

ВЕСЦІ

НАЦЫЯНАЛЬнай

АКАДЭМІі НАВУК БЕЛАРУСІ

СЕРЫЯ ФІЗІКА-ТЭХНІЧНЫХ НАВУК. 2026. Т. 71, №1

ИЗВЕСТИЯ

НАЦИОНАЛЬНОЙ

АКАДЕМИИ НАУК БЕЛАРУСИ

СЕРИЯ ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИХ НАУК. 2026. Т. 71, №1

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

Выходит четыре раза в год

Учредитель – Национальная академия наук Беларуси

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

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

Г л а в н ы й р е д а к т о р

Сергей Антонович Чижик –

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

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

С. С. Щербаков – Президиум Национальной академии наук Беларуси, Минск, Республика Беларусь
(заместитель главного редактора)

И. А. Старостина (ведущий редактор журнала)

Д. Басаран – Университет Буффало, Буффало, Соединенные Штаты Америки

П. А. Витязь – Государственное научно-производственное объединение порошковой металлургии –
Институт порошковой металлургии имени академика О. В. Романа, Минск, Республика Беларусь

Дзефэн Ван – Юго-Западный университет Цзяотун, Чэнду, Китайская Народная Республика

В. Г. Залесский – Президиум Национальной академии наук Беларуси, Минск, Республика Беларусь

- В. В. Зильбершмидт** – Международный центр виброударных систем, Школа механического, электрического и технологического машиностроения им. Вольфсона Университета Лафборо, Лафборо, Великобритания
- А. Ф. Ильющенко** – Государственное научно-производственное объединение порошковой металлургии – Институт порошковой металлургии имени академика О. В. Романа, Минск, Республика Беларусь
- М. Консари** – Университет штата Луизиана, Батон-Руж, Соединенные Штаты Америки
- 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. П. Ласковнѳв** – Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси, Минск, Республика Беларусь
- А. М. Маляревич** – Белорусский национальный технический университет, Минск, Республика Беларусь
- Н. А. Махутов** – Институт машиноведения имени А. А. Благонравова Российской академии наук, Москва, Российская Федерация
- В. В. Митюшев** – Краковский политехнический университет им. Тадеуша Костюшко, Краков, Республика Польша
- Н. К. Мышкин** – Институт механики металлополимерных систем имени В. А. Белого Национальной академии наук Беларуси, Гомель, Республика Беларусь
- Нгуен-Ву Тронг** – Национальный институт прикладной механики и информатики Вьетнамской академии наук и технологий, Хошимин, Социалистическая Республика Вьетнам
- С. В. Панин** – Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Российская Федерация
- О. Г. Пенязков** – Институт тепло- и массообмена имени А. В. Лыкова Национальной академии наук Беларуси, Минск, Республика Беларусь
- 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
- Шуньин Ци** – Совместный институт Даляньского политехнического университета и Белорусского государственного университета, Далянь, Китайская Народная Республика

*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. 2026. Т. 71, № 1

Выходит на русском, белорусском и английском языках

Редактор *И. А. Старостина*
Компьютерная верстка *Ю. А. Агейчик*

Подписано в печать 12.03.2026. Выход в свет 26.03.2026. Формат 60 × 84¹/₈. Бумага офсетная.
Печать цифровая. Усл. печ. л. 10,23. Уч.-изд. л. 11,3. Тираж 52 экз. Заказ 40.
Цена номера: индивидуальная подписка – 15,86 руб., ведомственная подписка – 35,17 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, 220084, г. Минск, Республика Беларусь

© Оформление. РУП «Издательский дом «Беларуская навука»,
Вестці Нацыянальнай акадэміі навук Беларусі. Серыя фізіка-тэхнічных навук, 2026

PROCEEDINGS OF THE NATIONAL ACADEMY OF SCIENCES OF BELARUS

PHYSICAL-TECHNICAL SERIES, 2026, vol. 71, no. 1

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

Issued four times a year

Founder is the National Academy of Sciences of Belarus

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

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

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

Sergei A. Chizhik – A. V. Luikov Heat and Mass Transfer Institute 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

Sergei S. Sherbakov – Presidium of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Republic of Belarus
(Deputy Editor-in-Chief)

Irina A. Starostsina (lead editor)

Cemal Basaran – University of Buffalo, Buffalo, United States of America

Pyotr A. Vityaz – State Scientific and Production Association of Powder Metallurgy – Academician O. V. Roman
Institute of Powder Metallurgy, Minsk, Republic of Belarus

Zefeng Wang – Southwest Jiaotong University, Chengdu, People’s Republic of China

Vitali G. Zalesski – Presidium of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Republic of Belarus

Vadim V. Silberschmidt – International Centre of Vibro-Impact Systems, Wolfson School of Mechanical
and Manufacturing Engineering at Loughborough University, Loughborough, United Kingdom

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

Michael Khonsari – Louisiana State University, Baton Rouge, United States of America

Sergei M. Kostromitsky – Radio Engineering Center 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

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

Alexander P. Laskovnev – Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk,
Republic of Belarus

Alexander M. Malyarevich – Belarusian National Technical University, Minsk, Republic of Belarus
Nikolay A. Makhutov – Mechanical Engineering Research Institute of the Russian Academy of Sciences,
Moscow, Russian Federation
Vladimir V. Mityushev – Cracow University of Technology, Krakow, Republic of Poland
Nikolai K. Myshkin – V. A. Belyi Metal-Polymer Research Institute of the National Academy of Sciences
of Belarus, Gomel, Republic of Belarus
Nguyen-Vu Truong – National Institute of Applied Mechanics and Informatics, Vietnam Academy of Science
and Technology, Ho Chi Minh City, Socialist Republic of Vietnam
Sergey V. Panin – Institute of Strength Physics and Materials Science of the Siberian Branch of the Russian
Academy of Sciences, Tomsk, Russian Federation
Oleg G. Penyazkov – A. V. Luikov Heat and Mass Transfer Institute of the National Academy of Sciences
of Belarus, Minsk, Republic of Belarus
Valery 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
Shunying ji – Joint Institute of Dalian University of Technology and Belarusian State University, Dalian,
People's Republic of China

Address of the Editorial Office:
1, Akademicheskaya St., 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, 2026, vol. 71, no. 1
Printed in Russian, Belarusian and English languages

Editor *I. A. Starostina*
Computer imposition *Yu. A. Aheichyk*

It is sent of the press 12.03.2026. Appearance 26.03.2026. Format $60 \times 84^{1/8}$. Offset paper. The press digital.
Printed pages 10,23. Publisher's signatures 11,3. Circulation 52 copies. Order 40.
Number price: individual subscription – 15,86 byn., departmental subscription – 35,17 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 St., Minsk, 220084,
Republic of Belarus.

© Formalization. RUE "Publishing House "Belaruskaya navuka",
Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series, 2026

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

СОДЕРЖАНИЕ

МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ, МЕТАЛЛУРГИЯ

Ильюшенко А. Ф., Лецко А. И., Кузнечик О. О., Парницкий Н. М., Реутёнок Ю. А., Николайчук Т. А. Анализ существующих методов и аддитивных технологий 3D-печати полимерно-керамическими материалами (на английском языке)	7
Руденков А. С., Рогачев А. В., Пилипцов Д. Г. Влияние азотирования на структуру и механические свойства углеродных покрытий, легированных цирконием и кремнием.....	18
Романов И. М., Латушкина С. Д., Щербакова Е. Н., Посылкина О. И. Влияние высокотемпературного отжига на структуру, фазовый состав и резистивные свойства пленок, полученных магнетронным распылением мишени состава $\text{MoSi}_2 + 20 \text{ мас.}\% \text{ SiC}$	31
Королёв А. Ю., Томило В. А., Нисс В. С. Эффективность процессов повышения качества поверхности в управляемых импульсных режимах электролитно-плазменной обработки	39

ЭНЕРГЕТИКА, ТЕПЛО- И МАССООБМЕН

Голубев В. П., Шевчик Н. Е., Дегтеров Д. В., Асадчий А. Н., Василевич С. В. Получение древесного угля путем пиролиза древесины в присутствии сверхвысокочастотного электромагнитного поля	48
--	----

РАДИОЭЛЕКТРОНИКА, ПРИБОРОСТРОЕНИЕ

Цуприк С. В., Солонар А. С., Хмарский П. А. Статистический синтез байесовского алгоритма сегментации изображения и измерения координат воздушных объектов (на английском языке).....	57
Ковальчук Н. С., Мильчанин О. В., Комаров Ф. Ф., Пархоменко И. Н., Романов И. А., Гофэн Ян, Цзюньцзюнь Сюэ, Харлович Ю. В., Роговая И. С. Влияние режимов термообработки на структуру и оптические свойства слоев кремния, гипердопированных селеном	67

ДИАГНОСТИКА И БЕЗОПАСНОСТЬ ТЕХНИЧЕСКИХ И ПРИРОДНЫХ СИСТЕМ

Баклай А. А., Леонтьева Т. Г., Маковская Н. А., Онищук А. С. Влияние модельного минерализованного раствора на диффузию ^{137}Cs и ^{85}Sr в глине месторождения «Марковское» при ее использовании в приповерхностном пункте захоронения радиоактивных отходов.....	79
---	----

ISSN 1561-8358 (Print)
ISSN 2524-244X (Online)**CONTENTS****MATERIALS SCIENCES AND ENGINEERING, METALLURGY**

Ilyushchanka A. Ph., Letsko A. I., Kuznechik O. O., Parnitski M. M., Reutsionak Yu. A., Nikalaichuk T. A. Analysis of existing methods and additive technologies of 3D printing with polymer-ceramic materials	7
Rudnikov A. S., Rogachev A. V., Piliptsou D. G. Influence of heat treatment on the structure and mechanical properties of carbon coatings doped with zirconium and silicon	18
Romanov I. M., Latushkina S. D., Shcherbakova E. N., Posylkina O. I. Influence of high temperature thermal annealing on the structure, phase composition and resistive properties of films obtained by magnetron sputtering of a target of composition $\text{MoSi}_2 + 20 \text{ wt.}\% \text{ SiC}$	31
Korolyov A. Yu., Tomilo V. A., Niss V. S. Efficiency of processes for increasing surface quality in controlled pulse modes of electrolyte-plasma treatment	39

POWER ENGINEERING, HEAT AND MASS TRANSFER

Golubev V. P., Shevchik N. E., Degterov D. V., Asadchyi A. N., Vasilevich S. V. Production of charcoal by pyrolysis of wood in the presence of an ultrahigh frequency electromagnetic field.....	48
---	----

RADIOELECTRONICS, INSTRUMENT-MAKING

Tsuprik S. V., Solonar A. S., Khmarskiy P. A. Statistical synthesis of a Bayesian algorithm image segmentation and measurement of aerial object coordinates.....	57
Kovalchuk N. S., Milchanin O. V., Komarov F. F., Parkhomenko I. N., Romanov I. A., Guofeng Yang, Junjun Xue, Kharlovitch Yu. V., Rogovaya I. S. Effect of heat treatment modes on the structure and optical properties of silicon layers hyperdoped with selenium.....	67

DIAGNOSTICS AND SAFETY OF TECHNICAL AND ENVIRONMENT SYSTEMS

Baklay A. A., Leontieva T. G., Makovskaya N. A., Onischuk A. S. The effect of model mineralized solution on diffusion of ^{137}Cs and ^{85}Sr in the clay from "Markovskoe" deposit when used in near-surface radioactive waste disposal	79
---	----

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

МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ, МЕТАЛЛУРГИЯ
MATERIALS SCIENCES AND ENGINEERING, METALLURGY

<https://doi.org/10.29235/1561-8358-2026-71-1-7-17>
UDC 621.763:621.798:678.5



Review

**Aliaksandr Ph. Ilyushchanka, Andrey I. Letsko, Oleg O. Kuznechik, Mikalai M. Parnitski*,
Yury A. Reutsionak, Tsimafei A. Nikalaichuk**

*State Scientific Institution “O. V. Roman Powder Metallurgy Institute”,
41, Platonov St., 220005, Minsk, Republic of Belarus*

**ANALYSIS OF EXISTING METHODS AND ADDITIVE TECHNOLOGIES
OF 3D PRINTING WITH POLYMER-CERAMIC MATERIALS**

Abstract. This article presents a comprehensive analysis of additive 3D printing technologies using polymer-ceramic composites (PCCs). Particular attention is paid to the advantages, limitations, and prospects of these materials use in medicine, aerospace, and electronics. Additive manufacturing methods applicable to PCCs are systematized, including fused deposition modeling (FDM), stereolithography (SLA), and lithography-based ceramic molding (LCM). A detailed review of commercial and experimental compositions is presented, along with optimal filler content ranges, printing parameters, and post-processing modes. Comparative data demonstrate that the introduction of ceramic additives improves mechanical strength, thermal stability, and functional properties, but is accompanied by technological challenges such as increased material viscosity, abrasive nozzle wear, and shrinkage during sintering. An analysis of current industrial implementations confirms the growing potential of PCCs for biomedicine, energy, and high-tech industries. Polymer-ceramic composites produced using additive manufacturing methods offer a unique combination of polymer processability and ceramic performance. Despite technological challenges, advances in material formulation, equipment design, and digital integration are rapidly expanding the scope of PCC applications. Further optimization of formulations, printing parameters, and hybrid manufacturing methods will accelerate the transition of polymer-ceramic 3D printing from laboratory research to large-scale industrial use.

Keywords: additive manufacturing, 3D printing, polymer-ceramic materials, composites, FDM, SLA, LCM, ceramic-filled polymers

Acknowledgements: the work was carried out with the support of the Belarusian Republican Foundation for Fundamental Research (project no. T24SPbG-004).

Conflict of interest: the team of authors includes the Member of the Editorial Board of the Journal Academician of the National Academy of Sciences of Belarus, Dr. Sci. (Engineering), Professor A. Ph. Ilyushchanka.

Information about the authors: *Aliaksandr Ph. Ilyushchanka* – Academician of the National Academy of Sciences of Belarus, Dr. Sci. (Engineering), Professor, General Director of the State Scientific and Production Association of Powder Metallurgy – Director of the State Scientific Institution “O. V. Roman Powder Metallurgy Institute”, <https://orcid.org/0000-0001-7848-5237>, e-mail: office_gnpopm@pminstitute.by; *Andrey I. Letsko* – Cand. Sci. (Engineering), Associate Professor, Head of the Laboratory New Materials and Technologies at State Scientific Institution “O. V. Roman Powder Metallurgy Institute”, e-mail: pmi_nil15@pminstitute.by; *Oleg O. Kuznechik* – Head of the Additive Technologies Group of the New Materials and Technologies Laboratory at State Scientific Institution “O. V. Roman Powder Metallurgy Institute”, e-mail: pmi.nil26@gmail.com; *Mikalai M. Parnitski* – Cand. Sci. (Engineering), Senior Researcher of the New Materials and Technologies Laboratory at State Scientific Institution “O. V. Roman Powder Metallurgy Institute”, <https://orcid.org/0009-0002-8618-0235>, e-mail: skeyone@rambler.ru; *Yury A. Reutsionak* – Head of the SHS-technology group of the New Materials and Technologies Laboratory at State Scientific Institution “O. V. Roman Powder Metallurgy Institute”, e-mail: yuriy_reutsionak@mail.ru; *Tsimafei A. Nikalaichuk* – Postgraduate Student, Junior Researcher of the New Materials and Technologies Laboratory at State Scientific Institution “O. V. Roman Powder Metallurgy Institute”, e-mail: pmi.timopheyy@gmail.com

Contribution of the authors: all authors equally contributed to the research work.

* Corresponding author / Автор, ответственный за переписку.

For citation: Plyushchanka A. Ph., Letsko A. I., Kuznechik O. O., Parnitski M. M., Reutsionak Yu. A., Nikalaichuk T. A. Analysis of existing methods and additive technologies of 3D printing with polymer-ceramic materials. *Vestsi Natsyyanal'nei akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-tekhnichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2026, vol. 71, no. 1, pp. 7–17 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2026-71-1-7-17>

Received: 07.10.2025

Approved for publication: 05.03.2026

Signed to the press: 12.03.2026

Обзор

А. Ф. Ильющенко, А. И. Лецко, О. О. Кузнецик, Н. М. Парницкий*, Ю. А. Реутёнок, Т. А. Николайчук

*Государственное научное учреждение «Институт порошковой металлургии имени академика О. В. Романа»,
ул. Платонова, 41, 220005, Минск, Республика Беларусь*

АНАЛИЗ СУЩЕСТВУЮЩИХ МЕТОДОВ И АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ 3D-ПЕЧАТИ ПОЛИМЕРНО-КЕРАМИЧЕСКИМИ МАТЕРИАЛАМИ

Аннотация. Проведен всесторонний анализ аддитивных технологий 3D-печати полимерно-керамическими композитами (ПКК). Особое внимание уделено преимуществам данных материалов, ограничениям и перспективам их использования в медицине, авиационно-космической отрасли и электронике. Систематизированы методы аддитивного производства, применимые для ПКК, включая технологии моделирования методом послойного наплавления (FDM), стереолитографии (SLA) и литографического формирования керамики (LCM). Представлен детальный обзор коммерческих и экспериментальных композиций, показаны оптимальные диапазоны содержания наполнителя, параметры печати и режимы постобработки. Сравнительные данные демонстрируют, что введение керамических добавок повышает механическую прочность, термостойкость и функциональные характеристики, но сопровождается технологическими сложностями – ростом вязкости материала, абразивным износом сопел и усадкой при спекании. Анализ текущих промышленных внедрений подтверждает растущий потенциал ПКК для биомедицины, энергетики и высокотехнологичных отраслей. Полимерно-керамические композиты, полученные методами аддитивного производства, обеспечивают уникальное сочетание технологичности полимеров и эксплуатационных свойств керамики. Несмотря на технологические трудности, достижения в области разработки составов материалов, проектирования оборудования и цифровой интеграции стремительно расширяют сферу применения ПКК. Дальнейшая оптимизация составов, параметров печати и гибридных методов производства ускорит переход полимерно-керамической 3D-печати от лабораторных исследований к широкомасштабному промышленному использованию.

Ключевые слова: аддитивное производство, 3D-печать, полимерно-керамические композиты, FDM, SLA, LCM, полимеры с керамическим наполнителем

Благодарности: работа выполнена при финансовой поддержке Белорусского республиканского фонда фундаментальных исследований (проект № T24СПБГ-004).

Конфликт интересов: в составе авторского коллектива – член редакционной коллегии журнала академик Национальной академии наук Беларуси, доктор технических наук, профессор А. Ф. Ильющенко.

Информация об авторах: *Ильющенко Александр Федорович* – академик Национальной академии наук Беларуси, доктор технических наук, профессор, генеральный директор Государственного научно-производственного объединения порошковой металлургии – директор государственного научного учреждения «Институт порошковой металлургии имени академика О. В. Романа», <https://orcid.org/0000-0001-7848-5237>, e-mail: office_gnporm@pminstitute.by; *Лецко Андрей Иванович* – кандидат технических наук, доцент, заведующий лабораторией «Новые материалы и технологии» государственного научного учреждения «Институт порошковой металлургии имени академика О. В. Романа», e-mail: rmi_nill5@pminstitute.by; *Кузнецик Олег Ольгердович* – заведующий группой «Аддитивные технологии» лаборатории «Новые материалы и технологии» государственного научного учреждения «Институт порошковой металлургии имени академика О. В. Романа», e-mail: rmi.nill26@gmail.com; *Парницкий Николай Михайлович* – кандидат технических наук, старший научный сотрудник лаборатории «Новые материалы и технологии» государственного научного учреждения «Институт порошковой металлургии имени академика О. В. Романа», <https://orcid.org/0009-0002-8618-0235>, e-mail: skeyone@rambler.ru; *Реутёнок Юрий Андреевич* – заведующий группой «СВС-технологии» лаборатории «Новые материалы и технологии» государственного научного учреждения «Институт порошковой металлургии имени академика О. В. Романа», e-mail: yuriy_reutsionak@mail.ru; *Николайчук Тимофей Андреевич* – аспирант, младший научный сотрудник лаборатории «Новые материалы и технологии» государственного научного учреждения «Институт порошковой металлургии имени академика О. В. Романа», e-mail: pmi.timopheych@gmail.com

Вклад авторов: все авторы в равной степени внесли свой вклад в исследовательскую работу.

Для цитирования: Анализ существующих методов и аддитивных технологий 3D-печати полимерно-керамическими материалами (на англ. яз.) / А. Ф. Ильющенко, А. И. Лецко, О. О. Кузнецик [и др.] // Весті Нацыянальнай акадэміі навук Беларусі. Серыя фізіка-тэхнічных навук. – 2026. – Т. 71, № 1. – С. 7–17. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2026-71-1-7-17>

Поступила в редакцию: 07.10.2025

Утверждена к публикации: 05.03.2026

Подписана в печать: 12.03.2026

Introduction. The transition to additive manufacturing (AM) technologies and, in particular, to 3D printing is one of the key areas of the fourth industrial revolution (Industry 4.0). These methods significantly expand design freedom, allow prototypes and small-scale production of products in short terms [1–6]. Unlike traditional methods such as injection molding, machining, stamping, etc., 3D printing forms a product “from the bottom up” by successively building up the material, which reduces the volume of waste and, in some cases, simplifies logistics and warehouse operations [1; 2; 6; 7].

In recent years, special attention has been paid to the use of composite materials in 3D printing. Among them, a special place is occupied by polymer-ceramic composites (PCC), which combine the advantages of a polymer matrix – manufacturability, relative low cost, ease of recycling – and the properties of ceramic fillers (high hardness, resistance to wear and aggressive environments, heat resistance) [8–12]. Such materials are in demand in the aerospace industry, medicine, electronics, power engineering and other areas where a combination of high-performance characteristics and a relatively small weight is required [13–16]. At the same time, the technology of additive manufacturing with polymer-ceramic materials requires solving a number of scientific and engineering problems. For example, it is necessary to ensure uniform distribution of the ceramic filler in the polymer matrix, optimal adhesion between the phases, and also to determine the optimal printing modes (temperature, extrusion speed, etc.) in order to avoid pore defects, delamination, microcracks [17–20]. The complexity of the process may increase with the desire to increase the proportion of ceramics, which often leads to an increase in the viscosity of the raw material, abrasive wear of the equipment and the complication of post-processing modes [12; 17; 20; 21]. This article is an overview of modern methods of additive manufacturing with polymer-ceramic materials, describes the key manufacturers and developers of such composites, considers examples of implemented polymer-ceramic compositions and products made from them, and compares the properties of the resulting materials. The problems and prospects for further research are considered [22].

Classification and advantages of additive technologies. Additive manufacturing in general includes more than a dozen different methods that can be systematized by a number of features. According to ASTM F2792-12a¹ [11; 23; 24], 3D printing technologies are divided into 7 large classes. The main ones are briefly presented below:

1. Extrusion (Material Extrusion). This class includes:
 - Fused Deposition Modeling (FDM) or Fused Filament Fabrication (FFF) is the most common technology for extruding molten thermoplastic polymers;
 - Paste Extrusion is the extrusion of viscous pastes containing ceramic powders and binders.
2. Photopolymerization (Vat Photopolymerization). This includes:
 - Stereolithography (SLA) is the curing of a photopolymer with a laser in a bath;
 - Digital Light Processing (DLP) – curing with light from a DLP projector;
 - Continuous Liquid Interface Production (CLIP) – continuous curing of photopolymer.
3. Powder Bed Fusion:
 - Selective Laser Sintering (SLS) and Selective Laser Melting (SLM) – laser sintering/melting of powder.
4. Ink jet printing (Material Jetting, Binder Jetting):
 - Binder Jetting – drop-by-drop application of a binder onto a powder layer;
 - Material Jetting – forming a product from a photopolymer using drops.
5. Lamination (Sheet Lamination):
 - Laminated Object Manufacturing (LOM) – layer-by-layer gluing of sheet materials (paper, polymers, metals).
6. Directed Energy Deposition (DED) – feeding metal powder or wire into the laser or electron beam zone, more often used for metals.
7. Hybrid Approaches – a combination of different methods (e.g. powder feed + extrusion).

Of all the diversity in the context of polymer-ceramic composites (PCC), the most widely used technologies are FDM (FFF) and photopolymerization (SLA/DLP), as well as stereolithographic approaches

¹ ASTM F2792 12a. Standard Terminology for Additive Manufacturing Technologies. ASTM International, West Conshohocken, PA, 2012. URL: <https://www.astm.org/f2792-12a.html> (date of access 02.09.2025).

to creating purely ceramic products (LCM), which can also be adapted for PCC. The reason is that these methods are most convenient for introducing a ceramic phase in the form of microparticles/nanoparticles [25–29].

The main advantages of additive manufacturing using PCC [1; 2; 4; 10; 11; 22; 28; 31] are:

- the ability to create products of complex shapes with internal channels, porous structures, etc.;
- reducing waste during production and simplifying design;
- a wide range of product properties due to variation in the fractional composition and concentration of the ceramic filler;
- potentially lower cost of small-scale batches compared to traditional casting and pressing methods.

The main limitations associated with the use of PCC [11; 19; 20; 22; 25; 28; 29] in 3D printing are:

- the need to select a recipe (polymer + ceramics + binders and plasticizers) to ensure good processing during printing;
- the effect of a high ceramic content on the viscosity of the melt, equipment wear;
- post-processing (burning out the binder, sintering) can lead to significant shrinkage and the appearance of defects if the modes are not debugged.

In addition, the number of ready-made filaments or suspensions with a high ceramic content is still limited, which complicates the mass implementation of the technology. However, the growing number of studies and implementations of PCC in industry (aviation, medicine, energy) allows us to predict the rapid development of this area [17; 28; 33; 34].

Polymer-ceramic materials for 3D printing. These materials are multiphase systems in which the continuous phase (matrix) is a thermoplastic or thermosetting polymer, and the dispersed phase is a ceramic powder. Such powders can be single-phase (for example, aluminum oxide Al_2O_3 , zirconium oxide ZrO_2) or complex (mixtures of several oxides, nitrides or carbides) [8; 10; 19]. Most often, the polymer matrix consists of common thermoplastics: ABS (acrylonitrile-butadiene-styrene), PLA (polylactic acid), PETG (polyethylene terephthalate glycol), PA (polyamide), PEEK (polyether ether ketone), PEI (polyetherimide), etc., which determine the range of printing temperatures and the main mechanical properties [8; 10; 11]. The addition of ceramics improves rigidity, heat resistance, wear resistance and other characteristics. However, these fillers increase the material density and viscosity, complicating processing and often reducing impact strength and ductility [9; 12; 17; 20].

The main requirements for the feedstock are:

- 1) optimum particle size of the ceramics (usually 1–10 μm , or $< 1 \mu\text{m}$). Particles that are too large may cause nozzle blockages and structural inhomogeneity, while particles that are too small may cause increased viscosity and agglomeration [19; 20; 28];
- 2) compatibility. Chemical inertness of the polymer to the ceramics, no reactions at elevated temperatures [10; 11; 22];
- 3) uniform mixing. Mixers such as twin-screw extruders or planetary mixers are used to ensure homogenization of the composition [17; 22; 37; 38];
- 4) stability of the filament (or suspension) during storage: delamination, precipitation of the ceramics, thickening, etc. [19; 25; 39].

If these conditions are met, it is possible to obtain high-quality ceramic-filled filaments for FDM (FFF) 3D printing, pastes or photopolymer resins for SLA/LCM [17; 25; 29].

Currently, the most well-known manufacturers of polymer-ceramic materials are the following companies:

- Lithoz (Austria) – LCM technology and LithaCore photopolymer suspensions based on Al_2O_3 , ZrO_2 and Si_3N_4 . Contain up to 50 vol.% ceramic powder and require multi-stage binder burnout (up to 800 °C) followed by sintering at 1500–1600 °C [25; 29];
- 3DCeram (France) and other SLA/LCM manufacturers – photopolymer suspensions for printing technical ceramics (alumina, zirconia, hydroxyapatite) are used for medical and aerospace applications [25; 28];
- Admatec¹ (Admaflex, Netherlands) – line of equipment and suspensions based on Al_2O_3 and ZrO_2 for DLP/LCM. Contains 40–50 vol.% powder, burns out the binder and sinters at 1500–1600 °C [25];

¹ ADMAFLEX Technology: [overview] // VoxelMatters. 2023. URL: <https://www.voxelmatters.com/additive-manufacturing/am-technologies/what-is-admaflex/> (date of access 02.09.2025).

– Nanoe/Zetamix¹ (France) – a series of filaments based on PLA or PA12 with zirconium oxide (ZrO₂), aluminum oxide (Al₂O₃) or hydroxyapatite. The materials are designed for FDM printing; after binder burning at ~ 500 °C and sintering at 1300–1500 °C, dense ceramics are obtained [34];

– Tethon 3D² (USA) – the porcelite resin combines a photopolymer binder with porcelain powder; after curing and sintering (1200–1300 °C) shrinkage is below 20 %;

– Nanovia³ (France) – high-temperature PA12-based filaments with 30–35 vol.% SiC or other ceramic fillers are extruded at 240–260 °C and sintered at 1600–1750 °C [51].

Research institutions (MIT, Fraunhofer Institute, Tomsk Polytechnic University, etc.) are also conducting research on creating new formulations, improving processing and mechanical properties of PCC [28; 29; 33; 34].

Table 1 provides examples of commercially available and experimental polymer-ceramic compositions used in FDM and SLA/LCM, along with their fabrication methods and recommended heat treatment regimes.

Table 1. Examples of polymer-ceramic compositions for 3D printing

Manufacturer	Material/Composition	Technology	Ceramic content, vol. %	Printing temperature, °C	Production method / Heat treatment	References
Admatec Admaflex 130	Al ₂ O ₃ + photopolymer	DLP	–	–	Photopolymer suspension / photopolymer burnout 200–600 °C; pre-annealing at 500 °C (1–2 h); intermediate heating 600–1400 °C; sintering 1500–1600 °C; shrinkage: 15–25 %	[25]
Nanoe (Zetamix)	ZrO ₂ + polymer	FDM	50	180–200	Filament extrusion / thermal debinding up to 500 °C; sintering 1400–1500 °C; shrinkage: 20–25 %	[11; 17; 28; 34]
Lithoz	LithaCon (Al ₂ O ₃ /ZrO ₂)	LCM	Up to 60	–	Photopolymer suspension / bond burnout 200–600 °C; pre-annealing at 500–800 °C to prevent defects; sintering 1500–1600 °C; shrinkage: 15–25 %	[19; 25; 29; 47]
Tethon 3D	Porcelite (porcelain compound)	DLP	~ 55	–	Photopolymer resin / photopolymer burnout 200–600 °C; intermediate heating 500–1100 °C; sintering ~ 1200–1300 °C; shrinkage: 15–20 %	[25]
Nanovia	HTPA12 + SiC	FDM/ FFF	30–35	200–220	Filament extrusion / polymer burnout 200–425 °C; holding at 425 °C for 240 min; sintering 425–2050 °C; (Ar/N ₂) shrinkage: 10–15 %	[47; 51]
Own research*	PLA + SiC	FDM	~ 30	210–220	Filament extrusion / additional grinding; polymer burning-out 200–500 °C; sintering 1800–2100 °C; (argon or nitrogen) shrinkage: 15–25 %	[18; 33; 42; 51]

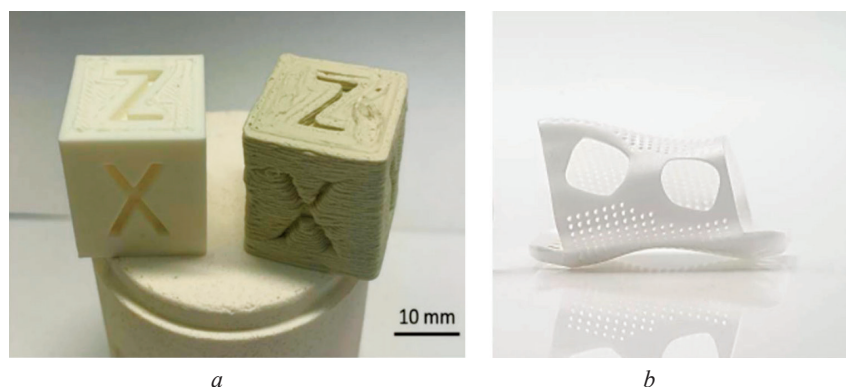
* Example of experimental compositions developed in research laboratories.

The analysis of the presented data shows that for each type of polymer-ceramic material, the method of mixture preparation and the uniformity of filler particle distribution are of key importance [10; 11; 22; 28]. The particle size of the ceramics has a significant effect on adhesion to the polymer matrix: smaller particles (< 10 μm) provide a larger contact area and better adhesion, but increase the viscosity of the melt

¹ Zetamix White Zirconia datasheet // Zetamix. 2020. URL: <https://zetamix.fr/wp-content/uploads/2026/01/Datasheet-Zetamix-White-Zirconia.pdf> (date of access 02.09.2025).

² Tethon 3D. Porcelite 3D printing resin datasheet. 2019. URL: <https://www.tethon3d.com/porcelite> (date of access 02.09.2025).

³ Nanovia. SiC – Silicon carbide (FFF filament) datasheet // Nanovia.tech. 2023. URL: <https://nanovia.tech/en/ref/nanovia-cr-sic/#:~:text=Nanovia%20SiC%20%3A%20Silicon%20carbide> (date of access 02.09.2025).



Examples of printed samples: *a* – samples produced by FDM from PLA + Al₂O₃;
b – samples produced by LCM from a ZrO₂ suspension

[19–21]. The use of preliminary drying of granules and powders before extrusion helps to avoid defects associated with the presence of moisture [19; 20; 32; 39; 43–46]. As can be seen from the presented data, with an increase in the mass fraction of the filler, the modulus of elasticity and the operating temperature increase, but at the same time shrinkage during sintering increases [9; 17; 20; 25; 28; 29]. Experimental work shows that the optimal ratio of ceramics to polymer depends on the printing technology: for FDM, 20–35 vol.% of filler is usually used [9; 17; 22; 38; 39], and for SLA/LCM – up to 50 vol.% [25; 28; 29]. Increasing the ceramic content above 40 vol.% requires careful optimization of the composition and the use of additives to improve adhesion [19; 25; 28]. Figure *a* shows test samples for mechanical testing printed via FDM method from pure PLA and ceramic-filled PLA + Al₂O₃ [9; 17]. Figure *b* shows complex geometric parts for medical prostheses manufactured using LCM technology from a zirconium oxide suspension (Lithoz materials) [13; 25; 29].

As demonstrated in [9; 17] the addition of ceramic fillers to polymer matrices leads to a noticeable improvement in flexural strength and stiffness already at moderate filler contents of approximately 20–30 wt.%, which corresponds to roughly 7–12 vol.% depending on the densities of the components. These values therefore describe the initial strengthening region of polymer–ceramic composites rather than the concentration range typical for highly filled feedstocks used in additive manufacturing. However, it is important to maintain a balance between the filler content and the technological efficiency of the printing process. Below, we will consider the main technologies and manufacturers of polymer-ceramic materials for 3D printing, which have become widespread at the time of writing this paper.

Fused deposition modeling (FDM) technology. In FDM 3D printing with polymer-ceramic filament [17; 37–39; 43–45], it is important to consider the following:

- elasticity of the filament – threads that are too fragile or overloaded with ceramics break during feeding;
- melting/glass transition temperature – should match the selected polymer matrix (PLA, ABS, PA12, etc.);
- printing speed and layer height – have a strong effect on interlayer adhesion and strength of the finished product;
- nozzle wear resistance – ceramics (Al₂O₃, SiC) have an abrasive effect, it is recommended to use hardened or carbide nozzles.

All these factors determine the quality of the resulting products. Subsequent removal of the polymer bond “debinding” and sintering (1200–1600 °C) of the ceramic framework allows obtaining virtually pure ceramic products [17; 29; 34].

Table 2 summarizes typical FDM printing parameters for ceramic-filled filaments (various materials). The table shows that operating temperatures are usually 10–30 °C higher than for “pure” polymers due to the increased viscosity of the ceramic-filled melt. Increasing the temperature ensures smoother extrusion, but can accelerate matrix degradation [38; 39; 44–46].

It is also important to consider nozzle wear: ceramic particles (Al₂O₃, SiC) have high hardness and can quickly destroy brass or steel nozzles, so nozzles made of hardened materials (coated steel, tungsten carbide) are recommended [38; 39].

Table 2. Parameters of FDM printing with ceramic-filled filaments

Filament composition	Print temperature, °C	Speed, mm/s	Infill, %	References
PLA + Al ₂ O ₃	180–210	20–40	40–80	[9; 17]
PLA + SiC	220–240	20–40	40–80	[18; 42]
PLA + Si ₃ N ₄	220–230	30–50	50–80	[7]
ABS + Al ₂ O ₃	230–250	30–50	40–80	[10; 38]
ABS + Montmorillonite	230–240	25–40	50–70	[36; 38]
PA12 + SiC	200–220	20–35	60–80	[36], footnote 3 on p. 11
PEEK + Hydroxyapatite (HAP)	230–240	25–40	50–90	[48; 49]

Research presented in [9; 17; 20; 39; 42; 47] shows that bending strength can increase by 30–50 % compared to the original polymer with the introduction of 20–30 wt.% (7–12 vol.%) Al₂O₃, ZrO₂ or SiC, but this reduces impact toughness. Further increase in filler loading results in a sharp rise in melt viscosity, reduced impact toughness, and deterioration of extrusion processability. The experimental data of the presented works show that the optimal printing speed is in the range of 20–40 mm/s, and the layer height of 0.15–0.30 mm provides better interlayer adhesion and product density [44–46]. Additional optimization of 3D printing parameters allows reducing defects, increasing mechanical strength and ensure uniform distribution of ceramic particles in the product structure [35; 37; 39].

Stereolithography (SLA) technology. This technology is based on point (or line-by-line) curing of a layer of liquid photopolymer with a laser beam [27; 41]. To create polymer-ceramic materials, ceramic nanoparticles or microparticles are added to the resin, and the resin itself is modified with surface-active and photoinitiating additives, which ensure stable distribution of the filler [19; 25; 28; 29]. To obtain a ceramic product, the part successively undergoes the process of burning out the polymer bond and sintering the ceramic frame. It is important to take into account shrinkage, which reaches 15–25 % depending on the ceramic content [25; 28; 29].

Advantages of SLA [25; 28; 41]:

- highest precision: the layer thickness can reach 25–50 μm, and in some cases – up to 10 μm;
- high surface quality;
- possibility of creating complex geometry and hollow structures.

