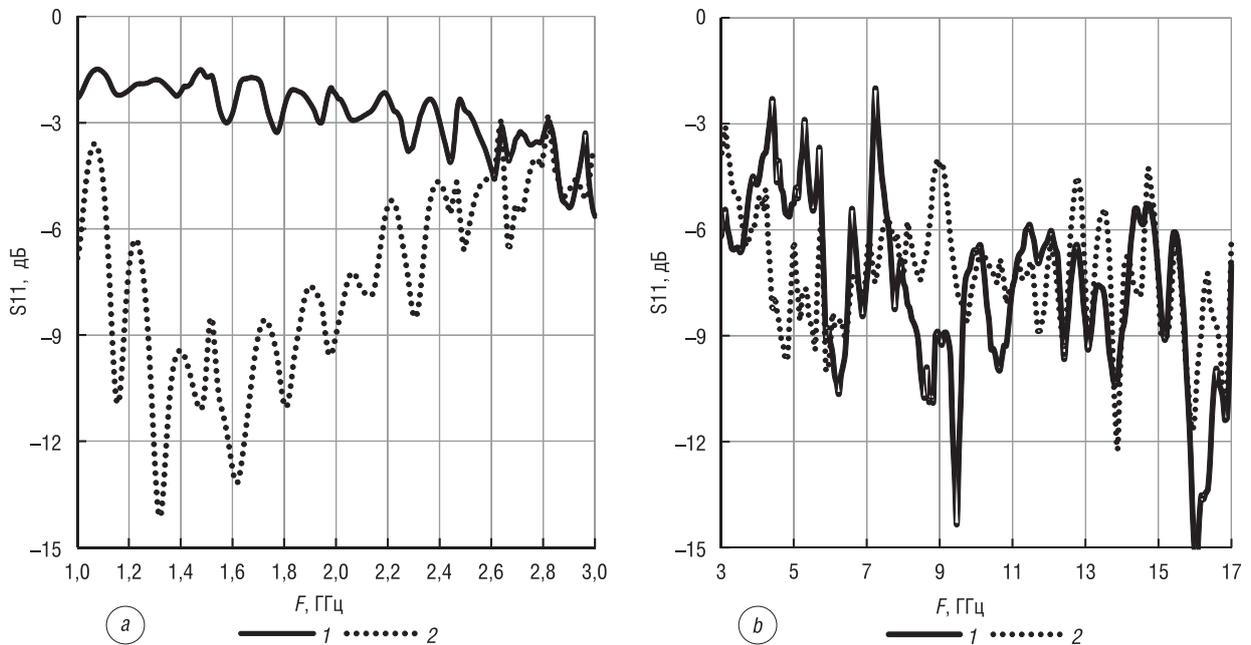


Рис. 3. Частотные зависимости (диапазон частот 1...17 ГГц) значений коэффициентов отражения электромагнитного излучения образцов экрана № 3 и 4, размещенных на металлической подложке; линейный размер псевдоэллиптических элементов: 1 – 1...4 мм, 2 – 10...20 мм

Fig. 3. Frequency dependencies (frequency range 1...17 GHz) of electromagnetic radiation reflection coefficients of shields samples no. 3 and 4 placed on a metal plate; linear size of pseudooval elements: 1 – 1...4 mm, 2 – 10...20 mm

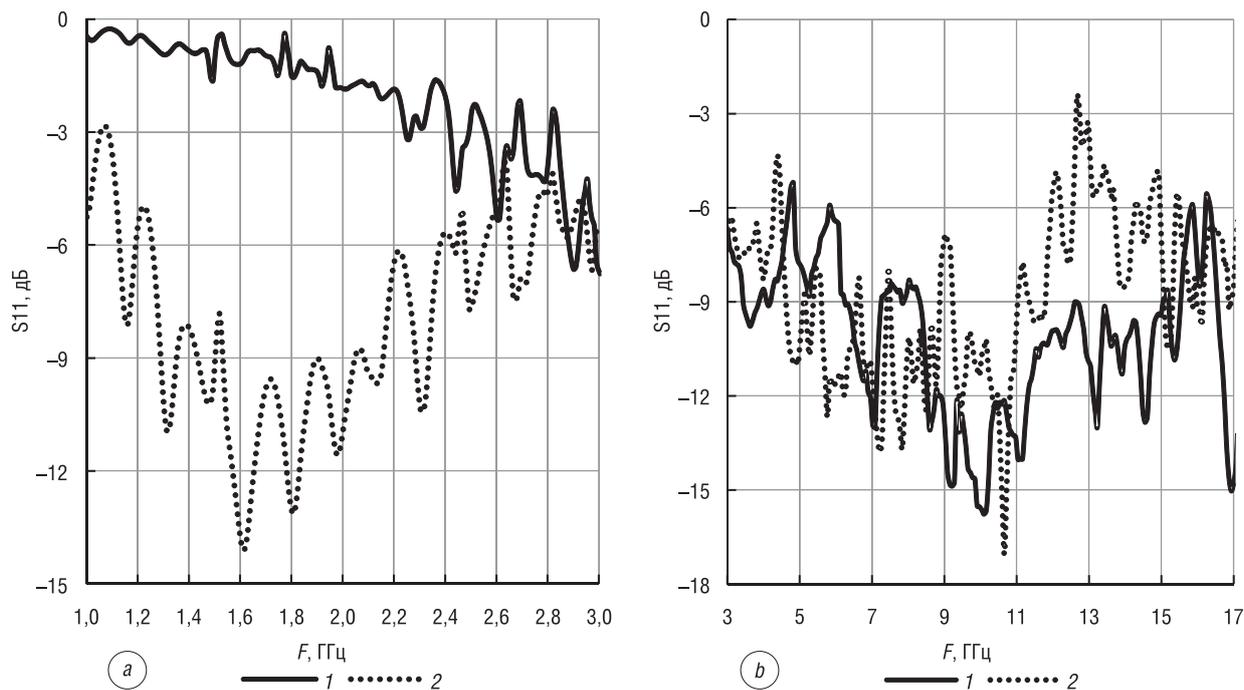


Рис. 4. Частотные зависимости (диапазон частот 1...17 ГГц) значений коэффициентов отражения электромагнитного излучения образцов экрана № 5 и 6, размещенных на металлической подложке; линейный размер псевдоовальных элементов: 1 – 1...2 мм, 2 – 10...20 мм

Fig. 4. Frequency dependencies (frequency range 1...17 GHz) of electromagnetic radiation reflection coefficients of shields samples no. 5 and 6 placed on a metal plate; linear size of pseudooval elements: 1 – 1...2 mm, 2 – 10...20 mm

Показано, что герметизация псевдоовальных рассеивающих элементов с линейными размерами 1...4 и 10...20 мм, содержащих 20%-ный раствор NaCl, приводит к увеличению значений коэффициентов отражения ЭМИ образцов экрана № 1 и 2 на 9...14 дБ по сравнению с твердотельными конструкциями экранов, выполненными на основе аналогичных элементов [12, 13]. Это вызвано уменьшением в образцах экрана ЭМИ № 1 и 2 количества элементов с линейными размерами 1...4 и 10...20 мм в 3,3 и 1,3 раза соответственно, а также снижением на 5...10 % их влагосодержания, что обусловлено процессами полимеризации полиуретановой мастики под воздействием влаги.

Определено, что увеличение в 1,6...2 раза влагосодержания псевдоовальных рассеивающих элементов их пропиткой методом иммерсионного смачивания растворами, выполненными на основе 20%-ного раствора NaCl, приводит к снижению значений коэффициентов отражения образцов экрана ЭМИ № 3 и 4 в 4,3 раза в диапазонах частот 1,3...3,0 и 6...17 ГГц соответственно.

Установлено, что в диапазоне частот 1...17 ГГц введение в псевдоовальные элементы с линейными размерами 1...2 и 10...20 мм аналогичных растворов под воздействием вакуума приводит к увеличению влагосодержания этих элементов в 2,2...2,4 раза и обеспечивает для образцов экранов ЭМИ № 5 и 6 снижение значений коэффициентов отражения и ЭПР в 2,5...10 раз (рис. 5).

Показано, что применение псевдоовальных элементов с линейным размером 1...4 мм в образцах экрана ЭМИ № 1 и 3 в случае их размещения или закрепления на поверхности наземных объектов обеспечивает снижение значений коэффициентов отражения на частотах 4,2...6,5 ГГц, 12,9...14,4, 15,7...17,0 и 1,0...4,1, 8,0...17,0 ГГц. Применение псевдоовальных элементов с линейным размером 1...2 мм в образце экрана ЭМИ № 5 обуславливает снижение значений коэффициента отражения в диапазоне частот 3...17 ГГц.

Определено, что выполнение образцов экрана ЭМИ № 2 и 4 на основе псевдоовальных элементов с линейным размером 10...20 мм, пропитанных растворами NaCl методом иммерсионного смачивания, обеспечивает защиту информации о местоположении и характеристиках наземных объектов на частотах 7,1...9,3 ГГц и 1,1...12,6 ГГц соответственно. Пропитка применяемых

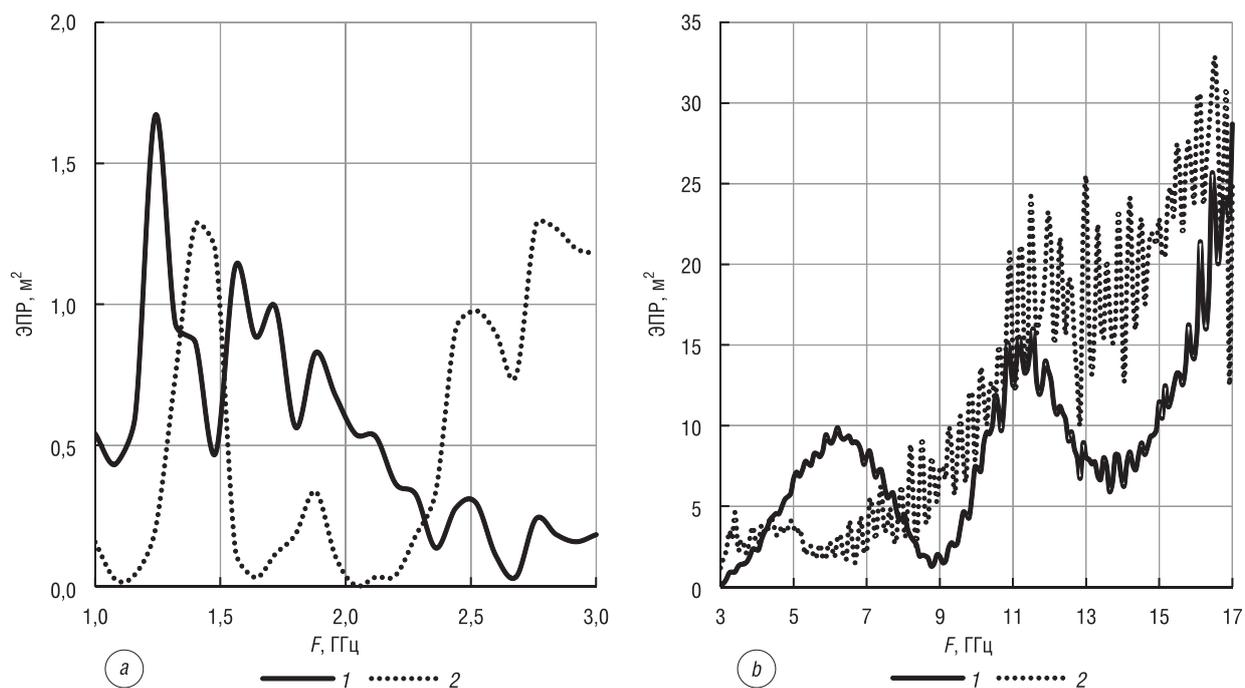


Рис. 5. Частотные зависимости (диапазон частот 1...17 ГГц) значений эффективной поверхности рассеяния образцов экрана № 5 и 6, размещенных на металлической подложке; линейный размер псевдоовальных элементов: 1 – 1...2 мм, 2 – 10...20 мм

Fig. 5. Frequency dependencies (frequency range 1...17 GHz) of the effective scattering surface values of shields samples no. 5 and 6 placed on a metal plate; linear size of pseudooval elements: 1 – 1...2 mm, 2 – 10...20 mm

в образце экрана ЭМИ №6 элементов раствором, выполненным на основе NaCl, под воздействием вакуума обеспечивает при размещении такого экрана на поверхности наземных объектов снижение значений коэффициента отражения в диапазонах частот 1,0...2,4 и 3...17 ГГц.

Установлено, что в диапазоне частот 2...12 ГГц значения ЭПР наземных объектов, на поверхности которых размещена или закреплена конструкция экрана ЭМИ, выполненная на основе псевдоовальных рассеивающих элементов с линейными размерами 1...2 и 10...20 мм, пропитанных под воздействием вакуума растворами, выполненными на основе 20%-ного раствора NaCl составляют 0,6...24,0 м². Это свидетельствует о существенном затруднении получения достоверной информации о местоположении и характеристиках наземных объектов в рассматриваемом диапазоне частот [14].

Заключение. Таким образом, определено, что при размещении на поверхности наземных объектов предложенного варианта конструкции экрана ЭМИ, сформированной на основе псевдоовальных рассеивающих элементов с линейными размерами 1...2 и 10...20 мм, пропитанных растворами на основе 20%-ного раствора NaCl, под воздействием вакуума, их значение ЭПР варьируются в пределах 0,6...24,0 м² в диапазоне частот 2...12 ГГц. При этом в диапазонах частот 2,4...4,2 и 7,6...12,0 ГГц предпочтительно использование в конструкции экрана ЭМИ псевдоовальных рассеивающих элементов с линейным размером 1...2 мм, в диапазонах частот 2,0...2,4 и 4,2...7,6 ГГц – элементов с линейным размером 10...20 мм. Расширение диапазона рабочих частот предложенной конструкции экрана ЭМИ возможно в результате совмещения в его конструкции псевдоовальных рассеивающих элементов с линейными размерами 1...2 и 10...20 мм.

Список использованных источников

1. Sukharevsky, O. I. Electromagnetic wave scattering by aerial and ground radar objects / O.I. Sukharevsky, V.A. Vasilets, G.S. Zalevsky // IEEE International Radar Conference (RadarCon) – 2015, Arlington, 10–15 May 2015: Papers / eds.: O.I. Sukharevsky [et al.]. – Arlington: Marriott Crystal Gateway Arlington, 2015. – P. 162–167. <https://doi.org/10.1109/RADAR.2015.7130989>

2. Zhang, Z. Experimental research on the localized electrochemical micromachining / Z. Zhang, D. Zhu // Rus. J. Electrochem. – 2008. – Vol. 44, № 8. – P. 926–930. <https://doi.org/10.1134/S1023193508080077>
3. Legenkiy, M. Numerical modeling of electromagnetic scattering from complex shape object with coating / M. Legenkiy, V. Khrychov // Frequenz. – 2022. – Vol. 76, № 1–2. – P. 2765–2771. <https://doi.org/10.1515/freq-2021-0062>
4. Лагарьков, А. Н. Фундаментальные и прикладные проблемы стелс-технологий / А. Н. Лагарьков, М. А. Погосян // Вестн. Рос. акад. наук. – 2003. – Т. 73, № 9. – С. 779–787.
5. Taravati, S. A new three-dimensional conical ground-plane cloak with homogeneous materials / S. Taravati, A. Abdolali // Prog. Electromagn. Res. M. – 2011. – Vol. 19. – P. 91–104. <https://doi.org/10.2528/PIERM11051004>
6. Allebad, H. Electromagnetic shielding structure to reduce the free space reflectivity of objects / H. Allebad, V. Kizimenko, N. Kolbun (Nasonova) // Przegląd elektrotechniczny (Electrical Review). – 2010. – R. 86, № 3. – P. 8–10.
7. Method of radar masking of the ground based military equipment objects / A. Maslovskiy [et al.] // Telecommunications and Radio Engineering (English translation of Elektrosvyaz and Radiotekhnika). – 2019. – Vol. 78, № 1. – P. 47–58. <https://doi.org/10.1615/TelecomRadEng.v78.i1.60>
8. 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.
9. Борботько, Т. В. Влияние влагосодержания керамзита на значения коэффициента отражения электромагнитного излучения конструкций экранов, выполненных на его основе / Т. В. Борботько, С. Э. Саванович // Вес. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2021. – Т. 66, № 3. – С. 93–100. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-93-100>
10. Радиозранирующие модульные конструкции на основе порошкообразных материалов / М. Р. Немах [и др.]; под ред. Л. М. Лынькова. – Минск: Бестпринт, 2013. – 182 с.
11. Экспериментальное исследование эффективной поверхности рассеяния ФАР / Н. Н. Алешкевич [и др.] // Приборостроение-2017: материалы 10-й Междунар. науч.-техн. конф., 1–3 нояб. 2017 г., г. Минск / Белорус. нац. техн. ун-т; редкол.: О. К. Гусев [и др.]. – Минск: БНТУ, 2017. – С. 307–308.
12. Влияние размеров фракций влагосодержающего керамзита на экранирующие характеристики экранов ЭМИ / С. Э. Саванович [и др.] // Докл. БГУИР. – 2014. – № 8 (86). – С. 36–40.
13. Саванович, С. Э. Радиозранирующие свойства электромагнитных экранов на основе влагосодержающего керамзита / С. Э. Саванович, В. Б. Соколов // Докл. БГУИР. – 2014. – № 4 (82). – С. 48–51.
14. Поглотители электромагнитного излучения. Применение в вооруженных силах / под ред. Л. М. Лынькова. – Минск: Бестпринт, 2006. – 228 с.

References

1. Sukharevsky O. I., Vasilets V. A., Zalevsky G. S. Electromagnetic wave scattering by aerial and ground radar objects. *IEEE International Radar Conference (RadarCon) – 2015: Papers, Arlington, 10–15 May 2015*. Arlington, Marriott Crystal Gateway Arlington, 2015, pp. 162–167. <https://doi.org/10.1109/RADAR.2015.7130989>
2. Zhang Z., Zhu D. Experimental research on the localized electrochemical micromachining. *Russian Journal of Electrochemistry*, 2008, vol. 44, no. 8, pp. 926–930. <https://doi.org/10.1134/S1023193508080077>
3. Legenkiy M., Khrychov V. Numerical modeling of electromagnetic scattering from complex shape object with coating. *Frequenz*, 2022, vol. 76, no. 8, pp. 2765–2771. <https://doi.org/10.1515/freq-2021-0062>
4. Lagar'kov A. N., Pogosyan M. A. Basic and applied problems of stealth technologies. *Vestnik Rossiiskoi akademii nauk = Herald of the Russian Academy of Sciences*, 2003, vol. 73, no. 9, pp. 779–787 (in Russian).
5. Taravati S., Abdolali A. A new three-dimensional conical ground-plane cloak with homogeneous materials. *Progress in Electromagnetics Research M*, 2011, vol. 19, pp. 91–104. <https://doi.org/10.2528/PIERM110510046>
6. Allebad H., Kizimenko V., Kolbun (Nasonova) N. Electromagnetic shielding structure to reduce the free space reflectivity of objects. *Przegląd elektrotechniczny (Electrical Review)*, 2010, r. 86, no. 3, pp. 8–10.
7. Maslovskiy A., Vasylets V., Nechitaylo S., Sukharevsky O. Method of radar masking of the ground based military equipment objects. *Telecommunications and Radio Engineering (English translation of Elektrosvyaz and Radiotekhnika)*, 2019, vol. 78, no. 1, pp. 47–58. <https://doi.org/10.1615/TelecomRadEng.v78.i1.60>
8. 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. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2016, no. 2, pp. 115–119 (in Russian).
9. Borbot'ko T. V., Savanovich S. E. Water content of expanded clay influence 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*, 2021, vol. 66, no. 3, pp. 93–100 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2021-66-1-93-100>
10. Neamach M. R., Boyprav O. V., Borbotko T. V.; Lynkov L. M. (ed.). *Radio-Shielding Modular Structures Based on Powder Materials*. Minsk, Bestprint Publ., 2013. 210 p. (in Russian).
11. Aleshkevich N. N., Budai A. G., Knysh V. P., Maly S. V., Naumovich N. M., Yubko A. P. Experimental study of the effective scattering surface of the PAR. *PriBORostroenie-2017: materialy 10-i Mezhdunarodnoi nauchno-tekhnicheskoi konferentsii, 1–3 noyabrya 2017 g., g. Minsk* [Instrumentation-2017: Materials of the 10th International Scientific and Technical Conference, November 1–3, 2017, Minsk]. Minsk, 2017, pp. 307–308 (in Russian).

12. 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, pp. 36–40 (in Russian).

13. Savanovich S. E., Sokolov V. B. Radioshielding properties of the electromagnetic shield based on moisture containing expanded clay. *Doklady BGUIR*, 2014, no. 4, pp. 48–51 (in Russian).

14. Borbot'ko T. V., Kolbun N. V., Lyn'kov L. M., Terekh I. S., Khizhnyak A. V.; Lyn'kov L. M. (ed.) *Absorbers of Electromagnetic Radiation. Application in the Armed Forces*. Minsk, Bestprint Publ., 2006. 228 p. (in Russian).

Информация об авторах

Борбот'ко 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

Timafey V. Borbotko – 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

Sviatlana 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

И. Р. Гулаков, А. О. Зеневиц, О. В. Кочергина, Т. А. Матковская

Белорусская государственная академия связи, Минск, Республика Беларусь

ХАРАКТЕРИСТИКИ ГЕРМАНИЕВЫХ ЛАВИННЫХ ФОТОДИОДОВ В РЕЖИМЕ СЧЕТА ФОТОНОВ

Аннотация. Проведено исследование характеристик германиевых лавинных фотодиодов, работающих в режиме счета фотонов в фотоприемных устройствах волоконно-оптических линий связи, используемых в квантовых криптографических системах. В частности, установлено, при какой наибольшей температуре возможна реализация режима счета фотонов, также рассмотрено влияние температуры и перенапряжения на чувствительность фотодиодов. Для проведения исследований разработана экспериментальная установка. Определено, что наибольшая температура окружающей среды, при которой германиевые лавинные фотодиоды ЛФД-2 работают в режиме счета фотонов, составляет 243 К. Установлено, что наибольшая чувствительность этих фотодиодов соответствует диапазону длин волн оптического излучения 1310÷1490 нм. Понижение температуры приводит к увеличению чувствительности фотодиодов. Показано, что зависимость отношения сигнал/шум от перенапряжения имеет максимум, соответствующий перенапряжению $\Delta U = 0,1$ В. Понижение температуры приводило к увеличению чувствительности и отношения сигнал/шум. Также установлено, что при работе лавинного фотодиода в режиме счета фотонов для обеспечения максимальной чувствительности необходимо выбирать перенапряжение, соответствующее максимуму отношения сигнал/шум. Полученные результаты могут быть использованы в квантовых криптографических системах, технических средствах защиты информации, передаваемой по волоконно-оптическим линиям связи, и для метрологии однофотонных источников излучения.