Limitations of SLA [19; 25; 28; 29]:

- high cost of photopolymers and equipment;
- requires protection from UV radiation and safety precautions when working with toxic components;

- the viscosity of the suspension increases sharply when filling above 40 %, which complicates curing. After printing, the product goes through the following stages [25; 28; 29]:

- cleaning from uncured resin;
- thermal removal of the polymer binder (debinding);
- sintering of the ceramic frame at temperatures up to 1500–1600 °C.

Despite its limitations, SLA technology remains one of the leading ones for precision 3D printing of PCC in medicine (dentures, ceramic crowns, bridges), electronics (housings, substrates), manufacturing of jewelry molds, complex prostheses, etc.

Lithography-based Ceramic Manufacturing (LCM) technology. LCM is a further development of SLA/DLP technologies, specially adapted for ceramic compositions. The difference is in the use of a DLP projector or LED sources in the blue range (about 460 nm) and more advanced exposure systems (step-and-repeat or scrolling), which allows for uniform curing of highly filled materials [25; 28; 29; 41].

The main stages of LCM printing with polymer-ceramic materials [25; 28; 29]:

1. The platform is immersed in a bath with a photosensitive suspension containing ceramic particles.
2. The projector (or LED module) exposes the layer.
3. The platform is lifted, a new layer is applied.
4. After construction, the entire 3D part is cleaned of unwashed suspension.
5. Next, the polymer binder is burned out, followed by sintering (1400–1600 °C) of the ceramic framework [28–29].

The main advantages of the technology [25; 28; 29] are:

- high precision – resolution down to the micron level is possible;
- homogeneity of the structure due to thorough dispersion and the ability to cure thin layers;
- suitable for refractory technical ceramics (Al_2O_3 , ZrO_2 , Si_3N_4 , HAP, etc.);
- possibility of obtaining virtually pure ceramics by burning out the binder;
- integration into the industrial cycle, especially for small batches.

The limitations of this technology [25; 28; 29] are similar to those of SLA:

- high cost of equipment and consumables;
- sensitivity to dispersion disturbances – can lead to defects during sintering;
- step-by-step heat treatment is required, often in several stages: binder burning out (200–600 °C), preheating (600–900 °C), sintering (1400–1600 °C).

Lithography-based Ceramic Manufacturing occupies an important place among the technologies of 3D printing of PCC, especially in the production of products with precision geometry and high density. Systems from Lithoz and Admatec are successfully used for the production of bone implants, dental structures (crowns, bridges), substrates in microelectronics and parts of gas turbine engines. Thus, LCM technology is one of the most promising for the creation of high-precision ceramic products, but requires careful preparation of the suspension and strict adherence to all stages of curing and heat treatment [13; 25; 28; 29].

Table 3 presents generalized data on the properties of polymers with various ceramic fillers.

Table 3. Comparison of properties of polymers with different ceramic fillers

Matrix + Filler	Filler content, wt.% / vol. %	Flexural strength, MPa	Elastic modulus, GPa	Production/ Processing methods	Peculiarities	References
PLA + Al_2O_3	~ 20–30 wt.%	50–70	3.5–4.5	Extrusion (FDM), post-bake 600–800 °C (opt.)	Moderate biocompatibility, relatively easy to print	[9; 17; 20; 34]
ABS + Al_2O_2	~ 25–30 wt.%	40–60	4.0–5.0	Extrusion (FDM), post-bake 700–900 °C	Increased stiffness (E), improved heat resistance; possible drop in impact strength; higher printing temperature; more difficult extrusion	[10; 22; 36; 38; 39]
PA12 + SiC	~ 20 vol.%	60–80	5.0–6.0	Extrusion (FDM), sintering up to ~1200 °C (experimental)	Good wear resistance, more difficult extrusion	[42; 47; 51]
Photopolymer + Al_2O_3	~ 25–30 vol.%	70–90	5.5–7.0	SLA photopolymer resin, photopolymer burnout, sintering 1400–1500 °C	High precision, full transition to ceramics possible	[19; 25; 29; 28]
Photopolymer ZrO_2 + HAP	50–60 vol.%	80–100	7.0–10.0	LCM photopolymer suspension, LED curing, firing, sintering 1500–1600 °C	Properties close to pure ceramics are achieved	[13; 24; 25; 28]
HTPA + Al_2O_3	25–30 vol.%	45–65	4.5–5.5	FDM extrusion, thermally stable matrix, post-fire 600–800 °C	Improved heat resistance, experimental formulations	[20; 34]
Porcelite (SLA)	~ 40 (vol.% not specified)	50–60	4.0–6.0	SLA, photopolymer resin + porcelain powder, sintering ~ 1300 °C	Smooth surface, suitable for prototyping	[25; 28; 29]

Comparison of the properties of various combinations of polymers and fillers shows that for composites based on PLA + Al_2O_3 , ABS + $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$, PA12 + SiC, photopolymers with Al_2O_3 and ZrO_2 (Lithoz, Admatec), as well as HTPA + Al_2O_3 filaments, an increase in the ceramic content (20–50 vol.%) increases the flexural strength and elastic modulus [9; 17; 20; 22; 25; 29; 34; 47]. At the same time, the operating temperature of the materials increases, which makes them promising for high-temperature applications [9; 36; 47]. However, excessive filler content (> 40–50 vol.%) reduces impact strength and complicates the extrusion process. Twin-screw extruders and surface-active additives are used to improve particle dispersion, which reduces agglomeration and increases structural

homogeneity (for PLA + Al₂O₃, for PA12 + SiC) [17; 22; 47]. Experiments also show that Lithoz and Admatec photopolymer resins make it possible to achieve high precision of products with 50 vol.% ceramics while maintaining strength properties, but require multi-stage heat treatment (burning, heating, sintering) [25; 28; 29; 19].

Development prospects and trends. From all of the above, the following can be noted: 3D printing of PCCs opens up wide opportunities in various industries, but requires further research and optimization. The most relevant areas are:

1. Optimization of filament and resin compositions. Development of new binders and dispersion media for higher ceramic filling, improved adhesion and minimization of agglomerates [19; 20; 25; 33; 34].
2. Increasing the filler share. Achieving 50–60 % in FDM remains a complex task requiring special additives and high temperatures [17; 22; 37; 38; 39].
3. Equipment improvement. Development of extruders with ceramic nozzles, real-time viscosity and temperature monitoring systems [32; 35; 40; 46].
4. Integration into smart factories (Industry 4.0). Digital twins, automated quality control and fast adjustment of printing parameters [5; 30; 35].
5. Expansion of application areas [11; 13; 15; 16; 28; 29; 30]:
 - medicine: individual ceramic bone and dental implants;
 - energy: parts for fuel cells, heat exchangers;
 - electronics: sensor housings, microcircuit substrates;
 - robotics: hinge parts, protective shells.
6. Multi-material printing. Simultaneous printing with polymer-ceramics and metal, creation of gradient structures (Functionally Graded Materials) [22; 24; 49].
7. Environmental aspects. Use of biodegradable matrices (PLA, PHA) with ceramics, recycling of waste, secondary resources [8; 14; 50].

Thus, the synergy of progress in materials, equipment and digital technologies will make it possible in the coming years to eliminate many technological limitations and expand the use of polymer-ceramic composites in additive manufacturing.

Conclusion. Polymer-ceramic composites obtained by additive manufacturing methods represent a significant step forward in materials science and technology. They allow combining the mechanical, thermal and chemical resistance of ceramics with the ease of molding polymers, as well as obtaining parts of complex shapes and internal structures, which was difficult or impossible using traditional casting and pressing methods.

The most popular technologies for printing PCCs are FDM (for the manufacture of filaments with 20–40 % filling) and SLA/LCM (for high concentrations of ceramics and products with precision geometry). In both cases, it is extremely important:

1. Carefully select the composition, ensuring dispersion of particles.
2. Control the printing parameters (temperature, speed, post-processing).
3. If necessary, carry out debinding (burning out the binder) and sintering to obtain “clean” ceramics.

Given the rapid improvement of equipment and the emergence of new formulations, it is expected that in the coming years even more companies will enter the market with finished products for polymer-ceramic printing. This will allow for a wider application of these materials in medicine (for example, individual crowns, bone implants), aircraft manufacturing (turbine blades, wear-resistant components), electronics (substrates, antenna components) and other high-tech industries.

Thus, additive technologies of 3D printing with polymer-ceramic composite materials can radically change the approach to the creation of high-strength, durable and at the same time relatively lightweight products of complex shape, providing new opportunities for designers and engineers.

References

1. Pereira T., Kennedy J. V., Potgieter J. A. A comparison of traditional manufacturing vs additive manufacturing, the best method for the job. *Procedia Manufacturing*, 2019, vol. 30, pp. 11–18. <https://doi.org/10.1016/j.promfg.2019.02.003>
2. Attaran M. The rise of 3-D printing: The advantages of additive manufacturing over traditional manufacturing. *Business Horizons*, 2017, vol. 60, iss. 5, pp. 677–688. <https://doi.org/10.1016/j.bushor.2017.05.011>

3. Bhatia A., Sehgal A. K. Additive manufacturing materials, methods and applications: A review. *Materials Today: Proceedings*, 2023, vol. 81, part 2, pp. 1060–1067. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.04.379>
4. Gao W., Zhang Y., Ramanujan D., Ramani K., Chen Y., Williams C. B., Wang C. C. L. [et al.]. The status, challenges, and future of additive manufacturing in engineering. *Computer-Aided Design*, 2015, vol. 69, pp. 65–89. <https://doi.org/10.1016/j.cad.2015.04.001>
5. Kanishka K., Acherjee B. Revolutionising manufacturing: A comprehensive overview of additive manufacturing processes, materials, developments, and challenges. *Journal of Manufacturing Processes*, 2023, vol. 107, pp. 574–619. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2023.10.024>
6. Fu H., Xu H., Liu Y., Yang Z., Kormakov S., Wu D., Sun J. Overview of injection moulding technology for processing polymers and their composites. *ES Materials & Manufacturing*, 2020, vol. 8, pp. 3–23. <https://doi.org/10.30919/esmm5f713>
7. John L. K., Ramu M., Singamneni S., Binudas N. Strength evaluation of polymer ceramic composites: a comparative study between injection molding and fused filament fabrication techniques. *Progress in Additive Manufacturing*, 2025, vol. 10, pp. 339–347. <https://doi.org/10.1007/s40964-024-00626-9>
8. Alizadeh-Osgouei M., Li Y., Wen C. A comprehensive review of biodegradable synthetic polymer-ceramic composites and their manufacture for biomedical applications. *Bioactive Materials*, 2019, vol. 4, pp. 22–36. <https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2018.11.003>
9. Petousis M., Vidakis N., Mountakis N., Papadakis V., Tzounis L. Three-dimensional printed PA12 and PLA alumina (Al_2O_3) nanocomposites with significantly enhanced tensile, flexural and impact properties. *Nanomaterials*, 2022, vol. 12, iss. 23, art. ID 4292. <https://doi.org/10.3390/nano12234292>
10. Kumar R., Singh R., Hashmi M. S. J. Polymer-ceramic composites: a state of art review and future applications. *Advances in Materials and Processing Technologies*, 2020, vol. 8, iss. 1, pp. 1–14. <https://doi.org/10.1080/2374068X.2020.1835013>
11. Travitzky N., Bonet A., Dermeik B., Fey T., Filbert-Demut I., Schlier L., Schlordt T., Greil P. Additive manufacturing of ceramic-based materials. *Advanced Engineering Materials*, 2014, vol. 16, iss. 6, pp. 729–754. <https://doi.org/10.1002/adem.201400097>
12. Feilden E., Ferraro C., Zhang Q., Tuñón E. G. 3D printing bioinspired ceramic composite. *Scientific Reports*, 2017, vol. 7, art. ID 13759. <https://doi.org/10.1038/s41598-017-14236-9>
13. Vaiani L., Boccaccio A., Uva A. E., Palumbo G., Piccininni A., Guglielmi P., Cantore S. [et al.]. Ceramic materials for biomedical applications: an overview on properties and fabrication processes. *Journal of Functional Biomaterials*, 2023, vol. 14, iss. 3, art. ID 146. <https://doi.org/10.3390/jfb14030146>
14. Gopsill J. A., Shindler J., Hicks B. J. Using finite element analysis to influence the infill design of fused deposition modelled parts. *Progress in Additive Manufacturing*, 2018, vol. 3, pp. 145–163. <https://doi.org/10.1007/s40964-017-0034-y>
15. Colella R., Chietera F. P., Montagna F., Greco A., Catarinucci L. Customising 3D printing for electromagnetics to design enhanced RFID antennas. *IEEE Journal of Radio Frequency Identification*, 2020, vol. 4, iss. 4, pp. 452–460. <https://doi.org/10.1109/JRFID.2020.3001043>
16. Li W. D., Wang C., Yin H. Y., Deng J. B., Mu H. B., Zhang G. J., Chen Y., Song F. L., Chen Y. L. Additive manufacturing of polymer-matrix composite dielectric materials using stereolithography technique. *2021 International Conference on Electrical Materials and Power Equipment (ICEMPE)*. IEEE, 2021, pp. 1–4. <https://doi.org/10.1109/ICEMPE51623.2021.9509221>
17. Smirnov A., Seleznev A., Peretyagin P., Bentseva E., Pristinitskiy Y., Kuznetsova E., Grigoriev S. Rheological characterization and printability of polylactide (PLA)–alumina (Al_2O_3) filaments for fused deposition modelling (FDM). *Materials*, 2022, vol. 15, iss. 23, art. ID 8399. <https://doi.org/10.3390/ma15238399>
18. Liu W., Wu N., Pochiraju K. Shape recovery characteristics of SiC/C/PLA composite filaments and 3D printed parts. *Composites. Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2018, vol. 108, pp. 1–11. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2018.02.017>
19. Fournier S., Chevalier J., Reveron H., Chèvremont W., Baeza G. P. Rheology and structure of ceramic stereolithography slurries: role of powder nature, dispersant and orthogonal strain. *Journal of the American Ceramic Society*, 2024, vol. 108, iss. 4, art. ID e20304. <https://doi.org/10.1111/jace.20304>
20. Fu S.-Y., Feng X.-Q., Lauke B., Mai Y.-W. Effects of particle size, particle/matrix interface adhesion and particle loading on mechanical properties of particulate-polymer composites. *Composites. Part B: Engineering*, 2008, vol. 39, iss. 6, pp. 933–961. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2008.01.002>
21. Danilova S. N., Yarusova S. B., Lazareva N. N., Buravlev I. Y., Shichalin O. O., Papynov E. K., Zhevtun I. G. [et al.]. A study of the wear mechanism of composites modified with silicate filler. *Ceramics*, 2022, vol. 5, iss. 4, pp. 731–747. <https://doi.org/10.3390/ceramics5040053>
22. Mahmood A., Perveen F., Chen S., Akram T., Irfan A. Polymer composites in 3D/4D printing: materials, advances and prospects. *Molecules*, 2024, vol. 29, iss. 2, art. ID 319. <https://doi.org/10.3390/molecules29020319>
23. Gibson J., Rosen D., Stucker B. *Additive Manufacturing Technologies*. New York, Springer New York, 2015. 498 p. <https://doi.org/10.1007/978-1-4939-2113-3>
24. Zhao D., Bi G., Chen J., Quach W., Feng R., Salminen A., Niu F. A critical review of direct laser additive manufacturing ceramics. *International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials*, 2024, vol. 31, pp. 2607–2626. <https://doi.org/10.1007/s12613-024-2960-2>
25. Fiume E., Coppola B., Montanaro L., Palmero P. Vat-photopolymerization of ceramic materials: exploring current applications in advanced multidisciplinary fields. *Frontiers in Materials*, 2023, vol. 10, art. ID 1242480. <https://doi.org/10.3389/fmats.2023.1242480>
26. Bertsch A., Zissi S., Jezequel J., Corbel S. Microstereophotolithography using a liquid crystal display as dynamic mask generator. *Microsystem Technologies*, 1997, vol. 3, pp. 42–47. <https://doi.org/10.1007/s005420050053>

27. Vaezi M., Seitz H., Yang S. A review on 3D micro-additive manufacturing technologies. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2013, vol. 67, pp. 1721–1754. <https://doi.org/10.1007/s00170-012-4605-2>
28. Zocca A., Colombo P., Gomes C.M., Günster J. Additive manufacturing of ceramics: issues, potentialities and opportunities. *Journal of the American Ceramic Society*, 2015, vol. 98, iss. 7, pp. 1983–2001. <https://doi.org/10.1111/jace.13700>
29. Schwentenwein M., Homa J. Additive manufacturing of dense alumina ceramics. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 2015, vol. 12, iss. 1, pp. 1–7. <https://doi.org/10.1111/ijac.12319>
30. Sotov A. V., Zaytsev A. I., Abdrahmanova A. E., Popovich A. A. Additive manufacturing of continuous fibre reinforced polymer composites using industrial robots: A review. *Izvestiya vuzov. Poroshkovaya metallurgiya i funktsional'nye pokrytiya = Powder Metallurgy and Functional Coatings*, 2024, vol. 18, no. 1, pp. 20–30 (in Russian). <https://doi.org/10.17073/1997-308X-2024-1-20-30>
31. Helou M., Kara S. Design, analysis and manufacturing of lattice structures: an overview. *International Journal of Computer Integrated Manufacturing*, 2018, vol. 31, iss. 3, pp. 243–261. <https://doi.org/10.1080/0951192X.2017.1407456>
32. Czepiel M., Bańkosz M., Sobczak-Kupiec A. Advanced injection moulding methods. *Materials*, 2023, vol. 16, iss. 17, art. ID 5802. <https://doi.org/10.3390/ma16175802>
33. Chaudhary R. P., Parameswaran C., Idrees M., Rasaki A. S., Liu C., Colombo P. Additive manufacturing of polymer-derived ceramics: materials, technologies, properties and potential applications. *Progress in Materials Science*, 2022, vol. 128, art. ID 100969. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2022.100969>
34. Smirnov A., Terekhina S., Tarasova T., Hattali L., Grigoriev S. From the development of low-cost filament to 3D printing ceramic parts obtained by fused filament fabrication. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2023, vol. 128, pp. 511–529. <https://doi.org/10.1007/s00170-023-11849-5>
35. Ratnavel R., Viswanath S., Subramanian J., Selvaraj V. K., Prahasam V., Siddharth S. Predicting the optimal input parameters for the desired print quality using machine learning. *Micromachines*, 2022, vol. 13, iss. 12, art. ID 2231. <https://doi.org/10.3390/mi13122231>
36. Weng Z., Wang J., Senthil T., Wu L. Mechanical and thermal properties of ABS/montmorillonite nanocomposites for fused deposition modelling 3D printing. *Materials & Design*, 2016, vol. 102, pp. 276–283. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.04.045>
37. Lalegani Dezaki M., Mohd Ariffin M. K. A., Hatami S. An overview of fused deposition modelling (FDM): research, development and process optimisation. *Rapid Prototyping Journal*, 2021, vol. 27, iss. 3, pp. 562–582. <https://doi.org/10.1108/RPJ-08-2019-0230>
38. Kantaros A., Soulis E., Petrescu F. I. T., Ganetsos T. Advanced composite materials utilised in FDM/FFF 3D-printing manufacturing processes: the case of filled filaments. *Materials*, 2023, vol. 16, iss. 18, art. ID 6210. <https://doi.org/10.3390/ma16186210>
39. Wickramasinghe S., Do T., Tran P. FDM-based 3D printing of polymer and associated composite: a review on mechanical properties, defects and treatments. *Polymers*, 2020, vol. 12, iss. 7, art. ID 1529. <https://doi.org/10.3390/polym12071529>
40. Li C., Feng C., Zhang L., Wang L. Direct ink writing of polymer-based materials – A review. *Polymer Engineering & Science*, 2024, vol. 65, iss. 2, pp. 431–454. <https://doi.org/10.1002/pen.27038>
41. Sun C., Fang N. X., Wu D. M., Zhang X. Projection micro-stereolithography using digital micro-mirror dynamic mask. *Sensors and Actuators A: Physical*, 2005, vol. 121, iss. 1, pp. 113–120. <https://doi.org/10.1016/j.sna.2004.12.011>
42. Skorda S., Bardakas A., Segkos A., Chouchoumi N., Hourdakis E., Vekinis G., Tsamis C. Influence of SiC doping on the mechanical, electrical, and optical properties of 3D-printed PLA. *Journal of Composites Science*, 2024, vol. 8, iss. 3, art. ID 79. <https://doi.org/10.3390/jcs8030079>
43. Valerga A.P., Batista M., Salguero J., Girot F. Influence of PLA filament conditions on characteristics of FDM parts. *Materials*, 2018, vol. 11, iss. 8, art. ID 1322. <http://doi.org/10.3390/ma11081322>
44. Samykano M., Selvamani S. K., Kadirgama K., Ngui W. K., Kanagaraj G., Sudhakar K. Mechanical property of FDM-printed ABS: influence of printing parameters. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2019, vol. 102, pp. 2779–2796. <https://doi.org/10.1007/s00170-019-03313-0>
45. Rodríguez-Panes A., Claver J., Camacho A. M. The influence of manufacturing parameters on the mechanical behavior of PLA and ABS pieces manufactured by FDM: A comparative analysis. *Materials*, 2018, vol. 11, iss. 8, art. ID 1333. <http://doi.org/10.3390/ma11081333>
46. Hwang S., Reyes E. I., Moon K.-S., Rumpf R. C., Kim N. S. Thermo-mechanical Characterization of Metal/Polymer Composite Filaments and Printing Parameter Study for Fused Deposition Modeling in the 3D Printing Process. *Journal of Electronic Materials*, 2014, vol. 44, pp. 771–777. <https://doi.org/10.1007/s11664-014-3425-6>
47. Yu G., Ma J., Li J., Wu J. Yu J., Wang X. Mechanical and Tribological Properties of 3D Printed Polyamide 12 and SiC/PA12 Composite by Selective Laser Sintering. *Polymers*, 2022, vol. 14, iss. 11, art. ID 2167. <https://doi.org/10.3390/polym14112167>
48. Seenath A. A., Baig M. M. A., Katiyar J. K., Mohammed A. S. A Comprehensive Review on the Tribological Evaluation of Polyether-Ether-Ketone Pristine and Composite Coatings. *Polymers*, 2024, vol. 16, iss. 21, art. ID 2994. <https://doi.org/10.3390/polym16212994>
49. Rodzeń A., Sharma P. K., McIlhagger A., Mokhtari M., Dave F., Tormey D., Sherlock R. [et al.]. The Direct 3D Printing of Functional PEEK/Hydroxyapatite Composites via a fused filament fabrication approach. *Polymers*, 2021, vol. 13, iss. 4, art. ID 545. <https://doi.org/10.3390/polym13040545>
50. Hidalgo-Carvajal D., Muñoz A. H., Garrido-González J. J., Carrasco-Gallego R. Recycled PLA for 3D printing: a comparison of recycled PLA filaments from waste of different origins after repeated cycles of extrusion. *Polymers*, 2023, vol. 15, iss. 17, art. ID 3651. <https://doi.org/10.3390/polym15173651>
51. Pelanconi M., Colombo P., Ortona A. Additive manufacturing of silicon carbide by selective laser sintering of PA12 powders and polymer infiltration and pyrolysis. *Journal of the European Ceramic Society*, 2021, vol. 41, iss. 10, pp. 5056–5065. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2021.04.014>

ISSN 1561-8358 (Print)

ISSN 2524-244X (Online)

<https://doi.org/10.29235/1561-8358-2026-71-1-18-30>

УДК 621.793.1:620.197:546.26



Оригинальная статья

А. С. Руденков*, А. В. Рогачев, Д. Г. Пилипцов

*Гомельский государственный университет имени Франциска Скорины,
ул. Советская, 104, 246028, Гомель, Республика Беларусь*

**ВЛИЯНИЕ АЗОТИРОВАНИЯ НА СТРУКТУРУ
И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА УГЛЕРОДНЫХ ПОКРЫТИЙ,
ЛЕГИРОВАННЫХ ЦИРКОНИЕМ И КРЕМНИЕМ**

Аннотация. Исследованы структурные особенности и определены механические свойства композиционных углеродных покрытий, сформированных из плазменных потоков сложного состава, которые генерируются импульсным электродуговым и электронскаковым испарением в присутствии молекулярного азота. Концентрация азота в покрытии варьировалась путем изменения значения его парциального давления в остаточной атмосфере вакуумной камеры. Установлено, что азотирование при парциальном давлении азота 0,08 Па углеродных покрытий, легированных цирконием и кремнием, приводит к увеличению дисперсности, уменьшению их шероховатости и размеров отдельных структурных образований. Средствами рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии определены особенности процессов химического взаимодействия. Азотирование способствует увеличению степени структурной упорядоченности sp^2 -кластеров, образованию соединений на основе CN_x , нитридов легирующих элементов и росту соотношения sp^3/sp^2 -гибридизированных атомов углерода, что приводит к увеличению нанотвердости композиционных углеродных покрытий до 15,3 ГПа. Показано, что образование твердых фаз на основе карбидов и нитридов легирующих элементов обуславливает увеличение значений коэффициентов трения и объемного изнашивания контртела при азотировании композиционных углеродных покрытий. Установлен химический состав композиционных углеродных покрытий, обеспечивающий оптимальное сочетание их нанотвердости и триботехнических свойств за счет наиболее высокой доли кластеров на основе Csp^2 -N-связей, трансформирующихся при трении в графит, который выполняет роль твердой смазки. Полученные результаты могут быть использованы при модифицировании поверхности металлообрабатывающего инструмента и деталей специализированной оснастки с целью улучшения их механических характеристик и увеличения срока эксплуатации.

Ключевые слова: углеродные покрытия, азот, кремний, цирконий, карбид, нитрид, нанотвердость, модуль упругости, коэффициент трения

Благодарности: работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования Республики Беларусь в рамках Государственной программы научных исследований «Современное материаловедение, перспективные материалы и новые технологии» на 2026–2030 годы, научно-исследовательская работа «Формирование и физико-химические свойства наноконпозиционных углеродных покрытий, содержащих кластеры тугоплавких металлов и их соединений».

Конфликт интересов: авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Информация об авторах: *Руденков Александр Сергеевич* – кандидат технических наук, доцент, заведующий кафедрой радиофизики и электроники Гомельского государственного университета имени Франциска Скорины, <https://orcid.org/0000-0001-5171-188X>, e-mail: rudenkov@gsu.by; *Рогачев Александр Владимирович* – член-корреспондент Национальной академии наук Беларуси, доктор химических наук, профессор, директор Научно-исследовательского физико-химического института Гомельского государственного университета имени Франциска Скорины, <https://orcid.org/0000-0001-7206-3092>, e-mail: rogachevav@mail.ru; *Пилипцов Дмитрий Геннадьевич* – доктор технических наук, доцент, заместитель декана факультета физики и информационных технологий Гомельского государственного университета имени Франциска Скорины, <https://orcid.org/0000-0001-5930-4066>, e-mail: pdg_@mail.ru

Вклад авторов: *Руденков Александр Сергеевич* – разработка методологии исследования, изучение фазового состава покрытий, определение морфологических особенностей покрытий, интерпретация результатов, написание и оформление текста рукописи; *Рогачев Александр Владимирович* – обоснование концепции исследования, интерпретация результатов, редактирование текста рукописи, формулировка выводов; *Пилипцов Дмитрий Геннадьевич* – подготовка образцов композиционных покрытий, определение нанотвердости и модуля Юнга, проведение триботехнических испытаний, интерпретация результатов.

Для цитирования: Руденков, А. С. Влияние азотирования на структуру и механические свойства углеродных покрытий, легированных цирконием и кремнием / А. С. Руденков, А. В. Рогачев, Д. Г. Пилипцов // Весті Нацыянальнай акадэміі навук Беларусі. Серыя фізіка-тэхнічных навук. – 2026. – Т. 71, № 1. – С. 18–30. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2026-71-1-18-30>

Поступила в редакцию: 16.09.2025

Доработанный вариант: 04.12.2025

Утверждена к публикации: 05.03.2026

Подписана в печать: 12.03.2026

Original article

Alexander S. Rudenkov*, Alexander V. Rogachev, Dzmitry G. Piliptsov

Francisk Scorina Gomel State University,
104, Sovetskaya St., 246028, Gomel, Republic of Belarus

INFLUENCE OF HEAT TREATMENT ON THE STRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF CARBON COATINGS DOPED WITH ZIRCONIUM AND SILICON

Abstract. The structural features and mechanical properties of composite carbon coatings formed from plasma flows of complex composition generated by pulsed electric arc and spark evaporation in the presence of molecular nitrogen were investigated. The nitrogen concentration in the coating was varied by changing its partial pressure in the residual atmosphere of the vacuum chamber. It was found that nitriding of carbon coatings doped with zirconium and silicon at a nitrogen partial pressure of 0.08 Pa leads to an increase in dispersion, a decrease in their roughness and the size of individual structural formations. The features of chemical interaction processes were determined using X-ray photoelectron spectroscopy. Nitriding promotes an increase in the degree of structural ordering of sp^2 -clusters, the formation of compounds based on CN_x , nitrides of alloying elements and an increase in the ratio of sp^3/sp^2 -hybridized carbon atoms, which leads to an increase in the nanohardness of composite carbon coatings to 15.3 GPa. It has been shown that the formation of hard phases based on alloying element carbides and nitrides leads to increased friction coefficients and volumetric wear of the counterface during nitriding of composite carbon coatings. The chemical composition of the composite carbon coatings has been determined, providing an optimal combination of nanohardness and tribological properties due to the highest proportion of clusters based on Csp^2 -N-bonds, which are transformed during friction into graphite, which acts as a solid lubricant. The obtained results can be used to modify the surface of metalworking tools and specialized equipment parts in order to improve their mechanical characteristics and increase their service life.

Keywords: carbon coatings, nitrogen, silicon, zirconium, carbide, nitride, nanohardness, elastic modulus, friction coefficient

Acknowledgments: the work was supported by the Ministry of Education of the Republic of Belarus within the framework of the State Scientific Research Program “Modern Materials Science, Advanced Materials and New Technologies” for 2026–2030, research work “Formation and physicochemical properties of nanocomposite carbon coatings containing clusters of refractory metals and their compounds”.

Conflict of interest: the authors declare that there is no conflict of interest.

Information about the authors: Alexander S. Rudenkov – Cand. Sci. (Engineering), Associate Professor, Head of the Department of Radiophysics and Electronics at Francisk Skorina Gomel State University, <https://orcid.org/0000-0001-5171-188X>, e-mail: rudenkov@gsu.by; Alexander V. Rogachev – Corresponding Member of the National Academy of Sciences of Belarus, Dr. Sci. (Chemistry), Professor, Director of the Research Institute of Physics and Chemistry at Francisk Skorina Gomel State University, <https://orcid.org/0000-0001-7206-3092>, e-mail: rogachevav@mail.ru; Dzmitry G. Piliptsov – Dr. Sci. (Engineering), Deputy Dean of Faculty of Physics and Information Technology at Francisk Skorina Gomel State University, <https://orcid.org/0000-0001-5930-4066>, e-mail: pdg_@mail.ru

Contribution of the authors: Aleksander S. Rudenkov – development of research methodology, study of the phase composition of coatings, determining morphological features of coatings, interpreting results, writing and formatting the manuscript; Aleksander V. Rogachev – substantiation of the research concept, interpretation of results, editing the manuscript, formulating conclusions; Dzmitry G. Piliptsov – preparation of composite coating samples, determination of nanohardness and Young’s modulus, conducting tribotechnical tests, interpreting results.

For citation: Rudenkov A. S., Rogachev A. V., Piliptsov D. G. Influence of heat treatment on the structure and mechanical properties of carbon coatings doped with zirconium and silicon. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-tekhnichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2026, vol. 71, no. 1, pp. 18–30 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2026-71-1-18-30>

Received: 16.09.2025

Modified: 04.12.2025

Approved for publication: 05.03.2026

Signed to the press: 12.03.2026

Введение. В настоящее время углеродные покрытия находят широкое применение в различных отраслях промышленности (машиностроение и металлообработка, аэрокосмическая отрасль, приборостроение, производство изделий медицинского назначения, энергетика и др.) благодаря уникальному комплексу физико-механических свойств: низкий коэффициент трения, высокая износостойкость, высокая микротвердость, прозрачность в инфракрасном диапазоне, химическая инертность, хорошая биосовместимость [1–3]. Свойства углеродных слоев обусловлены соотношением sp^2 - и sp^3 -гибридизированных атомов углерода, которое в значительной степени определяется химическим составом, условиями и режимами формирования покрытий [1; 4]. Основными недостатками углеродных покрытий являются высокий уровень внутренних напряжений и графитизация при температурных значениях выше 350–400 °С, приводящая к существенному ухудшению их механических свойств [1; 3; 5].

Легирование углеродных покрытий металлами (Ti, Cu, Al, Zr, W) и неметаллами (N, Si) позволяет управлять их механическими свойствами и термостойкостью за счет изменения соотношения sp^2 - и sp^3 -гибридизированных атомов углерода и образования химических соединений на основе углерода [6–11]. Легирование углеродных покрытий металлами в большинстве случаев приводит к увеличению содержания sp^2 -гибридизированных атомов углерода и способствует снижению уровня внутренних напряжений, улучшению адгезионных свойств и снижению коэффициента трения при низких значениях концентрации легирующего элемента [1; 9; 10]. Легирование углеродных покрытий азотом также способствует увеличению содержания sp^2 -гибридизированных атомов углерода и образованию соединений типа CN_x , а в случае использования в качестве прекурсоров углеводородных газов приводит к образованию азотсодержащих гетероциклических соединений (пиридин, нитрил и др.), что позволяет повысить микротвердость покрытий, но вызывает увеличение коэффициента трения на воздухе [11; 12]. Введение в состав углеродных покрытий кремния, наоборот, позволяет увеличить долю sp^3 -гибридизированных атомов углерода, снизить коэффициент трения во влажной среде и повысить термостойкость углеродных покрытий до 500 °С [8; 13]. Кроме этого, по мнению авторов [11], в случае легирования углеродных покрытий азотом присутствие атомов кремния блокирует образование Csp^1-N -связей. Необходимо отметить, что согласно данным [11] легирование азотом кремний-углеродных покрытий приводит к стабилизации $Si-C$ -связей, снижает интенсивность процессов графитизации во время отжига и позволяет увеличить термостойкость данных покрытий до 650 °С. При этом в качестве прекурсора для формирования азотированных кремний-углеродных покрытий используются диметилсилан и гексаметилдисилазан [11]. Следует отметить, что данные о структуре и свойствах покрытий, сформированных из твердых прекурсоров, практически отсутствуют.

Таким образом, определение фазового состава и механических свойств композиционных углеродных покрытий, легированных элементами, оказывающими противоположное влияние на содержание sp^2 - и sp^3 -гибридизированных атомов углерода, является актуальной задачей, решение которой позволит расширить представление о структурообразовании полифазных систем на основе углерода.

Цель работы – определение влияния азотирования углеродных покрытий, легированных цирконием и кремнием, на их морфологию, химический и фазовый состав, механические свойства, установление режимов формирования, обеспечивающих наиболее высокие физико-химические свойства.

Материалы и методы исследования. Азотированные углеродные покрытия, легированные цирконием и кремнием, были сформированы с использованием вакуумной установки PVM-D (ООО «Вактайм», Республика Беларусь) на кремниевых подложках путем одновременного распыления составного графитового катода с кремниевыми вставками с помощью импульсного катодно-дугового источника (3500 импульсов, напряжение разряда 350 В) и электродугового испарения циркония (ток дуги 90 А). Толщина покрытий составила 200–230 нм. Частота следования импульсов источника углеродной плазмы равнялась 10 Гц. Откачка в вакуумной камере осуществлялась до 10^{-3} Па, затем для получения азотированных композиционных покрытий в камере подавался молекулярный азот. С целью варьирования концентрации азота покрытия были осаждены при различном парциальном давлении азота (P_N): 0,01 Па, 0,04 и 0,08 Па.

Анализ морфологических особенностей азотированных углеродных покрытий, легированных цирконием и кремнием, осуществлялся при помощи программного комплекса Gwyddion на основе изображений (площадь сканирования 4×4 мкм), полученных средствами атомно-силовой микроскопии (АСМ) в полуконтактном режиме с использованием микроскопа Solver Pro (NT-MDT, Россия).

Химический состав и структура химических связей азотированных композиционных покрытий были определены методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС) при помощи рентгено-электронного спектрометра PHI Quantera (Япония) при возбуждении вещества K_{α} -излучением алюминия с энергией кванта 1486,6 эВ и мощностью 250 Вт. Калибровка осуществлялась по углеродному пику C1s (284,8 эВ).

Фазовый состав покрытий был изучен средствами спектроскопии комбинационного рассеяния (КР) при помощи спектрометра Senterra (Bruker, Германия): длина волны возбуждающего излучения – 532 нм, мощность – 5 мВт.

Нанотвердость (H) и модуль упругости (E) азотированных композиционных покрытий были определены при помощи нанотвердомера «НаноСкан-4D» (ТИСНУМ, Россия), оснащенного индентором Берковича.

Триботехнические испытания проведены по схеме «сфера – плоскость» (индентор – шарик радиусом 5 мм из закаленной стали ШХ15). Нагрузка составила 0,392 Н, средняя скорость перемещения – 0,0135 м/с.

Результаты исследования и их обсуждение. Установлено, что с ростом парциального давления азота в атмосфере вакуумной камеры концентрация азота в покрытии увеличивается (табл. 1), что согласуется с результатами, представленными в [15]. В общем случае концентрация циркония с возрастанием парциального давления азота в атмосфере вакуумной камеры изменяется нелинейно. При этом концентрация циркония в азотсодержащих композиционных покрытиях ниже, а углерода выше, чем в случае покрытий без азота. Данный факт, вероятно, обусловлен более высоким давлением в вакуумной камере при осаждении азотированных покрытий, а значит, изменением режима работы системы электромагнитной сепарации потока металлической плазмы, генерируемой стационарным электродуговым источником, и, как следствие, уменьшением длины свободного пробега и энергии осаждаемых частиц циркония. Нелинейное изменение концентрации кремния обусловлено вероятностным характером попадания дугового разряда в кремниевые вставки графитового катода импульсного катодно-дугового источника углеродной плазмы. С увеличением P_N концентрация кислорода в покрытиях снижается, что, согласно [6], может быть обусловлено снижением пористости и увеличением их плотности при легировании азотом в малой концентрации.

Таблица 1. Химический состав композиционных углеродных покрытий C + Zr + Si, сформированных при различном парциальном давлении азота

Table 1. Chemical composition of composite carbon coatings C + Zr + Si formed at different partial pressures of nitrogen

Парциальное давление азота, P_N , Па Partial pressures of nitrogen, P_N , Pa	Концентрация элементов в покрытии, ат. % Concentration of elements in the coating, at. %				
	C	N	Zr	Si	O
–	78,9	–	5,0	1,8	14,3
0,01	79,1	2,5	3,1	1,7	13,6
0,04	81,4	7,6	0,8	2,8	7,4
0,08	81,9	8,0	1,2	1,7	7,2

С помощью АСМ установлено (табл. 2), что размеры отдельных структурных образований и субшероховатость (R_{ms}) при введении азота в состав углеродных покрытий, легированных цирконием и кремнием, снижаются.

Такое изменение морфологии вызвано уменьшением концентрации металла (а следовательно, и снижением капельной фазы в покрытии) и частичным травлением осаждаемых углеродных

слоев ионами азота, появляющимися вследствие диссоциации молекул азота в дуговом разряде, что подтверждается увеличением степени дисперсности покрытий, сформированных при давлении в вакуумной камере 0,08 Па, и согласуется с выводами, представленными в [16].

Rms образцов покрытий $C_{81,4\%} + Zr_{0,8\%} + Si_{2,8\%} + N_{7,6\%}$ сравнима с покрытиями без азота, что обусловлено более высокими значениями концентрации кремния в указанных образцах и меньшей скоростью травления кластеров кремния ионами азота.

Таблица 2. Влияние химического состава на морфологические особенности углеродных покрытий, легированных цирконием и кремнием

Table 2. The influence of chemical composition on the morphological features of carbon coatings doped with zirconium and silicon

Покрытие Coating	Средняя высота, нм Average height, nm	Субшероховатость, Rms, нм Subroughness, Rms, nm	Плотность зерен на площади сканирования, шт. Density of grains in the scanning area, pcs.	Средний диаметр зерен, нм Average grain diameter, nm
$C_{78,9\%} + Zr_{5,0\%} + Si_{1,8\%}$	5,2	0,8	35	60
$C_{79,1\%} + Zr_{3,1\%} + Si_{1,7\%} + N_{2,5\%}$	2,3	0,3	16	36
$C_{81,4\%} + Zr_{0,8\%} + Si_{2,8\%} + N_{7,6\%}$	3,8	0,7	22	52
$C_{81,9\%} + Zr_{1,2\%} + Si_{1,7\%} + N_{8,0\%}$	3,7	0,4	53	41

Таким образом, азотирование углеродных покрытий, легированных цирконием и кремнием, приводит к увеличению дисперсности (при парциальном давлении азота, равном 0,08 Па), уменьшению их шероховатости и размеров отдельных структурных образований вследствие снижения содержания капельной фазы легирующих элементов и травления ионами азота, возникающими при диссоциации молекул в плазме дугового разряда.

Методами РФЭС определены особенности процессов химического взаимодействия, протекающих при формировании композиционных углеродных покрытий в атмосфере молекулярного азота.

C1s-спектр РФЭС азотированных композиционных углеродных покрытий, находящийся в диапазоне 280÷290 эВ, в настоящей работе был разложен на следующие составляющие (пики): с энергией связи около 283,3 эВ, соотносящийся с карбидом циркония и карбидом кремния одновременно ввиду их близкого взаимного расположения (соответственно 283,3 эВ и 283,2 эВ) [17; 18]; Csp^2 с энергией связи 284,4 эВ; Csp^3 – около 285,2 эВ; Csp^2-N с энергией связи 285,9÷286,1эВ; C–O с энергией связи около 286,5 эВ [14; 18; 19] (рис. 1).

Пик, соответствующий Csp^3-N , с энергией связи 287÷287,3 эВ [14; 20] не был определен. Параметры спектров C1s, N1s, Zr3d приведены в табл. 3.

Спектр N1s (395÷403 эВ) РФЭС азотированных углеродных покрытий, легированных цирконием и кремнием, в настоящей работе был разложен на следующие компоненты (пики): N–Zr, расположенный около 397,2 эВ; N– Csp^3 вблизи 398,2 эВ; N– Csp^2 с энергией связи 399,8 эВ; N–O с энергией связи около 402 эВ [14; 21; 22]. Пик, соответствующий N–Si, с энергией связи 397,7 эВ [11] не был определен.

Спектр Zr3d РФЭС углеродных покрытий, легированных цирконием и кремнием, расположен в диапазоне 180÷188 эВ и имеет два максимума, которые соотносятся со спин-орбитальными компонентами 3d-уровней – $3d_{5/2}$ и $3d_{3/2}$ [17; 23]. Данный спектр был разложен на следующие компоненты (пики): два пика с энергией связи около 180,6÷181 эВ и 181,6÷182,1 эВ соотносятся с Zr–C [17]; две компоненты с энергией связи вблизи 182,6÷182,8 эВ и 184,4÷184,8 эВ соответствуют Zr–O [17; 24]; два пика с энергией связи около 180 эВ и 182,3 эВ обусловлены Zr–N-связями [25]; два пика с энергией связи около 181,5 эВ и 183,5 эВ соотносятся с O–Zr– $N_{5/2}$ и O–Zr– $N_{3/2}$ [26; 27]; две составляющие с энергией связи вблизи 184,9 эВ и 186,5 эВ соответствуют O–Zr– $C_{5/2}$ и O–Zr– $C_{3/2}$ [28]. По причине близкого взаимного расположения и низкого содержания циркония, а следовательно, и низкой интенсивности спектра Zr3d отдельные компоненты были объединены.

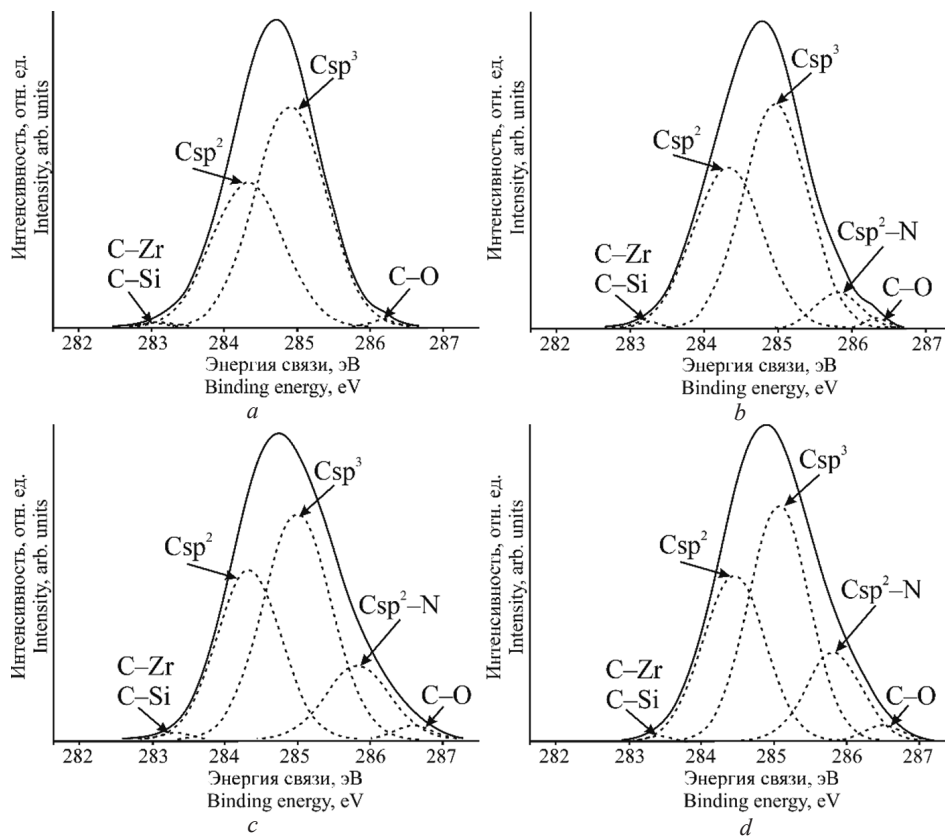


Рис. 1. C1s спектр рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии композиционных углеродных покрытий:
 a – C_{78,9%} + Zr_{5,0%} + Si_{1,8%}; b – C_{79,1%} + Zr_{3,1%} + Si_{1,7%} + N_{2,5%}; c – C_{81,4%} + Zr_{0,8%} + Si_{2,8%} + N_{7,6%};
 d – C_{81,9%} + Zr_{1,2%} + Si_{1,7%} + N_{8,0%}

Fig. 1. C1s spectra of X-ray Photoelectron Spectroscopy of composite carbon coatings: a – C_{78,9%} + Zr_{5,0%} + Si_{1,8%};
 b – C_{79,1%} + Zr_{3,1%} + Si_{1,7%} + N_{2,5%}; c – C_{81,4%} + Zr_{0,8%} + Si_{2,8%} + N_{7,6%}; d – C_{81,9%} + Zr_{1,2%} + Si_{1,7%} + N_{8,0%}

Т а б л и ц а 3. Фазовый состав композиционных углеродных покрытий

T a b l e 3. Phase composition of composite carbon coatings

Покрытие Coating	Спектры рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии Spectra of X-ray Photoelectron Spectroscopy	Тип связи Type of bond	Пик, эВ ± 0,3 эВ Peak, eV ± 0.3 eV	Ширина, эВ Width, eV	Доля площади, % Area share, %
C _{78,9%} + Zr _{5,0%} + Si _{1,8%}	C1s	C–Zr	283,4	0,5	1,2
		Csp ²	284,3	1,1	42,8
		Csp ³	284,9	1,1	55,1
		C–O	286,2	0,6	0,9
	Zr3d	*Zr–C ^{5/2}	180,8	0,5	0,5
		*Zr–C ^{3/2}	182,2	1,3	61,7
		*Zr–O ^{5/2}	183,5	0,8	1,7
C _{79,1%} + Zr _{3,1%} + Si _{1,7%} + N _{2,5%}	C1s	C–Zr	283,2	0,3	0,5
		Csp ²	284,3	1,1	40,3
		Csp ³	285,0	1,0	52,6
		Csp ² –N	285,8	0,7	5,8
	Zr3d	C–O	286,3	0,3	0,8
		*Zr–N ^{5/2}	180,0	1,0	9,4
		*Zr–C ^{5/2}	180,9	0,9	4,5
	Zr3d	*Zr–C ^{3/2}	181,9	0,9	13,7

Окончание табл. 3

Покрыццё Coating	Спектры рентгенаўскай фотэлектроннай спектроскопіі Spectra of X-ray Photoelectron Spectroscopy	Тып сувязі Type of bond	Пік, эВ ± 0,3 эВ Peak, eV ± 0.3 eV	Шырыня, эВ Width, eV	Доля плошчы, % Area share, %
		*Zr–O ^{5/2}	182,6	1,1	39,3
		*Zr–O ^{3/2}	184,9	1,3	25,8
		*O–Zr–N ^{3/2}	183,7	1,1	6,7
		*O–Zr–C ^{3/2}	186,5	0,5	0,6
	N1s	N–Zr	396,8	1,5	19,8
		N–Csp ³	398,1	1,3	19,0
		N–Csp ²	399,5	1,9	50,1
		N–O	401,5	1,0	11,1
C _{81,4%} + Zr _{0,8%} + Si _{2,8%} + N _{7,6%}	C1s	C–Zr	283,3	0,4	0,5
		Csp ²	284,3	1,0	34,3
		Csp ³	285,0	1,1	48,7
		Csp ² –N	285,8	1,0	14,8
		C–O	286,6	0,6	1,6
	Zr3d	*Zr–N ^{5/2}	180,1	0,7	6,9
		*Zr–C ^{5/2}	180,8	0,7	5,9
		*Zr–C ^{3/2}	181,6	0,7	7,0
		*Zr–O ^{5/2}	182,6	1,2	36,6
		*Zr–O ^{3/2}	184,9	1,8	34,2
		*O–Zr–N ^{3/2}	183,7	0,8	4,5
		*O–Zr–C ^{3/2}	186,6	1,1	4,9
	N1s	N–Zr	396,8	1,0	3,5
		N–Csp ³	398,4	1,5	26,1
		N–Csp ²	399,7	2,1	65,8
		N–O	401,8	1,2	4,6
	Si2p	Si–C	100,6	0,9	14,7
		Si–O–C	101,9	1,1	37,3
		Si–O	102,6	0,8	16,6
		SiO ₂	103,7	1,1	31,4
C _{81,9%} + Zr _{1,2%} + Si _{1,7%} + N _{8,0%}	C1s	C–Zr	283,4	0,4	0,3
		Csp ²	284,5	1,0	34,0
		Csp ³	285,1	1,0	47,3
		Csp ² –N	285,8	0,9	16,4
		C–O	286,5	0,6	1,9
	Zr3d	*Zr–N ^{5/2}	180,0	0,7	1,3
		*Zr–C ^{5/2}	180,8	1,1	6,3
		*Zr–C ^{3/2}	181,7	1,2	10,3
		*Zr–O ^{5/2}	182,9	1,0	35,9
		*Zr–O ^{3/2}	185,2	1,4	29,9
		*O–Zr–N ^{3/2}	183,7	1,3	13,5
		*O–Zr–C ^{3/2}	186,5	1,0	2,8
	N1s	N–Zr	396,9	0,8	1,9
		N–Csp ³	398,4	1,5	28,5
		N–Csp ²	399,7	2,2	67,8
		N–O	401,7	0,6	1,7
	Si2p	Si–C	100,9	0,6	12,2
		Si–O–C	101,7	1,1	24,0
		Si–O	102,7	1,0	46,7
		SiO ₂	103,5	0,6	17,2

Спектр Si2p РФЭС композиционных углеродных покрытий находится в диапазоне 99,0÷105,0 эВ и был разложен на следующие составляющие (пики): Si–C с энергией связи 100,7 эВ [12; 14]; C–Si–O с энергией связи 101,7 эВ [14]; компонента с энергией связи около 120,4÷102,7 эВ, ввиду близкого взаимного расположения одновременно соответствует связям Si–O, обусловленным наличием соединений типа Si_xO_y (y < 2) с энергией связи 102,4 эВ [29] и Si–N с энергией связи 102,5 эВ [11; 14]; Si–O с энергией связи 103,0÷104,0 эВ [14], соотносящийся с SiO₂. При этом необходимо отметить, что наличие связи Si–N в спектре N1s подтвердить не удалось. Спектр Si2p для образцов C_{81,4%} + Zr_{0,8%} + Si_{2,8%} + N_{7,6%} и C_{81,9%} + Zr_{1,2%} + Si_{1,7%} + N_{8,0%} из-за высокого уровня шумов достоверно определить не представилось возможным.

В результате анализа спектров РФЭС композиционных углеродных покрытий выявлено, что наличие молекулярного азота в остаточной атмосфере вакуумной камеры приводит к образованию соединений типа CN_x, карбидов и нитридов циркония, карбидов и, возможно, нитридов кремния, а также сложных соединений следующих типов: Si_xO_yC_z, Zr_xO_yC_z и Zr_xO_yN_z.

Определено, что значение соотношения Csp³/Csp² для азотированных углеродных покрытий выше, чем у неазотированных (табл. 4). С увеличением концентрации азота в покрытии до 7,6 ат.% значение соотношения Csp³/Csp² возрастает до 1,42.

Т а б л и ц а 4. Влияние азотирования на фазовый состав углеродных покрытий, легированных цирконием и кремнием

Table 4. The influence of nitriding on the phase composition of carbon coatings alloyed with zirconium and silicon

Покрытие Coating	Csp ³ / Csp ²	Csp ³ / (Csp ² + Csp ² -N)	N-Csp ³ / N-Csp ²	Si-C/ Si _x O _y	Zr-C/ Zr-O
C _{78,9%} + Zr _{5,0%} + Si _{1,8%}	1,29	–	–	–	1,65
C _{79,1%} + Zr _{3,1%} + Si _{1,7%} + N _{2,5%}	1,31	1,14	0,38	–	0,28
C _{81,4%} + Zr _{0,8%} + Si _{2,8%} + N _{7,6%}	1,42	0,99	0,40	0,31	0,16
C _{81,9%} + Zr _{1,2%} + Si _{1,7%} + N _{8,0%}	1,39	0,96	0,42	0,19	0,21

Некоторое снижение значения Csp³/Csp² при дальнейшем увеличении концентрации азота в случае покрытия C_{81,9%} + Zr_{1,2%} + Si_{1,7%} + N_{8,0%} вызвано, по всей видимости, более низким, по сравнению с C_{81,4%} + Zr_{0,8%} + Si_{2,8%} + N_{7,6%}, содержанием кремния, способствующего увеличению доли sp³-гибридизированных атомов углерода [8].

Помимо этого, увеличение доли sp³-гибридизированных атомов углерода в случае азотированных покрытий может быть следствием более низкого содержания циркония, который способствует образованию sp²-связей [10], что подтверждается снижением относительной доли интегральной площади компоненты Csp² (от 42,8 до 34 %) с увеличением концентрации азота (см. табл. 3).

Однако если учитывать sp²-гибридизированные атомы углерода, связанные с атомами азота, то соотношение Csp³/(Csp²+Csp²-N) с увеличением концентрации азота с 2,5 по 8,0 ат.% в покрытии уменьшается от 1,14 до 0,96. Поскольку значения соотношения N-Csp³/N-Csp² < 1, можно сделать вывод о том, что атомы азота преимущественно образуют связи с sp²-гибридизированными атомами углерода. При этом с увеличением концентрации азота соотношение N-Csp³/N-Csp² возрастает с 0,38 по 0,42, что свидетельствует о монотонном увеличении содержания атомов азота, связанных с sp³-гибридизированными атомами углерода, при увеличении концентрации азота. Данный факт, возможно, обусловлен увеличением доли sp³-фазы вследствие уменьшения концентрации металла, способствующего графитизации покрытия [9], а значит, и более высокой вероятностью химического взаимодействия азота с атомами углерода с указанной гибридизацией.

Относительное содержание карбида циркония в азотированных углеродных покрытиях, легированных цирконием и кремнием, ниже (Zr-C/Zr-O < 0,3) по сравнению с неазотированными покрытиями (Zr-C/Zr-O = 1,65). Установлено, что при азотировании цирконий вступает во взаимодействие преимущественно с кислородом. Данный факт подтверждается снижением

доли компоненты Zr–N пика Zr3d от 9,4 до 1,3 % при увеличении концентрации азота в покрытии. Таким образом, ионы азота в плазменном потоке в основном вступают во взаимодействие с sp^2 -гибридизированными атомами углерода, а не с металлом, что согласуется с данными анализа пика N1s.

Поскольку соотношение $Si-C/Si_xO_y < 1$, а связь N–Si в пике N1s не была идентифицирована, можно предположить, что кремний преимущественно присутствует в покрытии в виде соединений типов Si_xO_y и $Si_xO_yC_z$. Таким образом, азотирование углеродных покрытий, легированных цирконием и кремнием, приводит к снижению содержания карбида кремния, что согласуется с результатами работы [11].

Спектры комбинационного рассеяния композиционных углеродных покрытий имеют пик в интервале от 1000 до 1800 cm^{-1} . Указанный пик был разложен на две составляющие: D-пик ($\sim 1350\div 1450\ cm^{-1}$), который обусловлен явлением двойного резонанса радиальных колебаний A_{1g} гексагональных углеродных колец и чаще всего проявляется вблизи границ зерен (в том числе на основе sp^3 -кластеров) или дефектов в аморфной углеродной матрице на основе sp^2 -гибридизированных атомов углерода; G-пик (1550 cm^{-1}), возникающий вследствие продольных колебаний E_{2g} и соответствующий матрице на основе sp^2 -фазы [30].

С увеличением содержания азота соотношение интенсивностей D- и G-пигов (I_D/I_G) уменьшается, а положение G-пика смещается (см. табл. 4), что может быть обусловлено увеличением относительной доли sp^3 -гибридизированных атомов углерода и согласуется с результатами РФЭС. Соотношение I_D/I_G обратно пропорционально размерам sp^2 -кластеров при условии, что размер кластеров не превышает 2 нм [19]. Однако в настоящей работе средний размер отдельных структурных образований (см. табл. 2), как и соотношение I_D/I_G , уменьшается с возрастанием концентрации азота, что может объясняться увеличением числа кластеров размером менее 2 нм.

При концентрации азота выше 7,6 ат.% ширина G-пика уменьшается (табл. 5), что может свидетельствовать о росте степени упорядоченности sp^2 -кластеров [30]. Смещение G-пика в область более высоких волновых чисел в случае $C_{81,4\%} + Zr_{0,8\%} + Si_{2,8\%} + N_{7,6\%}$, а также $C_{81,9\%} + Zr_{1,2\%} + Si_{1,7\%} + N_{8,0\%}$ может быть связано с увеличением уровня внутренних напряжений [31], что обусловлено снижением концентрации металла и возрастанием содержания доли sp^3 -гибридизированных атомов углерода и соединений типа CN_x .

Таблица 5. Статистическая обработка спектров комбинационного рассеяния композиционных углеродных покрытий

Table 5. Statistical processing of Raman spectra of composite carbon coatings

Покрытие Coating	D-пик D-peak		G-пик G-peak		Соотношение интенсивностей D- и G-пигов, I_D/I_G Ratio of intensities of D- and G-peaks, I_D/I_G
	Положение, cm^{-1} Peak, cm^{-1}	Ширина, cm^{-1} Width, cm^{-1}	Положение, cm^{-1} Peak, cm^{-1}	Ширина, cm^{-1} Width, cm^{-1}	
$C_{78,9\%} + Zr_{5,0\%} + Si_{1,8\%}$	1404	245	1549	171	0,72
$C_{79,1\%} + Zr_{3,1\%} + Si_{1,7\%} + N_{2,5\%}$	1378	262	1541	187	0,66
$C_{81,4\%} + Zr_{0,8\%} + Si_{2,8\%} + N_{7,6\%}$	1458	123	1557	142	0,32
$C_{81,9\%} + Zr_{1,2\%} + Si_{1,7\%} + N_{8,0\%}$	1457	130	1554	131	0,33

Смещение D-пика в область более высоких волновых чисел обусловлено образованием карбидов [30].

Установлено, что представленные изменения химического и фазового состава, происходящие вследствие азотирования, влияют на механические свойства углеродных покрытий (табл. 6).

Показано, что покрытия с содержанием азота до 7,6 ат.% и 8,0 ат.% обладают наибольшей твердостью (H) (см. табл. 6). Данный факт обусловлен наибольшим содержанием соединений типа CN_x , что коррелирует с данными РФЭС, согласно которым доля интегральной площади компоненты Csp^2-N в пике C1s составляет 14,8 % и 16,4 % соответственно (см. табл. 3). Кроме того, более высокие значения твердости исследуемых покрытий могут быть обусловлены образованием нитридов кремния и циркония.

Т а б л и ц а 6. Механические характеристики композиционных углеродных покрытий

Table 6. Mechanical characteristics of composite carbon coatings

Покрытие Coating	Твердость, <i>H</i> , ГПа Hardness, <i>H</i> , GPa	Модуль Юнга, <i>E</i> , ГПа Young's modulus, <i>E</i> , GPa	Сопротивление упругой деформации, <i>H/E</i> Resistance to elastic deformation, <i>H/E</i>	Сопротивление пластической деформации, <i>H³/E²</i> Resistance to plastic deformation, <i>H³/E²</i>	Коэффициент трения Coefficient of friction	Коэффициент объемного изнашивания контртела, <i>j</i> · 10 ⁻¹⁷ , м ³ /(Н · м) Coefficient of volumetric wear of the counterbody, <i>j</i> · 10 ⁻¹⁷ , m ³ /(N · m)
C _{78,9%} + Zr _{5,0%} + Si _{1,8%}	14,9	173,2	0,086	0,110	0,20	60,1
C _{79,1%} + Zr _{3,1%} + Si _{1,7%} + N _{2,5%}	14,7	173,3	0,084	0,105	0,24	80,7
C _{81,4%} + Zr _{0,8%} + Si _{2,8%} + N _{7,6%}	15,3	174,4	0,088	0,119	0,25	189,7
C _{81,9%} + Zr _{1,2%} + Si _{1,7%} + N _{8,0%}	15,3	170,2	0,090	0,123	0,19	40,3

Покрытие C_{81,4%} + Zr_{0,8%} + Si_{2,8%} + N_{7,6%} характеризуются наибольшим значением модуля Юнга (*E*), а значит, и наибольшей жесткостью. При этом покрытия C_{81,9%} + Zr_{1,2%} + Si_{1,7%} + N_{8,0%} при равных значениях твердости с покрытиями C_{81,4%} + Zr_{0,8%} + Si_{2,8%} + N_{7,6%} обладают более низкими значениями *E*, а следовательно, являются более пластичными, что объясняется меньшими значениями концентрации кремния и его соединений, а также более низким значением соотношения Csp³/Csp². В частности, из анализа спектров Si2p и C1s, полученных методом РФЭС (см. табл. 4), следует, что соотношения Si–C/Si_xO_y и Csp³/Csp² для этих покрытий ниже (0,19 и 1,39), чем у покрытий C_{81,4%} + Zr_{0,8%} + Si_{2,8%} + N_{7,6%} (0,31 и 1,42 соответственно). Необходимо отметить, что более высокое содержание карбида и нитрида кремния (покрытия C_{81,4%} + Zr_{0,8%} + Si_{2,8%} + N_{7,6%}), а также карбида и нитрида циркония (покрытия C_{79,1%} + Zr_{3,1%} + Si_{1,7%} + N_{2,5%}), по всей видимости, является причиной более высоких значений коэффициента трения (0,25 и 0,24 соответственно) (см. табл. 6, рис. 2).

Более длительная стадия приработки при трении неазотированных покрытий (рис. 2), вероятно, обусловлена более высокой шероховатостью данного типа покрытий, что согласуется с ранее представленными данными АСМ (см. табл. 2).

Благодаря низкой шероховатости и оптимальному соотношению фаз на основе карбидов и нитридов циркония, кремния и графита наиболее высокими значениями сопротивления упругой деформации (*H/E* = 0,090), сопротивления пластической деформации (*H³/E²* = 0,123), наименьшим коэффициентом трения, равным 0,19, из рассматриваемых в настоящей работе образцов, обладают покрытия C_{81,9%} + Zr_{1,2%} + Si_{1,7%} + N_{8,0%}. По этим же причинам данные покрытия обладают наименьшим значением коэффициента объемного изнашивания контртела (*j*). По всей видимости, твердые фазы на основе карбидов и нитридов кремния и циркония в случае покрытий C_{79,1%} + Zr_{3,1%} + Si_{1,7%} + N_{2,5%} и C_{81,4%} + Zr_{0,8%} + Si_{2,8%} + N_{7,6%} абразивно воздействуют на контртело. Кроме того, низкое значение *j* в случае покрытий C_{81,9%} + Zr_{1,2%} + Si_{1,7%} + N_{8,0%} может быть обусловлено наиболее высокой долей кластеров на основе Csp²-N (см. табл. 4), трансформирующихся при трении в графит, который выполняет роль твердой смазки.

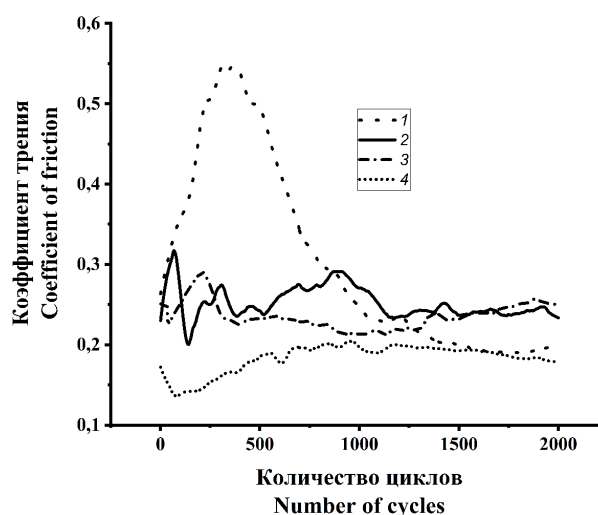


Рис. 2. Кинетические зависимости коэффициента трения композиционных углеродных покрытий: 1 – C_{78,9%} + Zr_{5,0%} + Si_{1,8%}; 2 – C_{79,1%} + Zr_{3,1%} + Si_{1,7%} + N_{2,5%}; 3 – C_{81,4%} + Zr_{0,8%} + Si_{2,8%} + N_{7,6%}; 4 – C_{81,9%} + Zr_{1,2%} + Si_{1,7%} + N_{8,0%}

Fig. 2. Kinetic dependences of the friction coefficient of composite carbon coatings: 1 – C_{78,9%} + Zr_{5,0%} + Si_{1,8%}; 2 – C_{79,1%} + Zr_{3,1%} + Si_{1,7%} + N_{2,5%}; 3 – C_{81,4%} + Zr_{0,8%} + Si_{2,8%} + N_{7,6%}; 4 – C_{81,9%} + Zr_{1,2%} + Si_{1,7%} + N_{8,0%}

Заклучение. Установлено, что азотирование углеродных покрытий, легированных цирконием и кремнием, способствует снижению шероховатости и размера отдельных структурных образований вследствие травления их границ ионами азота, возникающими в плазме разряда, генерируемого электродуговым источником. Согласно данным спектроскопии комбинационного рассеяния (уменьшение ширины G-пика), воздействие ионов азота на растущие слои приводит к увеличению степени структурной упорядоченности sp^2 -кластеров.

Средствами РФЭС установлено, что при азотировании композиционных углеродных покрытий образуются соединения типа CN_x с преобладающим содержанием Csp^2 -N-связей, карбиды и нитриды кремния и циркония, а также сложные соединения типа $Si_xO_yC_z$, $Zr_xO_yC_z$ и $Zr_xO_yN_z$. При этом соотношение Csp^3/Csp^2 увеличивается за счет снижения доли sp^2 -гибридизированных атомов углерода, не вступивших во взаимодействие с азотом.

Образованием кластеров на основе CN_x и увеличением степени структурной упорядоченности sp^2 -кластеров объясняются более высокие значения твердости, сопротивления упругой и пластической деформации азотированных покрытий по сравнению с неазотированными. Увеличение коэффициентов трения и объемного изнашивания контртела в случаях $C_{79,1\%} + Zr_{3,1\%} + Si_{1,7\%} + N_{2,5\%}$ и $C_{81,4\%} + Zr_{0,8\%} + Si_{2,8\%} + N_{7,6\%}$ обусловлено присутствием твердых фаз на основе карбида и нитрида циркония, а также карбида и оксида кремния. Благодаря оптимальному содержанию легирующих элементов и наибольшему содержанию кластеров на основе Csp^2 -N наилучшими триботехническими характеристиками обладают покрытия $C_{81,9\%} + Zr_{1,2\%} + Si_{1,7\%} + N_{8,0\%}$.

Полученные результаты могут быть использованы при разработке технологических приемов модифицирования поверхности металлообрабатывающего инструмента и деталей специализированной оснастки с целью повышения их механических характеристик и увеличения срока эксплуатации.

Список использованных источников

1. Donnet, C. Tribology of Diamond-like Carbon Films: Fundamentals and Applications / C. Donnet, A. Erdemir. – Springer Science & Business Media, 2007. – 680 p. <https://doi.org/10.1007/978-0-387-49891-1>
2. Рогачев, А. В. Триботехнические свойства композиционных покрытий, осаждаемых вакуумно-плазменными методами / А. В. Рогачев // Трение и износ. – 2008. – Т. 29, № 3. – С. 285–592.
3. Robertson, J. Diamond-like amorphous carbon / J. Robertson // Materials Science and Engineering: R: Reports. – 2002. – Vol. 37, iss. 4–6. – P. 129–281. [https://doi.org/10.1016/S0927-796X\(02\)00005-0](https://doi.org/10.1016/S0927-796X(02)00005-0)
4. Композиционные углеродные покрытия, осажженные из импульсной катодной плазмы / Д. Г. Пилипцов, А. С. Руденков, П. А. Лучников [и др.]. – М.: Радиотехника, 2020. – 283 с.
5. Пилипцов, Д. Г. Влияние термообработки на механические свойства слоистых углеродных покрытий / Д. Г. Пилипцов // Проблемы физики, математики и техники. – 2021. – № 3 (48). – С. 29–37. https://doi.org/10.54341/20778708_2021_4_49_29
6. Mabuchi, Y. Effects of sp^2/sp^3 bonding ratio and nitrogen content on friction properties of hydrogen-free DLC coatings / Y. Mabuchi, T. Higuchi, V. Wehnacht // Tribology International. – 2013. – Vol. 62. – P. 130–140. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2013.02.007>
7. Wongpanya, P. Nanomechanical properties and thermal stability of Al–N-co-doped DLC films prepared by filtered cathodic vacuum arc deposition / P. Wongpanya, P. Silawong, P. Photongkam // Surface and Coatings Technology. – 2021. – Vol. 424. – Art. ID 127655. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2021.127655>
8. Effects of source gases on the properties of silicon/nitrogen-incorporated diamond-like carbon films prepared by plasma-enhanced chemical vapor deposition / H. Nakazawa, K. Magara, T. Takami [et al.] // Thin Solid Films. – 2017. – Vol. 636. – P. 177–182. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2017.05.046>
9. Synergistic effect of Cu/Cr co-doping on the wettability and mechanical properties of diamond-like carbon films / L. Sun, P. Guo, P. Ke [et al.] // Diamond and Related Materials. – 2016. – Vol. 68. – P. 1–9. <https://doi.org/10.1016/j.diamond.2016.05.006>
10. Руденков, А. С. Влияние концентрации металла на фазовый состав, структуру и свойства углерод-металлических покрытий / А. С. Руденков // Проблемы физики, математики и техники. – 2015. – № 3 (24). – С. 26–32.
11. Effects of silicon doping on the chemical bonding states and properties of nitrogen-doped diamond-like carbon films by plasma-enhanced chemical vapor deposition / K. Nakamura, H. Ohashi, Y. Enta [et al.] // Thin Solid Films. – 2021. – Vol. 736. – Art. ID 138923. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2021.138923>
12. Tribological characterization of carbon-nitrogen coatings deposited by using vacuum arc discharge / J. Koskinen, J.-P. Hirvonen, J. Levoska, P. Torri // Diamond and Related Materials. – 1996. – Vol. 5. – P. 669–673. [https://doi.org/10.1016/0925-9635\(95\)00382-7](https://doi.org/10.1016/0925-9635(95)00382-7)

13. Long-term thermal stability of Si-containing diamond prepared by plasma source ion implantation / R. Hatada, K. Baba, S. Flege [et al.] // *Surface and Coatings Technology*. – 2016. – Vol. 305. – P. 93–98. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.08.011>
14. Effect of nitrogen doping on the microstructure and thermal stability of diamond-like carbon coatings containing silicon and oxygen / J. Peng, Y. Xiao, M. Yang, J. Liao // *Surface and Coatings Technology*. – 2021. – Vol. 421. – Art. ID 127479. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2021.127479>
15. Mechanical properties of d.c. magnetron-sputtered and pulsed vacuum arc deposited ultra-thin nitrogenated carbon coatings / A. Wienss, M. Neuhäuser, H.-H. Schneider [et al.] // *Diamond and Related Materials*. – 2001. – Vol. 10, iss. 3–7. – P. 1024–1029. [https://doi.org/10.1016/S0925-9635\(00\)00512-4](https://doi.org/10.1016/S0925-9635(00)00512-4)
16. Влияние ионного азотирования на фазовый состав, структуру и свойства углеродных покрытий / А. С. Руденков, А. В. Рогачев, Д. Г. Филиппов [и др.] // *Проблемы физики, математики и техники*. – 2016. – № 1 (26). – С. 37–42.
17. Evolution of Phase Composition and Antibacterial Activity of Zr–C Thin Films / K. Mydlowska, E. Czerwińska, A. Gilewicz [et al.] // *Processes*. – 2020. – Vol. 8. – Art. ID 260. <https://doi.org/10.3390/pr8030260>
18. Ray, S. C. Iron, nitrogen and silicon doped diamond like carbon (DLC) thin films: A comparative study / S. C. Ray, W. F. Pong, P. Papakostantinou // *Thin Solid Films*. – 2016. – Vol. 610. – P. 42–47. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2016.04.048>
19. Paik, N. Raman and XPS studies of DLC films prepared by a magnetron sputter-type negative ion source / N. Paik // *Surface and Coatings Technology*. – 2005. – Vol. 200, iss. 7. – P. 2170–2174. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2004.08.073>
20. Trusso, S. CN_x thin films grown by pulsed laser deposition: Raman, infrared and X-ray photoelectron spectroscopy study / S. Trusso, C. Vasi, F. Neri // *Thin Solid Films*. – 1999. – Vol. 355–356. – P. 219–222. [https://doi.org/10.1016/S0040-6090\(99\)00503-9](https://doi.org/10.1016/S0040-6090(99)00503-9)
21. Mirengi, L. An Accurate Quantitative X-ray Photoelectron Spectroscopy Study of Pure and Homogeneous ZrN Thin Films Deposited Using BPDMS / L. Mirengi, A. Rizzo // *Applied Sciences*. – 2023. – Vol. 13. – Art. ID 1271. <https://doi.org/10.3390/app13031271>
22. Biomineralization of osteoblasts on DLC coated surfaces for bone implants / B. Subramanian, S. Thanka Rajan, P. J. Martin [et al.] // *Biointerphases*. – 2018. – Vol. 13, iss. 4. – Art. ID 041002. <https://doi.org/10.1116/1.5007805>
23. Using photoelectron spectroscopy to observe oxygen spillover to zirconia / P. Lackner, Z. Zou, S. Mayr [et al.] // *Physical Chemistry Chemical Physics*. – 2019. – Vol. 32. – P. 17613–17620. <https://doi.org/10.1039/C9CP03322J>
24. Wong, P. C. XPS studies of the stability of a zirconium carbide film in the presence of zirconium oxide and hydrogen / P. C. Wong, Y. S. Li, K. A. R. Mitchell // *Surface Review and Letters*. – 1995. – Vol. 2, № 3. – P. 297–303. <https://doi.org/10.1142/S0218625X95000315>
25. Prieto, P. Interaction of Oxygen with ZrN at Room Temperature: an XPS Study / P. Prieto, L. Galan, J. M. Sanz // *Surface and Interface Analysis*. – 1994. – Vol. 21. – P. 395–399. <https://doi.org/10.1002/sia.740210612>
26. Muneshwar, T. Comparing XPS on bare and capped ZrN films grown by plasma enhanced ALD: Effect of ambient oxidation / T. Muneshwar, K. Cadien // *Applied Surface Science*. – 2018. – Vol. 435. – P. 367–376. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2017.11.104>
27. Cubillos, G. ZrN–ZrO_xN_y vs ZrO₂–ZrO_xN_y coatings deposited via unbalanced DC magnetron sputtering / G. Cubillos, E. Romero, A. Umaña-Perez // *Scientific Reports*. – 2021. – Vol. 11. – Art. ID 18926. <https://doi.org/10.1038/s41598-021-98052-2>
28. X ray photoelectron spectroscopy (XPS) analysis of Photosensitive ZrO₂ array / Y. Li, G. Zhao, R. Zhu [et al.] // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. – 2018. – Vol. 322. – Art. ID 022043. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/322/2/022043>
29. Modulation of Si on microstructure and tribo-mechanical properties of hydrogen-free DLC films prepared by magnetron sputtering / C.-Q. Guo, S. Sh. Lin, D. Gao [et al.] // *Applied Surface Science*. – 2020. – Vol. 509. – Art. ID 145381. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2020.145381>
30. A concise review of the Raman spectra of carbon allotropes / V. Thapliyal, M. E. Alabdulkarim, D. R. Whelan [et al.] // *Diamond and Related Materials*. – 2022. – Vol. 127. – Art. ID 109180. <https://doi.org/10.1016/j.diamond.2022.109180>
31. Structure and properties of Si incorporated tetrahedral amorphous carbon films prepared by hybrid filtered vacuum arc process / C. S. Lee, K.-R. Lee, K. E. Eun [et al.] // *Diamond and Related Materials*. – 2002. – Vol. 11, iss. 2. – P. 198–203. [https://doi.org/10.1016/S0925-9635\(01\)00666-5](https://doi.org/10.1016/S0925-9635(01)00666-5)