Ключевые слова: германиевый лавинный фотодиод, температура, счет фотонов, чувствительность, отношение сигнал/шум

Для цитирования: Характеристики германиевых лавинных фотодиодов в режиме счета фотонов / И. Р. Гулаков [и др.] // Вес. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2022. – Т. 67, № 2. – С. 222–229. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-222-229>

Ivan R. Gulakov, Andrey O. Zenevich, Olga V. Kochergina, Tatiana A. Matkovskaya

Belarusian State Academy of Communications, Minsk, Republic of Belarus

STUDY OF THE CHARACTERISTICS OF GERMANIUM AVALANCHE PHOTODIODES IN THE PHOTON COUNTING MODE

Abstract. A study was made of the characteristics of photodetectors for fiber-optic communication lines using quantum cryptographic systems – germanium avalanche photodiodes operating in the photon counting mode. In particular, it was established at what highest temperature the implementation of the photon counting mode is possible, and the influence of temperature and overvoltage on the sensitivity of photodiodes is also considered. An experimental setup has been developed for the research. It has been determined that the highest ambient temperature at which LFD-2 germanium avalanche photodiodes operate in the photon counting mode is 243 K. It has also been found that the highest sensitivity of germanium avalanche photodiodes corresponds to the optical radiation wavelength range of 1310÷1490 nm. Lowering the temperature leads to an increase in the sensitivity of germanium avalanche photodiodes. It was found that the dependence of the signal-to-noise ratio on overvoltage has a maximum corresponding to overvoltage $\Delta U = 0.1$ V. Lowering the temperature led to an increase in sensitivity and signal-to-noise ratio. Since there was no shift in the maximum dependence of the signal-to-noise ratio on the overvoltage, it was therefore concluded that when the avalanche photodiode operates in the photon counting mode, in order to ensure maximum sensitivity, it is necessary to select the overvoltage corresponding to the maximum signal-to-noise ratio. The results obtained can be used in quantum cryptographic systems, technical means of protecting information transmitted over fiber-optic communication lines, and for the metrology of single-photon radiation sources.

Keywords: germanium avalanche photodiode, temperature, photon counting, sensitivity, ratio/noise

For citation: Gulakov I. R., Zenevich A. O., Kochergina O. V., Matkovskaya T. A. Study of the characteristics of germanium avalanche photodiodes in the photon counting mode. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2022, vol. 67, no. 2, pp. 222–229 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-222-229>

Введение. В настоящее время для обеспечения защиты данных, передаваемых по волоконно-оптическим линиям связи, используются квантовые криптографические системы [1, 2]. Это обусловлено тем, что системы квантовой криптографии, в основу которых положены принципы квантовой механики, позволяют обеспечить абсолютную защищенность транслируемой информации. В указанных системах в качестве фотоприемных устройств используются лавинные фотоприемники, работающие в режиме счета фотонов [3].

В современных волоконно-оптических линиях связи для передачи данных применяются одномодовые оптические волокна. По таким оптическим волокнам данные транслируются оптическим излучением со следующими длинами волн λ : 1310, 1490, 1550 и 1625 нм [4]. Наиболее часто для регистрации оптического излучения с такими длинами волн используются лавинные фотоприемники на соединениях $A^{III}B^V$. Для реализации режима счета фотонов при помощи таких фотоприемников необходимо их охлаждение до температуры 240 К и ниже [5]. Другими достаточно перспективными фотоприемниками для использования их в квантовых криптографических системах являются германиевые лавинные фотодиоды (ЛФД) [6]. Это связано с тем, что они обладают достаточно хорошей чувствительностью ко всем отмеченным выше длинам волн оптического излучения. Однако в настоящее время характеристики германиевых ЛФД в режиме счета фотонов на длинах волн $\lambda = 1310, 1490, 1550$ и 1625 нм недостаточно изучены. Также не установлено, при какой наибольшей температуре для этих ЛФД возможна реализация режима счета фотонов. Все это и определило цель данной работы.

Экспериментальная установка и методика измерений. В качестве объектов исследования использовались серийно выпускаемые германиевые лавинные фотодиоды ЛФД-2. Для проведения измерений из партии случайным образом были отобраны три лавинных фотодиода. Структурная схема экспериментальной установки приведена на рис. 1.

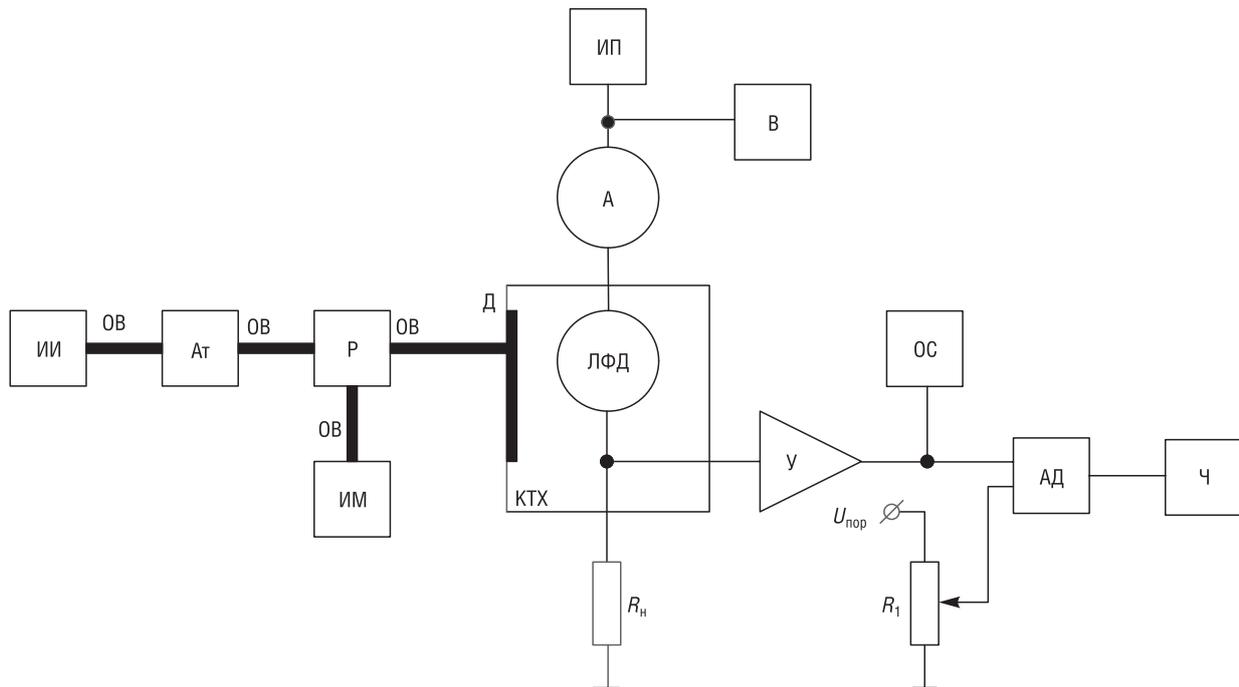


Рис. 1. Структурная схема экспериментальной установки: ИИ – источник излучения (набор полупроводниковых лазеров); Ат – аттенюатор; Р – разветвитель; ИМ – измеритель мощности; У – усилитель; Ч – частотомер; АД – амплитудный дискриминатор; ИП – источник питания фотоприемника; В – вольтметр; А – амперметр; КТХ – камера тепла и холода; R_n – сопротивление нагрузки; Д – диафрагма; ОС – осциллограф; ЛФД – лавинный фотодиод; R_1 – переменный резистор; $U_{пор}$ – пороговое напряжение

Fig. 1. Block diagram of the experimental setup: ИИ – radiation source (a set of semiconductor lasers); Ат – Attenuator; Р – splitter; ИМ – power meter; У – amplifier; Ч – frequency meter; АД – amplitude discriminator; ИП – power supply for the photodetector; В – voltmeter; А – ammeter; КТХ – heat and cold chamber; R_n – load resistance; Д – diaphragm; ОС – oscilloscope; ЛФД – avalanche photodiode; R_1 – variable resistor; $U_{пор}$ – threshold voltage

Оптическое излучение от источника излучения (ИИ), в качестве которого использовался набор полупроводниковых лазеров с длинами волн $\lambda = 1310, 1490, 1550, 1625$ нм, поступает в оптическое волокно (ОВ). Выбранные длины волн излучения соответствуют окнам прозрачности оптоволокну и обеспечивают слабое затухание сигнала при передаче. Изменяя коэффициент ослабления аттенюатора (Ат) можно регулировать мощность оптического излучения. Разветвитель (Р) разделяет оптическое излучение таким образом, что 50 % этого излучения подается на фотоприемник, а 50 % – на измеритель мощности (ИМ). В качестве измерителя мощности использовался прибор МТР-6000, работающий в режиме оптического тестера.

Лавинный фотодиод располагается в камере тепла и холода (КТХ), которая позволяет изменять температуру внутри нее в диапазоне от 313 до 213 К. Данный температурный диапазон выбран на основании того, что ЛФД наиболее часто эксплуатируются именно при указанных температурах. Режим счета фотонов реализуется по схеме пассивного гашения лавины [6], когда ЛФД включается последовательно с нагрузочным резистором R_n (см. рис. 1). От источника питания (ИП) на лавинный фотодиод подается напряжение питания близкое или превышающее напряжение пробоя $p-n$ -перехода. Если при таком напряжении в область микроплазменного пробоя $p-n$ -перехода попадает фото- или термогенерированный носитель заряда, то он инициирует лавинный пробой. В момент возникновения пробоя протекающий через ЛФД ток резко возрастает и падение напряжения на R_n значительно увеличивается, что приводит к уменьшению падения напряжения на фотодиоде. В результате этого лавина гасится. Для восстановления напряжения на ЛФД до первоначальной величины требуется некоторое время, то есть после каждого импульса наступает отрезок мертвого времени неопределенной длительности, когда ЛФД нечувствителен к поступающему на него оптическому излучению.

Импульсы, образованные термогенерированными носителями заряда, далее будем называть темновыми импульсами, а образованные фотогенерированными носителями заряда – сигнальными импульсами. Напряжение питания ЛФД контролировали вольтметром (В), а протекающий через фотодиод ток – амперметром (А). Величина нагрузочного резистора $R_n = 1$ кОм, что соответствует минимальному значению сопротивления, при котором возможна реализация режима счета фотонов.

Импульсы напряжения с R_n усиливаются широкополосным импульсным усилителем (У) и поступают на вход амплитудного дискриминатора (АД). Порог амплитудной селекции АД выбирался выше уровня собственных шумов усилителя и устанавливался при помощи переменного резистора (R_1). Также вид импульсов, их амплитуда и длительность на выходе усилителя контролировались осциллографом (ОС).

Дискриминатор выделял из потока импульсов усилителя лишь те из них, амплитуда которых превышала порог амплитудной селекции. На выходе АД формировались стандартизированные по амплитуде и длительности импульсы, частота следования которых регистрировалась частотомером (Ч).

Камера тепла и холода (КТХ) экспериментальной установки имеет специальное окно с диафрагмой. При закрытой диафрагме оптическое излучение не поступает на ЛФД и происходит регистрация темнового тока I_t , протекающего через ЛФД, и количества темновых импульсов N_t , сформированных на резисторе R_n за время накопления сигнала t . При открытой диафрагме излучение подается на ЛФД и происходит регистрация тока засветки $I_{ст}$ и смеси сигнальных и темновых импульсов N за время t .

В ходе исследования фототок ЛФД I_ϕ определялся как $I_\phi = I_{ст} - I_t$. Количество сигнальных импульсов, образованных на резисторе R_n за время накопления сигнала t , рассчитывалось по формуле $N_c = N - N_t$. Исходя из этих данных определялась скорость счета темновых n_t и сигнальных n_c импульсов. Под скоростью счета темновых импульсов n_t понималось количество импульсов, вызванных микроплазменным пробоем $p-n$ -перехода фотоприемника и зарегистрированных за единицу времени в отсутствие засветки ($t = 1$ с). За скорость счета сигнальных импульсов n_c принималось количество однофотонных импульсов, зарегистрированных за $t = 1$ с.

Отношение сигнал/шум ρ рассчитывалось по формуле [7]

$$\rho = \frac{N_c}{\sqrt{N_c + 2N_T}}. \quad (1)$$

Поскольку исследуемые ЛФД имели различные напряжения пробоя $U_{пр}$, то для сравнения их характеристик между собой использовалась величина перенапряжения, определяемая согласно выражению $\Delta U = U - U_{пр}$, где U – напряжение питания фотодиода. Напряжение пробоя рассчитывалось по вольт-амперной характеристике в соответствии с методикой, описанной в [6].

Для исследования был выбран диапазон перенапряжений $\Delta U = -0,1 \div 0,4$ В. Это связано с тем, что при $\Delta U < -0,1$ В темновые и сигнальные импульсы на резисторе R_n не формировались, а при $\Delta U > 0,4$ В значительно возрастает электрический ток, протекающий через ЛФД, что могло привести к тепловому пробоему p - n -перехода.

Результаты измерения и их обсуждение. Выполненные измерения показали, что напряжение пробоя исследуемых ЛФД со снижением температуры уменьшается. Так, при температуре $T = 313$ К напряжение пробоя составляло $U_{пр} = 20,5$ В, а при $T = 213$ К $U_{пр} = 18,6$ В. В исследуемом температурном диапазоне зависимость напряжения пробоя от температуры была линейной. Коэффициент линейной зависимости $U_{пр}$ от T для исследуемых ЛФД определялся как $k = \Delta U_{пр} / \Delta T$, где $\Delta U_{пр}$ изменение напряжения пробоя при изменении температуры ΔT , и был равен $k = 19$ мВ/К.

Наибольшая температура, при которой был реализован режим счета фотонов на исследуемых ЛФД, составляла 243 К. Наиболее высокая температура, при которой начинают формироваться импульсы, вызванные микроплазменным пробоем p - n -перехода ЛФД, равна 293 К. Однако выделить сигнальные импульсы на фоне темновых импульсов не представляется возможным.

Получено, что в исследуемом интервале перенапряжений и при $n_c \leq 2,5 \cdot 10^5 \text{ с}^{-1}$ вид и амплитуды темновых и сигнальных импульсов, которые формировались на R_n , были неразличимы. Так, при $T = 243$ К и перенапряжении $\Delta U = 0$ В средняя амплитуда этих импульсов составляла 16 мВ, а длительность на полувысоте – 250 нс. При этом длительность фронта нарастания τ_n была равна 40 нс, а длительность спада τ_c – 160 нс. Длительности фронта нарастания и спада импульса определялись как интервал времени, в течение которого амплитуда этого импульса изменялась в пределах уровней от 0,1 до 0,9 от максимального значения, а длительность импульса – как время, в течение которого величина напряжения импульса превышает значение, соответствующее уровню 0,5 его амплитуды [6]. Для исследуемых перенапряжений длительность импульса, фронта нарастания и спада оставались постоянными.

При постоянной величине перенапряжения и интенсивностей регистрируемого оптического излучения, при которых $n > 2,5 \cdot 10^5 \text{ с}^{-1}$, амплитуда импульсов, формируемых на R_n , становилась меньше амплитуды темновых импульсов. Увеличение интенсивности приводило к уменьшению не только амплитуды импульсов, но и их скорости счета. При следующих значениях интенсивности оптического излучения для $\Delta U = 0,4$ В и $T = 243$ К наблюдалось прекращение формирования импульсов на R_n : $J = 5,4$ мВт/см² для $\lambda = 1310$ нм; $J = 5,5$ мВт/см² для $\lambda = 1490$ нм; $J = 6,2$ мВт/см² для $\lambda = 1550$ нм; $J = 6,6$ мВт/см² для $\lambda = 1625$ нм. С уменьшением перенапряжения значение интенсивности, при которой прекращалось формирование импульсов на резисторе, уменьшается. Так, при $\Delta U = 0$ В и $T = 243$ К: $J = 1,0$ мВт/см² для $\lambda = 1310$ нм; $J = 1,1$ мВт/см² для $\lambda = 1490$ нм; $J = 1,3$ мВт/см² для $\lambda = 1550$ нм; $J = 1,4$ мВт/см² для $\lambda = 1625$ нм. Указанная зависимость обусловлена тем, что при уменьшении перенапряжения уменьшается напряженность электрического поля в области пространственного заряда. Поэтому для компенсации уменьшенного значения напряженности электрического поля требуется меньшее количество свободных носителей заряда, а соответственно, более низкая интенсивность оптического излучения.

Такое изменение амплитуды импульсов можно объяснить тем, что после возникновения лавинного пробоя в ЛФД для восстановления напряженности электрического поля в его p - n -переходе до допробойного значения требуется некоторое время. Если в промежуток времени восстановления напряженности на ЛФД поступит фотон оптического излучения, то он может быть

не зарегистрирован. В случае же регистрации фотона амплитуда импульса, создаваемая на R_n , будет меньше чем для импульса, сформированного при полном восстановлении напряженности электрического поля. Чем больше интенсивность оптического излучения, тем выше вероятность поступления на ЛФД фотона в промежуток времени восстановления напряженности электрического поля в его p - n -переходе. При достаточно больших интенсивностях оптического излучения вероятность поступления фотона в такой промежуток времени становится близкой к единице, и напряженность электрического поля в этом случае не может восстановиться до допобойного значения. В результате этого импульсы на R_n не формируются.

Для $n \leq 2,5 \cdot 10^5 \text{ с}^{-1}$ амплитуда импульсов, формируемых на R_n , увеличивалась с понижением температуры. Так, при температуре $T = 213 \text{ К}$ средняя амплитуда этих импульсов увеличивалась в 1,5 раза по сравнению амплитудой при $T = 243 \text{ К}$ и составляла 24 мВ. Увеличение амплитуды обусловлено тем, что понижение температуры приводит к уменьшению вероятности рассеяния свободных носителей заряда на колебаниях кристаллической решетки полупроводника, что увеличивает коэффициент умножения носителей заряда в область микроплазменного пробоя p - n -перехода ЛФД.

При температуре $T = 213 \text{ К}$ и перенапряжении $\Delta U = 0 \text{ В}$ длительность фронта нарастания τ_n этих импульсов не превышала 60 нс, а длительность спада τ_c увеличилась до 190 нс. Длительность импульса на полувысоте при этом равнялась 270 нс.

Увеличение τ_c с уменьшением температуры связано с ростом последовательного сопротивления R ЛФД, которое при температуре $T = 243 \text{ К}$ имело значение $R = 20,1 \text{ кОм}$, а при $T = 213 \text{ К}$ – $R = 21,1 \text{ кОм}$. При этом емкость ЛФД практически не изменялась.

На рис. 2 представлены зависимости скорости счета сигнальных импульсов от интенсивности регистрируемого оптического излучения J . Данные зависимости получены при $T = 243 \text{ К}$ для $\lambda = 1310 \text{ нм}$. Для других исследуемых длин волн оптического излучения эти зависимости были аналогичными. Как видно из рис. 2, на всех зависимостях имеется линейный участок. Наличие такого участка свидетельствует о том, что ЛФД могут работать в режиме счета фотонов при значениях J , соответствующих этому участку. Повышение перенапряжения ЛФД приводило к увеличению длины линейного участка зависимости n_c от J . Отметим, что диапазон линейности определялся по 20%-ному отклонению зависимости от линейной, аналогично тому, как это требует ГОСТ 17772-88 «Приемники излучения полупроводниковые фотоэлектрические и фотоприемные устройства. Методы измерения фотоэлектрических параметров и определе-

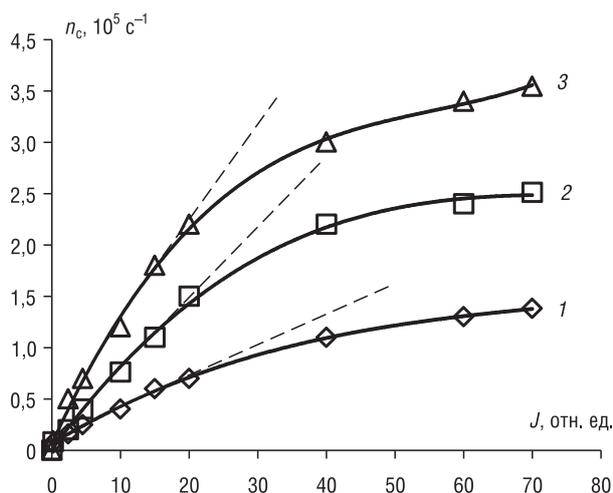


Рис. 2. Зависимость скорости счета сигнальных импульсов от интенсивности регистрируемого оптического излучения: кривая 1 – $\Delta U = 0 \text{ В}$, кривая 2 – $\Delta U = 0,1 \text{ В}$, кривая 3 – $\Delta U = 0,4 \text{ В}$

Fig. 2. Dependence of the count rate of signal pulses on the intensity of the recorded optical radiation: curve 1 – $\Delta U = 0 \text{ V}$, curve 2 – $\Delta U = 0.1 \text{ V}$, curve 3 – $\Delta U = 0.4 \text{ V}$

ния характеристик» при определении динамического диапазона фотоприемника. Так, для $\Delta U = 0 \text{ В}$ в диапазоне линейности $n_c = 1,3 \cdot 10^5 \text{ с}^{-1}$; для $\Delta U = 0,1 \text{ В}$ $n_c = 1,8 \cdot 10^5 \text{ с}^{-1}$; для $\Delta U = 0,4 \text{ В}$ $n_c = 2,5 \cdot 10^5 \text{ с}^{-1}$. При более высоких температурах, например $T = 253 \text{ К}$, скорость счета сигнальных импульсов принимала значения $n_c \leq 10^3 \text{ с}^{-1}$ во всем диапазоне исследуемых мощностей и перенапряжений и линейный участок выделить не удалось. Таким образом, режим счета фотонов на германиевых фотоприемниках реализуем при температурах 243 К и ниже.