References

1. Donnet C., Erdemir A. *Tribology of Diamond-like Carbon Films: Fundamentals and Applications*. New York, Springer New York, 2007. 680 p. <https://doi.org/10.1007/978-0-387-49891-1>
2. Rogachev A. V. Triboengineering properties of composite coating sputtered with vacuum plasma techniques. *Journal of Friction and Wear*, 2008, vol. 29, iss. 3, pp. 218–223. <https://doi.org/10.3103/S1068366608030112>
3. Robertson J. Diamond-like amorphous carbon. *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 2002, vol. 37, iss. 4–6, pp. 129–281. [https://doi.org/10.1016/S0927-796X\(02\)00005-0](https://doi.org/10.1016/S0927-796X(02)00005-0)
4. Pilipcov D. G., Rudenkov A. S., Luchnikov P. A., Rogachev A. V., Syao Hun Czyan, Bin Chzhou. *Composite Carbon Coatings Deposited from Pulsed Cathodic Plasma*. Moscow, Radiotekhnika Publ., 2020. 283 p. (in Russian).
5. Piliptsou D. G. Influence of heat treatment on the mechanical properties of layered carbon coatings. *Problemy fiziki, matematiki i tekhniki = Problems of Physics, Mathematics and Technics*, 2021, no. 4 (49), pp. 29–37 (in Russian). https://doi.org/10.54341/20778708_2021_4_49_29
6. Mabuchi Y., Higuchi T., Weihnacht V. Effects of sp²/sp³ bonding ratio and nitrogen content on friction properties of hydrogen-free DLC coatings. *Tribology International*, 2013, vol. 62, pp. 130–140. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2013.02.007>

7. Wongpanya P., Silawong P., Photongkam P. Nanomechanical properties and thermal stability of Al–N-co-doped DLC films prepared by filtered cathodic vacuum arc deposition. *Surface and Coatings Technology*, 2021, vol. 424, art. ID 127655. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2021.127655>
8. Nakazawa H., Magara K., Takami T., Ogasawara H., Enta Y., Suzuki Y. Effects of source gases on the properties of silicon/nitrogen-incorporated diamond-like carbon films prepared by plasma-enhanced chemical vapor deposition. *Thin Solid Films*, 2017, vol. 636, pp. 177–182. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2017.05.046>
9. Sun L., Guo P., Ke P., Li X., Wang A. Synergistic effect of Cu/Cr co-doping on the wettability and mechanical properties of diamond-like carbon films. *Diamond and Related Materials*, 2016, vol. 68, pp. 1–9. <https://doi.org/10.1016/j.diamond.2016.05.006>
10. Rudenkov A. S. Influence of metal concentration on the phase composition, structure and properties of carbon-metal coating. *Problemy fiziki, matematiki i tekhniki = Problems of Physics, Mathematics and Technics*, 2015, no. 3 (24), pp. 26–32 (in Russian).
11. Nakamura K., Ohashi H., Enta Y., Kobayashi Y., Suzuki Y., Suemitsu M., Nakazawa H. Effects of silicon doping on the chemical bonding states and properties of nitrogen-doped diamond-like carbon films by plasma-enhanced chemical vapor deposition. *Thin Solid Films*, 2021, vol. 736, art. ID 138923. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2021.138923>
12. Koskinen J., Hirvonen J.-P., Levoska J., Torri P. Tribological characterization of carbon-nitrogen coatings deposited by using vacuum arc discharge. *Diamond and Related Materials*, 1996, vol. 5, iss. 6–8, pp. 669–673. [https://doi.org/10.1016/0925-9635\(95\)00382-7](https://doi.org/10.1016/0925-9635(95)00382-7)
13. Hatada R., Baba K., Flege S., Ensinger W. Long-term thermal stability of Si-containing diamond prepared by plasma source ion implantation. *Surface and Coatings Technology*, 2016, vol. 305, pp. 93–98. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.08.011>
14. Peng J., Xiao Y., Yang M., Liao J. Effect of nitrogen doping on the microstructure and thermal stability of diamond-like carbon coatings containing silicon and oxygen. *Surface and Coatings Technology*, 2021, vol. 421, art. ID 127479. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2021.127479>
15. Wiens A., Neuhäuser M., Schneider H.-H., Persch-Schuy G., Windeln J., Witke T., Hartman U. Mechanical properties of d.c. magnetron-sputtered and pulsed vacuum arc deposited ultra-thin nitrogenated carbon coatings. *Diamond and Related Materials*, 2001, vol. 10, iss. 3–7, pp. 1024–1029. [https://doi.org/10.1016/S0925-9635\(00\)00512-4](https://doi.org/10.1016/S0925-9635(00)00512-4)
16. Rudenkov A. S., Rogachev A. V., Piliptsov D. G., Fedosenko N. N., Xiaohong Jiang. Influence of ion nitriding on the phase composition, structure and properties of carbon coatings. *Problemy fiziki, matematiki i tekhniki = Problems of Physics, Mathematics and Technics*, 2016, no. 1 (26), pp. 37–42 (in Russian).
17. Mydlowska K., Czerwińska E., Gilewicz A., Dobruchowska E., Jakubczyk E., Szparaga L., Ceynowa P., Ratajski J. Evolution of Phase Composition and Antibacterial Activity of Zr–C Thin Films. *Processes*, 2020, vol. 8, art. ID 260. <https://doi.org/10.3390/pr8030260>
18. Ray S. C., Pong W. F., Papakonstantinou P. Iron, nitrogen and silicon doped diamond like carbon (DLC) thin films: A comparative study. *Thin Solid Films*, 2016, vol. 610, pp. 42–47. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2016.04.048>
19. Paik N. Raman and XPS studies of DLC films prepared by a magnetron sputter-type negative ion source. *Surface and Coatings Technology*, 2005, vol. 200, iss. 7, pp. 2170–2174. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2004.08.073>
20. Trusso S., Vasi C., Neri F. CN_x thin films grown by pulsed laser deposition: Raman, infrared and X-ray photoelectron spectroscopy study. *Thin Solid Films*, 1999, vol. 355–356, pp. 219–222. [https://doi.org/10.1016/S0040-6090\(99\)00503-9](https://doi.org/10.1016/S0040-6090(99)00503-9)
21. Mirengi L., Rizzo A. An Accurate Quantitative X-ray Photoelectron Spectroscopy Study of Pure and Homogeneous ZrN Thin Films Deposited Using BPDMS. *Applied Sciences*, 2023, vol. 13, art. ID 1271. <https://doi.org/10.3390/app13031271>
22. Subramanian B., Thanka Rajan S., Martin P. J., Vaithilingam V., Bean P. A., Evans M. D. M., Bendavid A. Biomimetic mineralization of osteoblasts on DLC coated surfaces for bone implants. *Biointerphases*, 2018, vol. 13, iss. 4, art. ID 041002. <https://doi.org/10.1116/1.5007805>
23. Lackner P., Zou Z., Mayr S., Diebold U., Schmid M. Using photoelectron spectroscopy to observe oxygen spillover to zirconia. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 2019, vol. 32, pp. 17613–17620. <https://doi.org/10.1039/C9CP03322J>
24. Wong P. C., Li Y. S., Mitchell K. A. R. XPS studies of the stability of a zirconium carbide film in the presence of zirconium oxide and hydrogen. *Surface Review and Letters*, 1995, vol. 2, no. 3, pp. 297–303. <https://doi.org/10.1142/S0218625X95000315>
25. Prieto P., Galan L., Sanz J.M. Interaction of Oxygen with ZrN at Room Temperature: an XPS Study. *Surface and Interface Analysis*, 1994, vol. 21, pp. 395–399. <https://doi.org/10.1002/sia.740210612>
26. Muneshwar T., Cadien K. Comparing XPS on bare and capped ZrN films grown by plasma enhanced ALD: Effect of ambient oxidation. *Applied Surface Science*, 2018, vol. 435, pp. 367–376. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2017.11.104>
27. Cubillos G., Romero E., Umaña-Perez A. ZrN–ZrO_xN_y vs ZrO₂–ZrO_xN_y coatings deposited via unbalanced DC magnetron sputtering. *Scientific Reports*, 2021, vol. 11, art. ID 18926. <https://doi.org/10.1038/s41598-021-98052-2>
28. Li Y., Zhao G., Zhu R., Kou Z. X ray photoelectron spectroscopy (XPS) analysis of Photosensitive ZrO₂ array. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2018, vol. 322, art. ID 022043. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/322/2/022043>
29. Guo C.-Q., Lin S. Sh., Gao D., Shi Q., Wei Ch.-B., Dai M.-J., Su Y. F. [et al.]. Modulation of Si on microstructure and tribo-mechanical properties of hydrogen-free DLC films prepared by magnetron sputtering. *Applied Surface Science*, 2020, vol. 509, art. ID 145381. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2020.145381>
30. Thapliyal V., Alabdulkarim M. E., Whelan D. R. A concise review of the Raman spectra of carbon allotropes. *Diamond and Related Materials*, 2022, vol. 127, art. ID 109180. <https://doi.org/10.1016/j.diamond.2022.109180>
31. Lee C. S., Lee K.-R., Eun K. E., Yoon K. H., Han J. H. Structure and properties of Si incorporated tetrahedral amorphous carbon films prepared by hybrid filtered vacuum arc process. *Diamond and Related Materials*, 2002, vol. 11, iss. 2, pp. 198–203. [https://doi.org/10.1016/S0925-9635\(01\)00666-5](https://doi.org/10.1016/S0925-9635(01)00666-5)

ISSN 1561-8358 (Print)
ISSN 2524-244X (Online)
<https://doi.org/10.29235/1561-8358-2026-71-1-31-38>
УДК 621.793



Оригинальная статья

И. М. Романов¹, С. Д. Латушкина¹, Е. Н. Щербакова², О. И. Посылкина^{1*}

¹*Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси,
ул. Академика Купревича, 10, 220141, Минск, Республика Беларусь*
²*Белорусский национальный технический университет,
пр. Независимости, 65, 220013, Минск, Республика Беларусь*

ВЛИЯНИЕ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО ОТЖИГА НА СТРУКТУРУ, ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И РЕЗИСТИВНЫЕ СВОЙСТВА ПЛЕНОК, ПОЛУЧЕННЫХ МАГНЕТРОННЫМ РАСПЫЛЕНИЕМ МИШЕНИ СОСТАВА MoSi₂ + 20 мас.% SiC

Аннотация. Методом магнетронного распыления композиционной мишени состава MoSi₂ + 20 мас.% SiC получены тонкие пленки с квазиаморфной мелкодисперсной структурой и размером кристаллитов 1–3 нм. Проведено исследование влияния температуры и продолжительности отжига на поверхностное электрическое сопротивление, структуру и фазовый состав данных пленок, которое позволило установить взаимосвязь между структурно-фазовым состоянием и величиной поверхностного сопротивления пленок. Определено, что отжиг свежесаженных пленок при температуре выше 700 °С приводит к уменьшению величины их поверхностного сопротивления в 2,5–3 раза, а при температуре термической обработки 900 °С данная характеристика стабилизируется. На основе результатов электронографического анализа и резистивных свойств пленок установлено, что изменение поверхностного электрического сопротивления обусловлено эволюцией структуры от квазиаморфной до поликристаллической. Показано, что образование стабильных фаз MoSi₂ и Mo₃Si₃ тетрагональной модификации, а также SiC гексагональной модификации после термообработки обеспечивает стабилизацию электрических свойств пленок. Установлено, что оптимальными условиями отжига допустимо считать температуру 900 °С и продолжительность термической обработки 3 ч, при которых есть вероятность стабилизации поверхностного сопротивления, структуры и фазового состава пленок. Полученные результаты могут быть использованы при создании высокоэффективных тонкопленочных ИК-излучателей, применяемых в качестве источников света в газовых микроанализаторах.

Ключевые слова: магнетронное распыление, тонкие пленки, дисилицид молибдена, карбид кремния, электрическое поверхностное сопротивление, структура пленок, фазовый состав, электронографический анализ

Благодарности: работа выполнена при поддержке Белорусского республиканского фонда фундаментальных исследований (договор № T25MЭ-026).

Конфликт интересов: авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Информация об авторах: *Романов Игорь Михайлович* – кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник лаборатории вакуумно-плазменных покрытий Физико-технического института Национальной академии наук Беларуси, e-mail: rimigo@mail.ru; *Латушкина Светлана Дмитриевна* – кандидат технических наук, доцент, заведующий лабораторией вакуумно-плазменных покрытий Физико-технического института Национальной академии наук Беларуси, <https://orcid.org/0000-0001-9409-5749>, e-mail: phti@tut.by; *Щербакова Елена Николаевна* – кандидат физико-математических наук, доцент, ответственный за учебно-методическую работу Приборостроительного факультета Белорусского национального технического университета, e-mail: bntu@bntu.by; *Посылкина Ольга Ивановна* – кандидат технических наук, старший научный сотрудник лаборатории вакуумно-плазменных покрытий Физико-технического института Национальной академии наук Беларуси, <https://orcid.org/0000-0002-9104-9883>, e-mail: ola-gara@yandex.by

Вклад авторов: *Романов Игорь Михайлович* – обоснование концепции, нанесение покрытия на металлические образцы, проведение экспериментов, интерпретация результатов исследования; *Латушкина Светлана Дмитриевна* – интерпретация результатов исследования, обобщение результатов исследования; *Щербакова Елена Николаевна* – проведение экспериментов; *Посылкина Ольга Ивановна* – проведение сравнительного анализа, работа с текстом рукописи.

Для цитирования: Влияние высокотемпературного отжига на структуру, фазовый состав и резистивные свойства пленок, полученных магнетронным распылением мишени состава MoSi₂ + 20 мас.% SiC / И. М. Романов, С. Д. Латушкина, Е. Н. Щербакова, О. И. Посылкина // Вестці Нацыянальнай акадэміі навук Беларусі. Серыя фізіка-тэхнічных навук. – 2026. – Т. 71, № 1. – С. 31–38. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2026-71-1-31-38>

Поступила в редакцию: 08.07.2025

Доработанный вариант: 14.11.2025

Утверждена к публикации: 05.03.2026

Подписана в печать: 12.03.2026

* Автор, ответственный за переписку / Corresponding author.

*Original article*Igor M. Romanov¹, Svetlana D. Latushkina¹, Elena N. Shcherbakova², Olga I. Posylkina^{1*}¹Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus,
10, Academician Kuprevich St., 220141, Minsk, Republic of Belarus²Belarusian National Technical University,
65, Nezavisimosti Ave., 220013, Minsk, Republic of Belarus**INFLUENCE OF HIGH TEMPERATURE THERMAL ANNEALING
ON THE STRUCTURE, PHASE COMPOSITION AND RESISTIVE PROPERTIES
OF FILMS OBTAINED BY MAGNETRON SPUTTERING OF A TARGET
OF COMPOSITION MoSi₂ + 20 wt.% SiC**

Abstract. Thin films with a quasi-amorphous finely dispersed structure and a crystallite size of 1–3 nm were obtained using the magnetron sputtering method of a composite target of MoSi₂ + 20 wt.% SiC compound. A study was conducted on the influence of temperature and duration of annealing on the surface electrical resistance, structure and phase composition of these films, which made it possible to establish a relationship between the structural-phase state and the value – of the surface resistance of the films. It was determined that annealing of freshly deposited films at a temperature above 700 °C leads to a decrease in their surface resistance by 2.5–3 times, and at a heat treatment temperature of 900 °C this characteristic is stabilized. Based on the results of electron diffraction analysis and resistive properties of the films, it was found that the change in surface electrical resistance is due to the evolution of the structure from quasi-amorphous to polycrystalline. It was shown that the formation of stable phases of MoSi₂ and Mo₅Si₃ of the tetragonal modification, as well as SiC of the hexagonal modification after heat treatment ensures stabilization of the electrical properties of the films. It was found that the a temperature of 900 °C and a heat treatment duration of 3 hours can be considered as optimal annealing modes, at which stabilization of the surface resistance, structure and phase composition of the films can be achieved. The results obtained can be used to produce highly efficient thin-film IR emitters used as light sources in gas microanalyzers.

Keywords: magnetron sputtering, thin films, molybdenum disilicide, silicon carbide, electrical surface resistance, film structure, phase composition, electron diffraction analysis

Acknowledgments: the work was carried out with the financial support of the Belarusian Republican Foundation for Fundamental Research (agreement no. T25ME-026).

Conflict of interest: the authors declare that there is no conflict of interest.

Information about the authors: Igor M. Romanov – Cand. Sci. (Physics and Mathematics), Senior Researcher of the Laboratory of Vacuum Plasma Coatings at Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, e-mail: rimigo@mail.ru; Svetlana D. Latushkina – Cand. Sci. (Engineering), Associate Professor, Head of the Vacuum Plasma Coatings Laboratory at Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, <https://orcid.org/0000-0001-9409-5749>, e-mail: phti@tut.by; Elena N. Shcherbakova – Cand. Sci. (Physics and Mathematics), Associate Professor, Responsible for educational and methodological work at Instrument-Making Faculty at Belarusian National Technical University, e-mail: bntu@bntu.by; Olga I. Posylkina – Cand. Sci. (Engineering), Senior Researcher of the Laboratory of Vacuum Plasma Coatings at Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, <https://orcid.org/0000-0002-9104-9883>, e-mail: ola-gapa@yandex.by

Contribution of the authors: Igor M. Romanov – substantiation of the concept, application of coating to metal samples, conducting experiments, interpretation of research results; Svetlana D. Latushkina – interpretation of research results, generalization of research results; Elena N. Shcherbakova – conducting experiments; Olga I. Posylkina – conducting a comparative analysis, working with the text of the manuscript.

For citation: Romanov I. M., Latushkina S. D., Shcherbakova E. N., Posylkina O. I. Influence of high temperature thermal annealing on the structure, phase composition and resistive properties of films obtained by magnetron sputtering of a target of composition MoSi₂ + 20 wt.% SiC. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-tekhnichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2026, vol. 71, no. 1, pp. 31–38 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2026-71-1-31-38>

Received: 08.07.2025

Modified: 14.11.2025

Approved for publication: 05.03.2026

Signed to the press: 12.03.2026

Введение. Поиск материалов с высокими излучающими свойствами в ИК-области спектра и заданным значением поверхностного электрического сопротивления является актуальной задачей. Использование таких материалов в тонкопленочном виде позволяет создать на их основе многослойные структуры, применяемые в оптических газовых микроанализаторах в качестве источников (или излучателей) света, работающих в ИК-диапазоне [1]. Оптические газовые микроанализаторы находят широкое применение для анализа содержания вредных газовых примесей в атмосфере вокруг различных промышленных объектов и в быту человека [2].

Эффективность работы тонкопленочных ИК-излучателей определяется излучающими свойствами материала и способностью этого устройства длительно функционировать при значениях температуры, близких к 800 °С. Высокой излучательной способностью, равной 0,8, обладают пленки силицидов некоторых металлов (Mo, W, Cr), получаемые магнетронным распылением в вакууме [3; 4]. Так, пленки силицида молибдена (MoSi_2) имеют максимальную продолжительность времени работы среди указанных соединений при длительном высокотемпературном нагреве без изменения резистивных свойств, которая тем не менее недостаточна для широкого практического использования в ИК-излучателях.

Возможным способом решения этой проблемы является формирование пленок методом магнетронного распыления при использовании композиционных мишеней состава $\text{MoSi}_2 + 20 \text{ мас.}\% \text{ SiC}$, что, как показали эксперименты, приводит к увеличению времени работы таких пленок по сравнению с пленками MoSi_2 [5; 6]. Вместе с тем свежесажженные пленки, полученные магнетронным распылением мишени состава $\text{MoSi}_2 + 20 \text{ мас.}\% \text{ SiC}$, имеют квазиаморфную структуру с размером кристаллитов 5–10 нм. Однако при протекании через свежесажженную пленку импульсов тока, разогревающих ее до высокой температуры и приводящих к возникновению интенсивного ИК-излучения, происходит процесс неконтролируемой кристаллизации пленки и изменения ее параметров, в частности электрического сопротивления, что негативным образом сказывается на стабильной работе излучателя.

В связи с этим встает вопрос поиска технологического подхода, позволяющего стабилизировать структуру и фазовый состав пленок, а следовательно, и их удельное электрическое сопротивление. Таким подходом может быть термообработка свежесажженных квазиаморфных пленок, способствующая протеканию в них процесса собирательной рекристаллизации и перехода в более стабильное поликристаллическое состояние [7].

Цель настоящей работы – исследование влияния высокотемпературного отжига пленок, полученных магнетронным распылением мишени состава $\text{MoSi}_2 + 20 \text{ мас.}\% \text{ SiC}$, на величину их поверхностного электрического сопротивления, структуру и фазовый состав, установление взаимосвязи между структурными и электрическими характеристиками пленок, осаждаемых методом магнетронного распыления.

Методика эксперимента. Для получения пленок использовалась методика вакуумного магнетронного распыления на постоянном токе в среде аргона. Для осаждения пленок применялась мишень состава $\text{MoSi}_2 + 20 \text{ мас.}\% \text{ SiC}$ диаметром 46 мм, изготовленная методом импульсного прессования с использованием бризантных взрывчатых веществ смеси порошков MoSi_2 и SiC. Подложками для осаждаемых пленок служили пластины монокристаллического кремния с ориентацией (100) и диэлектрического ситалла СТ-50-1. Для определения содержания химических элементов в пленках применялся количественный анализ строения вещества по энергетическим спектрам электронов (ОЖЕ-спектроскопия), который проводился на электронном спектрометре РНН-660 Perkin Elmer (США). Пространственное распределение элементов по глубине пленок определялось при пошаговом распылении поверхностного слоя образцов ионами аргона с энергией 3 кэВ.

Поверхностное сопротивление пленок измеряли четырехзондовым методом, толщину пленок определяли с использованием прибора МИИ-4 (Россия).

Перед осаждением пленок проводилась ионная обработка подложек с использованием аргонового источника Холла с энергией ионов аргона 1,0 кэВ и плотностью тока на подложке 5 мА/см². Толщина пленок после осаждения составляла 0,4 мкм.

Термическая обработка пленок осуществлялась в высокотемпературной печи на воздухе. Для защиты от окисления перед термообработкой на поверхность образцов осаждался слой нитрида кремния (Si_3N_4) толщиной 0,5 мкм как материал, используемый в промышленных датчиках. Для этого применялся метод низкотемпературного (350 °С) плазмохимического газофазного осаждения (Plasma-Enhanced Chemical Vapor Deposition, PECVD). Образцы подвергали термообработке при $T = 450\text{--}900$ °С, затем слой Si_3N_4 удалялся химическим травлением.

Электроннографическое исследование образцов проводилось на электронографе ЭМР-102 (Россия) в режиме работы на отражение. Постоянную прибора устанавливали путем калибровки, используя образец с известными параметрами кристаллической решетки. В качестве калибровочного эталона были выбраны поликристаллические образцы окиси магния, дающие четкую кольцевую электронограмму. Для определения межплоскостных расстояний использовалась формула [8]

$$D_{hkl} \cdot d_{hkl} = 2 \cdot L \cdot \lambda = A,$$

где D_{hkl} – диаметр кольца или удвоенное расстояние от рефлекса до центра электронограммы, мкм; d_{hkl} – межплоскостное расстояние системы $h_i k_i l_i$, нм; L – эффективная длина камеры, мм; λ – длина волны электрона, Å; A – постоянная прибора. Диаметр колец измерялся прибором ИЗА-5 (Россия) с точностью ± 1 мкм. Для идентификации расшифрованных электронограмм использовали базу данных Международного центра дифракционных данных (International Centre for Diffraction Data, ICDD, <https://www.icdd.com>). Расшифровка кольцевых электронограмм от поликристаллических образцов осуществлялась следующим образом:

- 1) измеряли радиусы колец;
- 2) зная постоянную прибора A , определяли межплоскостные расстояния $d_{\text{эксп}} = A/D$, где D – экспериментальное значение межплоскостного расстояния;
- 3) идентифицировали полученные фазы путем сравнения межплоскостных расстояний ($d_{\text{эксп}}$) с теоретическими величинами межплоскостных расстояний ($d_{\text{теор}}$).

Результаты эксперимента и их обсуждение. Так как достаточно мощное оптическое ИК-излучение пленки возникает при ее разогреве до температуры 750–800 °С при протекании через нее электрического тока, стабильность структуры и электрического сопротивления излучающей пленки во времени определяет надежную работу излучателя при его длительном функционировании. В настоящей работе проводились исследования влияния температуры и продолжительности отжига на поверхностное электрическое сопротивление (R), структуру и фазовый состав пленок, сформированных методом магнетронного распыления композиционной мишени состава $\text{MoSi}_2 + 20 \text{ мас.}\% \text{ SiC}$.

Ступенчатое травление свеженанесенных пленок с помощью высокоэнергетического пучка ионов аргона позволило обнаружить равномерное распределение элементов по их толщине (рис. 1). Полученные экспериментальные данные свидетельствуют о сохранении в осаждаемых пленках количественных пропорций между основными элементами согласно составу распыляемой мишени. Наличие примеси кислорода в составе пленок обусловлено загрязнением порошковых компонентов исходной мишени посторонними оксидами металлов.

Металлические пленки сразу после осаждения обычно имеют более высокое поверхностное сопротивление, чем после отжига при высоких температурах, что объясняется большим количеством в свеженанесенных образцах кристаллических дефектов, которые увеличивают рассеяние электронов и, соответственно, величину сопротивления. Как показали результаты экспериментов, изменение величины поверхностного электрического сопротивления пленок начинается в интервале температур 450–500 °С (рис. 2, а). При дальнейшем повышении температуры отжига пленок происходит уменьшение величины R в 2,5–3 раза по сравнению с исходным, достигая стабильного значения при $T \geq 900$ °С.

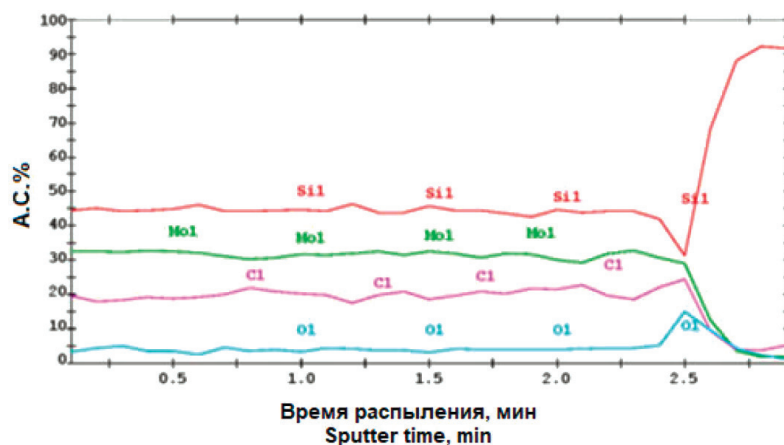


Рис. 1. Распределение элементов в пленках, полученных магнетронным распылением мишени состава $\text{MoSi}_2 + 20 \text{ мас.}\% \text{ SiC}$

Fig. 1. Distribution of elements in films obtained by magnetron sputtering of a target of composition $\text{MoSi}_2 + 20 \text{ wt.}\% \text{ SiC}$

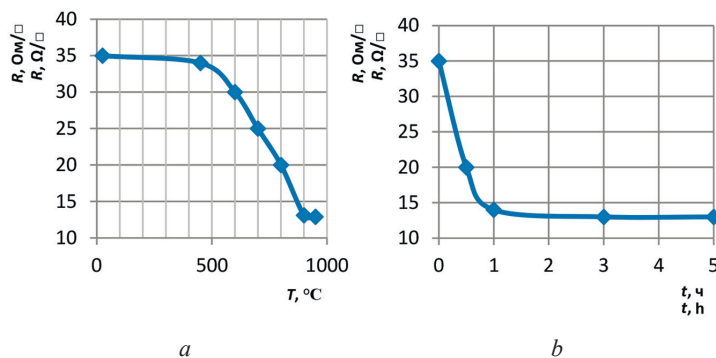


Рис. 2. Зависимость поверхностного сопротивления (R) пленок, полученных магнетронным распылением мишени состава $\text{MoSi}_2 + 20$ мас.% SiC от: a – температуры отжига (T , время отжига $t = 3$ ч); b – времени отжига (t , температура $T = 900$ $^{\circ}\text{C}$)

Fig. 2. Dependence of the surface resistance (R) of films obtained by magnetron sputtering of a target of composition $\text{MoSi}_2 + 20$ wt.% SiC on: a – annealing temperature (T , annealing time $t = 3$ h); b – annealing time (t , temperature $T = 900$ $^{\circ}\text{C}$)

В результате дополнительных экспериментов при температуре отжига 900 $^{\circ}\text{C}$ и варьировании его продолжительности от 1 до 5 ч установлено, что эффект стабилизации R пленок происходит уже при времени отжига $t \geq 2$ ч (рис. 2, b).

Известно, что различные свойства тонких слоев являются структурно чувствительными [9], поэтому в настоящей работе проводились исследования взаимосвязи между электрическими свойствами и структурой и фазовым составом пленок после высокотемпературного воздействия.

Исходная структура свежесоздаваемых пленок, как показал электронографический анализ, является квазиаморфной мелкодисперсной с размером кристаллитов 1–3 нм (рис. 3). Характер и вид колец на электронограмме свидетельствует о наличии в пленках помимо нанокристаллитов значительного содержания аморфных фаз.

Согласно электронографическим исследованиям термический отжиг при температуре менее 450 $^{\circ}\text{C}$ в течение 1 ч не приводит к изменению структуры пленок в сравнении с начальным состоянием. Пленки после отжига остаются аморфными. Эти данные коррелируют с результатами измерения поверхностного электрического сопротивления (R) пленок (см. рис. 2), которое также не изменяется после отжига при данной температуре.

Отжиг при повышенных температурах вызывает процессы кристаллизации, о чем свидетельствует образование сначала размытых, а затем с увеличением температуры отжига ярко выраженных дифракционных колец (рис. 4). Однако идентифицировать фазы в составе покрытий удастся только при температуре отжига 750 $^{\circ}\text{C}$. Так, электронограмма от образца пленки, подвергнутого стационарному отжигу при температуре 750 $^{\circ}\text{C}$ в течение 1 ч, состоит из размытых дифракционных колец, принадлежащих тетрагональной модификации MoSi_2 (см. рис. 4, a , табл. 1). Таким образом, при данных режимах термообработки в тонкопленочной системе начинается образование поликристаллического дисилицида молибдена.

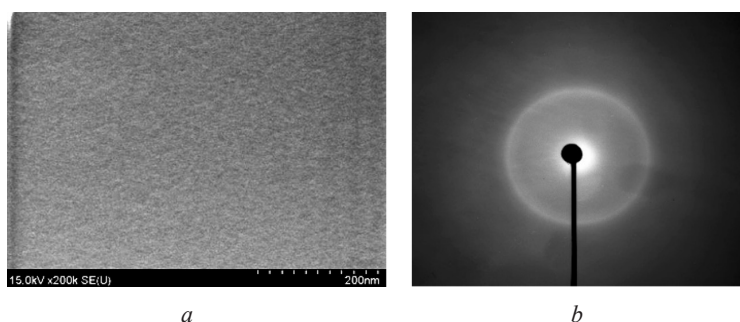


Рис. 3. Морфология поверхности (a) и электронограмма (b) свежесозданной пленки, полученной магнетронным распылением мишени состава $\text{MoSi}_2 + 20$ мас.% SiC

Fig. 3. Surface morphology (a) and electron diffraction pattern (b) of a freshly deposited film obtained by magnetron sputtering of a target of composition $\text{MoSi}_2 + 20$ wt.% SiC

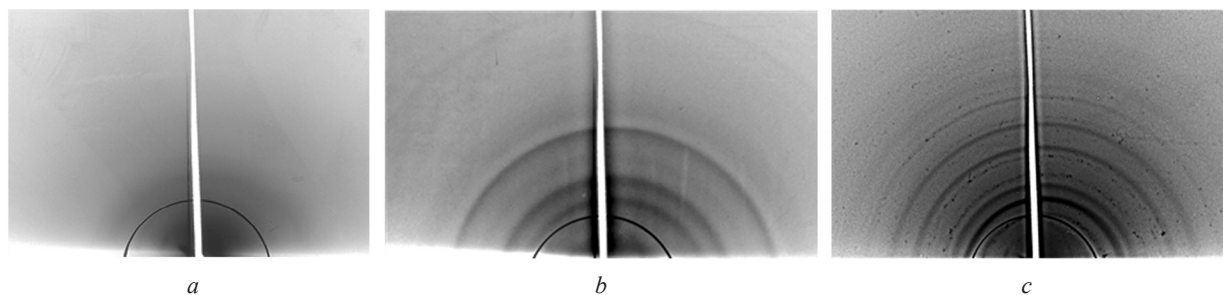


Рис. 4. Электронограммы от пленок, полученных магнетронным распылением мишени состава $\text{MoSi}_2 + 20 \text{ мас.}\% \text{ SiC}$ после последующего термического отжига в течение 1 ч при температуре 750 °C (a), 900 °C (b) и 950 °C (c)

Fig. 4. Electron diffraction patterns of films obtained by magnetron sputtering of a target of composition $\text{MoSi}_2 + 20 \text{ wt.}\% \text{ SiC}$ after subsequent thermal annealing for 1 h at a temperature 750 °C (a), 900 °C (b), and 950 °C (c)

Известно, что дисилицид молибдена существует в двух различных полиморфных кристаллических структурах: гексагональной структуре (тип C40) и тетрагональной структуре (тип C11), и только MoSi_2 в тетрагональной модификации обладает термодинамической стабильностью при высоких температурах [9]. Но уже на электронограмме от образца, подвергнутого стационарному отжигу при температуре 900 °C в течение 1 ч, видны широкие, но менее размытые дифракционные кольца, что свидетельствует о формировании фаз с поликристаллической структурой и малым размером зерен (см. рис. 4, b). Количество и интенсивность дифракционных колец на электронограмме возрастают.

Из анализа электронограмм следует, что при данных режимах отжига продолжается формирование дисилицида молибдена тетрагональной модификации, кроме того, появляются линии, указывающие на образование карбида кремния SiC гексагональной модификации. При повышении температуры отжига до 950 °C фазовый состав пленок претерпевает изменения, о чем свидетельствует появление на электронограмме дифракционных колец, указывающих на формирование силицида молибдена Mo_5Si_3 тетрагональной модификации (см. рис. 4, c). Наличие точечных рефлексов на тонких дифракционных кольцах, принадлежащих, по-видимому, SiC и MoSi_2 , указывает на ориентированный рост зерен данных фаз. Дать однозначный ответ, какому именно из названных соединений принадлежат некоторые кольца, не представляется возможным в силу того, что в базе данных ICDD существует несколько межплоскостных расстояний фаз SiC и MoSi_2 , практически равных между собой.

Таблица 1. Фазовый состав пленок, полученных магнетронным распылением мишени состава $\text{MoSi}_2 + 20 \text{ мас.}\% \text{ SiC}$ после термического отжига в течение 1 ч

Table 1. Phase composition of films obtained by magnetron sputtering of a target of composition $\text{MoSi}_2 + 20 \text{ wt.}\% \text{ SiC}$ after thermal annealing for 1 h

$d, \text{нм}$ d, nm	hkl	Температура отжига Annealing temperature		
		$T = 750 \text{ }^\circ\text{C}$	$T = 900 \text{ }^\circ\text{C}$	$T = 950 \text{ }^\circ\text{C}$
0,392	002	MoSi_2	MoSi_2	MoSi_2
0,295	101	MoSi_2	MoSi_2	MoSi_2
0,236	101	–	SiC	SiC
0,235	321	–	–	Mo_5Si_3
0,225	110	MoSi_2	MoSi_2	–
0,211	411	–	–	Mo_5Si_3
0,199	222	–	–	Mo_5Si_3
0,195	112	MoSi_2	–	–
0,183	102	–	SiC	SiC
0,153	213	–	–	Mo_5Si_3
0,148	202	–	MoSi_2	MoSi_2
0,131	006	–	MoSi_2	–
0,131	112	–	SiC	–
0,125	213	–	–	MoSi_2

Влияние продолжительности отжига на процесс фазообразования в пленках было исследовано в экспериментах с серией образцов, для которых термическая обработка проводилась при фиксированной температуре 900 °C в течение разных промежутков времени (1, 3 и 5 ч). Сравнительный анализ электронограмм образцов пленки в данном эксперименте показал, что при увеличении времени термической обработки до 3 ч существенно уменьшается ширина дифракционных колец, соответствующих фазам MoSi_2 и SiC, что указывает на рост размера зерен данных фаз (рис. 5).