Все зависимости, представленные на рис. 2, имеют разный угол наклона линейного участка к оси J , что говорит о том, что изменение перенапряжения вызывает изменение чувствительности ЛФД к оптическому излучению, которая рассчитывается следующим образом: $S = \Delta n_c / \Delta J$, где Δn_c – изменение скорости счета сигнальных импульсов, соответствующее изменению интенсивности ΔJ .

На рис. 3 показана спектральная чувствительность S исследуемых ЛФД, работающих в режиме счета фотонов, в диапазоне длин волн оптического излучения $\lambda = 1310\div 1625$ нм. Данная зависимость получена при $\Delta U = 0,1$ В. Из рис. 3 видно, что чувствительность ЛФД постоянна в интервале длин волн оптического излучения $\lambda \approx 1310\div 1490$ нм. Для $\lambda > 1490$ нм наблюдается снижение чувствительности. Так, для температуры $T = 243$ К при $\lambda = 1625$ нм чувствительность уменьшается в 1,4 раза по сравнению с значением S , полученным для $\lambda = 1310$ нм. Понижение температуры окружающей среды приводит к повышению чувствительности исследуемых фотодиодов, но характер поведения зависимости S от λ сохраняется (см. рис. 3).

На рис. 4 представлены зависимости скорости счета темновых и сигнальных импульсов, а также отношения сигнал/шум от величины перенапряжения ΔU . Эти зависимости получены для постоянных значений температуры $T = 243$ К и интенсивности оптического излучения, при которой скорость счета сигнальных импульсов не превышает $3 \cdot 10^5 \text{ с}^{-1}$ во всем исследуемом интервале перенапряжений.

Из рис. 4 видно, что увеличение перенапряжения приводит к росту скорости счета темновых импульсов. Так, $n_T = 1,0 \cdot 10^3 \text{ с}^{-1}$ при $\Delta U = 0$ В, $n_T = 13,5 \cdot 10^5 \text{ с}^{-1}$ при $\Delta U = 0,4$ В. Такое поведение можно объяснить тем, что с ростом перенапряжения увеличивается область лавинного умножения носителей заряда и в нее может попадать все большее количество термогенерированных свободных носителей заряда. Это обуславливает рост вероятности возникновения микроплазменного пробоя и соответственно скорости счета темновых импульсов.

Увеличение перенапряжения в диапазоне $\Delta U = -0,1\div 0,2$ В приводит к росту скорости счета сигнальных импульсов и последующему насыщению зависимости. Наличие участка насыщения можно объяснить экранировкой неосновными носителями электрического поля в области пространственного заряда p - n -перехода и понижением коэффициента усиления [8]. Сигнальные импульсы были получены при оптическом излучении с длиной волны $\lambda = 1310$ нм и интенсивностью $J = 45 \text{ нВт/см}^2$. При увеличении длины оптического излучения от 1310 до 1625 нм характер зависимости сохраняется, то есть в диапазоне $\Delta U = -0,1\div 0,2$ В наблюдается рост скорости счета сигнальных импульсов, а затем насыщение характеристики. При этом имеет место уменьшение скорости счета сигнальных импульсов таким образом, что при $\Delta U = 0,1$ В, $T = 243$ К и $J = 45 \text{ нВт/см}^2$ $n_c = 1,8 \cdot 10^5$ для $\lambda = 1310$ нм, $n_c = 1,7 \cdot 10^5$ для $\lambda = 1490$ нм, $n_c = 1,3 \cdot 10^5$ для $\lambda = 1550$ нм, $n_c = 1,0 \cdot 10^5$ для $\lambda = 1625$ нм.

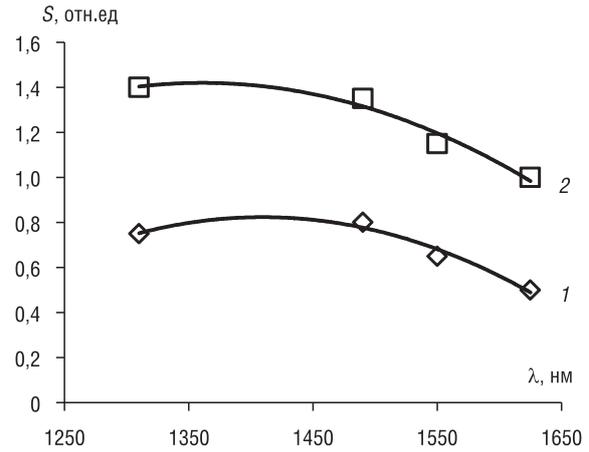


Рис. 3. Зависимость спектральной чувствительности от длины волны оптического излучения: кривая 1 – при температуре 243 К, кривая 2 – при температуре 213 К
 Fig. 3. Dependence of the spectral sensitivity on the wavelength of optical radiation: curve 1 – at a temperature of 243 K, curve 2 – at a temperature of 213 K

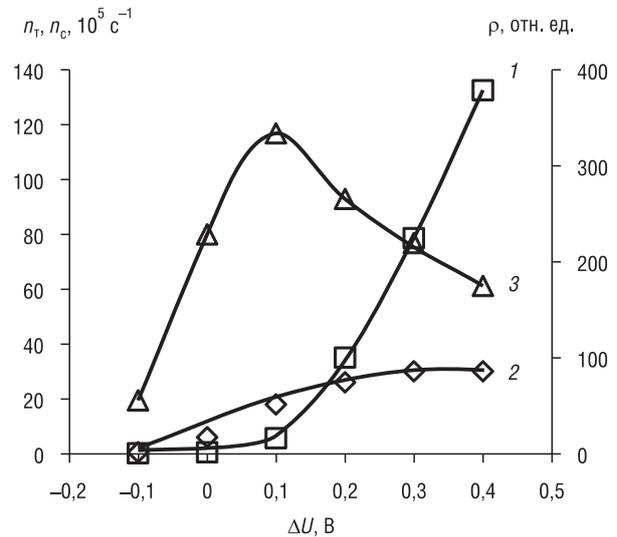


Рис. 4. Зависимость скорости счета темновых, сигнальных импульсов и отношения сигнал/шум от перенапряжения: кривая 1 – скорость счета темновых импульсов, кривая 2 – скорость счета сигнальных импульсов, кривая 3 – отношение сигнал/шум
 Fig. 4. Dependence of the count rate of dark, signal pulses and the signal-to-noise ratio on overvoltage: curve 1 – the count rate of dark pulses, curve 2 – the count rate of signal pulses, curve 3 – signal-to-noise ratio

Зависимость отношения сигнал/шум от перенапряжения имеет максимум, соответствующий перенапряжению $\Delta U = 0,1$ В для всех исследуемых длин волн. Отметим, что отношение сигнал/шум получено для $t = 1$ с. Для перенапряжения $\Delta U = 0,1$ В скорость счета сигнальных импульсов была больше скорости счета темновых импульсов независимо от длины волны оптического излучения.

При понижении температуры и одном и том же перенапряжении наблюдалось уменьшение скорости счета темновых импульсов и увеличение скорости счета сигнальных импульсов. Уменьшение n_t связано с тем, что понижение температуры приводит к сокращению количества термогенерированных носителей заряда в ЛФД. Увеличение n_c обусловлено ростом квантовой эффективности регистрации фотодиода с уменьшением температуры. Поэтому с уменьшением температуры увеличивается отношение сигнал/шум, однако при этом смещения максимума зависимости отношения сигнал/шум от перенапряжения не происходит. Так, для $\lambda = 1310$ нм при $T = 243$ К $\rho = 333$, а при $T = 213$ К $\rho = 495$; для $\lambda = 1490$ нм при $T = 243$ К $\rho = 325$, а при $T = 213$ К $\rho = 480$; для $\lambda = 1550$ нм при $T = 243$ К $\rho = 275$, а при $T = 213$ К $\rho = 390$; для $\lambda = 1625$ нм при $T = 243$ К $\rho = 230$, а при $T = 213$ К $\rho = 330$.

Заключение. Проведенные исследования показали, что наибольшая температура окружающей среды, при которой реализован режим счета фотонов на германиевых лавинных фотодиодах ЛФД-2, составляет 243 К.

Наибольшая чувствительность германиевых лавинных фотодиодов соответствует диапазону длин волн оптического излучения 1310–1490 нм. Понижение температуры приводит к увеличению чувствительности фотодиодов.

Установлено, что зависимость отношения сигнал/шум от перенапряжения имеет максимум, соответствующий перенапряжению $\Delta U = 0,1$ В. Понижение температуры приводит к увеличению отношения сигнал/шум, но при этом смещение максимума зависимости отношения сигнал/шум от перенапряжения не наблюдается. Поэтому при работе лавинного фотодиода в режиме счета фотонов для обеспечения максимальной чувствительности необходимо выбирать перенапряжение, соответствующее максимуму отношения сигнал/шум.

Список использованных источников

1. Piétri, Y. *Quantum Cryptography* / Y. Piétri. – London: Imperial College London, 2020. – 85 p.
2. Килин, С. Я. Квантовая криптография: идеи и практика / С. Я. Килин; под ред. С. Я. Килина, Д. Б. Хорошко, А. П. Низовцева. – Минск: Белорус. наука, 2007. – 391 с.
3. Hacking the Quantum Key Distribution System by Exploiting the Avalanche-Transition Region of Single-Photon Detectors / Yong-Jun Qian [et al.] // *Phys. Rev. Applied*. – 2018. – Vol. 10, №6. – Art. 064062. <https://doi.org/10.1103/PhysRevApplied.10.064062>
4. Дмитриев, С. А. Волоконно-оптическая техника: современные состояние и новые перспективы / С. А. Дмитриев, Н. Н. Слепов. – М.: Техносфера, 2010. – 608 с.
5. Makarov, V. Controlling passively quenched single photon detectors by bright light / V. Makarov // *New J. Phys.* – 2009. – Vol. 11, №6. – Art. 065003. <https://doi.org/10.1088/1367-2630/11/6/065003>
6. Многоканальная квантовая система волоконно-оптической безопасной связи / О. К. Барановский [и др.] // *Укр. науч. журн. информ. технологий*. – 2016. – Т. 22, №2. – С. 156–162.
7. Гулаков, И. Р. Фотоприемники квантовых систем / И. Р. Гулаков, А. О. Зеневич. – Минск: УО ВГКС, 2012. – 276 с.
8. Одноэлектронные фотоприемники / С. С. Ветехин [и др.]. – М.: Атомиздат, 1979. – 192 с.
9. Гулаков, И. Р. Регистрация квантов света в ближней ИК области спектра лавинными фотодиодами / И. Р. Гулаков, С. В. Холондырев, О. Е. Шаблинский // *Журн. приклад. спектроскопии*. – 1988. – Т. 49, вып.4. – С. 671–674.

References

1. Piétri Y. *Quantum Cryptography*. London, Imperial College London, 2020. 85 p.
2. Kilin S. Ya., Kilin S. Ya., Khoroshko D. B., Nizovtsev A. P. (eds.) *Quantum Cryptography: Ideas and Practice*. Minsk, Belorusskaya nauka Publ., 2007. 391 p. (in Russian).
3. Yong-Jun Qian, De-Yong He, Shuang Wang, Wei Chen, Zhen-Qiang Yin, Guang-Can Guo, and Zheng-Fu Han. Hacking the Quantum Key Distribution System by Exploiting the Avalanche-Transition Region of Single-Photon Detectors. *Physical Review Applied*, 2020, vol. 10, no. 6, art. 064062. <https://doi.org/10.1103/PhysRevApplied.10.064062>
4. Dmitriev S. A., Slepov N. N. *Fiber-Optic Technology: Modern State and New Perspectives*. Moscow, Technosfera Publ., 2010. 608 p. (in Russian).

5. Makarov V. Controlling passively quenched single photon detectors by bright light. *New Journal of Physics*, 2009, vol. 11, no. 6, art. 065003. <https://doi.org/10.1088/1367-2630/11/6/065003>
6. Baranovsky O., Gulakov I., Vasiliu Ye., Zenevich A., Limar I. Multichannel quantum system of fiber-optics secure communication. *Ukrainskii nauchnyi zhurnal informatsionnykh tekhnologii* [Ukrainian Scientific Journal of Information Security], 2016, vol. 22, no. 2, pp. 156–162 (in Russian).
7. Gulakov I. R., Zenevich A. O. *Photodetectors of Quantum Systems*. Minsk, Higher State College of Communications, 2012. 276 p. (in Russian).
8. Vetokhin S. S., Gulakov I. R., Pertsev A. N., Reznikov I. V. *Single-Electron Photodetectors*. Moscow, Atomizdat Publ., 1979. 192 p. (in Russian).
9. Gulakov I. R., Kholondyrev S. V., Shablinsky O. E. Registration of light quanta in the near-IR region of the spectrum by avalanche photodiodes. *Journal of Applied Spectroscopy*, 1988, vol. 49, no. 4, pp. 671–674 (in Russian).

Информация об авторах

Гулаков Иван Романович – доктор физико-математических наук, профессор кафедры математики и физики, Белорусская государственная академия связи (ул. Ф. Скорины, 8/2, 220114, Минск, Республика Беларусь). E-mail: gulakov@bsu.by

Зеневич Андрей Олегович – доктор технических наук, профессор, ректор, Белорусская государственная академия связи (ул. Ф. Скорины, 8/2, 220114, Минск, Республика Беларусь). E-mail: a.zenevich@bsac.by

Кочергина Ольга Викторовна – аспирант кафедры математики и физики, Белорусская государственная академия связи (ул. Ф. Скорины, 8/2, 220114, Минск, Республика Беларусь). E-mail: o.kochergina@bsac.by

Матковская Татьяна Александровна – аспирант кафедры математики и физики, Белорусская государственная академия связи (ул. Ф. Скорины, 8/2, 220114, Минск, Республика Беларусь). E-mail: t.matkovskaya@bsac.by

Information about the authors

Ivan R. Gulakov – D. Sc. (Physics and Mathematics), Professor of the Department of Mathematics and Physics, Belarusian State Academy of Communications (8/2, F. Skorina Str., 220114, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: gulakov@bsu.by

Andrey O. Zenevich – D. Sc. (Engineering), Professor, Rector, Belarusian State Academy of Communications (8/2, F. Skorina Str., 220114, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: a.zenevich@bsac.by

Olga V. Kochergina – Ph. D. Student of the Department of Mathematics and Physics, Belarusian State Academy of Communications (8/2, F. Skorina Str., 220114, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: o.kochergina@bsac.by

Tatiana A. Matkovskaia – Ph. D. Student of the Department of Mathematics and Physics, Belarusian State Academy of Communications (8/2, F. Skorina Str., 220114, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: t.matkovskaya@bsac.by

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И СИСТЕМЫ
INFORMATION TECHNOLOGIES AND SYSTEMS

УДК 621.396.26
<https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-230-238>

Поступила в редакцию 14.03.2022
Received 14.03.2022

С. М. Костромицкий, И. Н. Давыденко, А. А. Дятко

Центр радиотехники Национальной академии наук Беларуси, Минск, Республика Беларусь

**ЭКВИВАЛЕНТНЫЕ ФОРМЫ ЗАПИСИ АЛГОРИТМОВ РАБОТЫ АДАПТИВНЫХ
АНТЕННЫХ РЕШЕТОК**

Аннотация. Получены эквивалентные формы записи алгоритмов работы адаптивных антенных решеток, рассматривающих алгоритмы как разновидности некоторого обобщенного LMS-алгоритма. Это позволит облегчить сравнительный анализ характеристик алгоритмов. Рассмотрены алгоритмы работы: LMS, NLMS, LMS-Newton, SMI, RLS. Приведены исходные алгоритмы работы адаптивных антенных решеток, выводы эквивалентных алгоритмов работы и эквивалентная структурная схема обобщенного LMS-алгоритма. Эквивалентные формы записи алгоритмов работы адаптивных антенных решеток и их параметры представлены также в виде таблицы. Особый интерес представляет эквивалентный алгоритм работы в случае алгоритма SMI, наиболее сильно отличающегося от алгоритма LMS. Эквивалентные алгоритмы обладают только скалярным коэффициентом сходимости и матричным нормирующим множителем. Для алгоритмов LMS-Newton, SMI, RLS матричный нормирующий множитель одинаков, определяется обращением оценки корреляционной матрицы входных сигналов и позволяет снизить зависимость характеристик алгоритмов от параметров корреляционной матрицы. Скалярный коэффициент сходимости эквивалентных алгоритмов в случае алгоритмов SMI, RLS зависит от номера итерации и стремится к нулю для алгоритма SMI и к некоторой ненулевой величине для алгоритма RLS. Зависимость коэффициента сходимости от номера итерации позволяет оптимизировать характеристики алгоритмов на этапе переходного процесса. Стремление к нулю коэффициента сходимости в случае алгоритма SMI делает его эффективным только для стационарных входных сигналов. Ненулевое установившееся значение коэффициента сходимости в случае алгоритма RLS позволяет эффективно использовать его в нестационарной обстановке.

Ключевые слова: алгоритмы работы, адаптивные антенные решетки, подавление активных шумовых помех, эквивалентная форма записи алгоритмов, сравнительный анализ алгоритмов

Для цитирования: Костромицкий, С. М. Эквивалентные формы записи алгоритмов работы адаптивных антенных решеток / С. М. Костромицкий, И. Н. Давыденко, А. А. Дятко // Вес. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2022. – Т. 67, № 2. – С. 230–238. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-230-238>

Sergei M. Kostromitsky, Igor N. Davydenko, Aleksandr A. Dyatko

Radio Engineering Center of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Republic of Belarus

EQUIVALENT FORMS OF WRITING OF PROCESSING ALGORITHMS OF ADAPTIVE ANTENNA ARRAYS

Abstract. The article is devoted to obtaining equivalent forms of writing of processing algorithms for the operation of adaptive antenna arrays, considering algorithms as varieties of some generalized LMS algorithm. This will facilitate a comparative analysis of the algorithms' characteristics. The following algorithms of operation are considered: LMS, NLMS, LMS-Newton, SMI, RLS. The article contains the initial operation algorithms of adaptive antenna arrays, conclusions of equivalent processing algorithms and an equivalent block diagram of the generalized LMS algorithm. Equivalent forms of writing the operation algorithms of adaptive antenna arrays and their parameters are also presented in tabular form. Of particular interest is the equivalent operation algorithm in the case of the SMI algorithm, which differs most from the LMS algorithm. Equivalent algorithms differ only by the scalar convergence coefficient and the matrix normalizing factor. For LMS-Newton, SMI, and RLS algorithms, the matrix normalizing factor is the same, it is determined by inverting the estimation of the correlation matrix of input signals and reduces the dependence of the characteristics of the algorithms on the

parameters of the correlation matrix. The scalar convergence coefficient of equivalent algorithms in the case of SMI and RLS algorithms depends on the iteration number and tends to zero for the SMI algorithm and to some non-zero value for the RLS algorithm. The dependence of the convergence coefficient on the iteration number makes it possible to optimize the characteristics of the algorithms at the transition stage. The tendency of the convergence coefficient to zero in the case of the SMI algorithm makes it effective only for stationary input signals. The non-zero steady-state value of the convergence coefficient in the case of the RLS algorithm allows its effective use in a non-stationary environment.

Keywords: operation algorithms, adaptive antenna arrays, suppression of active noise interference, equivalent form of algorithms, comparative analysis of algorithms

For citation: Kostromitsky S. M., Davydenko I. N., Dyatko A. A. Equivalent forms of writing of processing algorithms of adaptive antenna arrays. *Vesti Natsyonal'noi akademii nauk Belarusi. Seriya fizika-technichnykh nauk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2022, vol. 67, no. 2, pp. 230–238 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-230-238>

Введение. В настоящее время адаптивные антенные решетки находят широкое применение в системах радиосвязи, радиолокации и спутниковой навигации для подавления активных шумовых помех [1]. Большинство алгоритмов работы адаптивных антенных решеток делятся на три группы [1–3]:

алгоритмы, реализующие градиентный метод (алгоритм LMS, от англ. Least Mean Squares, и его модификации);

алгоритмы непосредственного обращения матрицы (алгоритм SMI, от англ. Simple Matrix Inversion, и его модификации);

алгоритмы рекурсивных наименьших квадратов (алгоритм RLS, от англ. Recursive Least Squares).

Значительные отличия в форме записи алгоритмов затрудняют сравнительный анализ их свойств и характеристик.

Цель исследования – получение эквивалентных форм записи алгоритмов работы адаптивных антенных решеток, позволяющих рассматривать указанные алгоритмы как разновидности некоторого обобщенного LMS-алгоритма. В этом случае алгоритмы отличаются между собой только скалярным коэффициентом сходимости и матричным нормирующим множителем. Соответственно, облегчается сравнительный анализ характеристик алгоритмов.

Алгоритмы, реализующие градиентный метод (LMS-алгоритм и его модификации). Классический LMS-алгоритм формирования весовых коэффициентов может быть получен методом замены производных конечными разностями для аналогового прототипа, реализующего градиентный метод поиска экстремума функционала качества [3]:

$$\mathbf{W}(n) = \mathbf{W}(n-1) - \mu K_{\Pi} \mathbf{E}^*(n) E_{\Sigma}(n), \quad (1)$$

где $E_{\Sigma}(n) = E_0(n) + \mathbf{E}^T(n) \mathbf{W}(n-1)$ – выходной сигнал устройства адаптивной пространственной обработки; $E_0(n)$ – комплексная амплитуда выходного сигнала основного канала антенной решетки; $\mathbf{E}(n) = [E_1(n) \ E_2(n) \ \dots \ E_N(n)]^T$ – вектор-столбец комплексных амплитуд выходных сигналов компенсационных каналов антенной решетки; $\mathbf{W} = [W_1 \ W_2 \ \dots \ W_N]^T$ – вектор-столбец комплексных весовых коэффициентов; T – символ транспонирования матрицы; $*$ – символ комплексного сопряжения; K_{Π} – коэффициент преобразования, обеспечивающий выполнение требований размерности; μ – безразмерный коэффициент сходимости.

Недостатками алгоритма LMS являются: возможность потери устойчивости при неправильном выборе коэффициента сходимости; зависимость скорости сходимости от мощности помехи. Достоинство алгоритма LMS – минимальная вычислительная сложность.

Попыткой устранения зависимости скорости сходимости алгоритма LMS от мощности помех является использование нормализованного алгоритма NLMS (Normalized LMS). Алгоритм NLMS используется в тех случаях, когда алгоритм LMS не может гарантировать устойчивость из-за неизвестных характеристик входного сигнала или при обработке нестационарных сигналов и имеет следующий вид [2]:

$$\mathbf{W}(n) = \mathbf{W}(n-1) - \mu \frac{1}{\mathbf{E}^H(n) \cdot \mathbf{E}(n)} \mathbf{E}^*(n) \cdot E_{\Sigma}(n), \quad (2)$$

где H – символ эрмитова сопряжения матрицы.

Благодаря сравнительной простоте алгоритм NLMS является одним из наиболее часто используемых.

Алгоритм LMS-Newton рассматривается как способ устранения зависимости некоторых свойств алгоритма LMS от параметров корреляционной матрицы [4], основан на использовании метода Ньютона и записывается в виде

$$\mathbf{W}(n) = \mathbf{W}(n-1) - \mu \cdot \hat{\mathbf{R}}^{-1}(n) \cdot \mathbf{E}^*(n) \cdot E_{\Sigma}(n), \quad (3)$$

где $\hat{\mathbf{R}} = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n \mathbf{E}^*(k) \mathbf{E}^T(k)$ – оценка корреляционной матрицы принимаемых сигналов.

Алгоритмы непосредственного обращения матрицы (алгоритм SMI и его модификации). Алгоритм непосредственного обращения матрицы получен методом наименьших квадратов [2, 4] и описывается выражением

$$\mathbf{W}_{\text{SMI}}(n) = -\hat{\mathbf{R}}^{-1} \hat{\mathbf{R}}_0 = -\hat{\mathbf{R}}^{-1} \hat{\mathbf{R}}_0, \quad (4)$$

где $\hat{\mathbf{R}}_0 = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n \mathbf{E}^*(k) E_0(k) = \frac{1}{n} \hat{\mathbf{R}}_0$; $\hat{\mathbf{R}} = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n \mathbf{E}^*(k) \mathbf{E}^T(k) = \frac{1}{n} \hat{\mathbf{R}}$; $\hat{\mathbf{R}}_0 = \sum_{k=1}^n \mathbf{E}^*(k) E_0(k) = n \hat{\mathbf{R}}_0$;
 $\hat{\mathbf{R}} = \sum_{k=1}^n \mathbf{E}^*(k) \mathbf{E}^T(k) = n \hat{\mathbf{R}}$.

Для алгоритма SMI значение весового вектора определяется учетом не только текущего отсчета n входных сигналов, как в алгоритме LMS, но и всех предыдущих отсчетов, что определяет оптимальность алгоритма SMI по отношению к алгоритму LMS в стационарной помеховой обстановке. В выражении (4) матрицы $\hat{\mathbf{R}}$ и $\hat{\mathbf{R}}_0$ введены по той причине, что при их вычислении в отличие от матриц $\hat{\mathbf{R}}$ и $\hat{\mathbf{R}}_0$ отсутствует необходимость использования затратной в вычислительном отношении операции деления на n [2].

Алгоритм непосредственного обращения матрицы характеризуется большой вычислительной сложностью из-за необходимости обращения матрицы на каждом шаге. Поэтому широкое распространение получил алгоритм получения весового вектора с использованием рекуррентного обращения матрицы. Рекуррентный способ обращения матрицы основан на ее представлении в виде [4]

$$\hat{\mathbf{R}}(n) = \sum_{k=1}^n \mathbf{E}^*(k) \mathbf{E}^T(k) = \sum_{k=1}^{n-1} \mathbf{E}^*(k) \mathbf{E}^T(k) + \mathbf{E}^*(n) \mathbf{E}^T(n) = \hat{\mathbf{R}}(n-1) + \mathbf{E}^*(n) \mathbf{E}^T(n). \quad (5)$$

Матрица вида $\mathbf{A} + \alpha \mathbf{B} \mathbf{B}^T$ обращается с использованием матричного уравнения [1, 5]:

$$\left[l(\mathbf{A} + \alpha \mathbf{E}^* \mathbf{E}^T) \right]^{-1} = l^{-1} \left[\mathbf{A}^{-1} - \frac{\alpha \mathbf{A}^{-1} \mathbf{E}^* \mathbf{E}^T \mathbf{A}^{-1}}{1 + \alpha \mathbf{E}^T \mathbf{A}^{-1} \mathbf{E}^*} \right]. \quad (6)$$

В этом случае рекуррентное выражение для матрицы, обратной матрице (5), может быть записано следующим образом:

$$\hat{\mathbf{R}}^{-1}(n) = \left[\hat{\mathbf{R}}(n-1) + \mathbf{E}^*(n) \mathbf{E}^T(n) \right]^{-1} = \hat{\mathbf{R}}^{-1}(n-1) - \frac{\hat{\mathbf{R}}^{-1}(n-1) \mathbf{E}^*(n) \mathbf{E}^T(n) \hat{\mathbf{R}}^{-1}(n-1)}{1 + \mathbf{E}^T(n) \hat{\mathbf{R}}^{-1}(n-1) \mathbf{E}^*(n)}, \quad (7)$$

либо, согласно [2, 4]:

$$\hat{\mathbf{R}}^{-1}(n) = \hat{\mathbf{R}}^{-1}(n-1) - \mathbf{k}(n) \mathbf{E}^T(n) \hat{\mathbf{R}}^{-1}(n-1), \quad (8)$$

где $\mathbf{k}(n) = \frac{\hat{\mathbf{R}}^{-1}(n-1) \mathbf{E}^*(n)}{1 + \mathbf{E}^T(n) \hat{\mathbf{R}}^{-1}(n-1) \mathbf{E}^*(n)}$.

Преобразуем формулу для определения переменного матричного коэффициента $\mathbf{k}(n)$ с учетом (8):

$$\mathbf{k}(n) = \frac{\hat{\mathbf{R}}^{-1}(n-1) \mathbf{E}^*(n)}{1 + \mathbf{E}^T(n) \hat{\mathbf{R}}^{-1}(n-1) \mathbf{E}^*(n)},$$

или

$$\mathbf{k}(n) = \hat{\mathbf{R}}^{-1}(n-1) \mathbf{E}^*(n) - \mathbf{k}(n) \mathbf{E}^T(n) \hat{\mathbf{R}}^{-1}(n-1) \mathbf{E}^*(n) = \left(\hat{\mathbf{R}}^{-1}(n-1) - \mathbf{k}(n) \mathbf{E}^T(n) \hat{\mathbf{R}}^{-1}(n-1) \right) \mathbf{E}^*(n).$$

Однако в соответствии с выражением (8) $\widehat{\mathbf{R}}^{-1}(n) = \widehat{\mathbf{R}}^{-1}(n-1) - \mathbf{k}(n)\mathbf{E}^T(n)\widehat{\mathbf{R}}^{-1}(n-1)$. Следовательно, можно записать [2, 4]

$$\mathbf{k}(n) = \widehat{\mathbf{R}}^{-1}(n)\mathbf{E}^*(n). \quad (9)$$

Рекуррентная формула оценивания непосредственно весового вектора получается путем умножения рекуррентной оценки обратной матрицы на вектор корреляции:

$$\begin{aligned} \mathbf{W}(n) &= -\widehat{\mathbf{R}}^{-1}(n)\widehat{\mathbf{R}}_0(n) = -\widehat{\mathbf{R}}^{-1}(n)(\widehat{\mathbf{R}}_0(n-1) + \mathbf{E}^*(n)E_0(n)) = -\widehat{\mathbf{R}}^{-1}(n)\widehat{\mathbf{R}}_0(n-1) - \widehat{\mathbf{R}}^{-1}(n)\mathbf{E}^*(n)E_0(n) = \\ &= -[\widehat{\mathbf{R}}^{-1}(n-1) - \mathbf{k}(n)\mathbf{E}^T(n)\widehat{\mathbf{R}}^{-1}(n-1)]\widehat{\mathbf{R}}_0(n-1) - \widehat{\mathbf{R}}^{-1}(n)\mathbf{E}^*(n)E_0(n) = \\ &= -\widehat{\mathbf{R}}^{-1}(n-1)\widehat{\mathbf{R}}_0(n-1) + \mathbf{k}(n)\mathbf{E}^T(n)\widehat{\mathbf{R}}^{-1}(n-1)\widehat{\mathbf{R}}_0(n-1) - \widehat{\mathbf{R}}^{-1}(n)\mathbf{E}^*(n)E_0(n) = \\ &= \mathbf{W}(n-1) - \mathbf{k}(n)\mathbf{E}^T(n)\mathbf{W}(n-1) - \mathbf{k}(n)E_0(n) = \mathbf{W}(n-1) - \mathbf{k}(n)[E_0(n) + \mathbf{E}^T(n)\mathbf{W}(n-1)] = \\ &= \mathbf{W}(n-1) - \mathbf{k}(n)E_\Sigma(n). \end{aligned}$$

Таким образом, запишем [2, 4]

$$\mathbf{W}(n) = \mathbf{W}(n-1) - \mathbf{k}(n)E_\Sigma(n), \quad (10)$$

или

$$\mathbf{W}(n) = \mathbf{W}(n-1) - \widehat{\mathbf{R}}^{-1}(n)\mathbf{E}^*(n)E_\Sigma(n), \quad (11)$$

где $E_\Sigma(n) = E_0(n) + \mathbf{E}^T(n)\mathbf{W}(n-1)$; $\mathbf{k}(n) = \frac{\widehat{\mathbf{R}}^{-1}(n-1)\mathbf{E}^*(n)}{1 + \mathbf{E}^T(n)\widehat{\mathbf{R}}^{-1}(n-1)\mathbf{E}^*(n)}$; $\widehat{\mathbf{R}}^{-1}(n) = \widehat{\mathbf{R}}^{-1}(n-1) - \mathbf{k}(n)\mathbf{E}^T(n)\widehat{\mathbf{R}}^{-1}(n-1)$.

Выражения (10) и (11) удобны для выполнения вычислений с минимальными вычислительными затратами, так как отсутствует необходимость обращения матрицы и минимизированы вычислительные операции, при этом однако усложняется анализ характеристик алгоритмов.

Учитывая, что в соответствии с (4) $\widehat{\mathbf{R}}^{-1}(n) = \frac{1}{n}\widehat{\mathbf{R}}^{-1}(n)$, выражение (11) модифицируем следующим образом:

$$\mathbf{W}(n) = \mathbf{W}(n-1) - \frac{1}{n}\widehat{\mathbf{R}}^{-1}(n)\mathbf{E}^*(n)E_\Sigma(n). \quad (12)$$

Чтобы обеспечить преемственность формы полученного алгоритма с формой ранее описанных алгоритмов LMS (1) и LMS-Newton (3), перепишем (12) в следующем виде:

$$\mathbf{W}(n) = \mathbf{W}(n-1) - \mu_{\text{SMI}}(n)\widehat{\mathbf{R}}^{-1}(n)\mathbf{E}^*(n)E_\Sigma(n), \quad (13)$$

где $\mu_{\text{SMI}}(n) = \frac{1}{n}$.

Отличие алгоритма (13) от алгоритма LMS-Newton (3), для которого коэффициент сходимости μ является константой, заключается в зависимости коэффициента сходимости $\mu_{\text{SMI}}(n)$ от номера итерации.

Алгоритм RLS. Данный алгоритм подробно рассмотрен в [2] и позволяет учитывать нестационарный характер обрабатываемых сигналов. Начальный алгоритм вычисления весовых коэффициентов по методу RLS [2]:

$$\mathbf{W}_\lambda(n) = -\widehat{\mathbf{R}}_\lambda^{-1}\widehat{\mathbf{R}}_{0\lambda} = -\widehat{\mathbf{R}}_\lambda^{-1}(n)\widehat{\mathbf{R}}_{0\lambda}(n). \quad (14)$$

Оценка матриц $\widehat{\mathbf{R}}_\lambda^{-1}(n)$ и $\widehat{\mathbf{R}}_{0\lambda}(n)$, применяемых при формировании весовых коэффициентов:

$$\widehat{\mathbf{R}}_\lambda(n) = \sum_{k=1}^n \lambda^{n-k}\mathbf{E}^*(k)\mathbf{E}^T(k) = \sum_{k=1}^{n-1} \lambda^{n-k}\mathbf{E}^*(k)\mathbf{E}^T(k) + \mathbf{E}^*(n)\mathbf{E}^T(n),$$

$$\widehat{\mathbf{R}}_{0\lambda}(n) = \sum_{k=1}^n \lambda^{n-k}\mathbf{E}^*(k)E_0(k) = \sum_{k=1}^{n-1} \lambda^{n-k}\mathbf{E}^*(k)E_0(k) + \mathbf{E}^*(n)E_0(n),$$

где $0 < \lambda \leq 1$ – параметр забывания.

Учитывая, что

$$\widehat{\mathbf{R}}_{\lambda}(n-1) = \sum_{k=1}^{n-1} \lambda^{n-k-1} \mathbf{E}^*(k) \mathbf{E}^T(k) = \frac{1}{\lambda} \sum_{k=1}^{n-1} \lambda^{n-k} \mathbf{E}^*(k) \mathbf{E}^T(k),$$

$$\widehat{\mathbf{R}}_{0\lambda}(n-1) = \sum_{k=1}^{n-1} \lambda^{n-k-1} \mathbf{E}^*(k) E_0(k) = \frac{1}{\lambda} \sum_{k=1}^{n-1} \lambda^{n-k} \mathbf{E}^*(k) E_0(k),$$

оценку матриц, используемых при формировании весовых коэффициентов, для метода RLS можно представить следующим образом:

$$\widehat{\mathbf{R}}_{\lambda}(n) = \sum_{k=1}^{n-1} \lambda^{n-k} \mathbf{E}^*(k) \mathbf{E}^T(k) + \mathbf{E}^*(n) \mathbf{E}^T(n) = \lambda \widehat{\mathbf{R}}_{\lambda}(n-1) + \mathbf{E}^*(n) \mathbf{E}^T(n), \quad (15)$$

$$\widehat{\mathbf{R}}_{0\lambda}(n) = \sum_{k=1}^{n-1} \lambda^{n-k} \mathbf{E}^*(k) E_0(k) + \mathbf{E}^*(n) E_0(n) = \lambda \widehat{\mathbf{R}}_{0\lambda}(n-1) + \mathbf{E}^*(n) E_0(n). \quad (16)$$

Матрица вида $\mathbf{A} + \alpha \mathbf{B}^* \mathbf{B}^T$ обращается с использованием матричного уравнения (6). Соответственно, рекуррентное выражение для обратной матрицы запишем так:

$$\begin{aligned} \widehat{\mathbf{R}}_{\lambda}^{-1}(n) &= \left[\lambda \widehat{\mathbf{R}}_{\lambda}(n-1) + \mathbf{E}^*(n) \mathbf{E}^T(n) \right]^{-1} = \frac{1}{\lambda} \left[\widehat{\mathbf{R}}_{\lambda}(n-1) + \frac{1}{\lambda} \mathbf{E}^*(n) \mathbf{E}^T(n) \right]^{-1} = \\ &= \lambda^{-1} \widehat{\mathbf{R}}_{\lambda}^{-1}(n-1) - \frac{\lambda^{-1} \widehat{\mathbf{R}}^{-1}(n-1) \mathbf{E}^*(n) \lambda^{-1} \mathbf{E}^T(n) \widehat{\mathbf{R}}^{-1}(n-1)}{1 + \lambda^{-1} \mathbf{E}^T(n) \widehat{\mathbf{R}}^{-1}(n-1) \mathbf{E}^*(n)}. \end{aligned} \quad (17)$$

Выражение (17) можно представить в следующем виде [2, 4]:

$$\widehat{\mathbf{R}}_{\lambda}^{-1}(n) = \lambda^{-1} \widehat{\mathbf{R}}_{\lambda}^{-1}(n-1) - \mathbf{k}_{\lambda}(n) \lambda^{-1} \mathbf{E}^T(n) \widehat{\mathbf{R}}_{\lambda}^{-1}(n-1), \quad (18)$$

где $\mathbf{k}_{\lambda}(n) = \frac{\lambda^{-1} \widehat{\mathbf{R}}_{\lambda}^{-1}(n-1) \mathbf{E}^*(n)}{1 + \lambda^{-1} \mathbf{E}^T(n) \widehat{\mathbf{R}}_{\lambda}^{-1}(n-1) \mathbf{E}^*(n)}$.

Преобразуем выражение для переменного матричного коэффициента $\mathbf{k}_{\lambda}(n)$ исходя из (18):

$$\begin{aligned} \mathbf{k}_{\lambda}(n) &= \lambda^{-1} \widehat{\mathbf{R}}_{\lambda}^{-1}(n-1) \mathbf{E}^*(n) - \mathbf{k}_{\lambda}(n) \lambda^{-1} \mathbf{E}^T(n) \widehat{\mathbf{R}}_{\lambda}^{-1}(n-1) \mathbf{E}^*(n) = \\ &= \left(\lambda^{-1} \widehat{\mathbf{R}}_{\lambda}^{-1}(n-1) - \mathbf{k}_{\lambda}(n) \lambda^{-1} \mathbf{E}^T(n) \widehat{\mathbf{R}}_{\lambda}^{-1}(n-1) \right) \mathbf{E}^*(n). \end{aligned}$$

Однако в соответствии с (17) $\widehat{\mathbf{R}}_{\lambda}^{-1}(n) = \lambda^{-1} \widehat{\mathbf{R}}_{\lambda}^{-1}(n-1) - \mathbf{k}_{\lambda}(n) \lambda^{-1} \mathbf{E}^T(n) \widehat{\mathbf{R}}_{\lambda}^{-1}(n-1)$. Следовательно, можно записать [2, 4]:

$$\mathbf{k}_{\lambda}(n) = \widehat{\mathbf{R}}_{\lambda}^{-1}(n) \mathbf{E}^*(n). \quad (19)$$

Рекуррентные формулы оценивания непосредственно весового вектора получим аналогично выражениям (10) и (11), умножив рекуррентную оценку обратной матрицы на вектор корреляции [2, 4]:

$$\mathbf{W}(n) = \mathbf{W}(n-1) - \mathbf{k}_{\lambda}(n) E_{\Sigma}(n), \quad (20)$$

или

$$\mathbf{W}(n) = \mathbf{W}(n-1) - \widehat{\mathbf{R}}_{\lambda}^{-1}(n) \mathbf{E}^*(n) E_{\Sigma}(n), \quad (21)$$

где $E_{\Sigma}(n) = E_0(n) + \mathbf{E}^T(n) \mathbf{W}(n-1)$; $\mathbf{k}_{\lambda}(n) = \frac{\lambda^{-1} \widehat{\mathbf{R}}_{\lambda}^{-1}(n-1) \mathbf{E}^*(n)}{1 + \lambda^{-1} \mathbf{E}^T(n) \widehat{\mathbf{R}}_{\lambda}^{-1}(n-1) \mathbf{E}^*(n)}$; $\widehat{\mathbf{R}}_{\lambda}^{-1}(n) = \lambda^{-1} \widehat{\mathbf{R}}_{\lambda}^{-1}(n-1) - \mathbf{k}_{\lambda}(n) \lambda^{-1} \mathbf{E}^T(n) \widehat{\mathbf{R}}_{\lambda}^{-1}(n-1)$.

Выражения (20) и (21), как и (10) и (11), удобны для выполнения вычислений с минимальными вычислительными затратами, при этом усложняется анализ характеристик алгоритмов. Модифицируем выражение (21) следующим образом:

$$\mathbf{W}(n) = \mathbf{W}(n-1) - \widehat{\mathbf{R}}_{\lambda}^{-1}(n) \widehat{\mathbf{R}}(n) \widehat{\mathbf{R}}^{-1}(n) \mathbf{E}^*(n) E_{\Sigma}(n). \quad (22)$$

Чтобы обеспечить преемственность формы полученного алгоритма с формой ранее описанных алгоритмов LMS (1) и LMS-Newton (3), перепишем (22):

$$\mathbf{W}(n) = \mathbf{W}(n-1) - \mu_\lambda(n) \hat{\mathbf{R}}^{-1}(n) \mathbf{E}^*(n) E_\Sigma(n), \quad (23)$$

где $\mu_\lambda(n) = \hat{\mathbf{R}}_\lambda^{-1}(n) \hat{\mathbf{R}}(n)$.

Таким образом, алгоритм RLS, так же как и алгоритмы LMS-Newton и SMI, можно представить отличающимся от алгоритма LMS матричным множителем $\hat{\mathbf{R}}^{-1}(n)$ при ограничении на дополнительный множитель μ . При этом отличие от алгоритмов LMS-Newton и SMI заключается в индивидуальной зависимости от номера итерации множителя μ , которая в общем случае принимает матричный характер

$$\mu_\lambda(n) = \hat{\mathbf{R}}_\lambda^{-1}(n) \hat{\mathbf{R}}(n). \quad (24)$$

Проследим, каким образом зависимость (24) для алгоритма RLS отличается от ранее полученной зависимости (13) для алгоритма SMI. Полагая составляющие вектора $\mathbf{E}(n)$ отсчетами эргодических стационарных случайных процессов и нестационарным только случайный процесс $E_0(n)$, усреднение по ансамблю реализаций процессов вектора $\mathbf{E}(n)$ можно заменить усреднением по времени. В этом случае при $n \rightarrow \infty$ можно записать [2, с. 202; 4, р. 311]:

$$\hat{\mathbf{R}}_\lambda(n) \Big|_{n \rightarrow \infty} = \sum_{k=1}^n \lambda^{n-k} \mathbf{E}^*(k) \mathbf{E}^T(k) \Big|_{n \rightarrow \infty} \approx \sum_{k=1}^n \lambda^{n-k} E \{ \mathbf{E}^*(k) \mathbf{E}^T(k) \} = \sum_{k=1}^n \lambda^{n-k} \mathbf{R} = \mathbf{R} \sum_{k=1}^n \lambda^{n-k}, \quad (25)$$

где $E\{\bullet\}$ – операция усреднения по ансамблю реализаций; $\mathbf{R} = E \{ \mathbf{E}^*(k) \mathbf{E}^T(k) \}$.