Кроме того, на электронограммах регистрируются дифракционные кольца, указывающие на формирование силицида молибдена Mo_5Si_3 тетра-

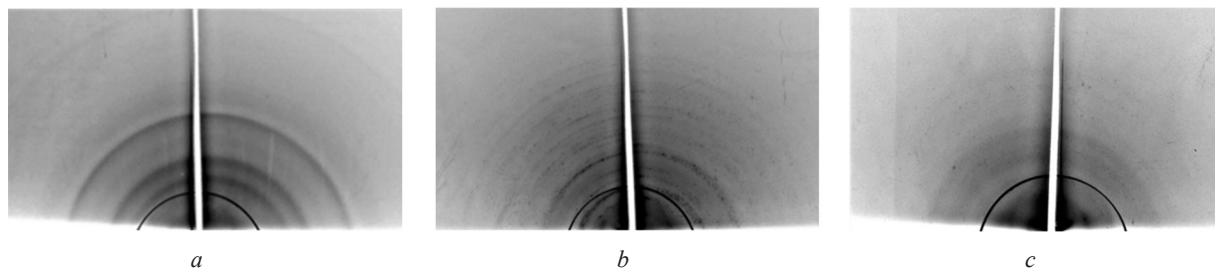


Рис. 5. Электронограммы от пленок, полученных магнетронным распылением мишени состава $\text{MoSi}_2 + 20 \text{ мас.}\% \text{ SiC}$ после стационарного отжига при $T = 900 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 1 ч (a), 3 ч (b) и 5 ч (c)

Fig. 5. Electron diffraction patterns of films obtained by magnetron sputtering of a target of composition $\text{MoSi}_2 + 20 \text{ wt.}\% \text{ SiC}$ after stationary annealing at $T = 900 \text{ }^\circ\text{C}$ for 1 h (a), 3 h (b), and 5 h (c)

гональной модификации (см. рис. 5, b, табл. 2). Также при данных режимах отжига наблюдается ориентированный рост фаз MoSi_2 , Mo_5Si_3 и SiC, о чем свидетельствует наличие точечных рефлексов на электронограмме.

Важно отметить, что увеличение времени отжига до 5 ч при температуре $900 \text{ }^\circ\text{C}$ не приводит к изменению как фазового состава пленок (см. рис. 5, c, табл. 2), так и величины поверхностного сопротивления отожженных пленок (см. рис. 2, b).

Таким образом, проведенные исследования показывают четкую взаимосвязь между структурно-фазовым состоянием и величиной поверхностного сопротивления пленок. Формирование в составе пленок термодинамически устойчивых соединений с кристаллической структурой обеспечивает стабилизацию поверхностного сопротивления пленок.

Обобщая сведения, полученные после изучения резистивных свойств и эволюции структуры и фазообразования исследуемых пленок после отжига, можно отметить, что оптимальным режимом является отжиг при температуре $900 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 3 ч. При данных условиях может быть достигнута стабилизация поверхностного сопротивления, структуры и фазового состава пленок, что важно при их последующем функционировании в составе тонкопленочной структуры ИК-излучателя с импульсным режимом нагрева до температуры $800 \text{ }^\circ\text{C}$ и охлаждением до $25 \text{ }^\circ\text{C}$.

Заключение. Исследованы резистивные свойства и эволюция структурно-фазового состояния пленок, сформированных методом магнетронного распыления композиционных мишеней состава $\text{MoSi}_2 + 20 \text{ мас.}\% \text{ SiC}$, после высокотемпературного отжига. Установлено, что отжиг свежесаженных пленок при температуре $750\text{--}800 \text{ }^\circ\text{C}$ приводит к уменьшению их поверхностного сопротивления в 2,5–3 раза. Показано, что стабилизация резистивных свойств пленок при температуре отжига $900 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 3 ч происходит за счет образования в них поликристаллической структуры с наличием стабильных фаз MoSi_2 и Mo_5Si_3 тетрагональной модификации, а также SiC гексагональной модификации.

Таблица 2. Фазовый состав пленок, полученных магнетронным распылением мишени состава $\text{MoSi}_2 + 20 \text{ мас.}\% \text{ SiC}$ после стационарного отжига при $T = 900 \text{ }^\circ\text{C}$

Table 2. Phase composition of films obtained by magnetron sputtering of a target of composition $\text{MoSi}_2 + 20 \text{ wt.}\% \text{ SiC}$ after stationary annealing at $T = 900 \text{ }^\circ\text{C}$

$d, \text{ нм}$ $d, \text{ nm}$	hkl	Продолжительность отжига Annealing duration		
		$t = 1 \text{ ч}$ $t = 1 \text{ h}$	$t = 3 \text{ ч}$ $t = 3 \text{ h}$	$t = 5 \text{ ч}$ $t = 5 \text{ h}$
0,392	002	MoSi_2	–	–
0,341	220	–	Mo_5Si_3	Mo_5Si_3
0,305	310	–	Mo_5Si_3	Mo_5Si_3
0,295	101	MoSi_2	MoSi_2	MoSi_2
0,236	101	SiC	SiC	SiC
0,225	110	MoSi_2	MoSi_2	MoSi_2
215	420	–	Mo_5Si_3	Mo_5Si_3
0,211	411	–	Mo_5Si_3	Mo_5Si_3
0,195	112	–	MoSi_2	MoSi_2
0,183	102	SiC	SiC	SiC
0,159	200	–	MoSi_2	MoSi_2
0,154	110	–	SiC	SiC
0,148	202	MoSi_2	MoSi_2	MoSi_2
0,131	006	MoSi_2	MoSi_2	MoSi_2
0,131	112	SiC	SiC	SiC
0,125	213	–	MoSi_2	MoSi_2
0,106	107	MoSi_2	MoSi_2	MoSi_2

Полученные результаты могут быть использованы при создании высокоэффективных тонкопленочных ИК-излучателей, применяемых в качестве источников света в газовых микроанализаторах.

Список использованных источников

1. Impact of environmental parameters on the emission intensity of micromachined infrared sources / O. Schulz, G. Müller, M. Lloyd, A. Ferber // *Sensors and Actuators A: Physical*. – 2005. – Vol. 121, № 1. – P. 172–180. <https://doi.org/10.1016/j.sna.2004.12.010>
2. Системы контроля загазованности оптического типа / Р. М. Хамадиев, Д. Н. Федосеев, И. И. Лукица, О. Г. Зверев // *Экспозиция. Нефть. Газ*. – 2007. – № 11. – С. 43–45.
3. Изучение резистивных и излучающих свойств пленок, полученных магнетронным распылением мишеней CrSi_2 , WSi_2 и MoSi_2 , для их возможного применения в инфракрасных источниках света / С. Д. Латушкина, И. М. Романов, А. Р. Лученок, О. И. Посылкина // *Современные методы и технологии создания и обработки материалов: сб. науч. тр.: в 3 ч. / ГНУ «Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси»*. – Мн., 2023. – Ч. 1: *Материаловедение*. – С. 256–268.
4. Chou, T. C. Pest disintegration of thin MoSi_2 films by oxidation at 500 °C / T. C. Chou, T. G. Nien // *Journal of Materials Science*. – 1994. – Vol. 29. – P. 2063–2967. <https://doi.org/10.1007/BF01117608>
5. Латушкина, С. Д. Формирование покрытий на основе дисилицида молибдена методом магнетронного распыления для применения в оптических газоанализаторах / С. Д. Латушкина, И. М. Романов, О. И. Посылкина // *Актуальные проблемы прочности / под ред. В. В. Рубаника*. – Молодечно: Типография «Победа», 2020. – С. 144–155.
6. Влияние технологических факторов на поверхностное сопротивление пленок, полученных магнетронным распылением мишени состава $(\text{MoSi}_2 + 20\%\text{SiC})$ / И. М. Романов, С. Д. Латушкина, А. Р. Лученок, О. И. Посылкина // *Современные методы и технологии создания и обработки материалов: сб. науч. тр.: в 2 ч. / ГНУ «Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси»*. – Мн., 2024. – Ч. 2: *Обработка металлов давлением*. – С. 202–211.
7. Северденко, В. П. Структура тонких металлических пленок / В. П. Северденко, Э. И. Точицкий. – Мн.: Наука и техника, 1968. – 209 с.
8. Эндрюс, К. Электронограммы и их интерпретация / К. Эндрюс, Д. Дайсон, С. Киоун; пер. с англ. М. П. Усикова; под ред. Л. Г. Орлова. – М.: Мир, 1971. – 256 с.
9. Chou, T. C. Phase transformation and mechanical properties of thin MoSi_2 films produced by sputter deposition / T. C. Chou, T. G. Nien // *Thin Solid Films*. – 1992. – Vol. 214, iss. 1. – P. 48–57. [https://doi.org/10.1016/0040-6090\(92\)90454-J](https://doi.org/10.1016/0040-6090(92)90454-J)

References

1. Schulz O., Müller G., Lloyd M., Ferber A. Impact of environmental parameters on the emission intensity of micro-machined infrared sources. *Sensors and Actuators A: Physical*, 2005, vol. 121, no. 1, pp. 172–180. <https://doi.org/10.1016/j.sna.2004.12.010>
2. Khamadiev P. M., Fedoseev D. N., Lukitsa I. I., Zverev O. G. Optical gas contamination monitoring systems. *Ekspozitsiya. Neft'. Gaz*, 2007, no. 11, pp. 43–45 (in Russian).
3. Latushkina S. D., Romanov I. M., Luchenok A. R., Posylkina O. I. Study of resistive and emitting properties of films obtained by magnetron sputtering of CrSi_2 , WSi_2 , MoSi_2 targets for their possible use in infrared light sources. *Sovremennyye metody i tekhnologii sozdaniya i obrabotki materialov: sb. nauch. tr. Ch. 1: Materialovedenie* [Advanced Methods and Technologies of Materials Development and Processing. Part 1: Materials Sciences and Engineering]. Minsk, Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, 2023, pp. 256–268 (in Russian).
4. Chou T. C., Nien T. G. Pest disintegration of thin MoSi_2 films by oxidation at 500 °C. *Journal of Materials Science*, 1994, vol. 29, pp. 2063–2967. <https://doi.org/10.1007/BF01117608>
5. Latushkina S. D., Romanov I. M., Posylkina O. I. Formation of coatings based on molybdenum disilicide by magnetron sputtering for use in optical gas analyzers. Rubanik V. V. (ed.). *Actual Problems of Strength*. Molodechno, Printing House “Pobeda”, 2020, pp. 144–155 (in Russian).
6. Romanov I. M., Latushkina S. D., Luchenok A. R., Posylkina O. I. Influence of technological factors on the surface resistance of films obtained by magnetron sputtering of a target of composition $(\text{MoSi}_2 + 20\% \text{SiC})$. *Sovremennyye metody i tekhnologii sozdaniya i obrabotki materialov: sb. nauch. tr. Ch. 2: Obrabotka metallov davleniem* [Advanced Methods and Technologies of Materials Development and Processing. Part 2: Metal Forming]. Minsk, Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, 2024, pp. 202–211 (in Russian).
7. Severdenko V. P., Tochitskii E. I. *Structure of Thin Metal Films*. Minsk, Nauka i tekhnika Publ., 1968. 209 p. (in Russian).
8. Andrews K. W., Dyson D. H., Keown S. R. *Interpretation of Electron Diffraction Patterns*. Springer New York, 2013. XI, 188 p. <https://doi.org/10.1007/978-1-4899-6475-5>
9. Chou T. C., Nien T. G. Phase transformation and mechanical properties of thin MoSi_2 films produced by sputter deposition. *Thin Solid Films*, 1992, vol. 214, iss. 1, pp. 48–57. [https://doi.org/10.1016/0040-6090\(92\)90454-J](https://doi.org/10.1016/0040-6090(92)90454-J)

ISSN 1561-8358 (Print)
ISSN 2524-244X (Online)
<https://doi.org/10.29235/1561-8358-2026-71-1-39-47>
УДК 621.9.047.7



Оригинальная статья

А. Ю. Королёв^{1*}, В. А. Томило², В. С. Нисс²

¹Научно-технологический парк БНТУ «Политехник», ул. Я. Коласа, 24, 220013,
Минск, Республика Беларусь

²Белорусский национальный технический университет, пр. Независимости, 65, 220013,
Минск, Республика Беларусь

ЭФФЕКТИВНОСТЬ ПРОЦЕССОВ ПОВЫШЕНИЯ КАЧЕСТВА ПОВЕРХНОСТИ В УПРАВЛЯЕМЫХ ИМПУЛЬСНЫХ РЕЖИМАХ ЭЛЕКТРОЛИТНО-ПЛАЗМЕННОЙ ОБРАБОТКИ

Аннотация. Для повышения эффективности электролитно-плазменной обработки разработаны режимы, основанные на использовании управляемых импульсов. Режимы реализуются путем чередования импульсов высокого напряжения, соответствующего электролитно-плазменной области, и бестоковых пауз между ними. Повышение эффективности импульсных режимов по сравнению с традиционной обработкой на постоянном токе достигается за счет интенсивного съема металла во время электрохимического процесса, протекающего в начальный момент включения импульса высокого напряжения (в стадии формирования парогазовой оболочки), и оптимизации продолжительности электролитно-плазменного процесса, при котором обеспечивается высокое качество поверхности. По результатам исследования влияния временных параметров управляемых импульсов на съем металла и качество формируемой поверхности установлены режимы, обеспечивающие высокую эффективность снижения шероховатости при низких энергетических затратах. Применение схемы, при которой управляемые импульсы высокого напряжения с длительностью 2–5 мс и амплитудой, соответствующей электролитно-плазменному процессу (300 В), чередуются с бестоковыми паузами длительностью 0,05 мс, обеспечивает существенное повышение интенсивности снижения шероховатости по сравнению с обработкой на постоянном токе. В результате для снижения шероховатости на величину, эквивалентную обработке на постоянном токе с продолжительностью 5 мин, общие затраты электроэнергии снижаются на 28–32 %. На основании полученных результатов разработаны и внедрены в производство энергоэффективные процессы импульсной электролитно-плазменной обработки для повышения качества поверхности и формообразования изделий медицинского и машиностроительного назначения из металлических материалов.

Ключевые слова: электролитно-плазменная обработка, импульсы, парогазовая оболочка, анодный процесс, плотность тока, шероховатость поверхности

Конфликт интересов: авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Информация об авторах: *Королёв Александр Юрьевич* – кандидат технических наук, доцент, заведующий научно-исследовательским сектором перспективных технологий Республиканского инновационного унитарного предприятия «Научно-технологический парк БНТУ “Политехник”», <https://orcid.org/0000-0002-0841-1272>, e-mail: korolyov@park.bntu.by; *Томило Вячеслав Анатольевич* – доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой «Машины и технология обработки металлов давлением» Белорусского национального технического университета, e-mail: stamila@gambler.ru; *Нисс Владимир Семенович* – кандидат технических наук, доцент, заведующий инновационно-производственным центром медицинского оборудования и изделий Белорусского национального технического университета, e-mail: niss@park.bntu.by

Вклад авторов: *Королёв Александр Юрьевич* – создание концепции, проведение экспериментов, интерпретация результатов исследования, работа с текстом рукописи; *Томило Вячеслав Анатольевич* – обобщение результатов исследования; *Нисс Владимир Семенович* – разработка дизайна экспериментального исследования.

Для цитирования: Королёв, А. Ю. Эффективность процессов повышения качества поверхности в управляемых импульсных режимах электролитно-плазменной обработки / А. Ю. Королёв, В. А. Томило, В. С. Нисс // Весті Нацыянальнай акадэміі навук Беларусі. Серыя фізіка-тэхнічных навук. – 2026. – Т. 71, № 1. – С. 39–47. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2026-71-1-39-47>

Поступила в редакцию: 13.05.2025

Доработанный вариант: 16.02.2026

Утверждена к публикации: 05.03.2026

Подписана в печать: 12.03.2026

Original articleAleksandr Yu. Korolyov^{1*}, Vyacheslav A. Tomilo², Vladimir S. Niss²¹Scientific and Technological Park BNTU “Polytechnic”, 24, Ya. Kolas St., 220013,
Minsk, Republic of Belarus²Belarusian National Technical University, 65, Nezavisimosti Ave., 220013,
Minsk, Republic of Belarus**EFFICIENCY OF PROCESSES FOR INCREASING SURFACE QUALITY
IN CONTROLLED PULSE MODES OF ELECTROLYTE-PLASMA TREATMENT**

Abstract. To increase the efficiency of electrolyte-plasma treatment, modes based on the use of controlled pulses have been developed. The modes are implemented by alternating high-voltage pulses corresponding to the electrolytic-plasma area and current-free pauses between them. An increase in the efficiency of pulse modes compared to traditional direct current electrolyte-plasma treatment is achieved by intensive metal removal during the electrochemical process occurring at the initial moment of switching on the high-voltage pulse (at the stage of forming the vapor-gas shell) and optimization of the duration of the electrolyte-plasma process, which ensures high surface quality. Based on the results of studying the influence of time parameters of controlled pulses on metal removal and the quality of the formed surface, modes have been established that ensure high efficiency of roughness reduction at low energy costs. The use of a scheme in which controlled high-voltage pulses with a duration of 2–5 ms and an amplitude corresponding to the electrolytic-plasma area (300 V) alternate with current-free pauses of 50 μ s duration provides a significant increase in the intensity of roughness reduction compared to direct current treatment. As a result, for a roughness reduction by an amount equivalent to DC treatment with a duration of 5 min, the total energy costs are reduced by 28–32 %. Based on the results obtained, energy-efficient pulsed electrolytic-plasma treatment processes have been developed and implemented into production to improve the surface quality and shaping of medical and engineering products made from metallic materials.

Keywords: electrolytic-plasma processing, pulses, vapor-gas shell, anodic process, current density, surface roughness

Conflict of interest: the authors declare that there is no conflict of interest.

Information about the authors: *Aleksandr Yu. Korolyov* – Cand. Sci. (Engineering), Associate Professor, Head of the Research Sector of Advanced Technologies at Republican Innovative Unitary Enterprise “Scientific and Technological Park BNTU “Polytechnic”, <https://orcid.org/0000-0002-0841-1272>, e-mail: korolyov@park.bntu.by; *Vyacheslav A. Tomilo* – Dr. Sci. (Engineering), Professor, Head of the Department of Machines and Technology of Metal Forming at Belarusian National Technical University, e-mail: stamila@rambler.ru; *Vladimir S. Niss* – Cand. Sci. (Engineering), Associate Professor, Head of the Innovation and Production Center for Medical Equipment and Products at Belarusian National Technical University, e-mail: niss@park.bntu.by

Contribution of the authors: *Aleksandr Yu. Korolyov* – concept development, conducting experiments, interpretation of research results, manuscript preparation; *Vyacheslav A. Tomilo* – synthesis of research results; *Vladimir S. Niss* – design of the experimental study.

For citation: Korolyov A. Yu., Tomilo V. A., Niss V. S. Efficiency of processes for increasing surface quality in controlled pulse modes of electrolyte-plasma treatment. *Vestsi Natsyonal'noi akademii navuk Belarusi. Seriya fizika-tehnichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2026, vol. 71, no. 1, pp. 39–47 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2026-71-1-39-47>

Received: 13.05.2025

Modified: 16.02.2026

Approved for publication: 05.03.2026

Signed to the press: 12.03.2026

Введение. В качестве альтернативы электрохимическим методам повышения качества поверхности изделий из металлических материалов в промышленности широко применяется электролитно-плазменная обработка (ЭПО), к основному преимуществу которой относится использование электролитов на основе водных растворов солей. Одним из наиболее перспективных направлений метода является производство изделий медицинского назначения [1]. По результатам ранее проведенных исследований на основе ЭПО разработан и внедрен в производство ряд новых высокоэффективных процессов, которые обеспечивают повышение качества поверхности изделий, изготавливаемых из широкого перечня материалов, включая коррозионностойкие стали, титан и титановые сплавы, кобальтхромовые сплавы и нитинол [2–8]. Традиционно методы ЭПО реализуются в стационарных режимах с использованием постоянного тока (при напряжении около 300 В). Преимуществом стационарных режимов является возможность применения доступных и простых по конструкции источников технологического тока. Кроме того, процессы ЭПО постоянном токе хорошо изучены, на основании их исследований разработана теоретиче-

ская база, а результаты обработки, как правило, прогнозируемы, поддаются обоснованию и моделированию.

Общим недостатком рассматриваемого вида обработки является высокая энергоемкость, связанная прежде всего с необходимостью приложения высокого напряжения для формирования и поддержания устойчивой парогазовой оболочки в приэлектродной области. Ток, протекающий через парогазовую оболочку в процессе ЭПО, характеризуется сравнительно небольшой плотностью, что связано с ее высоким электрическим сопротивлением. При этом именно величина плотности тока выступает ключевым фактором, определяющим производительность процесса или съем металла с обрабатываемой поверхности. Следовательно, для повышения эффективности ЭПО (увеличения производительности и снижения энергопотребления) необходимо создать такие условия, при которых достигается повышенная плотность тока с низкими энергозатратами. При этом в этих условиях обработки должно сохраняться высокое качество формируемой поверхности.

Большой съем металла при относительно низком напряжении обеспечивается в электрохимической и коммутационной областях вольтамперной характеристики анодных процессов обработки в электролитах [9]. При этом значения напряжения, определяющие границы существования анодных процессов, зависят от тепловых и электрических условий, при которых они реализуются. При равных электрических параметрах эти границы зависят от электропроводящих свойств среды, которые в случае анодной обработки определяются составом и температурой применяемого электролита. Недостатком обработки в электрохимической и коммутационной областях, при условии применения в качестве электролитов водных растворов солей концентрацией 3–5 %, является низкое качество формируемой поверхности.

Высокое качество поверхности с большим съемом металла в случае одностадийной обработки может быть достигнуто при совмещении электрохимического и электролитно-плазменного процессов. Для этого необходимо создание электрических условий, при которых происходит возникновение нестационарных режимов, характеризующихся контролируемым кратковременным переходом из стационарного электролитно-плазменного процесса в электрохимический. В электрохимическом процессе обеспечивается интенсивный съем металла с низким энергопотреблением. Таким образом, за счет использования нестационарных режимов становится возможным осуществление комплексного электрохимического и электролитно-плазменного воздействия на обрабатываемую поверхность и создание эффективных процессов повышения качества поверхности.

Реализация указанных условий обеспечивается в управляемых импульсных режимах ЭПО (ИЭПО), основанных на чередовании импульсов высокого напряжения (в электролитно-плазменной области) и пауз между ними. Электрохимический процесс действует при включении импульса высокого напряжения (в стадии формирования парогазовой оболочки). Повышение эффективности ИЭПО по сравнению с обработкой на постоянном токе становится возможным за счет основного интенсивного съема металла при протекании электрохимического процесса и оптимизации продолжительности электролитно-плазменного процесса, при котором обеспечивается высокое качество поверхности. Соответственно, необходимая длительность и амплитуда импульсов должны приниматься из условий обеспечения высокого качества поверхности и высокой эффективности обработки, когда удельные энергозатраты на повышение качества поверхности ниже аналогичных значений, получаемых при традиционной ЭПО с применением постоянного тока.

Цель данной работы – исследование влияния параметров управляемых импульсов в процессе ИЭПО на качество формируемой поверхности, интенсивность съема металла и энергетические затраты, а также установление эффективных режимов, обеспечивающих повышение качества поверхности изделий из металлических материалов при снижении удельной энергоемкости.

Анодные процессы в управляемых импульсных режимах. На рис. 1 представлена диаграмма изменения плотности тока в пределах одного импульса с периодом следования T .

Управляемые импульсы высокого напряжения (ИВН) с длительностью $t_{\text{ИВН}}$ и амплитудой, соответствующей электролитно-плазменной области $U_{\text{ИВН}}$, чередуются с управляемыми по длительности бестоковыми паузами $t_{\text{П}}$. При этом период включает неуправляемый динамический

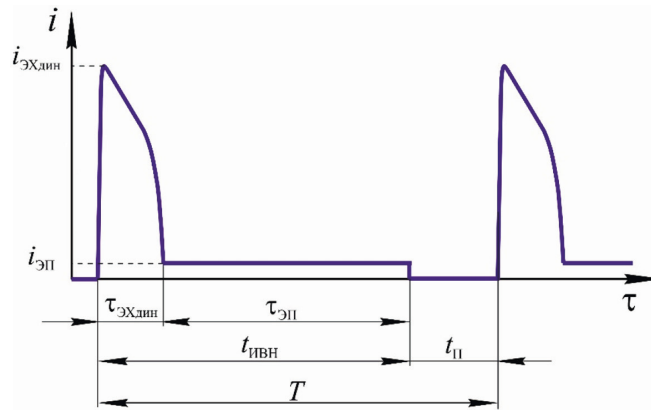


Рис. 1. Диаграмма изменения плотности тока в пределах периода

Fig. 1. Diagram of the change in current density within the period

электрохимический процесс длительностью $\tau_{\text{ЭХдин}}$ и электролитно-плазменный процесс длительностью $\tau_{\text{ЭП}}$. Неуправляемый динамический электрохимический процесс протекает при включении импульса высокого напряжения после бестоковой паузы и соответствует стадии формирования парогазовой оболочки (ПГО). Его длительность равна длительности стадии формирования парогазовой оболочки ($\tau_{\text{ЭХдин}} = \tau_{\text{ПГО}}$) и определяется параметрами электролитической системы (амплитуда напряжения, температура и концентрация электролита) [10]. При включении импульса высокого напряжения возникает интенсивный рост плотности тока до амплитудного значения $i_{\text{ЭХдин}}$ с последующим ее (плотности) снижением по мере образования парогазовой оболочки до значения $i_{\text{ЭП}}$, соответствующего электролитно-плазменному процессу. Длительность электролитно-плазменного процесса определяется как разность длительности импульса высокого напряжения и длительности динамического электрохимического процесса (или стадии формирования парогазовой оболочки):

$$\tau_{\text{ЭП}} = t_{\text{ИВН}} - \tau_{\text{ЭХдин}} \quad (1)$$

После отключения импульса высокого напряжения действует бестоковая пауза, в зависимости от длительности которой, происходит полная или частичная конденсация парогазовой оболочки с возникновением контакта анода и электролита.

Очевидно, что в повторяющемся импульсном режиме длительность и амплитуда тока динамической электрохимической стадии и, соответственно, основной съем металла будут определяться динамикой чередования электрохимического и электролитно-плазменного процессов, то есть частотой следования импульсов. Чем выше частота, тем чаще в единицу времени возникает динамический электрохимический процесс с высокой плотностью тока. Таким образом, имеет место комплексное влияние временных и амплитудных параметров управляемых импульсов, что указывает на необходимость дальнейшего уточнения их взаимосвязей, а также их влияния на съем металла и качество формируемой поверхности на основе результатов экспериментальных исследований.

Оборудование и методы. Для выполнения исследований использовался источник питания мощностью 12 кВт с двумя независимыми выходами, позволяющими регулировать напряжение от 0 до 500 В, и мощный электронный ключ, обеспечивающий возможность формирования импульсов заданной длительности [11].

На рис. 2 представлена принципиальная схема источника питания. Основным элементом схемы является ключ на транзисторе IGBT типа MIAA-HB12MA-200N с максимальным напряжением исток-сток 1200 В и током стока 200 А. Для выполнения исследований разработан и изготовлен генератор, позволяющий формировать управляющие импульсы длительностью от 0,05 мс с коэффициентом заполнения 5–95 %. Диод предназначен для подключения нижнего (по схеме) источника в момент запирающего транзистора от генератора импульсов и отключения верхнего (по схеме) источника питания от нагрузки обрабатываемого образца.

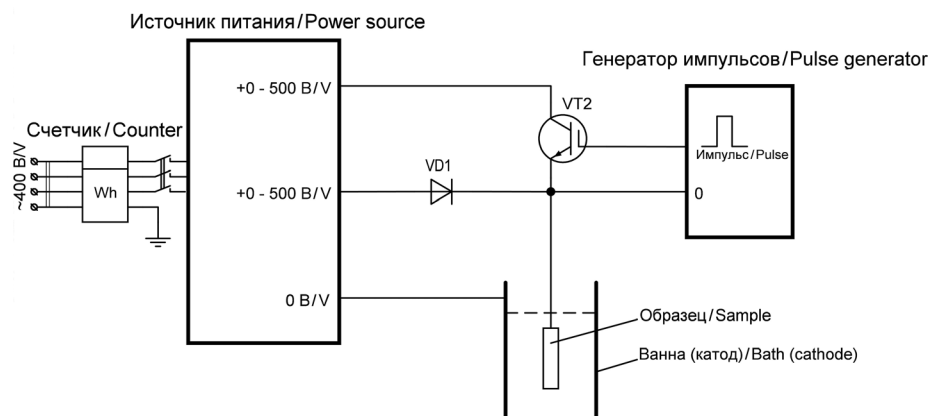


Рис. 2. Схема оборудования для исследования электролитно-плазменной обработки в управляемых импульсных режимах

Fig. 2. Scheme of equipment for studying on electrolytic plasma processing in controlled pulse modes

В качестве образцов для исследований использовались пластины размером $25 \times 5 \times 1$ мм из стали 08X18N10 (ГОСТ 5632–2014). Образцы предварительно шлифовались абразивным материалом на войлочной основе с зернистостью P320–P400. Для измерения шероховатости поверхности использовался профилометр MarSurf PS1 (Германия). Среднее значение шероховатости исходных образцов составило $Ra = 0,212$ мкм. Масса образцов до и после обработки измерялась на аналитических весах OHAUS Pioneer PA 214C (Китай) с дискретностью 0,1 мг. Съем металла (Δm) рассчитывался по формуле

$$\Delta m = \frac{m_{\text{исх}} - m_{\text{кон}}}{m_{\text{исх}}} \cdot 100 \%, \quad (2)$$

где $m_{\text{исх}}$ – масса образца до обработки, г; $m_{\text{кон}}$ – масса образца после обработки, г.

Для измерения электроэнергии, затрачиваемой на процесс ИЭПО, использовался трехфазный электросчетчик «Меркурий 231» ART-01ш (Россия) с дискретностью 0,01 кВт·ч, подключенный перед входом источника питания.

Оценка эффективности применения ИЭПО для повышения качества поверхности выполнялась по величине электроэнергии, затрачиваемой на уменьшение микронеровностей на единицу высоты $E_{\Delta Ra}$ (3):

$$E_{\Delta Ra} = \frac{Q_3}{\Delta Ra}, \quad (3)$$

где Q_3 – расход электроэнергии за время обработки исследуемых образцов (3 мин), кВт·ч; ΔRa – изменение шероховатости, мкм.

Результаты и их обсуждение. Зависимости съема металла и изменения шероховатости поверхности от длительности $t_{\text{ИВН}}$ в диапазоне от 0,05 до 10 мс, в котором наблюдаются наиболее значимые изменения исследуемых параметров, представлены на рис. 3. Значения $t_{\text{ИВН}}$ приняты из ряда 0,05; 0,1; 0,2; 0,5; 1; 2; 5 и 10 мс. Исследования проведены при температуре электролита 80 и 90 °С.

Видно, что полученные зависимости для каждого из значений температуры имеют схожий характер. В начале с увеличением длительности импульса высокого напряжения до $t_{\text{ИВН}} = 0,5$ мс наблюдается повышение съема металла до следующих максимальных значений: при температуре 80 °С – $\Delta m = 5,3$ % и при температуре 90 °С – $\Delta m = 2,0$ %. Далее следует плавное снижение величины съема (см. рис. 3, а). В диапазоне длительности импульса высокого напряжения $t_{\text{ИВН}} = 0,05$ –1,0 мс показатели качества поверхности имеют близкие значения. При дальнейшем увеличении длительности импульса высокого напряжения значения изменения шероховатости, достигаемые при температуре электролита 80 °С, снижаются по сравнению с показателями при температуре 90 °С (см. рис. 3, б).

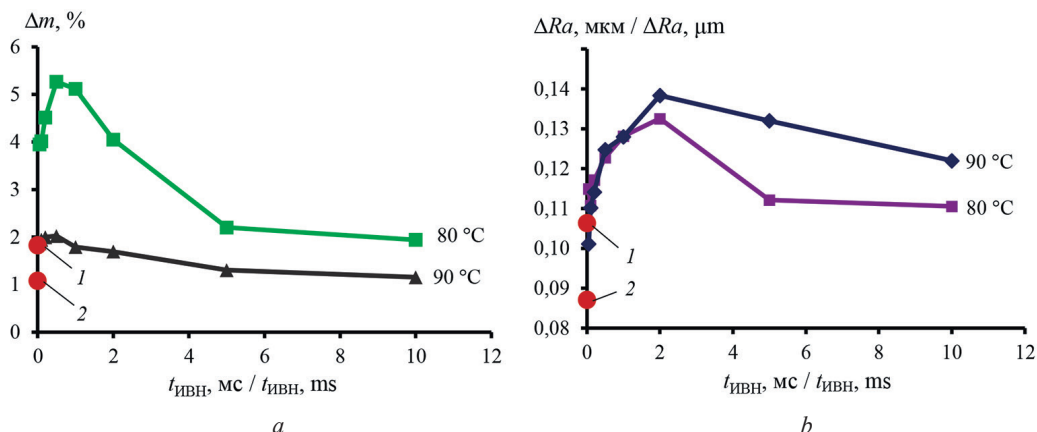


Рис. 3. Влияние длительности импульса высокого напряжения на изменение съема металла (a) и шероховатости (b); 1 – обработка на постоянном токе при температуре электролита 80 °С; 2 – обработка на постоянном токе при температуре электролита 90 °С

Fig. 3. Effect of high voltage pulse duration on changes in metal removal (a) and roughness (b); 1 – direct current treatment at an electrolyte temperature of 80 °C; 2 – direct current treatment at an electrolyte temperature of 90 °C

Для расчета значений коэффициента эффективности ИЭПО $E_{\Delta Ra}$, позволяющего оценить целесообразность применения в процессах полирования, установлено влияние длительности импульса высокого напряжения на расход электроэнергии (Q_3) за время обработки исследуемых образцов (рис. 4). Полученные зависимости хорошо коррелируют с зависимостями съема металла от длительности импульса высокого напряжения (см. рис. 3, a).

Значения коэффициента эффективности $E_{\Delta Ra}$ в зависимости от длительности импульса высокого напряжения в диапазоне от 1 до 10 мс, в котором обеспечиваются высокие показатели качества формируемой поверхности, представлены на рис. 5. В целом энергозатраты на процесс ИЭПО выше, чем при обработке на постоянном токе. Однако при температуре электролита 90 °С и длительности импульса высокого напряжения 5 и 10 мс обеспечивается снижение коэффициента $E_{\Delta Ra}$ соответственно на 5 и 8 % по сравнению с обработкой на постоянном токе.

Таким образом, процессы повышения качества поверхности на основе ИЭПО целесообразно выполнять при более высоком значении температуры электролита. Кроме того, с учетом большего съема металла в импульсном режиме можно добиться уменьшения продолжительности обработки, и, соответственно, общих энергозатрат на процессы снижения шероховатости до тре-

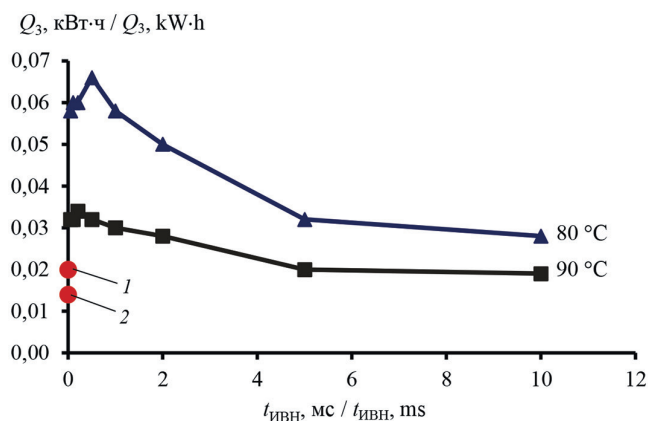


Рис. 4. Влияние длительности импульса высокого напряжения на расход электроэнергии; 1 – обработка на постоянном токе при температуре электролита 80 °С; 2 – обработка на постоянном токе при температуре электролита 90 °С

Fig. 4. Effect of high voltage pulse duration on energy consumption during sample processing; 1 – direct current treatment at an electrolyte temperature of 80 °C; 2 – direct current treatment at an electrolyte temperature of 90 °C

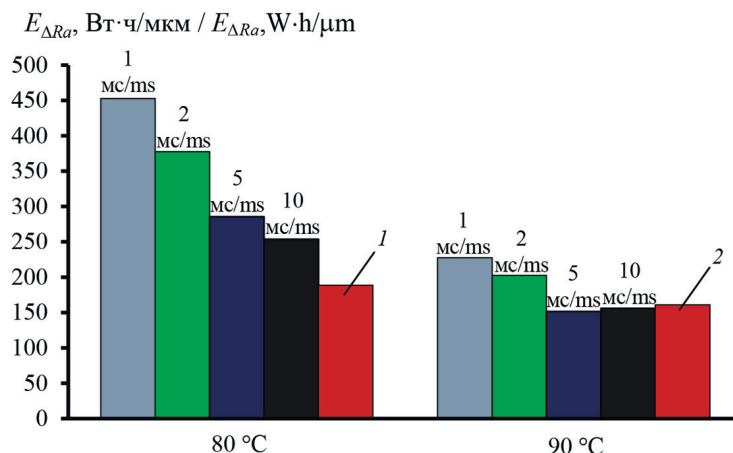


Рис. 5. Влияние температуры электролита и длительности импульса высокого напряжения на коэффициент эффективности обработки $E_{\Delta Ra}$; 1 – обработка на постоянном токе при температуре электролита 80 °C; 2 – обработка на постоянном токе при температуре электролита 90 °C
 Fig. 5. Effect of electrolyte temperature and high voltage pulse duration on the processing efficiency coefficient $E_{\Delta Ra}$; 1 – direct current treatment at an electrolyte temperature of 80 °C; 2 – direct current treatment at an electrolyte temperature of 90 °C

буемого значения. Поэтому с целью оценки общей энергоэффективности таких процессов нами дополнительно исследовалась динамика изменения шероховатости поверхности при ИЭПО. Для этого выполнялась обработка образцов с продолжительностью до 10 мин (0,5; 1; 2; 3; 5; 7,5; 10 мин) в импульсном режиме с длительностью импульсов высокого напряжения 1, 2, 5 и 10 мс при амплитуде 300 В, а также на постоянном токе при напряжении 300 В. Образцы обрабатывались в электролите с концентрацией 4 % при температуре 90 °C.