Используем формулу суммы n членов геометрической прогрессии для определения значения $\sum_{k=1}^n \lambda^{n-k}$:

$$\sum_{k=1}^n \lambda^{n-k} = \lambda^{n-1} + \lambda^{n-2} + \dots + \lambda^2 + \lambda^1 = \frac{a_1 - a_n q}{1 - q} = \frac{1 - \lambda^{n-1} \lambda}{1 - \lambda} = \frac{1 - \lambda^n}{1 - \lambda},$$

где $a_1 = \lambda^0 = 1$ – первый член; $a_k = \lambda^{k-1}$ – последний член; $q = \frac{a_k}{a_{k-1}} = \frac{\lambda^{k-1}}{\lambda^{k-2}} = \lambda$ – знаменатель геометрической прогрессии.

Таким образом, можно записать [2, с. 203; 4, р. 311]:

$$\hat{\mathbf{R}}_\lambda(n) \approx \mathbf{R} \sum_{k=1}^n \lambda^{n-k} = \mathbf{R} \frac{1 - \lambda^n}{1 - \lambda}. \quad (26)$$

Соответственно, для обратной матрицы $\hat{\mathbf{R}}_\lambda^{-1}(n)$ приближенное выражение (26) примет вид

$$\hat{\mathbf{R}}_\lambda^{-1}(n) \approx \frac{1}{\sum_{k=1}^n \lambda^{n-k}} \mathbf{R}^{-1} = \frac{1 - \lambda}{1 - \lambda^n} \mathbf{R}^{-1}. \quad (27)$$

Аналогично приближенное выражение для матрицы $\hat{\mathbf{R}}(n)$ запишется следующим образом:

$$\hat{\mathbf{R}}(n) \Big|_{n \rightarrow \infty} = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n \mathbf{E}^*(k) \mathbf{E}^T(k) \Big|_{n \rightarrow \infty} \approx E \{ \mathbf{E}^*(k) \mathbf{E}^T(k) \} = \mathbf{R}. \quad (28)$$

Следовательно, справедлива приближенная запись для формирования весового коэффициента методом RLS

$$\begin{aligned} \mathbf{W}(n) &= \mathbf{W}(n-1) - \hat{\mathbf{R}}_\lambda^{-1}(n) \hat{\mathbf{R}}(n) \hat{\mathbf{R}}^{-1}(n) \mathbf{E}^*(n) E_\Sigma(n) \approx \\ &\approx \mathbf{W}(n-1) - \frac{1 - \lambda}{1 - \lambda^n} \mathbf{R}^{-1} \mathbf{R} \hat{\mathbf{R}}^{-1}(n) \mathbf{E}^*(n) E_\Sigma(n) = \mathbf{W}(n-1) - \frac{1 - \lambda}{1 - \lambda^n} \hat{\mathbf{R}}^{-1}(n) \mathbf{E}^*(n) E_\Sigma(n). \end{aligned} \quad (29)$$

Чтобы обеспечить преемственность формы полученных алгоритмов с формой ранее представленных алгоритмов LMS и LMS-Newton, перепишем (29) таким образом:

$$\mathbf{W}(n) \approx \mathbf{W}(n-1) - \frac{1 - \lambda}{1 - \lambda^n} \hat{\mathbf{R}}^{-1}(n) \mathbf{E}^*(n) E_\Sigma(n) = \mathbf{W}(n-1) - \mu_\lambda(n) \hat{\mathbf{R}}^{-1}(n) \mathbf{E}^*(n) E_\Sigma(n), \quad (30)$$

где $\mu_\lambda(n) = \frac{1 - \lambda}{1 - \lambda^n}$.

В соответствии с выражением (30) значение коэффициента сходимости для первого дискрета времени равно единице:

$$\mu_\lambda(1) = \frac{1-\lambda}{1-\lambda^1} = 1. \quad (31)$$

Значение коэффициента сходимости после окончания переходного процесса, в отличие от метода SMI, не равно нулю и определяется выражением

$$\mu_\lambda(\infty) = \frac{1-\lambda}{1-\lambda^\infty} = 1-\lambda. \quad (32)$$

Эквивалентная форма записи алгоритмов. Данная форма записи алгоритмов работы адаптивных антенных решеток имеет следующий вид:

$$\mathbf{W}(n) = \mathbf{W}(n-1) - U_{co}(n) = \mathbf{W}(n-1) - \mu(n) f(\mathbf{E}(k)) \mathbf{E}^*(n) E_\Sigma(n). \quad (33)$$

Эквивалентная структурная схема обобщенной адаптивной антенной решетки, соответствующая выражению (33), приведена на рис. 1.

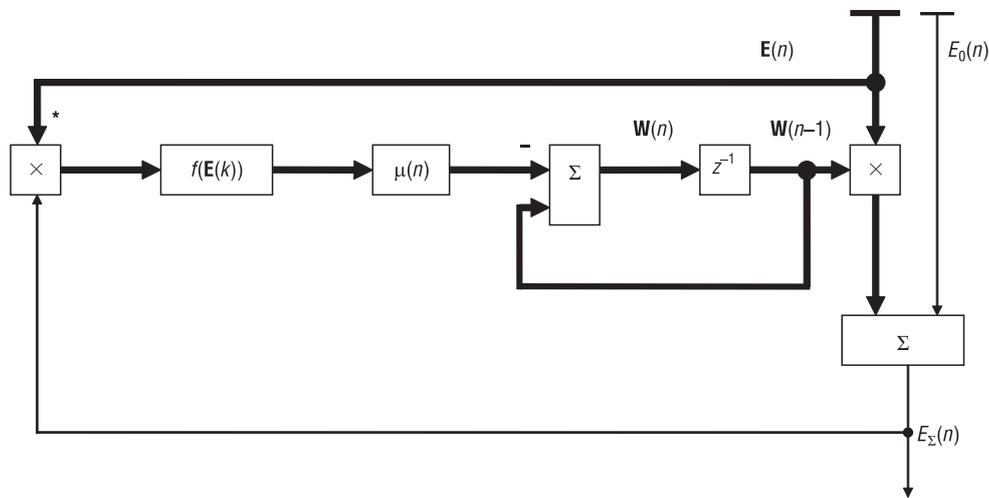


Рис. 1. Эквивалентная структурная схема обобщенной адаптивной антенной решетки
Fig. 1. Equivalent block diagram of a generalized adaptive antenna array

Эквивалентная форма записи алгоритмов работы адаптивных антенных решеток не предназначена для реализации, так как может оказаться в вычислительном отношении более сложной и в ряде случаев носит приближительный характер. Однако она облегчает сравнительный анализ алгоритмов. Эквивалентные формы записи алгоритмов работы адаптивных антенных решеток и их параметры, представлены в таблице.

Эквивалентные формы алгоритмов работы адаптивных антенных решеток
Equivalent forms of algorithms for the operation of adaptive antenna arrays

Алгоритм	$\mu(n)$	$f(\mathbf{E}(k))$	$U_{co}(n)$
LMS	μ	K_n	$\mu(n) K_n \mathbf{E}^*(n) E_\Sigma(n)$
NLMS	μ	$\frac{1}{\mathbf{E}^H(n) \mathbf{E}(n)}$	$\mu(n) \frac{1}{\mathbf{E}^H(n) \mathbf{E}(n)} \mathbf{E}^*(n) E_\Sigma(n)$
LMS-Newton	μ	$\hat{\mathbf{R}}^{-1}(n)$	$\mu(n) \hat{\mathbf{R}}^{-1}(n) \mathbf{E}^*(n) E_\Sigma(n)$
SMI	$\frac{1}{n}$	$\hat{\mathbf{R}}^{-1}(n)$	$\mu(n) \hat{\mathbf{R}}^{-1}(n) \mathbf{E}^*(n) E_\Sigma(n)$
RLS	$\frac{1-\lambda}{1-\lambda^n}$	$\hat{\mathbf{R}}^{-1}(n)$	$\mu(n) \hat{\mathbf{R}}^{-1}(n) \mathbf{E}^*(n) E_\Sigma(n)$

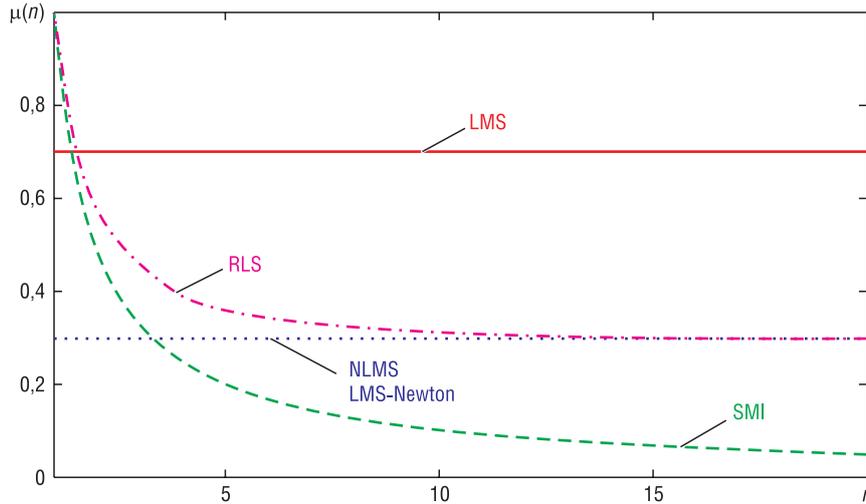


Рис. 2. Графики зависимостей коэффициента сходимости $\mu(n)$ от номера итерации n для различных алгоритмов

Fig. 2. Graphs of dependences of the coefficient of convergence $\mu(n)$ on the number of iterations n for various algorithms

Из выражения (33) и таблицы видно, что все алгоритмы работы имеют единую форму записи, а отличаются коэффициентом сходимости $\mu(n)$ и нормирующей функцией $f(\mathbf{E}(k))$, зависящей от сигналов в компенсационных каналах. Графики зависимостей коэффициента сходимости $\mu(n)$ от номера итерации n приведены на рис. 2.

Заключение. Получена эквивалентная форма записи алгоритмов работы адаптивных антенных решеток, позволяющая рассматривать указанные алгоритмы как разновидности некоторого обобщенного LMS-алгоритма. В этом случае алгоритмы отличаются между собой только скалярным коэффициентом сходимости и матричным нормирующим множителем.

Алгоритм LMS является наиболее простым в вычислительном смысле и приспособлен к работе в нестационарных условиях. Однако его быстродействие и устойчивость сильно зависят от корреляционной матрицы входных сигналов, что значительно снижает его потребительские качества.

Алгоритм NLMS устраняет недостаток алгоритма LMS, связанный с зависимостью характеристик последнего от мощности входных сигналов за счет использования нормирующего множителя $\frac{1}{\mathbf{E}^H(n)\mathbf{E}(n)}$. При этом сохраняется зависимость быстродействия и устойчивости алгоритма от распределения собственных значений корреляционной матрицы сигналов.

Есть основания полагать, что алгоритм LMS-Newton обеспечивает ослабление зависимости быстродействия и устойчивости от корреляционной матрицы входных сигналов за счет наличия нормирующего множителя $\hat{\mathbf{R}}^{-1}(n)$. Коэффициент сходимости μ постоянен и обеспечивает минимальные ошибки самонастройки только после окончания переходного процесса.

Алгоритм SMI и его модификация (рекуррентный алгоритм обращения матрицы) строго оптимальны только в условиях стационарной обстановки. Снижение зависимости свойств алгоритма от корреляционной матрицы входных сигналов обеспечивается наличием нормирующего множителя $\hat{\mathbf{R}}^{-1}(n)$. Коэффициент сходимости меняется по закону $\mu(n) = \frac{1}{n}$ и обеспечивает оптимальность алгоритма на этапе переходного процесса, однако приводит к размыканию обратной связи после некоторого количества шагов итерации.

Алгоритмы RLS оптимальны в условиях нестационарной обстановки. Предположительное снижение зависимости свойств алгоритма от корреляционной матрицы входных сигналов обеспечивается наличием нормирующего множителя $\hat{\mathbf{R}}^{-1}(n)$. Коэффициент сходимости меняется по закону $\mu(n) = \frac{1-\lambda}{1-\lambda^n}$ и обеспечивает оптимальность алгоритма и на этапе переходного процесса, и в установившемся режиме. Значение коэффициента сходимости в установившемся режиме $\mu(\infty) = 1 - \lambda$ не равно нулю.

Список использованных источников

1. Монзинго, Р.А. Адаптивные антенные решетки: введение в теорию: пер. с англ. / Р.А. Монзинго, Т.У. Миллер. – М.: Радио и связь, 1986. – 446 с.
2. Джиган, В.И. Адаптивная фильтрация сигналов: теория и алгоритмы / В.И. Джиган. – М.: Техносфера, 2013. – 527 с.
3. Костромицкий, С.М. Вопросы радиоавтоматики адаптивных антенных решеток / С.М. Костромицкий, И.Н. Давыденко; Нац. акад. Наук Беларуси, Центр радиотехники. – Минск: Беларус. навука, 2021. – 174 с.
4. Uncini, A. Fundamentals of adaptive signal processing / A. Uncini. – Cham: Springer, 2015. – XXV, 704 p. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-02807-1>
5. Giordano, A. A. Least-Square Estimation with Applications to Digital Signal Processing / A. A. Giordano, F. M. Hsu. – New York: Wiley, 1985. – XXIII, 412 p.

References

1. Monzingo R. A., Miller T. U. *Introduction to Adaptive Arrays*. New York, Wiley, 1980. 448 p.
2. Dzhigan V. I. *Adaptive Signal Filtering: Theory and Algorithms*. Moscow, Tekhnosfera Publ., 2013. 527 p. (in Russian).
3. Kostromitskiy S. M., Davyidenko I. N. *Questions of Radio Automation of Adaptive Antenna Arrays*. Minsk, Belaruskaya navuka Publ., 2021. 174 p. (in Russian).
4. Uncini A. *Fundamentals of Adaptive Signal Processing*. Cham, Springer, 2015. XXV, 704 p. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-02807-1>
5. Giordano A. A., Hsu F. M. *Least-Square Estimation with Applications to Digital Signal Processing*. New York, Wiley, 1985. XXIII, 412 p.

Информация об авторах

Костромицкий Сергей Михайлович – член-корреспондент Национальной академии наук Беларуси, доктор технических наук, профессор, директор, Центр радиотехники Национальной академии наук Беларуси (ул. П. Бровка, 15/5, 220072, Минск, Республика Беларусь). E-mail: sleus@abv.bg

Давыденко Игорь Николаевич – кандидат технических наук, доцент, ученый секретарь, Центр радиотехники Национальной академии наук Беларуси (ул. П. Бровка, 15/5, 220072, Минск, Республика Беларусь). E-mail: igord1@tut.by

Дятко Александр Аркадьевич – кандидат технических наук, доцент, ведущий научный сотрудник, Центр радиотехники Национальной академии наук Беларуси (ул. П. Бровка, 15/5, 220072, Минск, Республика Беларусь). E-mail: info@radiotehnika.by

Information about the authors

Sergei M. Kostromitsky – Corresponding Member of the National Academy of Sciences of Belarus, D. Sc. (Engineering), Professor, Head of the Radio Engineering Center of the National Academy of Sciences of Belarus (15/5, P. Brovka Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: sleus@abv.bg

Igor N. Davydenko – Ph. D. (Engineering), Associate Professor, Scientific Secretary, Radio Engineering Center of the National Academy of Sciences of Belarus (15/5, P. Brovka Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: igord1@tut.by

Aleksandr A. Dyatko – Ph. D. (Engineering), Associate Professor, Leading Researcher, Radio Engineering Center of the National Academy of Sciences of Belarus (15/5, P. Brovka Str., 220072, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: info@radiotehnika.by

ISSN 1561-8358 (Print)

ISSN 2524-244X (Online)

УДК [621.384.64:539.1.089.6]:615.849.1

<https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-239-249>

Поступила в редакцию 31.03.2022

Received 31.03.2022

М. Н. Петкевич¹, Е. В. Титович²

¹*Республиканский научно-практический центр онкологии и медицинской радиологии имени Н. Н. Александрова, аг. Лесной, Минский район, Минская область, Республика Беларусь*

²*Международное агентство по атомной энергии, Вена, Австрийская Республика*

АППАРАТНАЯ РЕАЛИЗАЦИЯ ВЕРИФИКАЦИИ ДИНАМИЧЕСКОЙ ЛУЧЕВОЙ ТЕРАПИИ

Аннотация. Эффективность применения современных технологий и методов лучевого лечения зависит от средств контроля качества эксплуатационных параметров радиотерапевтического оборудования. Верификация плана лучевого лечения позволяет оценить соответствие дозового распределения, доставленного к мишени, запланированному распределению с погрешностью результата облучения, не превышающей заданную величину критерия приемлемости. Разработаны инструментальные средства для оценки трехмерного дозового распределения планов лучевой терапии с модуляцией интенсивности, используя величину абсолютной дозы облучения. Проведен анализ существующих технических средств и методик проведения верификации планов лучевой терапии на медицинских линейных ускорителях электронов, а также выявлены их недостатки. Показано, что данные методики осуществления верификации трехмерного дозового распределения не дают точного представления об абсолютных значениях дозы излучения в мишени. Предложены система и метод, позволяющее повысить точность проведения верификации плана лучевой терапии за счет использования полученного кросс-калибровочного коэффициента определяемого с учетом значения радиационного выхода медицинского линейного ускорителя непосредственно в момент осуществления как данной процедуры, так и сеанса лучевой терапии, а также способ проведения верификации плана лучевой терапии с их применением.

Ключевые слова: лучевая терапия, линейный ускоритель электронов, верификация, модуляция интенсивности, доза излучения, трехмерное дозовое распределение, радиационный выход

Для цитирования: Петкевич, М. Н. Аппаратная реализация верификации динамической лучевой терапии / М. Н. Петкевич, Е. В. Титович // Вест. Нац. акад. наук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2022. – Т. 67, №2. – С. 239–249. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-239-249>

Maksim N. Piatkevich¹, Egor V. Titovich²

¹*N. N. Alexandrov National Cancer Centre of Belarus, agro-town Lesnoy, Minsk District, Minsk Region, Republic of Belarus*

²*International Atomic Energy Agency, Vienna, Republic of Austria*

HARDWARE IMPLEMENTATION OF DYNAMIC RADIATION THERAPY VERIFICATION

Abstract. The effectiveness of the use of modern technologies and methods of radiation treatment depends on the means of quality control of the operational parameters of the radiotherapy equipment. The development of technical means for verification of the radiation therapy plan, allowing accurate assessment of the three-dimensional dose distribution in the target, is a priority task when introducing innovative methods of radiation treatment. The aim of the work is to develop tools for assessing the three-dimensional dose distribution of radiation therapy plans with intensity modulation using the magnitude of the absolute radiation dose. The authors analyzed the existing technical means and methods for verifying radiation therapy plans on medical linear electron accelerators, and also identified their shortcomings. It is shown that these techniques for verifying the three-dimensional dose distribution do not give an accurate idea of the absolute values of the radiation dose in the target. A system and a method are proposed that allows improving the accuracy of the verification of the radiation therapy plan by using the obtained cross-calibration coefficient determined taking into account the value of the radiation output of the medical linear accelerator immediately at the time of the implementation of both this procedure and the radiation therapy session, as well as a method for verifying the plan radiation therapy with their use.

Keywords: radiation therapy, linear electron accelerator, verification, intensity modulation, radiation dose, three-dimensional dose distribution, radiation output

For citation: Piatkevich M. N., Titovich E. V. Hardware implementation of dynamic radiation therapy verification. *Vesti Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seriya fizika-technichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2022, vol. 67, no. 2, pp. 239–249 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-239-249>

Введение. В современной высокотехнологичной лучевой терапии для обеспечения высокой точности подведения запланированной дозы излучения к мишени проводятся процедуры контроля качества всех эксплуатационных параметров радиотерапевтического оборудования [1]. Исследуются и контролируются причины возникновения ошибок во время процесса планирования облучения, процесса передачи данных внутри онкологической информационной системы (ОИС), а также при проведении процедур симуляции и непосредственно облучения [2]. Одной из таких комплексных проверок является верификация планов лучевой терапии (ЛТ). Под верификацией плана лучевого лечения понимают независимую комплексную проверку, подтверждающую соответствие дозового распределения, доставленного к мишени, запланированному распределению с погрешностью результата облучения, не превышающей заданную величину критерия приемлемости («Инструкция по применению: методы дозиметрического сопровождения высокотехнологичной лучевой терапии», утверждена Министерством здравоохранения Республики Беларусь 27.11.2014).

Процедура верификации лечебного плана предшествует курсу облучения каждого пациента и осуществляется с применением дозиметрических пленок, двумерного матричного анализатора поля либо интегрированного в линейный ускоритель электронного детектора порталных изображений (ЭДПИ) [1]. Верификация с использованием дозиметрической пленки обеспечивает максимальную разрешающую способность. Однако процедура перевода полученных значений в абсолютную дозу сложна, длительна и дорогостояща из-за необходимости проявления рентгеновской пленки, использования прецизионного денситометра, его калибровки. Качество полученной дозиметрической информации также сильно зависит от стабильности свойств проявителя, соблюдения условий проявочной комнаты и возможности корректировки артефактов, полученных в процессе получения изображения [3]. При использовании интегрированного в линейный ускоритель электронного детектора порталных изображений производится сравнение рассчитанных планирующей системой и доставленных медицинским линейным ускорителем распределений дозы в планирующей системе. Основным методом оценки служит гамма-индексирование. Производится также сравнение внесевых распределений дозы и значений доз в отдельных точках оценки. Для корректного измерения абсолютного значения с помощью ЭДПИ необходима предварительная калибровка как механических, так и дозиметрических его параметров [4].

Верификация с использованием матричного анализатора поля в настоящее время является наиболее распространенной процедурой проверки плана облучения пациента. Она начинается с перерасчета дозового распределения либо плана облучения целиком, либо в каждом секторе облучения в отдельности, на объем реконструированного в компьютерной системе планирования облучения (КСПО) верификационного фантома. В дальнейшем двумерное либо трехмерное представление комплексного дозового распределения экспортируется из КСПО в ОИС для последующего сравнения с реальным дозовым распределением, измеренным на ускорителе до начала лучевого лечения пациента [3].

Следует отметить, что данные способы осуществления верификации лечебного плана пациента не дают точного представления об абсолютных значениях дозы в объеме фантома (теле пациента), поскольку они используют для перехода к единицам поглощенной дозы коэффициент кросс-калибровки (K_{Cross}) и, соответственно, пренебрегают целым рядом величин, которые могут повлиять на величину доставляемой поглощенной дозы. Реальную оценку доставки дозового распределения представляется возможным получить, используя метод *in vivo* дозиметрии в сочетании с одним из описанных выше методов верификации дозовых распределений.