Установлено, что зависимости съема металла от продолжительности обработки имеют линейный характер (рис. 6, а). На графике выделяются импульсные режимы с длительностью ИВН 1 и 2 мс, при которых съем металла в среднем в 1,4 раза выше, чем при других импульсных

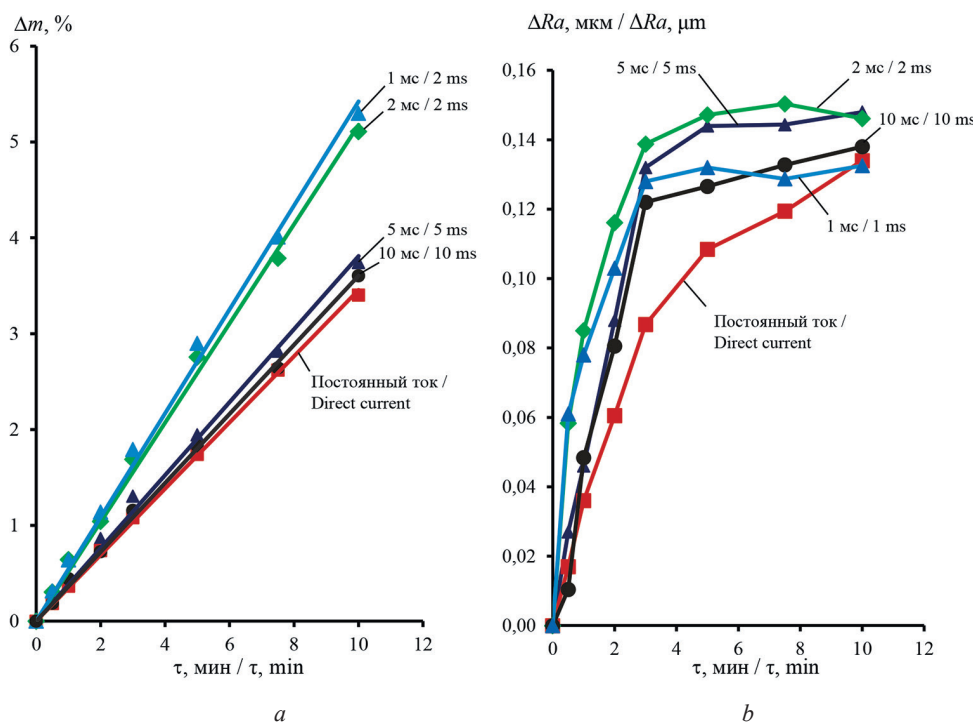


Рис. 6. Влияние продолжительности обработки на изменение съема металла (а) и шероховатости (b)
 Fig. 6. Effect of processing duration on changes in metal removal (a) and roughness (b)

режимах. Это связано с большой составляющей электрохимического тока в пределах периода. При увеличении длительности импульсов высокого напряжения до 5 и 10 мс съём металла близок к значению, получаемому при постоянном токе.

Для исследуемых импульсных режимов по сравнению с режимом, основанным на применении постоянного тока, характер динамики изменения шероховатости в процессе обработки значительно отличается (рис. 6, *b*). Так, в импульсных режимах наиболее существенное изменение шероховатости отмечается при обработке продолжительностью до 3 мин. Причем максимальная интенсивность наблюдается для режимов с длительностью импульса высокого напряжения 1 и 2 мс, при которых обеспечивается наибольший съём металла.

С дальнейшим увеличением продолжительности обработки параметр Ra изменяется незначительно. При обработке на постоянном токе с возрастанием продолжительности происходит более плавное изменение шероховатости. В результате обработка в импульсных режимах с продолжительностью 3 мин обеспечивает величину изменения шероховатости ($\Delta Ra = 0,122\text{--}0,138$ мкм), сопоставимую с ΔRa при обработке на постоянном токе продолжительностью 10 мин ($\Delta Ra = 0,134$ мкм). При этом максимальное изменение шероховатости в импульсных режимах достигается при длительности импульса высокого напряжения 2 и 5 мс. При меньших значениях $t_{\text{ИВН}}$ на состояние формируемой поверхности начинает оказывать влияние электрохимическая составляющая тока, а при больших значениях проявляется тенденция к возникновению условий обработки, близких к ЭПО на постоянном токе.

Сопоставление данных о расходе электроэнергии (см. рис. 5) и данных о динамике изменения шероховатости (см. рис. 6, *b*) показывает, что применение импульсных режимов позволяет существенно снизить энергетические затраты на повышение качества поверхности. Так, для снижения шероховатости на величину, которая обеспечивается при обработке на постоянном токе с продолжительностью 5 мин ($\Delta Ra = 0,108$ мкм), затраты электроэнергии ниже: при $t_{\text{ИВН}} = 2$ мс – на 28 %, а при $t_{\text{ИВН}} = 5$ мс – на 32 %. Для случая, когда требуется снижение шероховатости на величину, сопоставимую с изменением шероховатости при обработке на постоянном токе продолжительностью 10 мин ($\Delta Ra = 0,134$ мкм), эти показатели увеличиваются соответственно до 53 и 46 %.

Заключение. Разработаны импульсные режимы, позволяющие повысить эффективность процессов электролитно-плазменной обработки. За счет применения управляемых импульсов обеспечиваются условия для комплексного электрохимического и электролитно-плазменного воздействия на обрабатываемую поверхность. Электрохимический процесс действует в начальной стадии импульса высокого напряжения, амплитуда которого соответствует электролитно-плазменной области (в момент образования парогазовой оболочки). Повышение эффективности ИЭПО по сравнению с обработкой на постоянном токе становится возможным за счет основного интенсивного съема металла при протекании электрохимического процесса и оптимизации продолжительности электролитно-плазменного процесса, при котором обеспечивается высокое качество поверхности. Управление динамикой анодных и тепловых процессов в процессе ИЭПО осуществляется путем регулирования периода, амплитуды и длительности импульсов.

Применение схемы, при которой управляемые импульсы высокого напряжения с длительностью $t_{\text{ИВН}} = 2\text{--}5$ мс и амплитудой, соответствующей электролитно-плазменной области (300 В), чередуются с управляемыми бестоковыми паузами длительностью 0,05 мс, за счет протекания неуправляемого динамического электрохимического процесса в начальной стадии импульса высокого напряжения обеспечивает существенное повышение интенсивности снижения шероховатости по сравнению с обработкой на постоянном токе. В результате для снижения шероховатости на величину, эквивалентную обработке на постоянном токе с продолжительностью 5 мин, общие затраты электроэнергии уменьшаются на 28–32 %, а для случая, когда требуется снижение шероховатости на величину, сопоставимую с изменением шероховатости при обработке на постоянном токе продолжительностью 10 мин, уменьшение энергозатрат составляет 46–53 %.

Практическим результатом выполненных исследований является разработка на их основе и внедрение в производство энергоэффективных процессов ИЭПО для повышения качества поверхности и формообразования изделий медицинского назначения и изделий машиностроения из металлических материалов.

Список использованных источников

1. Королёв, А. Ю. Электролитно-плазменное полирование металлических материалов медицинского назначения / А. Ю. Королёв, В. А. Томило // Актуальные проблемы прочности: материалы LXVIII междунар. науч. конф., Витебск, 27–31 мая 2024 г. / под ред. В. В. Рубаника. – Мн.: УП «ИВЦ Минфина», 2024. – С. 328–330.
2. Куликов, И. С. Электролитно-плазменная обработка материалов / И. С. Куликов, С. В. Ващенко, А. Я. Каменев. – Мн.: Бел. наука, 2010. – 232 с.
3. Смыслов, А. М. Многоэтапная электролитно-плазменная обработка изделий из титана и титановых сплавов / А. М. Смыслов // Вестник Уфимского государственного авиационного технического университета. – 2009. – Т. 13, № 1. – С. 141–145.
4. Plasma Electrolytic Polishing of Nitinol: Investigation of Functional Properties / K. Navickaitė, L. Ianniciello, J. Tušek [et al.] // *Materials*. – 2021. – Vol. 14, № 21. – Art. ID 6450. <https://doi.org/10.3390/ma14216450>
5. Алексеев, Ю. Г. Электролитно-плазменное полирование кобальт-хромовых сплавов медицинского назначения / Ю. Г. Алексеев, А. Ю. Королёв, В. С. Нисс // Вестні Нацыянальнай акадэміі навук Беларусі. Серыя фізіка-тэхнічных навук. – 2019. – Т. 64, № 3. – С. 296–303. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-3-296-303>
6. Plasma Electrolyte Polishing of Titanium and Niobium Alloys in Low Concentrated Salt Solution Based Electrolyte / Y. Aliakseyeu, A. Bubulis, A. Korolyov [et al.] // *Mechanika*. – 2021. – Vol. 27, № 1. – P. 88–93. <https://doi.org/10.5755/j02.mech.25044>
7. Electrolytic plasma polishing of NiTi alloy. Mathematical models in engineering / A. Korolyov, A. Bubulis, J. Vėžys [et al.] // *JVE international*. – 2021. – Vol. 7, № 4. – P. 70–80. <https://doi.org/10.21595/mme.2021.22351>
8. Электроимпульсное полирование сплавов на основе железа, хрома и никеля / Ю. В. Синькевич, В. К. Шелег, И. Н. Янковский, Г. Я. Беляев. – Мн.: БНТУ, 2014. – 325 с.
9. Королёв, А. Ю. Влияние анодных режимов обработки в электролитах на съём металла и выход по току / А. Ю. Королёв // Наука и техника. – 2025. – Т. 24, № 2. – С. 109–117. <https://doi.org/10.21122/2227-1031-2025-24-2-109-117>
10. Королёв, А. Ю. Энергетические характеристики стадии формирования парогазовой оболочки при электролитно-плазменной обработке / А. Ю. Королёв, В. А. Томило, В. С. Нисс // Доклады Национальной академии наук Беларуси. – 2024. – Т. 68, № 4. – С. 344–352. <https://doi.org/10.29235/1561-8323-2024-68-4-344-352>
11. Источник питания для исследования импульсных электрохимических процессов / Ю. Г. Алексеев, А. Ю. Королёв, В. С. Нисс [и др.] // Энергетика. Известия высших учебных заведений и энергетических объединений СНГ. – 2018. – № 3. – С. 246–257. <https://doi.org/10.21122/1029-7448-2019-61-3-246-257>

References

1. Korolyov A. Yu., Tomilo V. A. Electrolytic plasma polishing of metallic materials for medical applications. Rubanik V. V., ed. *Aktual'nye problemy prochnosti: materialy LXVIII mezhduнародnoi nauchnoi konferentsii, Vitebsk, 27–31 maya 2024 g.* [Actual problems of strength: Proceedings of the LXVIII International Scientific Conference, Vitebsk, May 27–31, 2024]. Minsk, UE “IVC of the Ministry of Finance”, 2024, pp. 328–330 (in Russian).
2. Kulikov I. S., Vashchenko S. V., Kamenev A. Ya. *Electrolyte-Plasma Treatment of Materials*. Minsk, Belaruskaya nauka Publ., 2010. 232 p. (in Russian).
3. Smyslov A. M. Multistage electrolytic plasma treatment of titanium and titanium alloy products. *Vestnik Ufimskogo gosudarstvennogo aviatsionnogo tekhnicheskogo universiteta = Bulletin of Ufa State Aviation Technical University*, 2009, vol. 13, no. 1, pp. 141–145 (in Russian).
4. Navickaitė K., Ianniciello L., Tušek J., Engelbrecht K., Bahl C. R. H., Penzel M., Nestler K., Böttger-Hiller F., Zeidler H. Plasma Electrolytic Polishing of Nitinol: Investigation of Functional Properties. *Materials*, 2021, vol. 14, no. 21, art. ID 6450. <https://doi.org/10.3390/ma14216450>
5. Aliakseyeu Yu. G., Korolyov A. Yu., Niss V. S. Electrolytic-plasma polishing of cobalt-chromium alloys for medical products. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-tekhnichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2019, vol. 64, no. 3, pp. 296–303 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2019-64-3-296-303>
6. Aliakseyeu Y., Bubulis A., Korolyov A., Niss V., Kandrotaitė Janutienė R. Plasma Electrolyte Polishing of Titanium and Niobium Alloys in Low Concentrated Salt Solution Based Electrolyte. *Mechanika*, 2021, vol. 27, no. 1, pp. 88–93. <https://doi.org/10.5755/j02.mech.25044>
7. Korolyov A., Bubulis A., Vėžys J., Aliakseyeu Yu., Minchenya V., Niss V., Markin D. Electrolytic plasma polishing of NiTi alloy. Mathematical models in engineering. *JVE International*, 2021, vol. 7, iss. 4, pp. 70–80. <https://doi.org/10.21595/mme.2021.22351>
8. Sin'kevich Yu. V., Sheleg V. K., Yankovskii I. N., Belyaev G. Ya. *Electropulse Polishing of Alloys Based on Iron, Chromium and Nickel*. Minsk, Belarusian National Technical University, 2014. 325 p. (in Russian).
9. Korolyov A. Yu. Effect of anodic treatment modes in electrolytes on metal removal and current efficiency. *Nauka i tekhnika = Science & Technique*, 2025, vol. 24, no. 2, pp. 109–117 (in Russian). <https://doi.org/10.21122/2227-1031-2025-24-2-109-117>
10. Korolyov A. Yu., Tomilo V. A., Niss V. S. Energy characteristics of the vapor-gas shell formation stage during electrolyte-plasma treatment. *Doklady Natsional'noi akademii nauk Belarusi = Doklady of the National Academy of Sciences of Belarus*, 2024, vol. 68, no. 4, pp. 344–352 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8323-2024-68-4-344-352>
11. Aliakseyeu Yu. G., Korolyov A. Yu., Niss V. S., Parshuto A. E., Soroka E. V., Budnitskiy A. S. Power supply for the investigation of Pulse Electrochemical Processes. *Energetika. Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedenii i energeticheskikh ob'edinenii SNG = Energetika. Proceedings of CIS higher education institutions and power engineering associations*, 2018, vol. 61, no. 3, pp. 246–257 (in Russian). <https://doi.org/10.21122/1029-7448-2019-61-3-246-257>

ISSN 1561-8358 (Print)
ISSN 2524-244X (Online)**ЭНЕРГЕТИКА, ТЕПЛО- И МАССООБМЕН**
POWER ENGINEERING, HEAT AND MASS TRANSFER<https://doi.org/10.29235/1561-8358-2026-71-1-48-56>
УДК 662.71Оригинальная статья**В. П. Голубев¹, Н. Е. Шевчик¹, Д. В. Дегтеров¹, А. Н. Асадчий¹, С. В. Василевич^{2*}**¹*Институт энергетики Национальной академии наук Беларуси,
ул. Академическая, 15, корп. 2, 220072, Минск, Республика Беларусь*²*Белорусская государственная академия авиации,
ул. Уборевича, 77, 220072, Минск, Республика Беларусь***ПОЛУЧЕНИЕ ДРЕВЕСНОГО УГЛЯ ПУТЕМ ПИРОЛИЗА ДРЕВЕСИНЫ
В ПРИСУТСТВИИ СВЕРХВЫСОКОЧАСТОТНОГО
ЭЛЕКТРОМАГНИТНОГО ПОЛЯ**

Аннотация. Разработано экспериментальное оборудование для получения древесного угля из остатков лесопиления методом термохимической конверсии биомассы в бескислородной среде. Особенностью данного оборудования является проведение процесса термоконверсии древесного сырья в камере пиролиза, оснащенной источниками сверхвысокочастотного электромагнитного поля (СВЧ). Пиролизное оборудование включает в себя блок получения генераторного газа из органических отходов, блок пиролиза древесины, систему продувки камеры пиролиза инертным газом, камеру дожига газовой смеси генераторного газа и пирогаза, блок регулирования температуры продуктов горения, теплообменник, дымосос, систему управления и контроля за работой пиролизной установки и дымовую трубу. В качестве источников СВЧ использовали магнетроны. Приведено описание методики проведенных испытаний оборудования по получению древесного угля в присутствии и в отсутствие СВЧ. В ходе испытаний использовалась древесина твердолиственных пород (колотые дрова клена). Результаты исследования указывают на то, что использование СВЧ позволяет повысить скорость процесса термохимической деструкции древесины, увеличить производительность оборудования для выработки древесного угля, а также получить больший выход древесного угля на единицу массы исходной древесины, сырье или продукт с большей теплотворной способностью и меньшей зольностью. Так, производительность экспериментальной пиролизной установки при отсутствии СВЧ составила 1,42 кг/ч, а в присутствии СВЧ – 1,73 кг/ч, увеличение составило 22 %. Разработанная технология получения древесного угля термическим пиролизом в присутствии СВЧ является экономически и энергетически перспективной.

Ключевые слова: термохимическая конверсия, древесный уголь, пиролизное оборудование, дожиг, сверхвысокочастотное электромагнитное поле

Конфликт интересов: авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Информация об авторах: *Голубев Виктор Петрович* – кандидат биологических наук, заведующий сектором Института энергетики Национальной академии наук Беларуси, <https://orcid.org/0009-0007-4062-3455>, e-mail: vpgolubev@mail.ru; *Шевчик Николай Евгеньевич* – кандидат технических наук, доцент, ведущий научный сотрудник Института энергетики Национальной академии наук Беларуси, <https://orcid.org/0009-0007-5270-2302>, e-mail: neshevchik@gmail.com; *Дегтеров Дмитрий Валентинович* – старший научный сотрудник Института энергетики Национальной академии наук Беларуси, <https://orcid.org/0009-0006-0209-2852>, e-mail: ddegterov@mail.ru; *Асадчий Андрей Николаевич* – старший научный сотрудник Института энергетики Национальной академии наук Беларуси, <https://orcid.org/0009-0000-7758-0435>, e-mail: asadchyi@tut.by; *Василевич Сергей Владимирович* – кандидат технических наук, доцент, ведущий научный сотрудник Белорусской государственной академии авиации, <https://orcid.org/0000-0002-9250-2926>, e-mail: svasilevich@yandex.ru

Вклад авторов: *Голубев Виктор Петрович* – обоснование концепции, разработка дизайна экспериментального исследования, проведение эксперимента, интерпретация результатов исследования; *Шевчик Николай Евгеньевич* – обоснование концепции, проведение инструментальных исследований, формулировка выводов; *Дегтеров Дмитрий Валентинович* – обоснование концепции, разработка дизайна экспериментального исследования, проведение эксперимента, интерпретация результатов исследования; *Асадчий Андрей Николаевич* – проведение эксперимента, интерпретация результатов исследования; *Василевич Сергей Владимирович* – систематизация результатов, написание текста рукописи.

* Автор, ответственный за переписку / Corresponding author.

Для цитирования: Получение древесного угля путем пиролиза древесины в присутствии сверхвысокочастотного электромагнитного поля / В. П. Голубев, Н. Е. Шевчик, Д. В. Дегтеров [и др.] // Весті Нацыянальнай акадэміі навук Беларусі. Серыя фізіка-тэхнічных навук. – 2026. – Т. 71, № 1. – С. 48–56. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2026-71-1-48-56>

Поступила в редакцию: 10.02.2025

Доработанный вариант: 20.06.2025

Утверждена к публикации: 05.03.2026

Подписана в печать: 12.03.2026

Original article

Viktor P. Golubev¹, Nikolai E. Shevchik¹, Dmitry V. Degterov¹, Andrei N. Asadchyi¹, Siarhei V. Vasilevich^{2*}

¹*Institute of Power Engineering of the National Academy of Sciences of Belarus,
15, building 2, Akademicheskaya St., 220072, Minsk, Republic of Belarus*

²*Belarusian State Aviation Academy,
77, Uborevich St., 220072, Minsk, Republic of Belarus*

PRODUCTION OF CHARCOAL BY PYROLYSIS OF WOOD IN THE PRESENCE OF AN ULTRAHIGH FREQUENCY ELECTROMAGNETIC FIELD

Abstract. Experimental equipment for producing charcoal from sawmill residues using thermochemical conversion of biomass in an oxygen-free environment has been developed. This equipment features thermal conversion of wood raw materials in a pyrolysis chamber equipped with microwave sources. The pyrolysis equipment includes a unit for producing generator gas from organic waste, a wood pyrolysis unit, a pyrolysis chamber purging system with inert gas, an afterburner for the generator gas and pyrolysis gas mixture, a combustion product temperature control unit, a heat exchanger, a smoke exhauster, a pyrolysis unit control and monitoring system, and a chimney. Magnetrons were used as microwave sources. A description of the testing methodology for the equipment for producing charcoal in the presence and absence of a microwave field is provided. Hardwood (split maple firewood) was used in the tests. The results of the study indicate that the use of microwave technology can increase the rate of thermochemical destruction of wood, increase the productivity of equipment for the production of charcoal, and also obtain a higher yield of charcoal per unit mass of the original wood, raw material or product with a higher calorific value and lower ash content. For example, the productivity of the experimental pyrolysis unit without microwaves was 1.42 kg/h, while with microwaves, it was 1.73 kg/h, an increase of 22 %. The developed technology for producing charcoal by thermal pyrolysis in the presence of microwaves offers economic and energy-efficient potential.

Keywords: thermochemical conversion, charcoal, pyrolysis equipment, afterburning, microwave electromagnetic field

Conflict of interest: the authors declare that there is no conflict of interest.

Information about the authors: *Viktor P. Golubev* – Cand. Sci. (Biology), Head of the Sector at Institute of Power Engineering of the National Academy of Sciences of Belarus, <https://orcid.org/0009-0007-4062-3455>, e-mail: vpgolubev@mail.ru; *Nikolai E. Shevchik* – Cand. Sci. (Engineering), Associate Professor, Leading Researcher at Institute of Power Engineering of the National Academy of Sciences of Belarus, <https://orcid.org/0009-0007-5270-2302>, e-mail: neshevchik@gmail.com; *Dmitry V. Degterov* – Senior Researcher at Institute of Power Engineering of the National Academy of Sciences of Belarus, <https://orcid.org/0009-0006-0209-2852>, e-mail: ddegterov@mail.ru; *Andrei N. Asadchyi* – Senior Researcher at Institute of Power Engineering of the National Academy of Sciences of Belarus, <https://orcid.org/0009-0000-7758-0435>, e-mail: asadchyi@tut.by; *Siarhei V. Vasilevich* – Cand. Sci. (Engineering), Associate Professor, Leader Researcher at Belarusian State Aviation Academy, <https://orcid.org/0000-0002-9250-2926>, e-mail: svasilevich@yandex.ru

Contribution of the authors: *Viktor P. Golubev* – concept justification, development of experimental study design, experiment implementation, interpretation of study results; *Nikolai E. Shevchik* – concept justification, instrumental studies, formulation of conclusions; *Dmitry V. Degterov* – concept justification, development of experimental study design, experiment implementation, interpretation of study results; *Andrei N. Asadchyi* – experiment implementation, interpretation of study results; *Siarhei V. Vasilevich* – systematization of results, writing the manuscript.

For citation: Golubev V. P., Shevchik N. E., Degterov D. V., Asadchyi A. N., Vasilevich S. V. Production of charcoal by pyrolysis of wood in the presence of an ultrahigh frequency electromagnetic field. *Vesti Natsyonal'nai akademii nauk Belarusi. Seriya fizika-tekhnichnykh nauk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2026, vol. 71, no. 1, pp. 48–56 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2026-71-1-48-56>

Received: 10.02.2025

Modified: 20.06.2025

Approved for publication: 05.03.2026

Signed to the press: 12.03.2026

Введение. В настоящее время исследования энергетически возобновляемых ресурсов ряда стран, в том числе Беларуси и России, направлены на увеличение выработки электрической и тепловой энергии за счет использования новых видов твердого топлива и вовлечения в оборот различных видов возобновляемых ресурсов [1; 2].

Одним из эффективных процессов термохимической переработки органических соединений является пиролиз [3]. Он представляет собой процесс термохимической переработки органических соединений, который происходит при повышенных температурах без участия кислорода.

Теоретические и прикладные исследования пиролиза биомассы успешно развиваются на протяжении последних десятилетий в Великобритании [4], США [5], Индии [6] и других странах мира [7], а также представляют значительный интерес для Беларуси.

Интенсивное развитие биоэнергетики в Беларуси обусловлено необходимостью достижения определенного уровня энергетической безопасности и создания в итоге топливно-энергетического цикла на возобновляемых видах биотоплива с учетом экологических и экономических преимуществ данного направления.

Одним из основных возобновляемых природных ресурсов являются леса, которые покрывают около 38 % территории страны, что превосходит среднеевропейский уровень – 32 %. При среднем приросте древесной биомассы около 25 млн м³ в год (более 6,25 млн т у. т.) оценки потенциальных резервов биотоплива в Беларуси колеблются от 6 до 10 млн т у. т. в год [8]. Эти оценки учитывают нестроевую древесину, отходы лесозаготовок, деревообработки, фитомассу быстрорастущих кустарников и трав.

Существуют различные способы использования биомассы в качестве источника энергии: традиционное сжигание при получении электрической и тепловой энергии (дрова, щепа, пеллеты, твердые бытовые отходы растительного происхождения); анаэробное сбраживание сельскохозяйственных растений (кукуруза и др.), отходов сельскохозяйственного производства, а также отходов животноводства и птицеводства; получение моторного топлива (биодизель) из семян сельскохозяйственных растений (рапс). Указанные технологии давно отработаны и получили широкое распространение.

Переработка сухой биомассы (влажностью до 15 %) возможна с использованием термохимических технологий (газификация, пиролиз). Такие процессы обладают высокими скоростями конверсии, низкой чувствительностью к составу исходного сырья, но требуют высоких температур и характеризуются низкой селективностью [9].

Среди современных технологий энергетического использования растительной биомассы наиболее универсальной, эффективной и дешевой, по мнению экспертов Международного энергетического агентства (International Energy Agency), является термохимическая конверсия методом пиролиза [10]. В результате пиролиза образуется горючий газ, высокоэнергетические жидкие продукты и древесный уголь. Количество продуктов термохимических преобразований зависит прежде всего от температуры и времени процесса, скорости нагрева и параметров газовой среды. Кроме того, на состав и свойства продуктов пиролиза влияют порода и качество древесины, размеры частиц сырья и его начальная влажность, скорость циркуляции газового потока через слой древесины и другие факторы [11].

На сегодня наиболее востребованным целевым продуктом пиролиза древесины является древесный уголь – твердый пористый продукт пиролиза растительной биомассы, который образуется наряду с жидкими продуктами (смолами) и горючими газами. Он находит применение в качестве высококачественного возобновляемого твердого топлива (теплота сгорания 30–35 МДж/кг), а также в промышленности, например при получении технического кремния [12]. В настоящее время расширяется использование древесного угля в производстве углеродных сорбентов, которые применяются в различных технологиях адсорбционной очистки и разделения [13; 14].

Побочным продуктом при получении древесного угля являются газы, содержащие органические примеси (от низкомолекулярных до полициклических ароматических смол). Смолы создают значительные проблемы в системах пиролиза биомассы [15], в частности они конденсируются в выходных газоходах (образуются отложения и коррозия), на фильтрах, приводя к их засорению. В настоящее время разработано множество технологий снижения содержания смол в продуктах пиролиза биомассы. Конструкционно их можно разделить на первичные, когда смолы удаляются непосредственно в пиролизном реакторе [16], и вторичные, использующие вынесенный участок очистки пиролизного газа [17].

По своей сути методы снижения содержания смол в пиролизных газах можно разделить на термохимические (каталитический и термический крекинг) и физические (адсорбция и абсорбция) [18]. Наиболее простыми с технической и экономической точек зрения являются физические

ские способы очистки пиролизных газов. Более того, аппараты, в которых использован данный способ очистки, технически просты и легко масштабируются. К таким устройствам относят фильтры, гранулированные слои, вращающиеся сепараторы, электростатические фильтры, скрубберы. Применение физических методов позволяет улавливать от 50 до 74 % первоначальных смол.

Более эффективными с точки зрения доли удаления смол являются термохимические методы (например, прямое термическое разложение, которое требует проведения процесса при температуре порядка 1200 °С).

Цель исследования – разработка экспериментального оборудования для получения древесного угля, использующего процесс термоконверсии древесного сырья в камере пиролиза, которая оснащена источниками создания электромагнитного поля сверхвысокой частоты с целью достижения достаточных температур для удаления получаемых смол.

Описание оборудования по получению древесного угля. На основе результатов исследования термохимической конверсии древесины на базе Института энергетики Национальной академии наук Беларуси была разработана и изготовлена пиролизная установка по получению древесного угля (рис. 1).

Данная установка позволяет реализовывать процесс термоконверсии древесины при включенных режимах генерации СВЧ. Она включает в себя блок получения генераторного газа из органических отходов, блок пиролиза древесины, систему продувки камеры пиролиза инертным газом, камеру дожига смеси генераторного газа и пирогаза, блок регулирования температуры продуктов горения, теплообменник, дымосос, систему управления и контроля за работой пиролизной установки (на схеме не показана) и дымовую трубу.

Блок получения генераторного газа из органических отходов, или газогенератор для сжигания сыпучего топлива, например древесной щепы, представляет собой топку (1) с установленным сверху бункером (2) подачи биомассы. При горении биомассы в топке в условиях ограниченной подачи кислорода образуется генераторный газ, который смешивается с образующимся в реакторе (3) пиролизным газом, после чего сгорает в камере дожига (8). Газогенератор оборудован специальным устройством, которое обеспечивает равномерное распределение щепы в топке и подачу новой партии щепы после выгорания предыдущей. Имеется устройство, которое позволяет регулировать объем воздуха, поступающего в топку, для получения оптимального количества генераторного газа в соответствии с условиями работы установки.

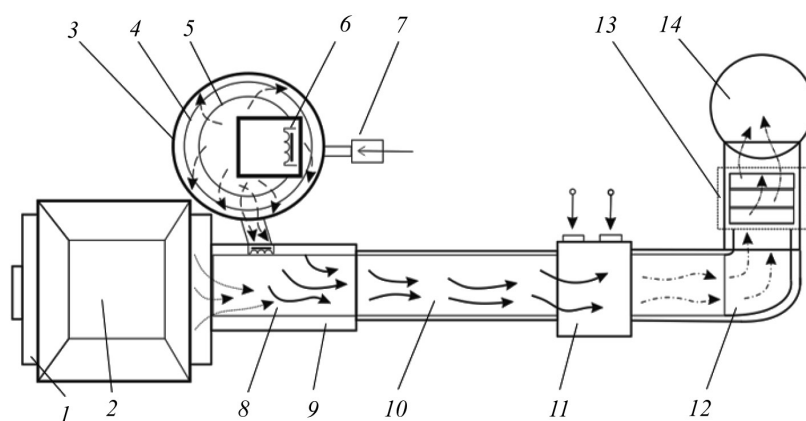


Рис. 1. Схема пиролизной установки для получения древесного угля: 1 – топка газогенератора; 2 – бункер загрузки биомассы; 3 – реактор; 4 – загрузочная платформа с вращающимся дном; 5 – реторта; 6 – СВЧ-излучатель; 7 – устройство продувки камеры пиролиза инертным газом; 8 – камера дожига (смесительная часть); 9 – теплоизоляционный экран; 10 – подающий коллектор (основная часть); 11 – блок воздушного охлаждения с фильтрацией охлаждающего воздуха; 12 – подающий коллектор (хвостовая часть); 13 – теплообменный узел с байпасной линией сорбционной очистки дымовых газов; 14 – дымовая труба с дымососом

Fig. 1. The scheme of the pyrolysis plant for the production of charcoal: 1 – gasifier furnace; 2 – biomass loading bin; 3 – reactor; 4 – loading platform with rotating bottom; 5 – retort; 6 – microwave emitter; 7 – device for purging the pyrolysis chamber with inert gas; 8 – afterburner chamber (mixing part); 9 – heat-insulating screen; 10 – feed manifold (main part); 11 – air cooling unit with cooling air filtration; 12 – feed manifold (tail part); 13 – heat exchange unit with a bypass line for sorption purification of flue gases; 14 – chimney with a smoke exhauster

Блок пиролиза древесины – это пиролизный реактор (3), включающий в себя камеру реактора, оборудованную трубчатыми электронагревателями (ТЭНами), устройствами создания электромагнитного поля СВЧ (6), загрузочную платформу с вращающимся дном (4) и реторту (5).

В систему продувки камеры пиролиза инертным газом (7) входят баллон с инертным газом (CO_2), регулятор расхода газа, газовый коллектор и вентиль. Продувка позволяет быстро удалить горючие остатки пиролизного газа из камеры реактора, что обеспечивает возможность произвести загрузку новой партии пиролизуемого материала, не дожидаясь полного охлаждения камеры реактора. Сокращение времени на разогрев камеры пиролизного реактора ускоряет пиролиз следующих образцов на 30–45 мин.

Камера дожига газовой смеси (8) включает в себя устройство смешивания генераторного газа и пирогаза для обеспечения равномерного горения смеси газов, термопары для определения температуры горения генераторного газа, термопары для определения температуры горения смеси генераторного газа и пирогаза, смотровую трубу. Конструкция камеры дожига представляет собой металлический короб, выполненный из жаропрочной и кислотостойкой нержавеющей стали с двойными стенками. Температура горения в камере дожига может достигать 1300 °С, это способствует эффективной очистке газовой смеси от высокомолекулярных соединений (смола). Камера дожига и подающий коллектор (10, 12) имеют общий теплоизоляционный экран (9) толщиной 100 мм.

Блок воздушного охлаждения с фильтрацией охлаждающего воздуха (11) обеспечивает поступление в теплообменник продуктов сгорания газовой смеси оптимальной температуры. Этот блок состоит из следующих элементов: камера охлаждения, сервопривод регулирующей заслонки, термопара, рукав подачи охлаждающего воздуха, блок фильтрующих элементов. Подача воздуха в блок воздушного охлаждения производится вентилятором радиальным ВР 80-75 низкого давления одностороннего всасывания с частотой вращения 1500 об/мин и мощностью двигателя 0,25 кВт.

Воздушный рекуперативный теплообменник (13) изготовлен из нержавеющей стали. На выходе из теплообменника установлены дымосос и дымовая труба (14).

Система управления и контроля работы пиролизной установки включает в себя термопары, манометры и органы управления (питание всех элементов установки, подъем/опускание загрузочной платформы, включение/отключение вентиляторов системы подачи охлаждающего воздуха, дымососа, ТЭНов блока пиролиза (реактора), устройств создания электромагнитного поля СВЧ), расположенные на щите шкафа управления.

Выброс дымовых газов в атмосферу, проходящих через рекуперативный теплообменник системы нагрева технологической воды системы отопления, производится дымососом через дымовую трубу.

Управление и контроль за работой пиролизной установки осуществляется с рабочего места оператора, которое в целях безопасности находится в отдельном помещении. Органы управления расположены на щите шкафа управления. Визуализация основных рабочих параметров установки реализована посредством специально разработанной программы для ПК, обеспечивающей снятие основных характеристик процесса (температурные значения в основных точках, показатели давления, скорости газового потока, мощностных характеристик) в реальном времени и дублируют работу контрольно-измерительных приборов.

В качестве контрольно-измерительных приборов нами использовались термопары КТХА, тип К (диапазон температур от –40 до 1200 °С) для измерения температуры, дифференциальный манометр для измерения давления, датчик потока для измерения скорости потока, регулятор напряжения для управления ТЭНами реактора.

В зависимости от пиролизуемого сырья в контроллере шкафа управления устанавливается заданная рабочая программа (всего разработано 10), согласно которой осуществляется управление и контроль основных параметров техпроцесса:

- скорости нагрева и длительности работы ТЭНов реактора с контролем температуры в различных точках газового тракта установки;
- мощности и длительности работы СВЧ-излучателей;
- температуры (воздушной заслонкой с сервоприводом) на выходе из камеры дожига и магнетронов, системы охлаждения;
- температуры на выходе из теплообменника, на входе в дымосос.

Работа пиролизной установки. В ходе испытаний установки использовалась древесина твердолиственных пород (колотые дрова клена). Перед началом испытаний определялась влажность древесины и производилось контрольное взвешивание пустой и загруженной реторты. Влажность древесины составила 12,2 %, плотность древесины – 590,2 кг/м³, зольность – 0,23 %.

Масса древесины и угля определялась с помощью весов настольных МИ МДА 518-Т (класс III, погрешность ± 10–20 г). Относительная погрешность измерения массы древесины составила 0,07 %, при взвешивании угля – 0,13 %.

После взвешивания реторта устанавливалась на загрузочную платформу блока пиролиза. Конструкция платформы имеет приводной механизм, обеспечивающий вращение реторты вокруг вертикальной оси. Затем производился подъем платформы с установленной ретортой в рабочую камеру реактора.

Управление подъемом реторты в камеру блока пиролиза осуществляется автоматически с помощью системы управления и контроля работы пиролизной установки. На начальной стадии механизм подъема работает на максимальной скорости для сокращения времени подготовки пиролизной установки к работе. На конечной стадии подъема этот механизм работает на минимальной скорости, чтобы обеспечить максимально герметичное прижатие платформы. Переключение с максимальной на минимальную скорость загрузки, а также остановка механизма подъема производятся автоматически. После загрузки сырья производится включение ТЭНов блока пиролиза, устройств создания электромагнитного поля СВЧ в блоке пиролиза и камеры дожига газовой смеси, вентилятора блока регулирования температуры продуктов горения, дымососа. Также производится поджиг топлива в топке газогенератора. На протяжении всего цикла пиролиза осуществляется визуальный контроль параметров работы на ПК и с помощью смотровой трубы, расположенной в камере дожига газовой смеси.

Начало стадии эндотермического пиролиза древесины в блоке пиролиза характеризуется поглощением тепла, снижением роста температуры в рабочей камере блока пиролиза, отсутствием выраженного горения в камере дожига. Дымовые газы имеют белый цвет. В начале стадии экзотермического процесса происходит выделение тепла – наблюдается рост температуры в рабочей камере блока пиролиза, выделение большого количества горючих пиролизных газов. Наблюдается интенсивное горение в камере дожига, появление дымовых газов серого цвета из дымовой трубы. Завершение процесса пиролиза сопровождается отсутствием выраженного горения в камере дожига и отсутствием дымовых газов, выходящих из дымовой трубы. После окончания процесса пиролиза производится прокалка (температура и длительность определяется оператором с помощью системы управления и контроля работы пиролизной установки). После прокалики происходит отключение ТЭНов и магнетронов блока пиролиза и включение подачи инертного газа (СО₂) для вытеснения горючих газов из рабочей камеры блока пиролиза (длительность продувки – 15 мин) и дальнейшего остывания готового древесного угля и его стабилизации. При этом отключаются вентиляторы дымососа и системы охлаждения камеры дожига блока регулирования температуры продуктов горения. После полного остывания реторта с полученным древесным углем извлекается из камеры реактора и взвешивается.

Большое внимание в ходе проведенных работ было уделено сравнительному анализу процессов пиролиза древесины в отсутствие и в присутствии СВЧ.

В данной серии экспериментов в качестве генераторного газа использовали смесь пропан-бутан. Температура горения данной смеси постоянна, что позволяет создать устойчивые реперные точки для определения вклада пирогаза в суммарную температуру горения пропан-бутановой смеси и пирогаза. Использование температуры горения пропана в качестве реперной точки позволяет достаточно точно выявлять даже небольшие температурные изменения при горении смеси генераторного газа и пирогаза.