В настоящий момент проведение *in vivo* дозиметрии является единственным способом оценить дозу излучения, которая доставляется пациенту непосредственно в момент проведения процедуры облучения, и, следовательно, *in vivo* дозиметрия используется в качестве дополнительного (в ряде клиник обязательного к применению) средства контроля качества сеансов высокотехнологичной лучевой терапии. Следует отметить, что данная процедура рекомендована МАГАТЭ к внедрению в клиническую практику радиотерапевтических отделений медицинских учреждений онкологического профиля и является обязательной в ряде стран Европейского союза в качестве дополнительного средства контроля качества осуществления всего процесса лучевой терапии в целом [5, 6].

In vivo дозиметр представляет собой набор *in vivo* детекторов и необходимого оборудования для считывания, интерпретации и дискретного представления результатов измерений в каждой из точек оценки [7–9]. *In vivo* детекторы могут быть разделены на две категории: детекторы, позволяющие получить результат в реальном времени; детекторы, требующие дополнительной обработки. К детекторам, требующим дополнительной обработки для получения результатов, относятся термолюминесцентные дозиметры (ТЛД) и оптически стимулируемые люминесцентные дозиметры (ОСЛД). Применение данного типа детекторов при измерении не дает видимого результата сразу после их облучения, а требует дополнительной обработки для их интерпретации с использованием специализированного оборудования [6], что делает невозможным их использование при проведении верификации с целью оценки значения радиационного выхода ЛУ вследствие того, что дозовое распределение необходимо скорректировать перед осуществлением его оценки. В связи с этим необходимым представляется использование детекторов, позволяющих получить результаты в реальном времени. К ним относятся диодные детекторы и полевые транзисторы, использующие МОП-эффект. Наиболее распространенными детекторами этого типа для *in vivo* дозиметрии являются диодные. Это обусловлено возможностью непрерывного считывания данных в процессе облучения (что невыполнимо для ТЛД и ОСЛД), их многократного использования без серьезного ухудшения чувствительности (что исключается для МОП-транзисторов) и относительной невысокой ценой (в сравнении с МОП-транзисторами) [5].

Следует также отметить, что все рассмотренные виды детекторов нуждаются в предварительной кросс-калибровке их дозового ответа относительно ответа аттестованной ионизационной камеры при проведении облучения опорным радиационным полем для осуществления коррекции влияющих на результат измерений величин [1].

На основании проведенного анализа основных методов верификации дозовых распределений авторами сделан вывод, что с учетом имеющегося в Республиканском научно-практическом центре онкологии и медицинской радиологии имени Н. Н. Александрова дозиметрического оборудования использование матричного детектора в сочетании с полупроводниковыми *in vivo* детекторами для осуществления процедуры верификации трехмерного дозового распределения представляется предпочтительным методом с целью обеспечения радиационной безопасности пациентов.

Таким образом, *цель данной работы* – разработка обоснованной системы и метода для оценки трехмерного дозового распределения планов лучевой терапии с модуляцией интенсивности, что позволит повысить точность верификации лучевой терапии за счет использования K_{Cross} , определяемого с учетом значения радиационного выхода медицинского линейного ускорителя непосредственно в момент осуществления данной процедуры.

Устройства для проведения верификации плана лучевой терапии. На сегодняшний день наибольшее распространение получили устройства для проведения верификации плана лучевой терапии с двумерными и трехмерными анализаторами поля. Их широкое применение обусловлено высокой эффективностью проведения контроля дозиметрических характеристик пучка ионизирующего излучения медицинского линейного ускорителя электронов.

Одним из примеров устройства для проведения верификации планов лучевой терапии является фантом MatriXX компании IBA, представляющий собой твердое тело прямоугольной формы длиной 314 мм, шириной 340 мм и высотой 340 см, изготовленное из тканеимитирующего материала (водный эквивалент с погрешностью $\leq 0,5\%$) (MatriXX – Universal Detector Array. URL: <https://www.iba-dosimetry.com/product/matrixx-universal-detector-array>). Устройство оснащено матричным детектором ионизационной камеры MatriXX с вентилируемыми ионизационными камерами, каждая из которых имеет объем 80 мм^3 . Недостатком данного устройства является то, что оно не дает точного представления об абсолютных значениях дозы излучения в объеме фантома и не позволяет осуществлять оценку трехмерного дозового распределения без проведения дополнительных дозиметрических измерений параметров фантома.

Еще одним примером устройства для проведения верификации планов лучевой терапии является фантом ArcCheck компании Sun Nuclear. Подставка устройства выполнена в виде металлопластикового каркаса на четырех регулируемых по высоте ножках с выемкой для фантома ArcCheck (ArcCHECK. URL: <https://www.sunnuclear.com/products/arccheck>). Фантом ArcCheck представляет собой твердое тело цилиндрической формы диаметром 270 мм и длиной 430 мм, изготовленное из

полиметилметакрилата со встроенной спиральной сеткой детекторов объемом $0,019 \text{ мм}^3$. Фантом содержит полость диаметром 150 мм для вставок из тканеэквивалентных материалов. Недостатками указанного устройства являются неточность представления об абсолютных значениях дозы излучения в объеме фантома, а также то, что излучение падает на детекторы устройства не под прямым углом, что вносит дополнительную погрешность в измеренные величины.

Также следует отметить фантом Octavius 4D компании PTW, наиболее широко используемый клиническими учреждениями при проведении верификации плана лучевой терапии. Этот фантом представляет собой твердое тело цилиндрической формы диаметром 320 мм и длиной 343 мм, изготовленное из полистирола (водный эквивалент с погрешностью $\leq 2\%$) с отверстием прямоугольной формы в центре фантома для вставки матричного детектора с ионизационными камерами. Тело крепится на подставку, представляющую собой металлопластиковый каркас с четырьмя регулируемыми по высоте ножками с выемкой для фантома, что позволяет установить устройство на поверхности лечебного стола медицинского линейного ускорителя при проведении верификации плана лучевой терапии (Octavius. URL: <https://www.ptwdosimetry.com/en/products/octavius-4d>). Недостатком данного устройства также является то, что оно не дает точного представления об абсолютных значениях дозы в объеме фантома, поскольку для перехода к единицам поглощенной дозы используют K_{Cross} , пренебрегая таким образом целым рядом необходимых информационных данных, которые влияют на величину доставляемой поглощенной дозы при сеансе лучевой терапии. Данный фантом принят за прототип разрабатываемой авторами системы.

Разработка системы для проведения верификации лучевой терапии. Задачей разрабатываемой системы является повышение точности проведения верификации лучевой терапии.

Для решения поставленной задачи создано устройство (рис. 1), включающее металлопластиковую подставку на четырех регулируемых по высоте ножках с выемкой для размещения на ней верификационного фантома, представляющего собой твердое тело цилиндрической формы диаметром 320 мм и длиной 343 мм, изготовленного из полистирола (водный эквивалент с погрешностью $\leq 2\%$). В центре верификационного фантома предусмотрено отверстие прямоугольной формы для вставки матричного детектора с ионизационными камерами, отличающееся тем, что

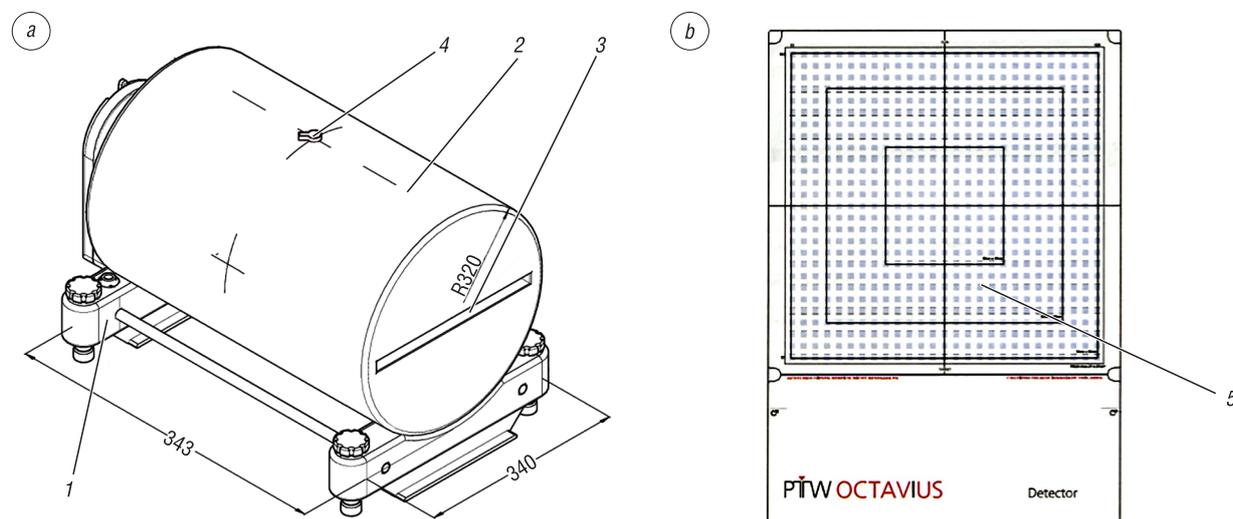


Рис. 1. Система для проведения верификации плана лучевой терапии: 1 – подставка на четырех регулируемых ножках для размещения на ней верификационного фантома, 2 – твердотельный цилиндрический верификационный фантом, 3 – отверстие для вставки матричного детектора с ионизационными камерами, 4 – полупроводниковый кремниевый диодный детектор ионизирующего излучения, 5 – матричный детектор с ионизационными камерами; а – внешний вид верификационного фантома, б – матричный детектор с ионизационными камерами, вставляемый в верификационный фантом

Fig. 1. System for verifying the radiation therapy plan: 1 – a stand on four adjustable legs for placing a verification phantom on it, 2 – solid cylindrical verification phantom, 3 – hole for inserting a matrix detector with ionization chambers, 4 – semiconductor silicon diode detector of ionizing radiation, 5 – matrix detector with ionization chambers; a – appearance of the verification phantom, b – array detector with ionization chambers inserted into the verification phantom

дополнительно на поверхности верификационного фантома в пересечении центральных осей симметрии опорного поля (точке выхода излучения из фантома) установлен полупроводниковый кремниевый диодный детектор ионизирующего излучения, подключенный к дозиметру, с углом наклона штатива 305° .

Система для проведения верификации плана лучевой терапии содержит: подставку, в виде металлопластикового каркаса с четырьмя регулируемыми по высоте ножками с выемкой для верификационного фантома (1), твердое тело цилиндрической формы из полистирола (водный эквивалент с погрешностью $\leq 2\%$) диаметром 320 мм и длиной 343 мм (2) с отверстием прямоугольной формы (3) в центре для вставки матричного детектора с ионизационными камерами (5) и полупроводниковый кремниевый диодный детектор ионизирующего излучения (4).

Метод верификации лучевой терапии заключается в следующем. Верификационный фантом оригинальной конструкции устанавливается на подставке на четырех регулируемых ножках на стол компьютерного томографа и сканируется. Полученное трехмерное изображение передается в систему планирования облучения. Осуществляется расчет типового плана облучения (размер поля облучения 10×10 см, количество мониторинговых единиц 200 ME) для последующего вычисления K_{Cross} с использованием объемного изображения верификационного фантома. Для получения опорного объемного дозового распределения в цифровом формате, необходимого для определения отклонения условий облучения от предписанного, проводят экспорт рассчитанного плана из компьютерной системы планирования облучения. Верификационный фантом устанавливается в позицию верификации.

Авторы предлагают оригинальную новую схему установки верификационного фантома для проведения кросс-калибровки: на лечебном столе устанавливается твердотельный цилиндрический верификационный фантом. На его поверхности в пересечении центральных осей симметрии опорного поля (точке выхода излучения из фантома) крепится полупроводниковый кремниевый диодный детектор ионизирующего излучения, подключенный к дозиметру. Угол наклона штатива составляет 305° . Рассчитывается значение K_{Cross} . При этом для его определения с использованием рассчитанных дозовых распределений для калибровочного поля измеряются два значения интенсивности излучения: в изоцентре верификационного фантома для проведения кросс-калибровки с использованием матричного детектора с ионизационными камерами и показания полупроводникового кремниевого диодного детектора ионизирующего излучения. Значение K_{Cross} рассчитывается как среднее арифметическое двух значений интенсивности излучения (двух величин).

Верификация плана лучевой терапии осуществляется путем сравнения опорного (рассчитанного) объемного дозового распределения с распределением дозы, реально облученным на линейном ускорителе измеренным матричным детектором с ионизационными камерами, скорректированным на полученный K_{Cross} с использованием метода гамма-индексирования с заданными параметрами индексации.

Технический результат, который достигается при реализации предлагаемого устройства для проведения верификации плана лучевой терапии, заключается в повышении точности проведения верификации планов лучевой терапии за счет применения полупроводникового диодного детектора ионизирующего излучения, подключенного к дозиметру с углом наклона штатива 305° , и использования значения K_{Cross} , определяемого путем сравнения полученного дозового распределения с рассчитанным системой планирования по заданной формуле.

Таким образом, предлагаемое устройство для проведения верификации плана лучевой терапии решает поставленную задачу повышения точности проведения верификации плана лучевой терапии и может быть рекомендовано к использованию в клинической практике медицинских учреждений онкологического профиля.

Обоснование метода проведения верификации лучевой терапии. Процедура верификации плана облучения в соответствии с предложенным авторами методом начинается с перерасчета дозового распределения в условиях сеанса терапии онкологического пациента с использованием объемного изображения верификационного фантома. Затем осуществляется измерение дозы излучения матричным детектором, который является частью верификационного фантома и помещен в радиационное поле вместо тела пациента [7].

Для корректной верификации индивидуального дозового распределения в общем случае необходимой является процедура кросс-калибровки матричного детектора. С этой целью авторами было предложено калибровочное поле со следующими параметрами: угол наклона штатива 0° , угол поворота коллиматора 0° , размер радиационного поля 10×10 см, 200 мониторных единиц (МЕ), излучение – фотоны с энергией генерации 6 МэВ. Сравнение полученного дозового распределения в результате реализации такого сеанса с рассчитанным позволяет найти кросс-калибровочный коэффициент (K_{Cross}) как рассчитанное системой планирования соотношение значения ионизации в центральной точке опорного поля облучения и значения, измеренного детектором в центральной точке опорного поля облучения.

Рассчитанное планирующей системой значение точечной поглощенной дозы:

доза в изоцентре дозиметрического фантома (в центре детектора) для проведения кросс-калибровки с использованием детектора матричного анализатора – 2,566 Гр;

доза на глубине 15 мм от точки входа пучка ионизирующего излучения для проведения кросс-калибровки с использованием *in vivo* дозиметра – 2,808 Гр.

С целью установления оптимальной методики верификации, которая позволила бы учесть значение радиационного выхода медицинского линейного ускорителя, а также для установления отклонений K_{Cross} , которые могут быть получены с использованием рассматриваемых методов, авторами были проведены экспериментальные измерения данного коэффициента для следующих случаев.

1. *Использование показаний только центрального детектора матрицы.*

Фантом без закрепленного на нем диода облучали калибровочным полем излучения. Измеренные центральным детектором значения и рассчитанные величины K_{Cross} представлены в табл. 1.

Т а б л и ц а 1. Значения, измеренные центральным детектором матрицы в центральной точке опорного поля облучения (Гр), и рассчитанные величины кросс-калибровочного коэффициента K_{Cross}

Table 1. Values measured by the central detector of the matrix at the central point of the reference field of irradiation (Gy) and calculated values of the cross-calibration coefficient K_{Cross}

Условие измерений	M_1	M_2	M_3	M_4	M_5	M_6	M_7	M_8	M_9	M_{10}	Среднее значение
Центральный детектор матрицы	2,568	2,566	2,570	2,568	2,568	2,564	2,570	2,568	2,564	2,566	2,567±0,002
Величина K_{Cross}	0,999	1,000	0,998	0,999	0,999	1,001	0,998	0,999	1,001	1,000	0,999±0,001

Использование полученного K_{Cross} не представляется оптимальным, так как не учитывает радиационный выход линейного ускорителя.

2. *Использование показаний диода в точке входа излучения и центрального детектора матрицы.*

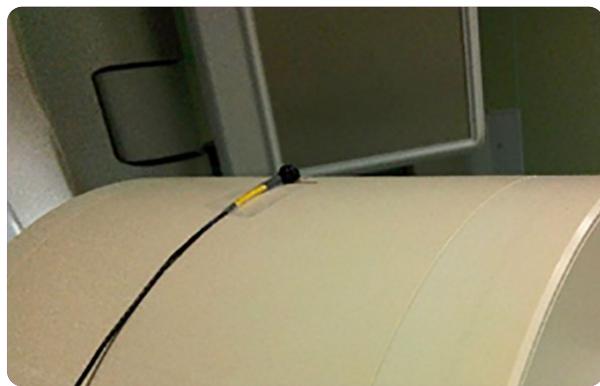


Рис. 2. Крепление диода в точке входа излучения на верификационном фантоме

Fig. 2. Fixing the diode at the point of entry of radiation on the verification phantom

Верификационный фантом с закрепленным на нем в центральной точке входа излучения диодом (рис. 2) облучали калибровочным полем. Измеренные диодным детектором и центральным детектором матрицы значения, а также рассчитанные величины K_{Cross} представлены в табл. 2.

Показания с центрального детектора матрицы при закрепленном в центральной точке входа диоде не представляются корректными и возможными к использованию при определении K_{Cross} . Это связано с тем, что центральный детектор перекрывался диодом на протяжении всего процесса облучения.

Тем не менее после проведения многочисленных измерений для центрального детек-

тора матрицы с закрепленным на поверхности фантома диодом и без него было установлено, что величину, на которую уменьшаются показания центрального детектора матрицы, возможно учесть расчетным способом. Результаты измерений представлены в табл. 3.

Т а б л и ц а 2. Значения дозы, измеренные центральным детектором матрицы в центральной точке опорного поля облучения, и значения дозы, измеренные диодом в точке входа излучения (Гр)

Table 2. Dose values measured by the central detector of the matrix at the central point of the reference radiation field and dose values measured by the diode at the radiation input point (Gy)

Условие измерений	M_1	M_2	M_3	M_4	M_5	M_6	M_7	M_8	M_9	M_{10}	Среднее значение
Центральный детектор матрицы	2,370	2,374	2,380	2,372	2,368	2,370	2,376	2,372	2,374	2,368	$2,372 \pm 0,004$
Величина K_{Cross} для центрального детектора матрицы	1,083	1,081	1,078	1,082	1,084	1,083	1,080	1,082	1,081	1,084	$1,082 \pm 0,002$
Диодный детектор	2,827	2,828	2,826	2,827	2,828	2,826	2,826	2,828	2,827	2,826	$2,827 \pm 0,001$
Величина K_{Cross} для диода	0,993	0,993	0,994	0,993	0,993	0,994	0,994	0,993	0,993	0,994	$0,993 \pm 0,001$

Т а б л и ц а 3. Величина изменения значения показания центрального детектора матрицы с диодом и без него (Гр)

Table 3. The magnitude of the change in the value of the reading of the central detector of the matrix with and without a diode (Gy)

Условие измерений	M_1	M_2	M_3	M_4	M_5	M_6	M_7	M_8	M_9	M_{10}	M_{11}	M_{12}	M_{13}	M_{14}	M_{15}	M_{16}	M_{17}	M_{18}	M_{19}	M_{20}	Среднее значение
Центральный детектор матрицы без диода	2,568	2,566	2,570	2,568	2,568	2,564	2,570	2,568	2,564	2,566	2,566	2,567	2,571	2,568	2,566	2,568	2,570	2,566	2,569	2,566	$2,567 \pm 0,002$
Центральный детектор матрицы с диодом	2,370	2,374	2,380	2,372	2,368	2,370	2,376	2,372	2,374	2,368	2,370	2,372	2,375	2,371	2,378	2,374	2,371	2,374	2,369	2,372	$2,373 \pm 0,003$
Величина изменения значения показания центрального детектора матрицы	0,198	0,192	0,190	0,196	0,200	0,194	0,194	0,196	0,190	0,198	0,196	0,195	0,196	0,197	0,188	0,194	0,199	0,192	0,200	0,194	$0,195 \pm 0,003$

3. Использование показаний диодов в точке входа и выхода излучения матрицы.

На верификационный фантом сверху и снизу в центральной точке входа и выхода излучения были закреплены полупроводниковые диоды (рис. 3).

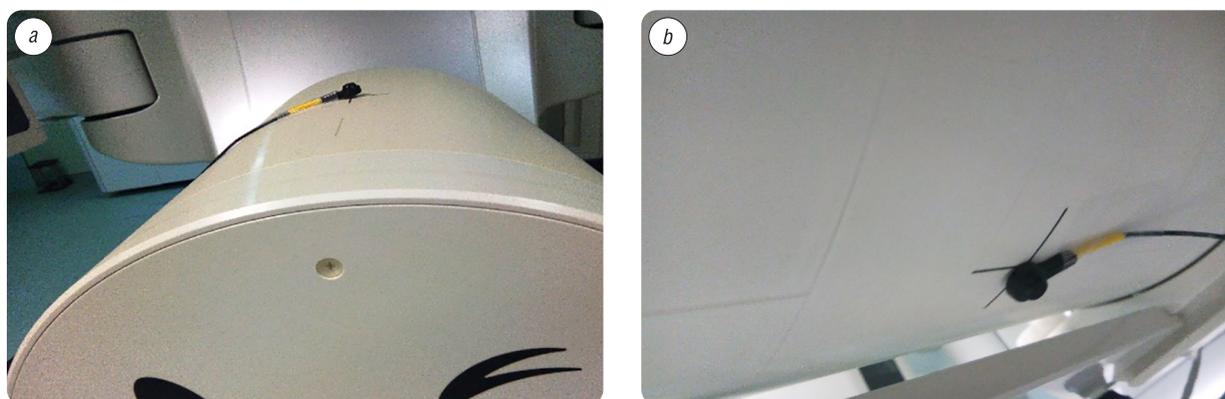


Рис. 3. Крепление диодов сверху (a) и снизу (b) на верификационном фантоме
Fig. 3. Fixing diodes from above (a) and below (b) on the verification phantom

Облучение проводилось заданным калибровочным полем. Результаты представлены в табл. 4.

Т а б л и ц а 4. Значения дозы, измеренные диодами № 1 и 2 в центральной точке входа и выхода излучения, и значения дозы, измеренные центральным детектором матрицы в центральной точке опорного поля облучения (Гр)

Table 4. Dose values measured by diodes no. 1 and 2 at the central point of entry and exit of radiation and dose values measured by the central detector of the matrix at the central point of the reference radiation field (Gy)

Условие измерений	M_1	M_2	M_3	M_4	M_5	M_6	M_7	M_8	M_9	M_{10}	Среднее значение
Центральный детектор матрицы	2,370	2,374	2,380	2,372	2,368	2,370	2,376	2,372	2,374	2,368	$2,372 \pm 0,004$
Величина K_{Cross} для центрального детектора матрицы	1,083	1,081	1,078	1,082	1,084	1,083	1,080	1,082	1,081	1,084	$1,082 \pm 0,002$
Диод № 1 сверху	2,827	2,828	2,826	2,827	2,828	2,826	2,826	2,828	2,827	2,826	$2,827 \pm 0,001$
Величина K_{Cross} для диода № 1	0,993	0,993	0,994	0,993	0,993	0,994	0,994	0,993	0,993	0,994	$0,993 \pm 0,001$
Диод № 2 снизу	0,706	0,718	0,746	0,807	0,767	0,707	0,728	0,719	0,746	0,808	$0,745 \pm 0,038$

В ходе проведения экспериментальных исследований было установлено, что крепление нижнего диода при угле наклона штатива 0° является неоптимальным и по этой причине неточным, что приводит к необходимости выбора более удобного положения штатива ускорителя для осуществления данного действия.

4. Диод сверху и снизу, наклон штатива ускорителя на угол удобный для крепления диодов.

На верификационный фантом сверху и снизу в центральной точке входа и выхода были закреплены полупроводниковые диоды (рис. 4).

Облучение проводилось стандартным калибровочным полем при угле наклона штатива 305° . Результаты измерений представлены в табл. 5.

При изменении угла наклона штатива показания диода, закрепленного сверху, изменились несущественно.

Также были рассмотрены различные методы крепления полупроводниковых детекторов на верификационном фантоме, представленные на рис. 5. Результаты измерений приведены в табл. 6.

По результатам проведенных измерений были сделаны выводы, что показания полупроводниковых диодов не зависят от способа их крепления.

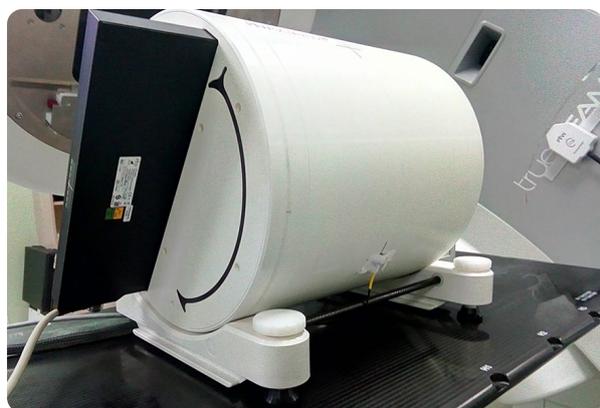


Рис. 4. Крепление диода в точке входа излучения на верификационном фантоме при угле наклона штатива ускорителя 305°

Fig. 4. Fastening the diode at the point of entry of radiation on the verification phantom at the angle of inclination of the accelerator gantry 305°

Измерения проводились для разных комбинаций диодов сверху и снизу. Несмотря на то что они были откалиброваны в одинаковых условиях, показания для диодов, закрепленных снизу, различаются между собой, что делает неприемлемым использование диода в точке выхода излучения из фантома для осуществления измерений при таком способе калибровки диодных детекторов.

Данная проблема была решена путем рекалибровки диодов № 2, 4, 6 на выходную дозу излучения. Повторные измерения показали, что величины, полученные закрепленными снизу диодами, отличались несущественно.

На основании проведенных экспериментальных исследований авторами была предложена следующая схема установки фантома для проведения кросс-калибровки. На лечебном столе устанавливается верификационный

Т а б л и ц а 5. Значения дозы, измеренные диодами №3 и 4 в центральной точке входа и выхода излучения, и значения дозы, измеренные центральным детектором матрицы в центральной точке опорного поля облучения (Гр)

Table 5. Dose values measured by diodes no. 3 and 4 at the central point of entry and exit of radiation and dose values measured by the central detector of the matrix at the central point of the reference radiation field (Gy)

Условие измерений	M_1	M_2	M_3	M_4	M_5	M_6	M_7	M_8	M_9	M_{10}	Среднее значение
Центральный детектор матрицы	2,370	2,374	2,380	2,372	2,368	2,370	2,376	2,372	2,374	2,368	2,372±0,004
Величина K_{Cross} для центрального детектора матрицы	1,083	1,081	1,078	1,082	1,084	1,083	1,080	1,082	1,081	1,084	1,082±0,002
Диод №3 сверху	2,850	2,848	2,849	2,847	2,849	2,850	2,847	2,847	2,850	2,849	2,849±0,001
Величина K_{Cross} для диода №3	0,985	0,986	0,986	0,986	0,986	0,985	0,986	0,986	0,985	0,986	0,986±0,001
Диод №4 снизу	0,578	0,564	0,598	0,576	0,562	0,594	0,576	0,562	0,578	0,586	0,577±0,013

Т а б л и ц а 6. Значения дозы, измеренные разными комбинациями диодов в центральной точке входа и выхода излучения (Гр)

Table 6. Dose values measured by different combinations of diodes at the central point of radiation input and output (Gy)

Условие измерений	M_1	M_2	M_3	M_4	M_5	M_6	M_7	M_8	M_9	M_{10}	Среднее значение
<i>Комбинация №1</i>											
Диод №1 сверху	2,827	2,828	2,826	2,827	2,828	2,826	2,826	2,828	2,827	2,826	2,827±0,001
Диод №2 снизу	0,706	0,718	0,746	0,807	0,767	0,707	0,728	0,719	0,746	0,808	0,745±0,038
<i>Комбинация №2</i>											
Диод №3 сверху	2,850	2,848	2,849	2,847	2,849	2,850	2,847	2,847	2,850	2,849	2,849±0,001
Диод №4 снизу	0,578	0,564	0,598	0,576	0,562	0,594	0,576	0,562	0,578	0,586	0,577±0,013
<i>Комбинация №3</i>											
Диод №5 сверху	2,834	2,835	2,838	2,835	2,836	2,836	2,837	2,838	2,834	2,836	2,836±0,001
Диод №6 снизу	0,603	0,605	0,615	0,601	0,608	0,611	0,611	0,617	0,604	0,605	0,608±0,005



Рис. 5. Способы крепления полупроводниковых диодов
Fig. 5. Methods of fastening semiconductor diodes

фантом Octavius 4D. На его поверхности в центральной точке опорного поля (точках входа и выхода излучения в фантом) закрепляются полупроводниковые диоды, подключенные к дозиметру VIVODOS. Верификационный фантом с закрепленным на нем полупроводниковым диодом облучается калибровочным полем фотонного излучения энергией 6 МэВ, размером 10×10 см с известным количеством мониторинговых единиц (200 ME). Облучение проводится под углом наклона штатива 305°.

Была проведена кросс-калибровка с применением *in vivo* измерений дозы. Значение K_{Cross} определялось путем сравнения полученного дозового распределения с рассчитанным планирующей системой по формуле

$$K_{\text{Cross}} = D_{\text{REFO}} / M_{\text{REFO}}, \quad (1)$$

где D_{REFO} – значение дозы в центральной точке реперного поля облучения (статическое поле 10×10 см), рассчитанное системой планирования, при проведении облучения с направления, перпендикулярного поверхности плоского детектора ионизирующего излучения сверху; M_{REFO} – измеренное диодом значение входной дозы при проведении облучения с направления, перпендикулярного поверхности диода.

В случае использования значений выходной дозы расчет K_{Cross} осуществляется согласно выражению

$$K_{\text{Cross}} = \frac{1}{2} \left(\frac{2 \cdot D_{\text{calc}}}{M_{\text{refDin}} + k_{\text{shD}} M_{\text{refDout}}} + \frac{D_{\text{calc}}}{M_{\text{refA}} k_{\text{shA}}} \right), \quad (2)$$

где D_{calc} – значение дозы, рассчитанное КСПО; M_{refDin} – измеренное входным диодом значение дозы; M_{refDout} – измеренное выходным диодом значение дозы; k_{shD} – коэффициент учитывающий заслон выходного диода; k_{shA} – коэффициент учитывающий заслон центрального детектора матрицы.

Закключение. Авторами проведен анализ существующих технических средств и методик проведения верификации планов лучевой терапии на медицинских линейных ускорителях электронов. Предложены система и метод, которые позволяют повысить точность проведения данной процедуры за счет оригинальной конструкции и использования полученного кросс-калибровочного коэффициента, определяемого с учетом значения радиационного выхода медицинского линейного ускорителя непосредственно в момент осуществления данной процедуры и сеанса лучевой терапии, а также способ проведения верификации плана лучевой терапии с их применением. Облучение проводилось со следующими параметрами калибровочного поля: энергия излучения 6 МэВ, размер поля 10×10 см, количество мониторинговых единиц 200, мощность дозы 6 Гр/мин, угол наклона штатива 305° , угол поворота коллиматора 0° . Полупроводниковый диод крепился на поверхности фантома в точке входа излучения. В качестве коэффициента кросс-калибровки использовалось значение, полученное при измерении с помощью *in vivo* дозиметра входной дозы.

При проведении процедуры кросс-калибровки были сделаны выводы о том, что показания полупроводниковых диодов не зависят от угла наклона штатива линейного ускорителя и от способа их крепления на верификационном фантоме. При этом показания для различных диодов одного типа и калиброванных в одних условиях, закрепленных на фантоме с обратной стороны от направления пучка излучения линейного ускорителя, значительно различались, что потребовало их рекалибровки на выходную дозу облучения.

Список использованных источников

1. Тарутин, И. Г. Применение линейных ускорителей электронов в высокотехнологичной лучевой терапии / И. Г. Тарутин, Е. В. Титович. – Минск: Беларус. навука, 2014. – 175 с.
2. Титович, Е. В. Верификационные мероприятия при облучении пациентов с использованием методики IMRT в РНПЦ ОМР им. Н. Н. Александрова / Е. В. Титович, И. Г. Тарутин, Г. В. Гацкевич // Украин. радиол. журн. – 2014. – Т. 22, № 2. – С. 54–57.
3. Kesen, N. D. *In Vivo* Dosimetry In External Radiotherapy / N. D. Kesen // Turk Onkoloji Dergisi. – 2017. – Vol. 32, № 4. – P. 173–180. <https://doi.org/10.5505/tjo.2017.1667>
4. Смирнов, В. В. Сравнительные характеристики полупроводниковых *in vivo*-дозиметров / В. В. Смирнов. – СПб., 2015. – 60 с.
5. Al-Tae, A. A. *In vivo* dosimetry evaluation of semiconductor diodes and Thermoluminescence Detectors (TLDS) in advanced radiotherapy techniques / A. A. Al-Tae, W. Abdul-Fattah Saleh, M. M. Khalil // Oncology and Radiotherapy. – 2020. – Vol. 14, № 4. – P. 31–42.
6. IAEA Human Health Reports No. 8 Development of Procedures for *In Vivo* Dosimetry in Radiotherapy International Atomic Energy Agency [Electronic resource]. – Mode of access: https://www-pub.iaea.org/MTCD/Publications/PDF/Pub1606_web.pdf – Date of access: 01.11.2021.

7. *In Vivo Dosimetry System* [Electronic resource]. – Mode of access: <https://www.elsesolutions.com/wp-content/uploads/2015/07/In-Vivo-Dosimetry.pdf> – Date of access: 01.11.2021

8. Van Dam, J. *Methods for in vivo dosimetry in external radiotherapy* / J. Van Dam, G. Marinello. – 2nd ed. – Brussel: ESTRO, 2006. – 79 p.

9. *In vivo dosimetry* [Electronic resource]. – Mode of access: <https://international.anl.gov/training/materials/AX/Kudchadker/3-Invivo-dosimetry.pdf> – Date of access: 01.11.2021.

References

1. Tarutin I. G., Titovich E. V. *Application of Linear Electron Accelerators in High-Tech Radiation Therapy*. Minsk, Belaruskaya navuka Publ., 2014. 175 p. (in Russian).

2. Titovich E. V., Tarutin I. G., Gackevich G. V. Verification activities during the irradiation of patients using the IMRT methodology at the N. N. Aleksandrov National Cancer Centre. *Ukrainskiy radiologicheskii zhurnal* [Ukrainian Radiological Journal], 2014, vol. 22, no. 2. pp. 54–57 (in Russian).

3. Kesen N. D. *In Vivo Dosimetry In External Radiotherapy*. *Turk Onkoloji Dergisi*, 2017, vol. 32, no. 4, pp. 173–180. <https://doi.org/10.5505/tjo.2017.1667>

4. Smirnov V. V. *Comparative Characteristics of Semiconductor In Vivo Dosimeters*. St. Petersburg, 2015. 60 p.

5. Al-Tae A. A., Abdul-Fattah Saleh W., Khalil M. M. *In vivo dosimetry evaluation of semiconductor diodes and Thermoluminescence Detectors (TLDS) in advanced radiotherapy techniques*. *Oncology and Radiotherapy*, 2020, vol. 14, no. 4. pp. 31–42.

6. *IAEA Human Health Reports No. 8 Development of Procedures for In Vivo Dosimetry in Radiotherapy International Atomic Energy Agency*. Available at: https://www-pub.iaea.org/MTCD/Publications/PDF/Pub1606_web.pdf (accessed 1 November 2021).

7. *In Vivo Dosimetry System*. Available at: <https://www.elsesolutions.com/wp-content/uploads/2015/07/In-Vivo-Dosimetry.pdf> (accessed 1 November 2021).

8. Van Dam J., Marinello G. *Methods for In Vivo Dosimetry in External Radiotherapy*. 2nd ed. Brussel, ESTRO, 2006. 79 p.

9. *In vivo dosimetry*. Available at: <https://international.anl.gov/training/materials/AX/Kudchadker/3-Invivo-dosimetry.pdf> (accessed 1 November 2021).

Информация об авторах

Петкевич Максим Николаевич – начальник отдела по инженерному обеспечению лучевой терапии, Республиканский научно-практический центр онкологии и медицинской радиологии имени Н. Н. Александрова (аг. Лесной, 223040, Минский район, Минская область, Республика Беларусь). E-mail: maxpetkevichn@gmail.com

Титович Егор Владимирович – специалист по базам данных (медицинская физика), Международное агентство по атомной энергии (а/я 100, 1400, Вена, Австрия). E-mail: e.v.titovich@gmail.com

Information about the authors

Maksim N. Piatkevich – Head of the Department for Engineering Support of Radiation Therapy, N. N. Alexandrov National Cancer Centre of Belarus (agro-town Lesnoy, 223040, Minsk District, Minsk Region, Republic of Belarus). E-mail: maxpetkevichn@gmail.com

Egor V. Titovich – Associate Database Officer (Medical Physics), International Atomic Energy Agency (PO Box 100, 1400, Vienna, Austria). E-mail: e.v.titovich@gmail.com

ДИАГНОСТИКА И БЕЗОПАСНОСТЬ ТЕХНИЧЕСКИХ И ПРИРОДНЫХ СИСТЕМ
DIAGNOSTICS AND SAFETY OF TECHNICAL AND ENVIRONMENT SYSTEMS

UDC 004.942
<https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-250-256>

Received 14.10.2021
Поступила в редакцию 14.10.2021

Artsiom Yu. Shamyna, Alexandr K. Labokha, Aliaksei D. Ardziaka

Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics, Minsk, Republic of Belarus

**THE USE OF THE *WRF* NUMERICAL WEATHER FORECASTING MODEL IN MODELING
EMERGENCY SITUATIONS AT BELARUSIAN NPP**

Abstract. The expediency of using *Weather Research and Forecasting (WRF)* numerical weather forecast model as a source of meteorological data during modeling of radioactive substances transfer in the atmosphere is considered, *WRF* technical details are briefly described. As the reference emergency scenario, the scenario of the maximum design accident hypothetically occurring at Belarusian Nuclear Power Plant (BelNPP) 12 UTC 21.03.2021 was chosen. Four numerical experiments with *Global Forecast System (GFS)* and *WRF* meteorological data and *RIMPUFF* and *LASAT* atmospheric diffusion models were performed in *JRODOS* Decision Support Systems (DSS). For each experiment, maps of underlying surface potential radioactive contamination of I_{131} were created. The potential contamination of the underlying surface I_{131} from 5 to 100 km from the BelNPP was assessed. The dependency graph of the maximum underlying surface contamination with I_{131} on the distance from the BelNPP was plotted based on the experiments results. The obtained results indicate the prospects of using the *WRF* meteorological model in the DSS at various stages of the emergency situations development at the BelNPP.

Keywords: radioactive contamination, BelNPP, numerical weather forecast, decision support system, numerical simulation

For citation: Shamyna A. Yu., Labokha A. K., Ardziaka A. D. The use of the *WRF* numerical weather forecasting model in modeling emergency situations at Belarusian NPP. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2022, vol. 67, no. 2, pp. 250–256. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-250-256>

А. Ю. Шамына, А. К. Лабоха, А. Д. Ардяко

Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники, Минск, Республика Беларусь

**ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ЧИСЛЕННОЙ МОДЕЛИ ПРОГНОЗА ПОГОДЫ *WRF* ПРИ МОДЕЛИРОВАНИИ
РАЗВИТИЯ АВАРИЙНЫХ СИТУАЦИЙ НА БЕЛОРУССКОЙ АЭС**

Аннотация. Рассмотрена возможность использования численной модели прогноза погоды *Weather Research and Forecasting (WRF)* как источника метеорологических данных при моделировании переноса радиоактивных веществ в атмосфере, обозначены технические детали использования *WRF*. Для моделирования аварийной ситуации был выбран сценарий максимальной проектной аварии, гипотетически произошедшей в 12.00 на Белорусской АЭС (БелАЭС) 21 марта 2021. Четыре численных эксперимента с метеорологическими данными *Global Forecast System (GFS)* и *WRF* и моделями атмосферной диффузии *RIMPUFF* и *LASAT* были выполнены в системах поддержки принятия решений *JRODOS*. Для каждого эксперимента созданы карты потенциального радиоактивного загрязнения подстилающей поверхности I_{131} . Проанализировано потенциальное загрязнение подстилающей поверхности I_{131} на расстоянии от 5 до 100 км от БелАЭС. Построен график зависимости максимального загрязнения I_{131} подстилающей поверхности от расстояния от БелАЭС для проведенных экспериментов. Полученные результаты свидетельствуют о перспективности использования метеорологической модели *WRF* в системах поддержки принятия решений на различных стадиях развития аварийных ситуации на БелАЭС.

Ключевые слова: радиоактивное загрязнение, Белорусская АЭС, численные модели прогноза погоды, системы поддержки принятия решений, численное моделирование

Для цитирования: Шамына, А. Ю. Использование численной модели прогноза погоды *WRF* при моделировании развития аварийных ситуаций на Белорусской АЭС / А. Ю. Шамына, А. К. Лабоха, А. Д. Ардяко // Вест. Нац. акад. наук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2022. – Т. 67, №2. – С. 250–256. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-250-256>

Introduction. Operational assessments during an accident, prediction of its development and possible damage are an integral part of the emergency response to any emergency with radiological consequences. Currently, there is a large number of Decision Support Systems (DSS) that make it possible to assess the predicted radiation situation at different stages of emergency development. However, the result of their work directly depends on the quality of input parameters: release characteristics, weather conditions, terrain parameters, etc.

The use of the *Weather Research and Forecasting (WRF)* [1] numerical meteorological model was applied to increase the spatial resolution of the initial fields of meteorological data in the works on modeling the transport of radioactive substances as a result of the Chernobyl accident [2] and the accident at Fukushima-1 NPP [3]. The results obtained in these works demonstrate the consistency of such an approach.

The main goal of this study is to improve the characteristics of the forecast of the transport of radioactive substances in the atmosphere by increasing the spatial and temporal resolution of weather data using the *WRF* numerical weather prediction model.

This paper considers the possibility of applying the data of the numerical weather forecast model *WRF* as inputs for short-term emergency forecasts, calculated on the basis of weather data of the *Global Forecast System (GFS)* [4], which are supplied by the US National Weather Service. *WRF* data differ from the initial *GFS* data in higher spatial and temporal resolution, which is achieved by numerical solution of non-hydrostatic equations and use of nested calculation grids, taking into account local terrain features. *GFS* data are used to initialize initial values and set *WRF* boundary conditions.

To predict the transport of radioactive substances as a result of a radiation accident, as well as the expected dose loads, the *JRODOS SRP* [5] with *RIMPUFF* [6] and *LASAT* [7] atmospheric diffusion models was used in this work. The maximum design basis accident (MDBA) scenario, described in the environmental impact assessment report of the Belarusian Nuclear Power Plant (BelNPP) [7], was chosen as the basic emergency scenario.

Preparing the WRF model for the experiment. The *WRF* predictive model is delivered as open-source code, written primarily in the Fortran programming language. This approach allows for flexible customization of the model at the source code level, taking into account the platform used and the tasks to be solved. However, to run the model, it must be compiled beforehand. In addition to the compiler, the required libraries must be installed, which makes it somewhat difficult to use the model for inexperienced users. To simplify the deployment of the *WRF* environment on different platforms, it is proposed to use the Docker application containerizer. *WRF* is intended to be used on *Linux*.

This paper uses version *WRF* 4.1.5, the source code of which was taken from the *GitHub* repository [8]. Running the model requires pre-processing the data. For this purpose, the *WRF Pre-Processing System (WPS)* is used, it consists of three modules. Similar to *WRF*, *WPS* is compiled from source code. The *WPS* version is the same as the *WRF* version. A script was written to automate the sequential launch of the *WPS* modules and the subsequent launch of *WRF*.

Description of the numerical experiment. In order to test the hypothesis about possibility and expediency of *WRF* use, in the present paper it is proposed to consider the IPA scenario at BelNPP for several data sets: *GFS* and *WRF* built on its basis. It is also supposed to consider simulation of the chosen emergency scenario using several atmospheric diffusion models: *RIMPUFF* and *LASAT*.