Также необходимо учитывать, что в начальной стадии пиролиза выход горючих газообразных продуктов еще слишком мал, чтобы поддерживать самостоятельное горение, в завершающей стадии пиролиза выход горючих газообразных продуктов уже слишком мал, чтобы поддерживать самостоятельное горение. Поэтому постоянный факел огня пропана позволяет сжечь малые количества пирогаза и обеспечить надлежащий уровень экологической безопасности.

При сравнительном анализе в экспериментах в присутствии СВЧ проводили задержку в течение 10 мин включения магнетронов и ТЭНов. Такая задержка на начальной стадии эксперимента

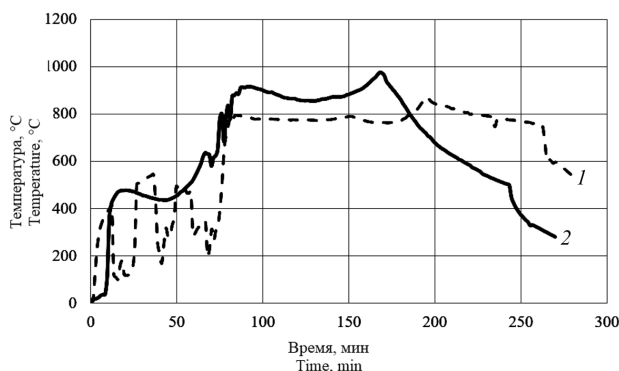


Рис. 2. Зависимость температуры нагрева рабочей среды от времени в камере дожига в отсутствие (1) и в присутствии (2) сверхвысокочастотного электромагнитного поля

Fig. 2. Dependence of the heating temperature of the working medium on time in the afterburning chamber in the absence (1) and in the presence (2) of a microwave electromagnetic field

ждение газообразных продуктов (например, уксусной кислоты). Затем снова наблюдается спад уровня температур, так как в результате химических превращений происходит образование веществ, поддерживающих и не поддерживающих горение (легкие углеводороды, вода, оксиды углерода, азота и т. п.). С началом экзотермической стадии пиролиза температура поднимается до 800 °С (196 мин). По завершении экзотермической стадии пиролиза начинается прокалка, которая характеризуется постепенным плавным снижением температуры.

В присутствии СВЧ-поля начальный этап пиролиза характеризуется отсутствием резких перепадов подъема-падения температур, так как сверхвысокочастотное электромагнитное поле способствует одновременному прохождению всех процессов эндотермической стадии пиролиза, что и выравнивает график температур. При этом в процессе работы пиролизной установки в экзотермической стадии температура горения в камере дожига достигала 1000 °С, что обуславливает эффективный дожиг газовой смеси. Время экзотермической стадии с СВЧ меньше, чем аналогичной стадии без СВЧ. Стадия закалки также сопровождается более быстрым снижением температуры.

Эти данные однозначно свидетельствуют о более высокой скорости пиролиза древесины и более высокой температуре дожига газовой смеси в присутствии СВЧ.

В ходе исследований были получены образцы древесного угля при включенных и выключенных устройствах создания электромагнитного СВЧ-поля (таблица).

Исходя из полученных результатов можно сделать вывод, что использование СВЧ позволило повысить производительность пиролизной установки на 22 %, при этом характеристики полученных образцов соответствуют требованиям для древесного угля марки А¹.

Характеристики образцов древесного угля, полученных при включенных и выключенных устройствах создания электромагнитного СВЧ-поля

Characteristics of charcoal samples obtained with the microwave electromagnetic field generating devices turned on and off

Наличие сверхвысокочастотного электромагнитного поля The presence of an ultra-high-frequency electromagnetic field	Масса использованных древесных образцов, кг Weight of used wood samples, kg	Относительный массовый выход древесного угля, % Relative mass yield of charcoal, %	Масса полученного угля, кг Mass of coal obtained, kg	Основные характеристики полученных образцов угля Main characteristics of the obtained coal samples	
				Удельная энергия сгорания, кДж/кг Specific combustion energy, kJ/kg	Зольность, % Ash content, %
В отсутствие СВЧ In the absence of a microwave	31,0	~ 22,9	7,1	30 435,31	1,26
В присутствии СВЧ In the presence of a microwave	31,7	24,6	7,8	32 066,77	1,12

¹ ГОСТ 7657-84. Уголь древесный. Технические условия. URL: <https://meganorm.ru/Data2/1/4294822/4294822380.htm> (дата обращения: 10.01.2025)

Меньшее значение зольности в угле, полученном с использованием СВЧ, объясняется тем, что хотя абсолютное значение массы золы остается неизменным и не зависит от наличия СВЧ, относительное содержание золы регулируется концентрацией основного компонента в образце – углерода. И так как массовый выход угля при использовании СВЧ выше, чем без него, следовательно, абсолютное значение содержания углерода в образцах угля, полученных с использованием СВЧ, выше, чем в его отсутствие. По этой причине относительное содержание золы (относительно общего содержания компонентов) в угле, полученном с использованием СВЧ, ниже, чем без его использования. Также нельзя исключить, что под действием СВЧ происходит более полная термическая деструкция азотсодержащих органических соединений.

Заключение. Полученные результаты показывают, что использование поля СВЧ позволяет увеличить производительность процесса получения древесного угля и повысить качество получаемого продукта. Расход электрической энергии при работе установки (без СВЧ) составляет от 3,5 до 7 кВт·ч (в зависимости от задач эксперимента), при этом дополнительный расход электрической энергии при использовании СВЧ-излучения – от 2,0 до 2,2 кВт·ч. Однако более высокая производительность установки в присутствии СВЧ и полученный древесный уголь с существенно большей удельной энергией сгорания делают эту технологию энергетически и экономически выгодной. Поэтому разработка оборудования для получения древесного угля в присутствии СВЧ является актуальной задачей.

Также необходимо отметить, что описанное оборудование является экспериментальным, и при создании промышленных установок дополнительные затраты электроэнергии на поддержание СВЧ будут, несомненно, учитываться. При выполнении данной работы главной задачей являлось изучение влияния СВЧ на процесс получения древесного угля, а в дальнейших исследованиях – его физико-химических характеристик.

Список использованных источников

1. Корсак, Е. П. Формирование системы угроз энергетической безопасности Республики Беларусь / Е. П. Корсак // Энергетика. Известия высших учебных заведений и энергетических объединений СНГ. – 2019. – Т. 62, № 4. – С. 388–398. <https://doi.org/10.21122/1029-7448-2019-62-4-388-398>
2. 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.
3. Лосюк, Ю. А. Некоторые аспекты термохимической конверсии торфа / Ю. А. Лосюк, С. В. Жибрик, С. В. Корчиненко // Энергетика. Известия высших учебных заведений и энергетических объединений СНГ. – 2008. – № 5. – С. 60–66.
4. Bridgwater, A. V. Biomass Fast Pyrolysis / A. V. Bridgwater // Thermal Science. – 2004. – Vol. 8, № 2. – P. 21–49. <https://doi.org/10.2298/TSCI0402021B>
5. Mohan, D. Pyrolysis of Wood/Biomass for Bio-Oil: A Critical Review / D. Mohan, Ch. U. Pittman, P. H. Steele Jr. // Energy & Fuels. – 2006. – Vol. 20. – P. 848–889. <https://doi.org/10.1021/ef0502397>
6. Chan, W. R. Modeling and experimental verification of physical and chemical processes during pyrolysis of large biomass particle / W. R. Chan, M. Kelbon, B. V. Krieger // Fuel. – 1985. – Vol. 64. – P. 1505–1513. [https://doi.org/10.1016/0016-2361\(85\)90364-3](https://doi.org/10.1016/0016-2361(85)90364-3)
7. Catalytic supercritical water gasification of biomass waste using iron-doped alkaline earth catalysts / R. Bakari, T. Kivevele, X. Huang, Y. A. C. Jande // Biomass Conversion and Biorefinery. – 2024. – Vol. 14, iss. 6. – P. 7487–7506. <https://doi.org/10.1007/s13399-022-02800-x>
8. Макрокинетика и тепломассоперенос в процессах термохимической конверсии биомассы / Г. И. Пальченко, Н. Г. Хутская, И. В. Янцевич, Т. М. Мощина // Возобновляемые источники энергии: потенциал, достижения, перспективы: материалы Междунар. семинара экспертов (Минск, 22–24 февр. 2011 г.) / под ред. А. А. Михалевича. – Мн.: Бел. наука, 2011. – С. 206–220.
9. Пиролиз горючих сланцев Туровского месторождения / П. Л. Фалюшин, К. В. Доброго, В. М. Крайко, Е. В. Ануфриева // Инженерно-физический журнал. – 2011. – Т. 84, № 3. – С. 583–589.
10. Преобразование энергии биомассы. Опыт России / Е. С. Панцхава, В. А. Пожарнов, Л. В. Зысин [и др.] // Теплоэнергетика. – 1996. – № 5. – С. 33–38.
11. Косивцов, Ю. Ю. Технология пиролиза органических материалов: монография / Ю. Ю. Косивцов, Э. М. Сульман. – Тверь: ТГТУ, 2010. – 124 с.
12. Новый справочник химика и технолога. Сырье и продукты промышленности органических и неорганических веществ: в 2 ч. / С. А. Апостолов, С. Е. Бабаш, А. Д. Беренц [и др.]. – СПб.: АНО НПО «Профессионал», 2005. – Ч. 2. – 1144 с.
13. Обзор рынка активированного (активного) угля в СНГ / Объединение независимых экспертов в области минеральных ресурсов, металлургии и химической промышленности. – М., 2019. – 193 с.
14. Activated Carbon, Biochar and Charcoal: Linkages and Synergies across Pyrogenic Carbon's ABCs / N. Hagemann, K. Spokas, H.-P. Schmidt [et al.] // Water. – 2018. – Vol. 10, iss. 2. – P. 182. <https://doi.org/10.3390/w10020182>

15. Dayton, D. A. Review of the Literature on Catalytic Biomass Tar Destruction. Milestone Completion Report. NREL/TP-510-32815 / D. Dayton. – National Renewable Energy Laboratory, 2002. – URL: <https://www.nrel.gov/docs/fy03osti/32815.pdf> (date of access: 10.11.2020).
16. Devi, L. A review of the primary measures for tar elimination in biomass gasification processes / L. Devi, K. J. Ptasinski, F. J. J. G. Janssen // *Biomass and Bioenergy*. – 2003. – Vol. 24, iss. 2. – P. 125–140. [https://doi.org/10.1016/S0961-9534\(02\)00102-2](https://doi.org/10.1016/S0961-9534(02)00102-2)
17. Anis, S. Tar reduction in biomass producer gas via mechanical, catalytic and thermal methods: A review / S. Anis, Z. A. Zainal // *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. – 2011. – Vol. 15, iss. 5. – P. 2355–2377. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2011.02.018>
18. Performance of tar removal by absorption and adsorption for biomass gasification / A. Paethanom, S. Nakahara, M. Kobayashi [et al.] // *Fuel Process Technology*. – 2012. – Vol. 104. – P. 144–154. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2012.05.006>

References

1. Korsak, E. P. Formation of the System of Threats to Energy Security of the Republic of Belarus. *Energetika. Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedenii i energeticheskikh ob'edinenii SNG = Energetika. Proceedings of CIS Higher Education Institutions and Power Engineering Associations*, 2019, vol. 62, no. 4, pp. 388–398 (in Russian). <https://doi.org/10.21122/1029-7448-2019-62-4-388-398>
2. 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. <https://doi.org/10.1134/S0040601514060020>
3. Losyuk Yu. A., Zhibrik S. V., Korshinenko S. V. Some aspects of thermochemical conversion of peat. *Energetika. Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedenii i energeticheskikh ob'edinenii SNG = Energetika. Proceedings of CIS higher education institutions and power engineering associations*, 2008, no. 5, pp. 60–66 (in Russian).
4. Bridgwater A. V. Biomass Fast Pyrolysis. *Thermal Science*, 2004, vol. 8, no. 2, pp. 21–49. <https://doi.org/10.2298/TSCI0402021B>
5. Mohan D., Pittman Ch. U., Steele Jr. P. H. Pyrolysis of Wood/Biomass for Bio-Oil: A Critical Review. *Energy & Fuels*, 2006, vol. 20, pp. 848–889. <https://doi.org/10.1021/ef0502397>
6. Chan W. R., Kelbon M., Krieger B. B. Modeling and experimental verification of physical and chemical processes during pyrolysis of large biomass particle. *Fuel*, 1985, vol. 64, pp. 1505–1513. [https://doi.org/10.1016/0016-2361\(85\)90364-3](https://doi.org/10.1016/0016-2361(85)90364-3)
7. Bakari R., Kivevele T., Huang X., Jande Y. A. C. Catalytic supercritical water gasification of biomass waste using iron-doped alkaline earth catalysts. *Biomass Conversion and Biorefinery*, 2024, vol. 14, iss. 6, pp. 7487–7506. <https://doi.org/10.1007/s13399-022-02800-x>
8. Palchenok G. I., Khutskaia N. G., Yantsevich I. V., Moshchina T. M. Macrokinetics and heat and mass transfer in the processes of thermochemical conversion of biomass. Mikhalevich A. A., ed. *Vozobnovlyaemye istochniki energii: potencial, dostizheniya, perspektivy: materialy Mezhdunarodnogo seminar ekspertov (Minsk, 22–24 fevralya 2011 g.)* [Renewable energy sources: potential, achievements, prospects: Proceedings of the International Expert Seminar (Minsk, 22–24 February 2011)]. Minsk, Belaruskaya navuka Publ., 2011, pp. 206–220 (in Russian).
9. Falyushin P. L., Dobrego K. V., Kraiko V. M., Anufrieva E. V. Pyrolysis of oil shales of the Turov field. *Journal of Engineering Physics and Thermophysics*, 2011, vol. 84, no. 3, pp. 631–637. <https://doi.org/10.1007/s10891-011-0515-7>
10. Pantskhava E. S., Pozharnov V. A., Zysin L. V., Farberov V. G., Shramkov V. M., Mayorov N. I., Shkola I. I. Conversion of biomass energy. Experience of Russia. *Teploenergetika* [Thermal Power Engineering], 1996, no. 5, pp. 33–38 (in Russian).
11. Kosivtsov Yu. Yu., Sulman E. M. *Technology of Pyrolysis of Organic Materials: Monograph*. Tver, Tver State Technical University, 2010. 124 p. (in Russian).
12. Apostolov S. A., Babash S. E., Berents A. D., Borutskii P. N., Vasil'ev Yu. V., Vasil'ev S. N. [et al.]. *New Handbook of Chemist and Technologist. Raw Materials and Products of the Industry of Organic and Inorganic Substances. Part 2*. St. Petersburg, ANO NPO "Professional" Publ., 2005. 1144 p. (in Russian).
13. Association of Independent Experts in the Field of Mineral Resources, Metallurgy and Chemical Industry. *Market Overview of Activated (Active) Carbon in the CIS*. Moscow, 2019. 193 p. (in Russian).
14. Hagemann N., Spokas K., Schmidt H. P., Kägi R., Böhler M. A., Bucheli T. D. Activated Carbon, Biochar and Charcoal: Linkages and Synergies across Pyrogenic Carbon's ABCs. *Water*, 2018, vol. 10, iss. 2, p. 182. <https://doi.org/10.3390/w10020182>
15. Dayton D. A Review of the Literature on Catalytic Biomass Tar Destruction. Milestone Completion Report. NREL/TP-510-32815. National Renewable Energy Laboratory, 2002. Available at: <https://www.nrel.gov/docs/fy03osti/32815.pdf> (accessed 10 November 2020).
16. Devi L., Ptasinski K. J., Janssen F. J. J. G. A review of the primary measures for tar elimination in biomass gasification processes. *Biomass and Bioenergy*, 2003, vol. 24, iss. 2, pp. 125–140. [https://doi.org/10.1016/S0961-9534\(02\)00102-2](https://doi.org/10.1016/S0961-9534(02)00102-2)
17. Anis S., Zainal Z. A. Tar reduction in biomass producer gas via mechanical, catalytic and thermal methods: A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 2011, vol. 15, iss. 5, pp. 2355–2377. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2011.02.018>
18. Paethanom A., Nakahara S., Kobayashi M., Prawisudha P., Yoshikawa K. Performance of tar removal by absorption and adsorption for biomass gasification. *Fuel Process Technology*, 2012, vol. 104, pp. 144–154. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2012.05.006>

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

РАДИОЭЛЕКТРОНИКА, ПРИБОРОСТРОЕНИЕ
RADIOELECTRONICS, INSTRUMENT-MAKING

<https://doi.org/10.29235/1561-8358-2026-71-1-57-66>
UDC 519.23+004.932.2+629.7.05



Original article

Sergei V. Tsuprik^{1*}, Andrei S. Solonar², Petr A. Khmarskiy³

¹*Military Academy of the Republic of Belarus,
220, Nezavisimosti Ave., 220057, Minsk, Republic of Belarus*
²*JSC “KB Radar” – Managing Company of “Radar Systems” Holding,
64a, Partizansky Ave., 220026, Minsk, Republic of Belarus*
³*Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics,
6, P. Brovka St., 220013, Minsk, Republic of Belarus*

**STATISTICAL SYNTHESIS OF A BAYESIAN ALGORITHM IMAGE SEGMENTATION
AND MEASUREMENT OF AERIAL OBJECT COORDINATES**

Abstract. This paper presents the results of a statistical synthesis of an algorithm for segmenting images of aerial objects based on the Bayesian criterion of maximum posterior probability. The key feature of the algorithm is the use of information about the operator’s initial choice of the object to form a priori spatial distribution of coordinates, which allows effectively taking into account geometric constraints on the movement of the object between adjacent frames of the video sequence. A two-stage approach has been developed to jointly solve the tasks of pixel classification and object position estimation, in which spatial information is directly integrated into the segmentation decision rule through a Gaussian model of probability distribution. Analytical expressions for the optimal decision rule are obtained in the form of a threshold comparison of the log-likelihood ratio, which includes both intensity and spatial components. The resulting algorithm improves the quality of segmentation and the accuracy of coordinate measurements under varying lighting conditions, which is critically important for automatic tracking systems of aerial objects in the tasks of airspace monitoring and flight trajectory management.

Keywords: image segmentation, Bayesian algorithm, statistical synthesis, aerial objects, automatic tracking, spatial distribution, posterior probability, likelihood function, computer vision, interframe processing, state vector estimation, pixel classification

Acknowledgements: the authors would like to thank A. S. Khramenkov (Military Academy of the Republic of Belarus) for invaluable assistance in the formulation and correction of the concept of the work, as well as for valuable recommendations that contributed to the improvement of the quality of the research.

Conflict of interest: the authors declare that there is no conflict of interest.

Information about the authors: *Sergey V. Tsuprik* – Cand. Sci. (Engineering), Associate Professor of the Department of Automation, Radar and Transceiver Devices at Military Academy of the Republic of Belarus, <https://orcid.org/0009-0006-0080-4713>, e-mail: Serhio.Observer@yandex.ru; *Andrei S. Solonar* – Cand. Sci. (Engineering), Professor of the Department of Automation, Radar and Transceiver Devices at JSC “KB Radar” – Managing Company of “Radar Systems” Holding, e-mail: andssnew@yandex.ru; *Petr A. Khmarskiy* – Cand. Sci. (Engineering), Associate Professor, Associate Professor of Information Radioengineering Department at Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics, <https://orcid.org/0000-0003-3404-3917>, e-mail: pierre2009@mail.ru

Contribution of the authors: *Sergey V. Tsuprik* – collection and systematization of data, computer and mathematical modeling, comparative analysis, writing the text of the manuscript; *Andrei S. Solonar* – substantiation of the research concept, formulation of ideas, research goals and objectives, development of methodology and research model; *Petr A. Khmarskiy* – generalization and interpretation of the results of the study, editing the text of the manuscript, working with graphic material.

© Цуприк С. В., СолонАР А. С., Хмарский П. А., 2006

* Corresponding author / Автор, ответственный за переписку.

For citation: Tsuprik S. V., Solonar A. S., Khmarskiy P. A. Statistical synthesis of a Bayesian algorithm image segmentation and measurement of aerial object coordinates. *Vestsi Natsyuanal'noi akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-tekhnichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2026, vol. 71, no. 1, pp. 57–66. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2026-71-1-57-66>

Received: 22.01.2026

Modified: 12.02.2026

Approved for publication: 05.03.2026

Signed to the press: 12.03.2026

Оригинальная статья

С. В. Цуприк^{1*}, А. С. СолонАР², П. А. Хмарский³

¹Военная академия Республики Беларусь,

пр. Независимости, 220, 220057, Минск, Республика Беларусь

²ОАО «КБ Радар» – управляющая компания холдинга «Системы радиолокации»,

пр. Партизанский, 64а, 220026, Минск, Республика Беларусь

³Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники,

ул. Петруся Бровки, 6, 220013, Минск, Республика Беларусь

СТАТИСТИЧЕСКИЙ СИНТЕЗ БАЙЕСОВСКОГО АЛГОРИТМА СЕГМЕНТАЦИИ ИЗОБРАЖЕНИЯ И ИЗМЕРЕНИЯ КООРДИНАТ ВОЗДУШНЫХ ОБЪЕКТОВ

Аннотация. Представлены результаты статистического синтеза алгоритма сегментации изображений воздушных объектов, основанного на байесовском критерии максимума апостериорной вероятности. Ключевой особенностью алгоритма является использование информации о начальном выборе объекта оператором для формирования априорного пространственного распределения координат, что позволяет эффективно учитывать геометрические ограничения на перемещение объекта между соседними кадрами видеопоследовательности. Разработан двухэтапный подход к решению задачи классификации пикселей и оценивания координат объекта, при котором пространственная информация интегрируется непосредственно в решающее правило сегментации через гауссову модель распределения вероятностей. Получены аналитические выражения для оптимального решающего правила в виде сравнения логарифма отношения правдоподобия, включающего яркостную и пространственную компоненты. Полученный алгоритм позволяет повысить качество сегментации и точность измерения координат в условиях изменяющегося освещения, что критически важно для систем автоматического сопровождения воздушных объектов в задачах мониторинга воздушного пространства и управления траекториями полета.

Ключевые слова: сегментация изображений, байесовский алгоритм, статистический синтез, воздушные объекты, автоматическое сопровождение, пространственное распределение, апостериорная вероятность, функция правдоподобия, компьютерное зрение, межкадровая обработка, оценка вектора состояния, классификация пикселей

Благодарности: авторы выражают благодарность А. С. Храменкову (УО «Военная академия Республики Беларусь») за неоценимую помощь в формулировках и корректировке концепции работы, а также за ценные рекомендации, которые способствовали улучшению качества исследования.

Конфликт интересов: авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Информация об авторах: Цуприк Сергей Викторович – кандидат технических наук, доцент кафедры автоматизации, радиолокации и приемно-передающих устройств Военной академии Республики Беларусь, <https://orcid.org/0009-0006-0080-4713>, e-mail: Serhio.Observer@yandex.ru; СолонАР Андрей Сергеевич – кандидат технических наук, ведущий научный сотрудник отдела фундаментальных и прикладных исследований открытого акционерного общества «КБ Радар» – управляющая компания холдинга «Системы радиолокации», e-mail: andssnew@yandex.ru; Хмарский Петр Александрович – кандидат технических наук, доцент, доцент кафедры информационных радиотехнологий Белорусского государственного университета информатики и радиоэлектроники, <https://orcid.org/0000-0003-3404-3917>, e-mail: pierre2009@mail.ru

Вклад авторов: Цуприк Сергей Викторович – сбор и систематизация данных, компьютерное и математическое моделирование, проведение сравнительного анализа, написание текста рукописи; СолонАР Андрей Сергеевич – обоснование концепции исследования, формулирование идеи, исследовательских целей и задач, разработка методологии и модели исследования; Хмарский Петр Александрович – обобщение и интерпретация результатов исследования, редактирование текста рукописи, работа с графическими материалами.

Для цитирования: Цуприк, С. В. Статистический синтез байесовского алгоритма сегментации изображения и измерения координат воздушных объектов (на англ. яз.) / А. С. СолонАР, С. В. Цуприк, П. А. Хмарский // Весті Нацыянальнай акадэміі навук Беларусі. Серыя фізіка-тэхнічных навук. – 2026. – Т. 71, № 1. – С. 57–66. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2026-71-1-57-66>

Поступила в редакцию: 22.01.2026

Доработанный вариант: 12.02.2026

Утверждена к публикации: 05.03.2026

Подписана в печать: 12.03.2026

Introduction. Modern information technologies, in particular computer vision, play a key role in airspace monitoring tasks. The development of such fields as the defense industry, air traffic control systems, surveillance, and search-and-rescue operations demands the creation of highly efficient systems for automatic detection and tracking of aerial objects: fixed-wing aircraft, helicopters, unmanned aerial vehicles, and other airborne craft [1]. The task of automatic tracking of aerial objects comprises two primary stages: a single one-frame detection of the target by an operator on the first frame of the sequence, and automatic interframe tracking of the target in subsequent frames without operator involvement. The first stage is referred to as the one-frame processing (OFP) stage, and the second as the interframe processing (IFP) stage. A key requirement for successful interframe tracking is the reliable generation of single coordinate estimates (SCE) of the target's coordinates in each frame of the video sequence [2; 3]. The system must determine the current position of the target under varying external conditions: fluctuating illumination, changing observation angles, partial occlusion of the target by clouds or other objects, as well as the self-motion of the carrier platform of the optoelectronic system.

One approach to determining target coordinates involves solving the image segmentation problem followed by computing the centroid of the extracted segment. Segmentation enables accurate delineation of the target boundaries by separating the target from the background, thereby providing the basis for computing the target's center-of-gravity coordinates and generating control signals for the guidance system or flight trajectory tracking. Traditional segmentation methods, such as thresholding [4–8], gradient-based methods [9; 10], and clustering [11], frequently exhibit insufficient robustness under complex background conditions and varying observation environments. Modern approaches based on deep neural networks [12–16] require substantial computational resources and large volumes of training data, which may limit their applicability in real-time systems. A special place in the segmentation methodology is occupied by Bayesian approaches based on the statistical synthesis of optimal decision-making algorithms [17–21]. These approaches allow for a rigorous treatment of a priori uncertainties, effective utilization of the available operator-provided information, and adaptation to varying observation conditions. The practical challenge of implementing such algorithms lies in the fact that the statistical characteristics of target and background brightness values are a priori unknown and may vary considerably throughout the observation process.

This paper presents the results of the statistical synthesis of an image segmentation algorithm for aerial objects and the estimation of their coordinates for the purposes of automatic interframe tracking. The proposed algorithm is based on the Bayesian maximum a posteriori probability criterion, incorporating spatial information provided by the operator and a dedicated methodology for estimating brightness distribution parameters under conditions of a priori uncertainty. The issues of practical implementation of the derived algorithm, its experimental verification, and a comparative analysis of its performance relative to existing segmentation and coordinate estimation methods will be addressed in detail in subsequent publications.

Initial Data and Problem Statement. Consider a generated video sequence of the aerial target-background scene $\mathbf{f}_k = \{\mathbf{f}_1, \mathbf{f}_2, \dots, \mathbf{f}_k\}$ (Figure 1), which contains all observation-available information at the k -th frame, where $k = 0, 1, 2, \dots, K - 1$ is the frame index of the video sequence and K – is the total number of frames. By virtue of the Markov property of the target motion model, it is sufficient to use only the current observations $\mathbf{f}_k = \{f(x, y, k), (x, y) \in \Omega\}$, when solving the segmentation problem at the k -th frame, where $f(x, y, k)$ is the brightness of the pixel with coordinates (x, y) , defining the known set of coordinates Ω of all pixels with a deterministic image structure.

At the first frame $k = 0$, the operator selects a rectangular region belonging to the object of interest. At this moment, two gates are formed: an inner gate and an outer gate [23]. The inner gate $\mathbf{S}^{\text{in}} = \left\| \begin{matrix} x_k^{\text{in}} & y_k^{\text{in}} & w_k^{\text{in}} & h_k^{\text{in}} \end{matrix} \right\|^T$ characterizes the region in the image \mathbf{f}_k belonging to the object of interest. The coordinates of its center are included in the observation vector $\mathbf{\theta}_k = \left\| \begin{matrix} x_k^{\text{in}} & y_k^{\text{in}} \end{matrix} \right\|^T$ and are determined from the segmentation results at the k -th frame. The inner gate dimensions $(w_k^{\text{in}}, h_k^{\text{in}})$ are set by the operator at the automated workstation according to the physical dimensions of the observed object. As a rule, the inner gate dimensions are chosen such that the object image fits within it with

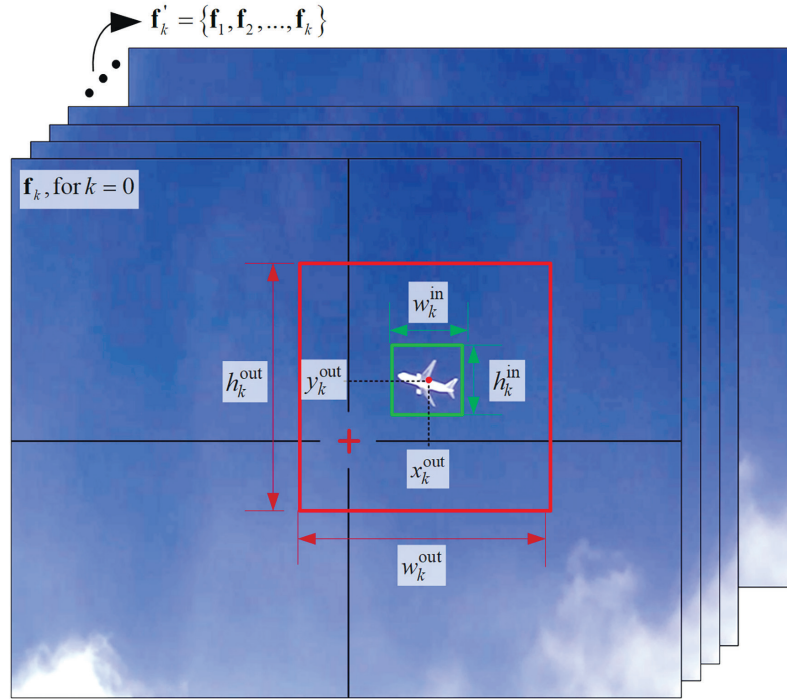


Figure 1. Sequence of discretized images of aerial background-target environment

a margin. The margin value should be selected based on the maximum possible change in object dimensions per frame [24].

The outer gate $\mathbf{S}^{\text{out}} = \left\| \begin{matrix} x_k^{\text{out}} & y_k^{\text{out}} & w_k^{\text{out}} & h_k^{\text{out}} \end{matrix} \right\|^T$ represents the object search region in the image \mathbf{f}_k and characterizes the dynamic parameters of the object. The coordinates of its center are included in the state vector $\mathbf{a}_k = \left\| \begin{matrix} x_k^{\text{out}} & y_k^{\text{out}} \end{matrix} \right\|^T$ and are formed on the basis of previous estimates and the dynamic model of the motion of the object. This provides protection against false alarms and abrupt changes in the gate center coordinates. The outer gate dimensions $(w_k^{\text{out}}, h_k^{\text{out}})$ are selected based on the condition of a high probability that the coordinates of the object of interest fall within it, and may be adjusted at the interframe tracking stage [1].

In the object segmentation problem, each pixel of the image must be classified as belonging either to the object or to the background. To formalize this problem, two hypotheses are introduced: ϑ_0 – the hypothesis that the pixel belongs to the “background” class, and ϑ_1 – the hypothesis that the pixel belongs to the “object” class. It is assumed that the classification problem is solved independently at each pixel. The set of classification results for all pixels within the outer gate region forms the segmentation matrix $\mathbf{J} = \{J(x, y), (x, y) \in \mathbf{S}^{\text{out}}\}$, where $J(x, y)$ – is the result of binary classification of the pixel with coordinates (x, y) . The result $J(x, y) = 1$ corresponds to the acceptance of hypothesis ϑ_1 , and $J(x, y) = 0$ – to the acceptance of hypothesis ϑ_0 respectively.

The maximum a posteriori probability criterion is chosen as the statistical synthesis criterion, which ensures the minimum Bayesian risk for a simple loss function [23]. Thus, the problem consists in synthesizing a device that jointly solves two tasks. The first task involves classifying all image pixels by choosing between the competing hypotheses of belonging to the object ϑ_1 and the background ϑ_0 . The second task is aimed at estimating the state vector \mathbf{a}_k in the current frame taking into account previous measurements.

Statistical Synthesis of the Algorithm. Solving the segmentation and coordinate estimation problems requires the selection of an appropriate optimality criterion. The Bayesian approach provides the possibility of theoretically justified incorporation of prior information about the state distribution and observation uncertainties. The maximum a posteriori probability criterion ensures the minimum Bayesian risk for a simple loss function and is formulated as a joint optimization problem [20; 21]:

$$\{\hat{\mathbf{J}}, \hat{\mathbf{a}}_k\} = \arg \max_{\mathbf{J}, \mathbf{a}_k} p(\mathbf{J}, \mathbf{a}_k | \mathbf{f}_k), \quad (1)$$

where $p(\mathbf{J}, \mathbf{a}_k | \mathbf{f}_k)$ – joint posterior probability density function (PDF) of the segmentation matrix and the state vector; $\hat{\mathbf{J}}$ – optimal segmentation matrix; $\hat{\mathbf{a}}_k$ – optimal estimate of the state vector.

In order to ensure computational efficiency and applicability of the algorithm in real-time systems, the practical implementation employs a sequential optimization scheme, in which the segmentation problem is first solved based on the Bayesian decision rule, followed by the estimation of the object coordinates. This approach provides a balance between the rigor of the theoretical model and the processing speed requirements, while maintaining high object localization accuracy under conditions of limited contrast and complex background environments.

Applying Bayes' formula to the joint posterior PDF of the segmentation matrix and the state vector $p(\mathbf{J}, \mathbf{a}_k | \mathbf{f}_k)$ yields:

$$p(\mathbf{J}, \mathbf{a}_k | \mathbf{f}_k) = \frac{p(\mathbf{f}_k | \mathbf{J}, \mathbf{a}_k) \cdot p(\mathbf{J}, \mathbf{a}_k)}{p(\mathbf{f}_k)}, \quad (2)$$

where $p(\mathbf{f}_k | \mathbf{J}, \mathbf{a}_k)$ – likelihood function (LF) of the pixel brightness observations conditioned on the segmentation matrix and the state vector; $p(\mathbf{J}, \mathbf{a}_k)$ – joint prior PDF of the segmentation matrix and the state vector; $p(\mathbf{f}_k)$ – normalizing factor.

Since the normalizing factor $p(\mathbf{f}_k)$ does not affect the optimization result, criterion (2) simplifies to the following expression:

$$p(\mathbf{J}, \mathbf{a}_k | \mathbf{f}_k) = p(\mathbf{f}_k | \mathbf{J}, \mathbf{a}_k) \cdot p(\mathbf{J}, \mathbf{a}_k). \quad (3)$$

The key feature of the model is that the likelihood function of brightness observations $p(\mathbf{f}_k | \mathbf{J}, \mathbf{a}_k)$ does not directly depend on the coordinates of the object center \mathbf{a}_k , since the brightness of a pixel is determined solely by its belonging to either the object or background class. As a result, the likelihood function of brightness observations can be simplified to $p(\mathbf{f}_k | \mathbf{J}, \mathbf{a}_k) = p(\mathbf{f}_k | \mathbf{J})$. Substituting this simplification into expression (3), we obtain:

$$p(\mathbf{J}, \mathbf{a}_k | \mathbf{f}_k) = p(\mathbf{f}_k | \mathbf{J}) \cdot p(\mathbf{J}, \mathbf{a}_k). \quad (4)$$

In practice, the likelihood function $p(\mathbf{f}_k | \mathbf{J})$ can be estimated by various methods, including non-parametric approaches using brightness histograms or parametric models with adaptation to varying illumination conditions [23; 24].

The prior PDF of the segmentation matrix and the state vector $p(\mathbf{J}, \mathbf{a}_k)$ can be expressed as a product of the conditional distribution of the segmentation matrix given the object center coordinates and the prior PDF of the state vector:

$$p(\mathbf{J}, \mathbf{a}_k) = P(\mathbf{J} | \mathbf{a}_k) \cdot p(\mathbf{a}_k), \quad (5)$$

where $P(\mathbf{J} | \mathbf{a}_k)$ – conditional probability of the segmentation matrix given the object center coordinates; $p(\mathbf{a}_k)$ – prior PDF of the state vector containing the object coordinates.

To describe the conditional probability of the segmentation matrix $P(\mathbf{J} | \mathbf{a}_k)$ given the state vector, a model is employed that accounts for the spatial structure of the image and assumes statistical independence of decisions across individual pixels:

$$P(\mathbf{J} | \mathbf{a}_k) = \prod_{(x,y) \in \mathbf{S}^{\text{out}}} P(J(x,y) | \mathbf{a}_k, x, y), \quad (6)$$

where $P(J(x,y) | \mathbf{a}_k, x, y)$ – conditional probability of classifying the pixel with coordinates (x, y) given the state vector \mathbf{a}_k .

As the state vector at the segmentation stage, its extrapolated estimate $\mathbf{a}_k = \hat{\mathbf{a}}_{0k}$, $\hat{\mathbf{a}}_{0k} = \left\| \hat{x}_{0k} \quad \hat{y}_{0k} \right\|^T$ is used, which is formed at the IFP stage based on a dynamic model of object motion (e.g., the constant velocity model), taking into account previous estimates of the coordinates and their accuracy, as well as the noise of the motion model and measurements [25]:

$$\hat{\mathbf{a}}_{0k} = \mathbf{B}\hat{\mathbf{a}}_{0k-1}, \quad (7)$$

where \mathbf{B} – deterministic dynamic state transition matrix that recalculates the state vector increments from the $(k-1)$ -th to the k -th frame, whose structure is determined at the IFP stage; $\hat{\mathbf{a}}_{0k-1}$ – is the state vector estimate at the $(k-1)$ -th frame.

Thus, for the hypothesis \mathfrak{G}_1 the conditional probability of pixel classification $P(J(x, y) = \mathfrak{G}_1 | \mathbf{a}_k = \hat{\mathbf{a}}_{0k}, x, y)$ is described by the expression:

$$P(\mathfrak{G}_1 | \hat{\mathbf{a}}_{0k}, x, y) \approx \frac{1}{2\pi\sigma_x\sigma_y} \exp \left\{ -\frac{1}{2} \left[\frac{(x - \hat{x}_{0k})^2}{\sigma_x^2} + \frac{(y - \hat{y}_{0k})^2}{\sigma_y^2} \right] \right\}, \quad (8)$$

where σ_x, σ_y standard deviations (SD) of the Gaussian model of the spatial probability distribution of object membership along the x and y coordinates, respectively.