The weather data were selected for 21.03.2021. For the specified date the sets of forecast weather data *GFS* were downloaded from the file storage *NCAR (National Center for Atmospheric Research)* in *GRIB2* format. The dataset contains many values of meteorological parameters with reference to the spatial grid for different isobaric heights. The forecast duration is 48 hours with a step of 3 hours. The spatial resolution of the data grid is 0.5° (for Belarusian latitudes the cell size is ~ 54 km in the northern direction and ~ 30 km in the eastern direction).

The downloaded data is used as input for running the *WRF*. The spatial resolution of the obtained data was ~ 5 km, and the temporal resolution was 1 hour. Figure 1 shows a cartographic visualization of the air temperature at a height of 2 m for 06 UTC 21.03.2021 within a radius of 100 km from BelNPP from two data sets – *GFS* and *WRF*.

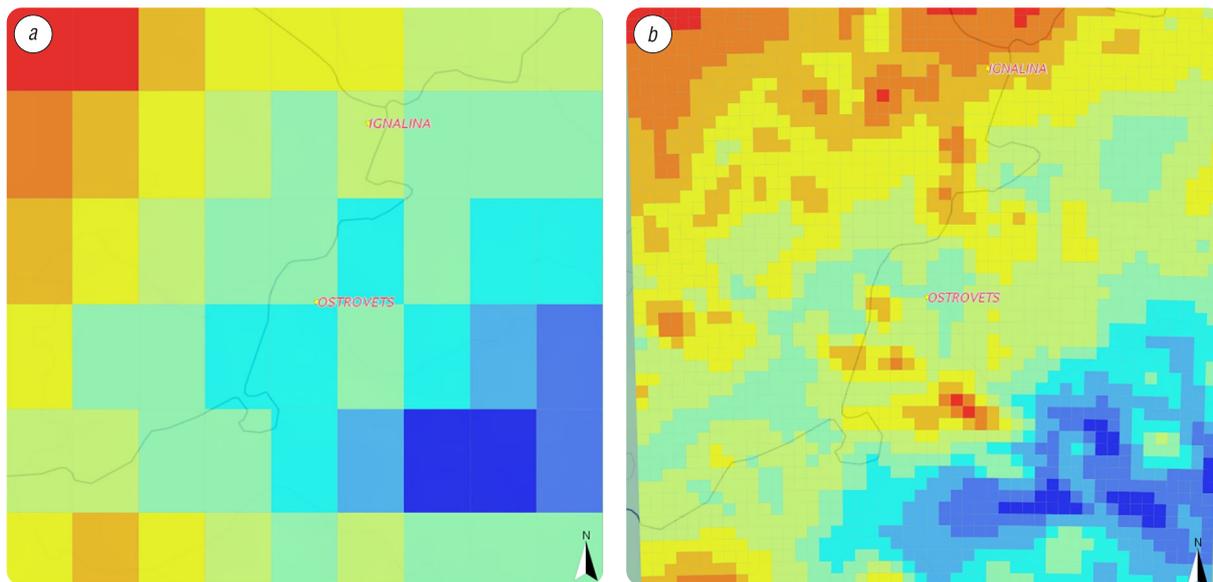


Figure 1. Air temperature at 2 m altitude for 06 UTC 21.03.2021: *a* – *GFS*; *b* – *WRF*

The emergency scenario of the PSA assumes release of a large amount of radioactive substances (RS) into the atmosphere in 1 hour. The main characteristics of the emergency release are presented in the Table.

Characteristics of the maximum design basis accident RS release

Name	Value
Simulation period	24 hours
Emission duration	1 hour
Dynamics of upper and lower limit of emission	21–25 m
Effective diameter of the source	3 m
Output speed	1.8 m/s
Overheating	30 °C
Activity I_{131} , Bq	$3.1 + E15$
Activity Cs_{137} , Bq	$3.5 + E14$

It is assumed that the incident occurred at 12.00 UTC 21.03.2021. Taking into account the above, as well as the parameters of the release, the initial simulation parameters were set in the created *JRODOS* project. For modeling, the “*EmergencyLite*” model chain was used, which in addition to the models of RS transfer and radiation dose assessment includes models on food contamination and taking counter-measures.

Four numerical experiments were performed, which differed from each other by atmospheric diffusion models and by the meteorological data sets used. The atmospheric diffusion model *RIMPUFF* with the *GFS* and *WRF* meteorological data sets and *LASAT* with the *GFS* and *WRF* sets were considered.

The obtained results of contamination of the underlying surface with I_{131} isotope in 24 hours (22.03.2021 12 UTC) after the hypothetical incident are shown in the figures below (Figures 2–5).

Figure 6 shows the maximum values of I_{131} contamination of the underlying surface at a distance of 5 to 100 km from the BelNPP, obtained as a result of numerical experiments.

Conclusion. The obtained results indicate the possibility of using the *WRF* model meteorological data in the context of modeling an emergency situation with RS emission into the atmosphere. The created as a result of its work meteorological data of higher spatial and temporal resolution in comparison with the original *GFS* data allow, probably, a more accurate assessment of the transfer of RS as a result of an emergency incident. Especially promising is the possibility of connecting the module of assimilation of observational data, the use of which can also potentially increase the quality and accuracy of the forecast.

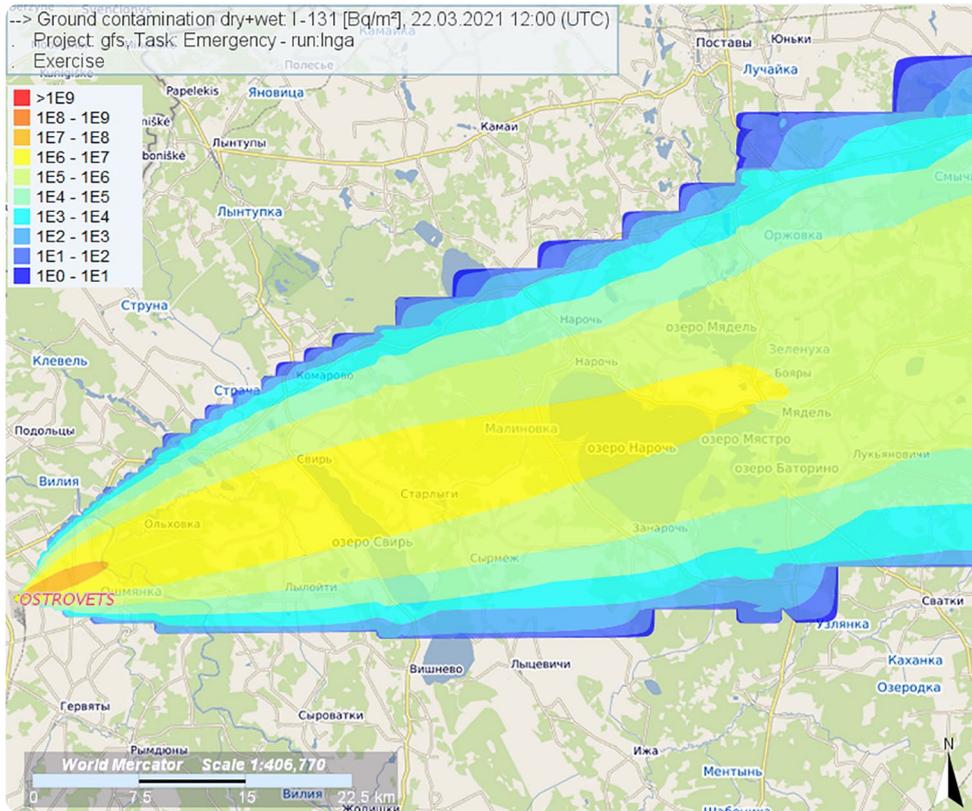


Figure 2. Contamination of the underlying surface with I_{131} isotope as of 22.03.2021 12 UTC, obtained using GFS and RIMPUFF, Bq/m^2

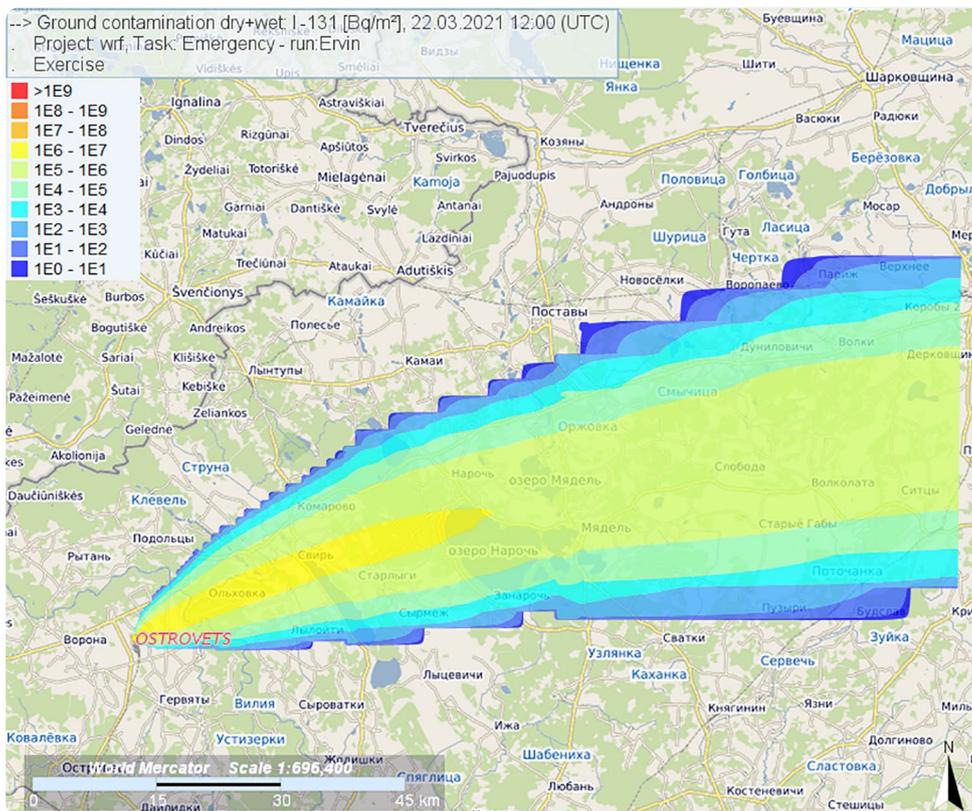


Figure 3. Contamination of the underlying surface with I_{131} isotope as of 22.03.2021 12 UTC, obtained using WRF and RIMPUFF, Bq/m^2

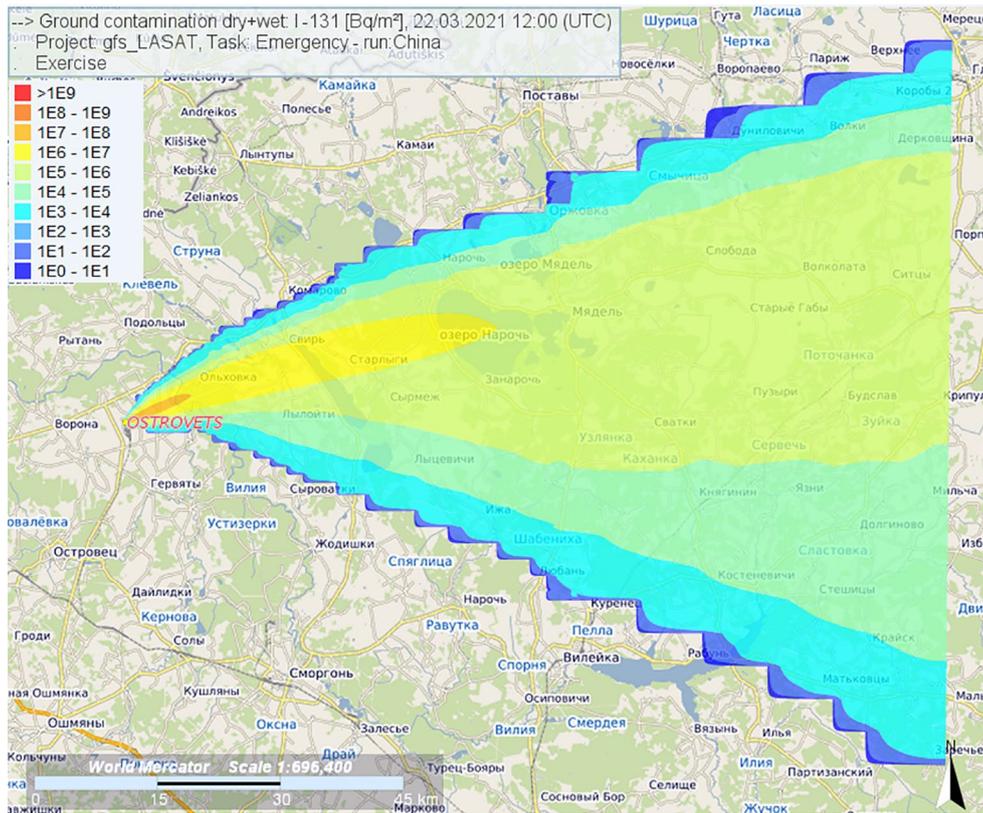


Figure 4. Contamination of the underlying surface with I_{131} isotope as of 22.03.2021 12 UTC, obtained using *GFS* and *LASAT*, Bq/m²

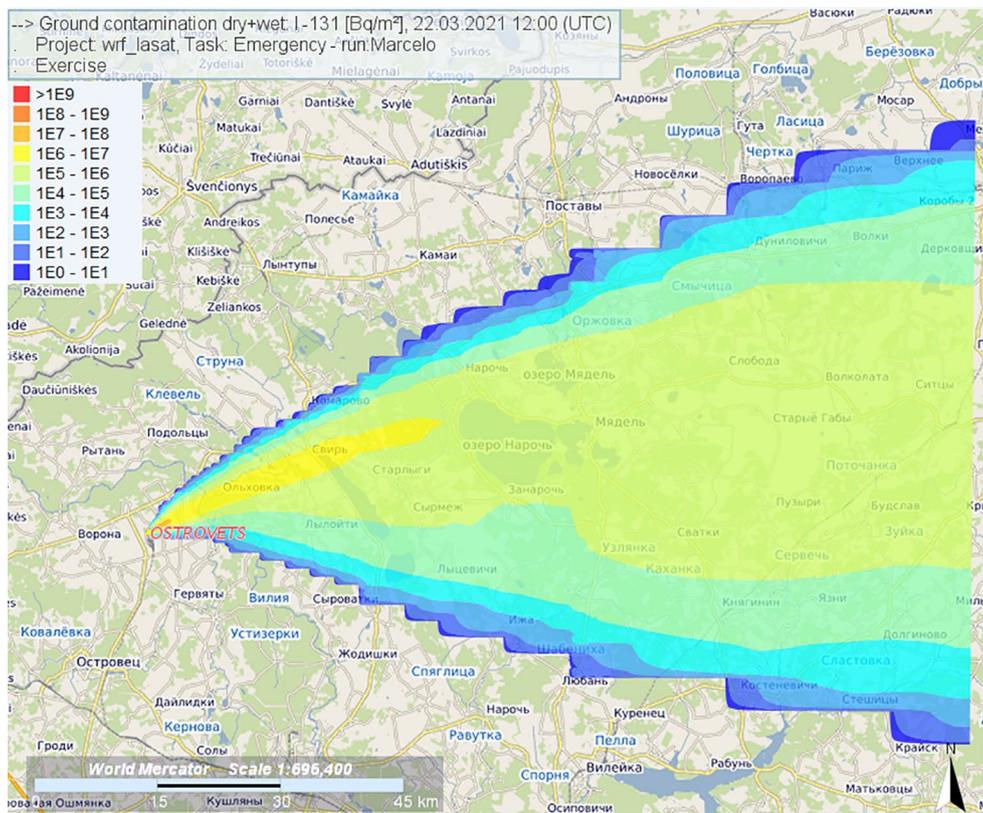


Figure 5. Contamination of the underlying surface with I_{131} isotope as of 22.03.2021 12 UTC, obtained using *WRF* and *LASAT*, Bq/m²

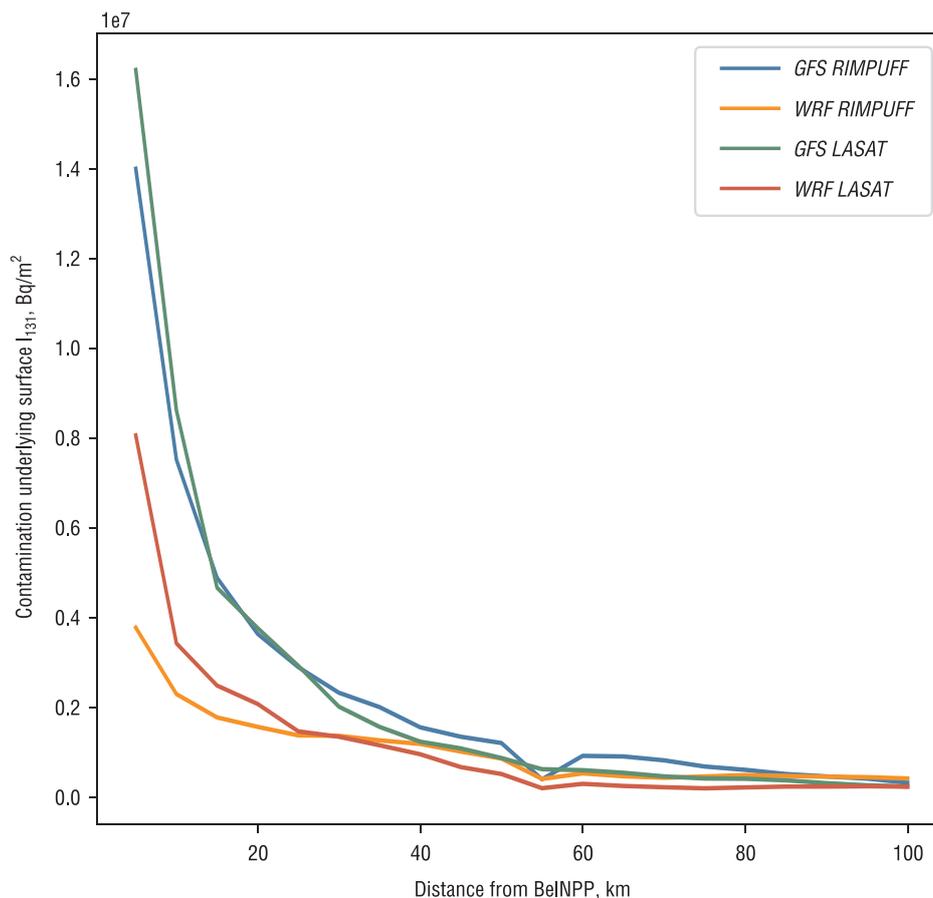


Figure 6. Maximum values of contamination density of the underlying surface I_{131} , Bq/m²

However, the use of *WRF* requires certain skills, as well as additional time for calculation, which can negatively affect the speed of protective measures in case of an emergency. Therefore, the feasibility of using *WRF* data requires additional research.

References

1. Weather Research and Forecasting Model. *MMM: Mesoscale & Microscale Meteorology Laboratory*. 2022. Available at: <https://www.mmm.ucar.edu/weather-research-and-forecasting-model> (accessed 24 January 2022).
2. Skrynyk, O., voloshchuk, V., Budak, I., Bubin, S. Regional HYSPLIT simulation of atmospheric transport and deposition of the Chernobyl 137Cs releases. *Atmospheric Pollution Research*, 2019, vol. 10, no. 6, pp. 1953–1963. <https://doi.org/10.1016/j.apr.2019.09.001>
3. Rubinstein K. G., Nabokova E. M., Ignatov R. Y., Smirnova M. M., Arutunyan R. V., Semyonov V. N., Sorokovikova O. S., Fokin A. V., Pripachkin D. A. Calculation of Surface Tracer Concentration by Set of Hydrodynamic Weather Forecast Model and Lagrangian Model of Atmospheric Dispersion. *Journal of Environmental Science and Engineering*, 2012, no. 1, pp. 43–61.
4. *Global Forecast System* | National Centers for Environmental Information. 2022. Available at: <https://www.ncdc.noaa.gov/data-access/model-data/model-datasets/globalforecast-system-gfs> (accessed 23 March 2021).
5. *JRodos: An off-site emergency management system for nuclear accidents*. Available at: <https://resy5.iket.kit.edu/JRODOS> (accessed 24 January 2022).
6. Thykier-Nielsen S., Deme S., Mikkelsen T. *Description of the Atmospheric Dispersion Module RIMPUFF. Report RODOS (WG2)-TN (98)-02*, 1999. Available at: https://resy5.iket.kit.edu/RODOS/Documents/Public/HandbookV5/Volume3/4_2_6_RIMPUFF.pdf
7. LASAT – A computer program for the calculation of pollutant dispersion in the atmosphere. *Janicke Consulting Environmental Physics*. 2022. Available at: <https://www.janicke.de/en/lasat.html> (accessed 24 January 2022).
8. *Validation of Investments in the Nuclear Power Plant Construction in the Republic of Belarus. Book 11. Environmental Impact Assessment. Part 8. EIA Report. Part 8.3. NPP Environmental Impact Assessment, 2010*. Available at: <http://www.belaes.by/images/Part8.3.pdf> (accessed 24 January 2022).
9. WRF-ARW Modeling System. *The official repository for the Weather Research and Forecasting (WRF) model*. 2022. Available at: <https://github.com/wrf-model/WRF> (accessed 24 January 2022).

Information about the authors

Artsiom Yu. Shamyina – Master of Engineering, Senior Lecturer, Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics (9, Gikalo Str., 220013, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: shamyina@bsuir.by

Alexandr K. Labokha – Master, Assistant, Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics (9, Gikalo Str., 220013, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: labokha.poit@bsuir.by

Aliaksei D. Ardyaka – Ph. D. student, Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics (9, Gikalo Str., 220013, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: ardyakon@gmail.com

Информация об авторах

Шамына Артем Юрьевич – магистр технических наук, старший преподаватель, Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники (ул. Гикало, 9, 220013, Минск, Республика Беларусь). E-mail: shamyina@bsuir.by

Лабоха Александр Константинович – магистр, ассистент, Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники (ул. Гикало, 9, 220013, Минск, Республика Беларусь). E-mail: labokha.poit@bsuir.by

Ардяко Алексей Дмитриевич – аспирант, Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники (ул. Гикало, 9, 220013, Минск, Республика Беларусь). E-mail: ardyakon@gmail.com