The approximate equality of the Gaussian model in expression (8) is explained by the fact that pixel coordinates are discrete, whereas the Gaussian model is continuous, and when $\sigma_x, \sigma_y \gg 1$, the value of $P(\mathfrak{G}_1 | \hat{\mathbf{a}}_{0k}, x, y)$ can be used as an approximation to the probability of a pixel belonging to the object.

In accordance with the three-sigma rule [21], the SD values σ_x, σ_y are determined by the following relations:

$$\sigma_x = \frac{w_k^{\text{in}}}{6}, \quad \sigma_y = \frac{h_k^{\text{in}}}{6}. \quad (9)$$

Since the shape of the target image is not defined in advance and can have an arbitrary form, the prior probability density function (PDF) of the state vector under the condition of target absence \mathfrak{G}_0 obeys a uniform distribution:

$$P(\mathfrak{G}_0 | \hat{\mathbf{a}}_{0k}, x, y) = \frac{1}{h_k^{\text{in}} w_k^{\text{in}}}.$$

The prior information about the location of the object is formed at the IFP stage based on a dynamic model of object motion and previous coordinate estimates. In this work, it is assumed that the Gaussian PDF of the extrapolated state vector estimate is used as prior information (Figure 2):

$$p(\mathbf{a}_k = \hat{\mathbf{a}}_{0k}) = |2\pi\mathbf{R}_{0k}|^{-1/2} \exp \left\{ -\frac{1}{2} (\hat{\mathbf{a}}_{0k} - \hat{\mathbf{a}}_k)^T \mathbf{R}_{0k}^{-1} (\hat{\mathbf{a}}_{0k} - \hat{\mathbf{a}}_k) \right\}, \quad (10)$$

where $\hat{\mathbf{a}}_k$ – extrapolated state vector estimate at the k -th frame; $\mathbf{R}_{0k} = \left\| \begin{array}{cc} \sigma_{0x}^2 & 0 \\ 0 & \sigma_{0y}^2 \end{array} \right\|$ – diagonal covariance matrix of the state vector extrapolation errors with elements $\sigma_{0x}^2, \sigma_{0y}^2$.

Thus, the proposed approach to object segmentation allows implementing a dual-function decision rule that performs optimization sequentially in two stages. The first stage consists in determining the optimal segmentation matrix $\hat{\mathbf{J}}$ for a fixed state vector $\mathbf{a}_k = \hat{\mathbf{a}}_{0k}$. The second stage consists in finding the optimal state vector $\hat{\mathbf{a}}_k$ for a known segmentation matrix $\hat{\mathbf{J}}$.

For a fixed state vector, the prior PDF of the object coordinates becomes a constant $p(\mathbf{a}_k) = \text{const}$ and does not affect the optimization result with respect to the segmentation matrix \mathbf{J} . This problem

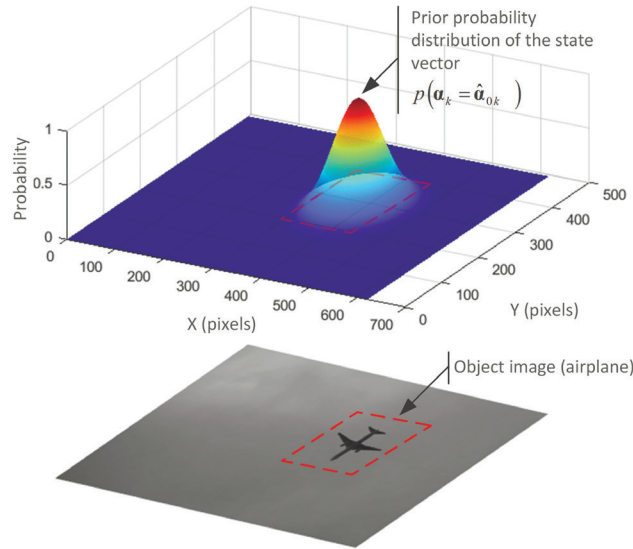


Figure 2. Image of aerial background-target environment with Gaussian probability density of observed object coordinates

corresponds to the use of a simple loss function [21], in which the misclassification error of each pixel has equal weight. Furthermore, the classification problem reduces to independently solving hypothesis testing problems for each pixel:

$$\hat{J}(x, y) = \arg \max p(f(x, y, k) | J(x, y)) \cdot P(J(x, y) | \mathbf{a}_k, x, y), \quad (11)$$

where $p(f(x, y, k) | J(x, y))$ – values of the conditional PDF $p(\mathbf{f}_{k+1} | \mathbf{J})$ at the point with coordinates (x, y) under the acceptance of hypothesis $J(x, y)$.

Applying criterion (11) to an individual pixel leads to the rule of selecting the hypothesis with the higher posterior probability. In practice, the LF $p(f(x, y, k) | J(x, y))$ is not available in explicit form [25]. Instead, either the likelihood ratio $\Lambda(x, y)$, or a monotonic transformation of it is formed:

$$\Lambda(x, y) = \frac{p(f(x, y, k) | \mathfrak{G}_1) \cdot P(\mathfrak{G}_1 | \mathbf{a}_k, x, y)}{p(f(x, y, k) | \mathfrak{G}_0) \cdot P(\mathfrak{G}_0 | \mathbf{a}_k, x, y)}. \quad (12)$$

The most common transformation is the log-likelihood ratio $\ln \Lambda(x, y)$, which ensures computational stability and simplification of arithmetic operations [24]:

$$\ln \Lambda(x, y) = \underbrace{\ln \left(\frac{p(f(x, y, k) | \mathfrak{G}_1)}{p(f(x, y, k) | \mathfrak{G}_0)} \right)}_{\text{Brightness component}} + \underbrace{\ln \left(\frac{P(\mathfrak{G}_1 | \mathbf{a}_k, x, y)}{P(\mathfrak{G}_0 | \mathbf{a}_k, x, y)} \right)}_{\text{Spatial component}}. \quad (13)$$

The decision rule for an individual pixel is formulated based on the log-likelihood ratio (13):

$$\hat{J}(x, y) = \begin{cases} 1, & \text{if } \ln \Lambda(x, y) > 0 \\ 0, & \text{if } \ln \Lambda(x, y) \leq 0 \end{cases}. \quad (14)$$

Expression (14) contains two components, each of which contributes to the decision-making process. The brightness component reflects the differences in the brightness distributions of the object and the background based on the gates. The spatial component accounts for the position of the pixel relative to the presumed center of the object, where the parameters σ_x and σ_y are associated with the fixed dimensions of the inner gate \mathbf{S}^{in} . Applying the decision rule (14) to all pixels of the outer gate region \mathbf{S}^{out} yields the optimal estimate of the segmentation matrix $\hat{\mathbf{J}}$, where the decision for each pixel is made independently based on the analysis of the two aforementioned components.

The second stage of synthesis is aimed at determining the optimal state vector for a known segmentation matrix $\hat{\mathbf{J}}$, obtained at the first stage. Since the LF $p(\mathbf{f}_k | \hat{\mathbf{J}})$ does not depend on the value of \mathbf{a}_k , it is excluded from the optimization expression (4). Thus, for a fixed matrix $\hat{\mathbf{J}}$ the problem reduces to maximizing the criterion with respect to the state vector only:

$$\hat{\mathbf{a}}_k = \arg \max_{\mathbf{a}_k} P(\hat{\mathbf{J}} | \mathbf{a}_k) \cdot p(\mathbf{a}_k). \quad (15)$$

In practice, for the measurement problem it is convenient to transition to an equivalent minimization problem by introducing the negative logarithm [21]:

$$\hat{\mathbf{a}}_k = \arg \min_{\mathbf{a}_k} \Pi(\mathbf{a}_k), \quad (16)$$

where $\Pi(\mathbf{a}_k) = -\ln P(\hat{\mathbf{J}} | \mathbf{a}_k) - \ln p(\mathbf{a}_k)$ – loss function.

Thus, the problem of likelihood maximization transitions into the problem of minimizing the loss function $\Pi(\mathbf{a}_k)$. In this case, likelihood maximization and loss function minimization are mutually inverse operations [21; 22]:

Substituting expressions (8) and (10) into (16), we obtain:

$$\Pi(\mathbf{a}_k) = \sum_{\hat{J}(x,y)=1} \left[\frac{(x - \hat{x}_{0k})^2}{\sigma_x^2} + \frac{(y - \hat{y}_{0k})^2}{\sigma_y^2} \right] + \frac{(\hat{x}_{0k} - \hat{x}_k^{\text{out}})^2}{\sigma_{0x}^2} + \frac{(\hat{y}_{0k} - \hat{y}_k^{\text{out}})^2}{\sigma_{0y}^2}. \quad (17)$$

The loss function (17) represents a weighted sum of squared deviations, which is a standard quadratic form for Bayesian estimation problems under Gaussian prior distributions of the object center coordinates. The first term characterizes the correspondence of the object center coordinate estimate to the pixels classified as belonging to the object, with weights inversely proportional to the corresponding variances of the spatial model. The second term provides regularization through prior information from the Kalman filter.

The coordinates of the center of mass of the segmented region are determined by the following expression:

$$\hat{x}_k^{\text{in}} = \frac{1}{N} \sum_{\hat{J}(x,y)=1} x, \quad \hat{y}_k^{\text{in}} = \frac{1}{N} \sum_{\hat{J}(x,y)=1} y, \quad (18)$$

where N – number of object pixels.

By transforming expression (17) taking into account (18) and computing the partial derivatives with respect to the object center coordinates and setting them to zero, we obtain:

$$\frac{\partial}{\partial \hat{x}_k^{\text{out}}} = \frac{N(\hat{x}_k^{\text{in}} - \hat{x}_{0k})}{\sigma_x^2} + \frac{(\hat{x}_k^{\text{out}} - \hat{x}_{0k})}{\sigma_{0x}^2} = 0, \quad \frac{\partial}{\partial \hat{y}_k^{\text{out}}} = \frac{N(\hat{y}_k^{\text{in}} - \hat{y}_{0k})}{\sigma_y^2} + \frac{(\hat{y}_k^{\text{out}} - \hat{y}_{0k})}{\sigma_{0y}^2} = 0. \quad (19)$$

Solving equations (19) with respect to the object coordinate estimates \hat{x}_k^{out} , \hat{y}_k^{out} the expression for calculating the state vector estimate takes the form:

$$\hat{\mathbf{a}}_k = \hat{\mathbf{a}}_{0k} + \mathbf{K}(\hat{\mathbf{\theta}}_k - \mathbf{H}\hat{\mathbf{a}}_{0k}), \quad (20)$$

where $\hat{\mathbf{a}}_k = \left\| \hat{x}_k^{\text{out}} \quad \hat{y}_k^{\text{out}} \right\|^T$ – state vector estimate containing the object coordinate estimates;

$\hat{\mathbf{\theta}}_k = \left\| \hat{x}_k^{\text{in}} \quad \hat{y}_k^{\text{in}} \right\|$ – observation vector estimate containing the one-time estimates of the center of mass coordinates of the segmented region; \mathbf{H} – identity static recalculation matrix of state vector changes into observation vector changes; $\mathbf{K} = \left\| \begin{matrix} K_x & 0 \\ 0 & K_y \end{matrix} \right\|$ – gain coefficient matrix with elements $K_x = \frac{N\sigma_{0x}^2}{N\sigma_{0x}^2 + \sigma_x^2}$,

$$K_y = \frac{N\sigma_{0y}^2}{N\sigma_{0y}^2 + \sigma_y^2}.$$

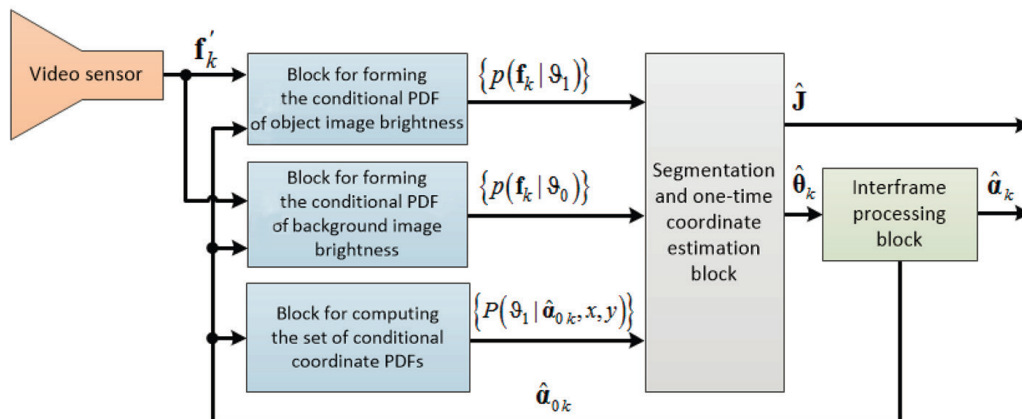


Figure 3. Structural diagram of the algorithm for joint segmentation and coordinate estimation of the object

As a result of statistical synthesis, the structure of a device for the joint solution of image segmentation and aerial object coordinate estimation problems has been obtained (Figure 3). The algorithm processes the video sequence frame by frame. The input data for processing the k -th frame is the extrapolated state vector estimate $\hat{\mathbf{a}}_{0k}$ from the IFP block.

The extrapolated estimate $\hat{\mathbf{a}}_{0k}$ is used to set the positions of gates \mathbf{S}^{in} and \mathbf{S}^{out} on the current image frame \mathbf{f}_k . Further processing of the video sequence is carried out by three main blocks. The block for forming the conditional PDF of the object image brightness computes the value of $p(\mathbf{f}_k | \mathfrak{S}_1)$ from the set of pixels within the inner gate, whose center is aligned with $\hat{\mathbf{a}}_{0k}$. Similarly, the block for forming the conditional PDF of the background image brightness estimates the distribution parameters of $p(\mathbf{f}_k | \mathfrak{S}_0)$ from the pixel sample in the annular region between the boundaries of the outer and inner gates \mathbf{S}^{out} and \mathbf{S}^{in} respectively. Simultaneously, the block for computing the conditional coordinate PDFs forms the set of probabilities $P(\mathfrak{S}_1 | \hat{\mathbf{a}}_{0k}, x, y)$ for each pixel of the search region based on the two-dimensional Gaussian function (8).

The outputs of all three blocks are fed into the segmentation and one-time coordinate estimation block. This block implements the decision rule (14), which for each pixel of the outer gate region \mathbf{S}^{out} computes the log-likelihood ratio by combining the brightness and spatial components. Application of the decision rule (14) results in the formation of the binary segmentation matrix $\hat{\mathbf{J}}$. Based on the obtained matrix, the center of mass coordinates of the segmented region $\hat{\boldsymbol{\theta}}_k$ are computed, which together with the extrapolated estimate $\hat{\mathbf{a}}_{0k}$ and the gain matrix \mathbf{R}_{0k} are used to compute the final state vector estimate $\hat{\mathbf{a}}_k$ in accordance with expression (20). This extrapolated estimate is fed into the interframe processing block to initialize the computational cycle for the next frame. The presented structure implements a closed-loop recursive information processing scheme with prediction and correction of estimates, which ensures adaptation to object motion and enables accounting for the spatiotemporal relationship between adjacent frames of the video sequence.

Conclusion. The presented algorithm for statistical synthesis of joint segmentation and coordinate measurement of aerial objects provides a theoretically justified solution to the automatic tracking problem based on the maximum a posteriori probability criterion. The key feature of the developed approach is the joint solution of pixel classification and coordinate measurement problems, taking into account their interrelation through spatial information, which outperforms traditional sequential processing methods in terms of overall solution quality and ensures optimal utilization of all available information about the geometric structure of the object. The synthesized decision rule can be effectively applied in automatic tracking systems for aerial objects of various types, ensuring robust determination of their coordinates under challenging observation conditions and opening prospects for further development of adaptive segmentation methods. The issues of software implementation of the developed algorithm, experimental investigation of its characteristics on real video sequences, and comparative analysis of its effectiveness relative to existing segmentation and coordinate measurement methods will be presented in subsequent publications.

References

1. Solonar A. S., Khmarski P. A., Tsuprik S. V. Tracking Estimator of the Ground Target Coordinates and Motion Parameters Using Onboard Optical Location System Data. *Gyroscopy and Navigation*, 2023, vol. 14, iss. 3, pp. 244–258. <https://doi.org/10.1134/S2075108723030082>
2. Solonar A. S., Tsuprik S. V., Khmarskiy P. A. Application of a multi-hypothesis estimator for adapting a reference image to changing brightness of a ground object image. *Vestnik Voennoy akademii Respubliki Belarus'* [Bulletin of the Military Academy of the Republic of Belarus], 2023, no. 3, pp. 71–78 (in Russian).
3. Solonar A. S., Tsuprik S. V., Khmarskiy P. A. Influence of the reference image formation method on the effectiveness of an onboard correlation-extremal ground object tracking system. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-tekhnichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2023, vol. 68, no. 2, pp. 167–176 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2023-68-2-167-176>
4. Tsvetkov V. Yu. Using stacks for image segmentation based on region growing. *Tsifrovaya transformatsiya* [Digital Transformation], 2020, no. 2 (11), pp. 43–50 (in Russian). <https://doi.org/10.38086/2522-9613-2020-2-43-50>
5. Rabtsevich V. V., Tsvetkov V. Yu. Segmentation of AFM images based on wave region growing of local maxima with their selection in descending order of values. *Doklady BGUIR* [Reports of BSUIR], 2022, vol. 20, no. 3, pp. 26–35 (in Russian). <https://doi.org/10.35596/1729-7648-2022-20-3-26-35>
6. Starovoitov V. V., Akhundjanov U. Yu. A new feature for handwritten signature image description based on local binary patterns. *Informatics*, 2022, vol. 19, no. 2, pp. 7–25. <https://doi.org/10.37661/1816-0301-2022-19-2-7-25>
7. Robitaille M. C., Byers J. M., Christodoulides J. A., Raphael M. P. Automated cell segmentation for reproducibility in bioimage analysis. *Synthetic Biology*, 2023, vol. 8, no. 1, art. ID ysad001. <https://doi.org/10.1093/synbio/ysad001>
8. Yu Y., Wang C., Fu Q., Kou R., Huang F., Yang B., Yang T., Gao M. Techniques and challenges of image segmentation: A review. *Electronics*, 2023, vol. 12, no. 5, art. ID 1199. <https://doi.org/10.3390/electronics12051199>
9. Tian B., Wei W. Research overview on edge detection algorithms based on deep learning and image fusion. *Security and Communication Networks*, 2022, art. ID 1155814. <https://doi.org/10.1155/2022/1155814>
10. Spontón H., Cardelino J. A review of classic edge detectors. *Image Processing on Line*, 2015, vol. 5, pp. 90–123. <https://doi.org/10.5201/ipol.2015.35>
11. Dhanachandra N., Manglem K., Chanu Y. J. Image segmentation using k-means clustering algorithm and subtractive clustering algorithm. *Procedia Computer Science*, 2015, vol. 54, pp. 764–771. <https://doi.org/10.1016/j.procs.2015.06.090>
12. Zalesskiy B. A., Ivanyukovich V. A., Reer K. V., Starikov D. A. Comparative analysis of object tracking algorithms. *Informatics*, 2025, vol. 22, no. 1, pp. 66–72 (in Russian). <https://doi.org/10.37661/1816-0301-2025-22-1-66-72>
13. Bochkovskiy A., Wang C.-Y., Liao H.-Y. M. YOLOv4: Optimal speed and accuracy of object detection. *arXiv preprint arXiv:2004.10934*, 2020. <https://doi.org/10.48550/arXiv.2004.10934>
14. Wang C.-Y., Bochkovskiy A., Liao H.-Y. M. YOLOv7: Trainable bag-of-freebies sets new state-of-the-art for real-time object detectors. *Proceedings of the IEEE/CVF Conference on Computer Vision and Pattern Recognition (CVPR)*, 2023, pp. 7464–7475. <https://doi.org/10.1109/CVPR52729.2023.00721>
15. Reis D., Kupec J., Hong J., Daoudi A. Real-time flying object detection with YOLOv8. *arXiv preprint arXiv:2305.09972*, 2023. <https://doi.org/10.48550/arXiv.2305.09972>
16. Ronneberger O., Fischer P., Brox T. U-Net: Convolutional networks for biomedical image segmentation. *Medical Image Computing and Computer-Assisted Intervention – MICCAI 2015*. Springer, 2015, pp. 234–241. https://doi.org/10.1007/978-3-319-24574-4_28
17. Tomita K., Skinner K. A., Ho K. Bayesian Deep Learning for Segmentation for Autonomous Safe Planetary Landing. *Journal of Spacecraft and Rockets*, 2022, vol. 59, no. 6, pp. 1800–1808. <https://doi.org/10.2514/1.a35104>
18. Herbert C., Camps A., Wellmann F., Vall-Ilossera M. Bayesian unsupervised machine learning approach to segment Arctic sea ice using SMOS data. *Geophysical Research Letters*, 2021, vol. 48, no. 6, art. ID e2020GL091285. <https://doi.org/10.1029/2020GL091285>
19. Gao S., Zhou H., Gao Y., Zhuang X. BayeSeg: Bayesian modeling for medical image segmentation with interpretable generalizability. *Medical Image Analysis*, 2023, vol. 89, art. ID 102889. <https://doi.org/10.1016/j.media.2023.102889>
20. Repin V. G., Tartakovskiy G. P. *Statistical Synthesis under A Priori Uncertainty and Adaptation of Information Systems*. Moscow, Sovetskoe radio Publ., 1977. 431 p. (in Russian).
21. Levin B. R. *Theoretical Foundations of Statistical Radio Engineering*. 3rd ed. Moscow, Radio i svyaz' Publ., 1989. 653 p. (in Russian).
22. Artem'ev V. M., Naumov A. O., Kokhan L. L. Image Processing in Passive Surveillance Opto-Electronic Systems. Minsk, Belaruskaya navuka Publ., 2014. 116 p. (in Russian).
23. Alpatov B. A., Babayan P. V., Balashov O. E., Stepashkin A. I. *Automatic Object Detection and Tracking Systems. Image Processing and Control*. Moscow, Radiotekhnika Publ., 2008. 176 p. (in Russian).
24. Khmarskiy P. A. *Processing of Measurement Results of Coordinates and Motion Parameters in Air and Ground Situation Monitoring Systems*. Minsk, Belaruskaya navuka Publ., 2025. 261 p. (in Russian).
25. Solonar A. S., Latushkin V. V., Gabets S. A. *Fundamentals of Radio Direction Finding. Fundamentals of Signal Parameter Measurement Theory*. Minsk, Military Academy of the Republic of Belarus Publ., 2023. 180 p. (in Russian).

ISSN 1561-8358 (Print)
ISSN 2524-244X (Online)
<https://doi.org/10.29235/1561-8358-2026-71-1-67-78>
УДК 535.34:546.23:546.28



Оригинальная статья

**Н. С. Ковальчук¹, О. В. Мильчанин², Ф. Ф. Комаров^{2*}, И. Н. Пархоменко³,
И. А. Романов³, Гофэн Ян⁴, Цзюньцзюнь Сюэ⁵, Ю. В. Харлович², И. С. Роговая²**

¹ОАО «Интеграл», ул. Казинца, 121А, 220108, Минск, Республика Беларусь

²Институт прикладных физических проблем имени А. Н. Севченко

Белорусского государственного университета, ул. Курчатова, 7, 220045, Минск, Республика Беларусь

³Белорусский государственный университет, ул. Курчатова, 5, 220045, Минск, Республика Беларусь

⁴Школа науки, Цзяннаньский университет, проспект Лиху, 1800, 214122, Уси, Китай

⁵Школа электронной и оптической инженерии и Школа гибкой электроники

Нанкинского университета почт и телекоммуникаций, ул. Вэньюань, 9, 210023, Нанкин, Китай

ВЛИЯНИЕ РЕЖИМОВ ТЕРМООБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ И ОПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СЛОЕВ КРЕМНИЯ, ГИПЕРДОПИРОВАННЫХ СЕЛЕНОМ

Аннотация. Ионной имплантацией Se ($3,1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$, 140 кэВ) с последующими тремя типами изотермической термообработки и с использованием импульсного лазерного отжига (ИЛО, 70 нс, 2 Дж/см²) получены гипердопированные селеном слои кремния на кремнии. Резерфордовское обратное рассеяние (РОР) ионов He⁺ в случайном и канализованном режимах и просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) использовались для анализа структурного состояния, распределения концентрации внедренной примеси и примеси в узлах кристаллической решетки Si по глубине до и после термообработок. Результаты, полученные методом РОР, свидетельствуют о том, что после ИЛО 72 % внедренной примеси находится в замещающем положении, часть ее уходит на поверхность. При изотермических отжигах ~ 50 % атомов Se попадает в узлы решетки Si, часть их уходит на сток на глубине, соответствующей исходному интерфейсу аморфный слой – кристалл до термообработки. Заметное увеличение оптического поглощения (~ 20 %) в ИК-диапазоне (1,1–2,5 мкм) зарегистрировано только при ИЛО имплантированного слоя, а для изотермических отжигов оно не превышало 1–2 %. Результаты исследований свидетельствуют о том, что большая часть атомов Se в узлах решетки кремниевой матрицы после равновесных термообработок находится в электрически неактивных состояниях. Такой эффект можно объяснить формированием большого количества нейтральных комплексов атомов селена, когда они встраиваются в соседние узлы кремниевой решетки и образуют ковалентные связи друг с другом. Сверхпересыщенные селеном слои кремния являются перспективным материалом для изготовления эффективных широкополосных фотоприемников и солнечных элементов со встроенной промежуточной подзоной в запрещенной зоне кремния.

Ключевые слова: кремний, имплантация Se, равновесные и импульсная термообработки, структура, электропротивление слоя, концентрация носителей тока, оптические свойства

Благодарности: работа выполнена при финансовой поддержке Белорусского республиканского фонда фундаментальных исследований (грант № Ф26КИ-011).

Конфликт интересов: авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Информация об авторах: Ковальчук Наталья Станиславовна – кандидат технических наук, заместитель главного инженера ОАО «Интеграл», e-mail: nkovalchuk@integral.by; Мильчанин Олег Владимирович – старший научный сотрудник Института прикладных физических проблем имени А. Н. Севченко БГУ, <https://orcid.org/0000-0002-8300-1070>, e-mail: milchanin@tut.by; Комаров Фадей Фадеевич – академик Национальной академии наук Беларуси, доктор физико-математических наук, профессор, заведующий лабораторией Института прикладных физических проблем имени А. Н. Севченко БГУ, <https://orcid.org/0000-0001-8292-8942>, e-mail: komarovf@bsu.by; Пархоменко Ирина Николаевна – кандидат физико-математических наук, ведущий научный сотрудник Белорусского государственного университета, <https://orcid.org/0000-0003-0982-3938>, e-mail: parhomir@yandex.by; Романов Иван Александрович – заведующий учебной лабораторией Белорусского государственного университета, <https://orcid.org/0000-0002-0225-2936>, e-mail: romivan@bsu.by; Гофэн Ян – доктор наук, профессор, Школа науки, Провинциальный исследовательский центр оптико-электронной техники и технологий легкой промышленности провинции Цзянсу, Цзяннаньский университет, <https://orcid.org/0000-0002-0225-2936>, e-mail: gfyang@jiangnan.edu.cn; Цзюньцзюнь Сюэ – кандидат наук, доцент, Школа электронной и оптической инженерии и Школа гибкой электроники Нанкинского университета почт и телекоммуникаций, <https://orcid.org/0000-0003-2120-4849>, e-mail: jyxue@njupt.edu.cn; Харлович Юлия Владимировна – младший научный сотрудник Института прикладных физических проблем имени А. Н. Севченко БГУ, e-mail: yuliya.nii.pfp@gmail.com; Роговая Ирина Сергеевна – младший научный сотрудник Института прикладных физических проблем имени А. Н. Севченко БГУ, e-mail: rogovayaira.151299@gmail.com

* Автор, ответственный за переписку / Corresponding author.

Вклад авторов: Ковальчук Наталья Станиславовна – анализ и обобщение данных литературы; Мильчанин Олег Владимирович – проведение инструментальных исследований, анализ экспериментальных данных; Комаров Фадей Фадеевич – обоснование концепции исследования, написание текста рукописи; Пархоменко Ирина Николаевна – анализ экспериментальных данных; Романов Иван Александрович – проведение инструментальных исследований, анализ экспериментальных данных; Гофэн Ян – сбор и систематизация данных; Цзюньцзюнь Сюэ – интерпретация результатов исследования; Харлович Юлия Владимировна – аннотирование данных, проведение инструментальных исследований; Роговая Ирина Сергеевна – проведение инструментальных исследований, редактирование текста рукописи.

Для цитирования: Влияние режимов термообработки на структуру и оптические свойства слоев кремния, гипертупированных селеном / Н. С. Ковальчук, О. В. Мильчанин, Ф. Ф. Комаров [и др.] // Весті Нацыянальнай акадэміі навук Беларусі. Серыя фізіка-тэхнічных навук. – 2026. – Т. 71, № 1. – С. 67–78. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2026-71-1-67-78>

Поступила в редакцию: 08.04.2025

Доработанный вариант: 17.11.2025

Утверждена к публикации: 05.03.2026

Подписана в печать: 12.03.2026

Original article

Natalia S. Kovalchuk¹, Oleg V. Milchanin², Fadei F. Komarov^{2*}, Irina N. Parkhomenko³,
Ivan A. Romanov³, Guofeng Yang⁴, Junjun Xue⁵, Yuliya V. Kharlovich², Irina S. Rogovaya²

¹OJSC “Integral”, 121A, Kazinets St., 220108, Minsk, Republic of Belarus

²A. N. Sevchenko Institute of Applied Physical Problems of Belarusian State University,
7, Kurchatov St., 220045, Minsk, Republic of Belarus

³Belarusian State University, 5, Kurchatov St., 220108, Minsk, Republic of Belarus

⁴School of Science, Jiangnan University, 1800, Lihu Ave., 214122, Wuxi, China

⁵School of Electronic and Optical Engineering and School of Flexible Electronics Nanjing University of Posts
and Telecommunications, 9, Wenyuan Road, 210023, Nanjing, China

EFFECT OF HEAT TREATMENT MODES ON THE STRUCTURE AND OPTICAL PROPERTIES OF SILICON LAYERS HYPERDOPED WITH SELENIUM

Abstract. Selenium hyperdoped silicon layers were obtained by Se ion implantation ($3.1 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$, 140 keV) followed by three types of isothermal heat treatment and using pulsed laser annealing (PLA, 70 ns, 2 J/cm²). Rutherford backscattering spectrometry (RBS) of He⁺ ions in random and channeled modes and transmission electron microscopy (TEM) were employed to analyze the structure, concentration depth distributions of the implanted impurity and impurity in the Si crystal lattice sites before and after heat treatments. The results obtained by the RBS method indicate that after PLA, 72 % of the introduced impurity is in a substitutional position, and part of it goes to the surface. At isothermal annealing ~ 50 % of Se atoms get into the Si lattice sites, a part of them goes to the drain at the depth corresponding to the initial amorphous layer – crystal interface before heat treatment. A noticeable increase in optical absorption (~ 20 %) in the IR range (1.1–2.5 μm) was registered only at PLA of the implanted layer, and for isothermal annealing it did not exceed 1–2 %. The results of the studies indicate that most of the Se atoms in the sites of the silicon matrix lattice are in electrically inactive states after equilibrium heat treatments. This effect can be explained by the formation of a large number of neutral complexes of selenium atoms, when they are embedded in neighboring sites of the silicon lattice and form covalent bonds with each other. Selenium supersaturated silicon layers are a promising material for the fabrication of efficient broadband photodetectors and solar cells with an embedded intermediate subzone in the silicon forbidden zone.

Keywords: silicon, Se implantation, equilibrium and pulse heat treatments, structure, layer electrical resistance, current carrier concentration, optical properties

Acknowledgments: the work was financially supported by the Belarusian Republic Foundation for Fundamental Research (grant no. F26KI-011).

Conflict of interest: authors declare no conflict of interest.

Information about the authors: Natalia S. Kovalchuk – Cand. Sci. (Engineering), Deputy Chief Engineer at OJSC “Integral”, e-mail: nkovalchuk@integral.by; Oleg V. Milchanin – Senior Researcher at A. N. Sevchenko Institute of Applied Physical Problems of the Belarusian State University, <https://orcid.org/0000-0002-8300-1070>, e-mail: milchanin@tut.by; Fadei F. Komarov – Academician of the National Academy of Sciences of Belarus, Dr. Sci. (Physics and Mathematics), Professor, Head of the Laboratory at A. N. Sevchenko Institute of Applied Physical Problems of the Belarusian State University, <https://orcid.org/0000-0001-8292-8942>, e-mail: komarof@bsu.by; Irina N. Parkhomenko – Cand. Sci. (Physics and Mathematics), Leading Researcher at Belarusian State University, <https://orcid.org/0000-0003-0982-3938>, e-mail: parhomir@yandex.by; Ivan A. Romanov – Head of the Educational Laboratory at Belarusian State University, <https://orcid.org/0000-0002-0225-2936>, e-mail: romivan@bsu.by; Guofeng Yang – Dr. Sci., Professor, School of Science, Jiangsu Provincial Research Center of Light Industrial Optoelectronic Engineering and Technology, Jiangnan University, <https://orcid.org/0000-0002-0225-2936>, e-mail: gfyang@jiangnan.edu.cn; Junjun Xue – Ph. D., Associate Professor, College of Electronic and Optical Engineering & College of Flexible Electronics, Nanjing University of Posts and Telecommunications, <https://orcid.org/0000-0003-2120-4849>, e-mail: jjxue@njupt.edu.cn; Yuliya V. Kharlovich – Junior Researcher at A. N. Sevchenko Institute

of Applied Physical Problems of the Belarusian State University, e-mail: yuliya.nii.pfp@gmail.com; Irina S. Rogovaya – Junior Researcher at A. N. Sevchenko Institute of Applied Physical Problems of the Belarusian State University, e-mail: rogovayaira.151299@gmail.com

Contribution of the authors: Natalia S. Kovalchuk – analysis and generalization of literature data; Oleg V. Milchanin – instrumental investigations, experimental data analysis; Fadei F. Komarov – substantiation for the concept of investigations, writing an article; Irina N. Parkhomenko – experimental data analysis; Ivan A. Romanov – instrumental investigations, experimental data analysis; Guofeng Yang – data gathering and classification; Junjun Xue – interpretation of the research results; Yuliya V. Kharlovich – data annotation, instrumental investigations; Irina S. Rogovaya – instrumental investigations, manuscript text editing.

For citation: Kovalchuk N. S., Milchanin O. V., Komarov F. F., Parkhomenko I. N., Romanov I. A., Guofeng Yang, Junjun Xue, Kharlovitch Yu. V., Rogovaya I. S. Effect of heat treatment modes on the structure and optical properties of silicon layers hyperdoped with selenium. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-technichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2026, vol. 71, no. 1, pp. 67–78 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2026-71-1-67-78>

Received: 08.04.2025

Modified: 17.11.2025

Approved for publication: 05.03.2026

Signed to the press: 12.03.2026

Введение. В настоящее время исследователи все чаще прибегают к радикальным подходам для реализации новых возможностей управления свойствами полупроводников. Одним из таких подходов является внедрение в полупроводники примесей, концентрация которых превышает равновесную растворимость (гипердопирование).

По прогнозам, новые свойства гипердопированного кремния позволят существенно расширить области его применения. Гипердопирование кремния халькогенами (S, Se, Te) приводит к эффективному поглощению излучения в ближнем ИК-диапазоне [1; 2]. При ширине запрещенной зоны 1,12 эВ сам кремний является прозрачным в спектральном диапазоне длин волн более 1,1 мкм. Вследствие этого современные кремниевые фотодетекторы нечувствительны в области основных полос оптоволоконных телекоммуникационных систем: S (1,46–1,53 мкм), C (1,53–1,565 мкм) и L (1,565–1,625 мкм).

Для создания гипердопированных слоев обычно используют ионную имплантацию с последующим импульсным отжигом. Чтобы активировать примеси и устранить радиационные дефекты, при обычном легировании кремния для приборов микроэлектроники чаще всего используют достаточно длительные изотермические высокотемпературные отжиги. При этом концентрация примеси в виде твердого раствора в кремнии будет ограничиваться предельной растворимостью при температуре отжига, а избыточная примесь выделится в виде осадков или уйдет на стоки (дефекты структуры, поверхность). Для халькогенов характерен низкий предел равновесной растворимости ($\leq 10^{17} \text{ см}^{-3}$). Увеличить концентрацию растворенной в кремнии примеси на несколько порядков позволяет использование импульсного лазерного отжига (ИЛО) в диапазоне длительностей импульса нано-, фемтосекунд [1–3] в режимах с расплавлением приповерхностного имплантированного ионами слоя. Выбор режима термообработки является весьма критичным фактором при формировании качественных гипердопированных слоев кремния для создания фотоприемников и солнечных элементов.

Контролируемое управление поглощающими свойствами кремния в ИК-диапазоне обусловлено формированием примесной подзоны в запрещенной зоне кремния, если концентрация легирующей примеси превышает 10^{18} см^{-3} [4]. Это свидетельствует о том, что для создания высоких уровней легирования требуются неравновесные методы термообработок. Вторым препятствием в реализации высоких концентраций таких примесей, как халькогены (S, Se, Te) или переходные металлы, является их высокая диффузионная подвижность в Si в твердофазном состоянии, которая на порядки величины превышает подвижность традиционных легирующих примесей B, P, As, Sb.

Следует отметить также, что для обеспечения условий серийного производства кремниевых фотоприемников широкого спектрального диапазона на гипердопированных слоях целесообразно разработать режимы термообработки с одновременной обработкой всей поверхности имплантированных пластин.

В данной работе исследованы различные режимы изотермического и лазерного отжигов имплантированных селеном слоев кремния, обеспечивающие восстановление кристаллической

структуры и достаточно высокий уровень легирования в сформированных сверхпересыщенных примесью функциональных слоях фотоприемников.

Эксперимент. Имплантация ионов селена в *p*-типа подложки (100)-ориентации ($\rho = 10 \text{ Ом} \cdot \text{см}$) полированного с двух сторон кремния проводилась при комнатной температуре с энергией 140 кэВ и флюенсом ионов $3,1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$. Последующая термическая обработка имплантированных ионами Se кремниевых образцов выполнялась в трех различных режимах изотермического отжига и с использованием ИЛЮ. В первом случае был использован одноступенчатый режим быстрой термической обработки (БТО, 850 °С, 8 с, в среде Ar). В двух других – проводилась двухступенчатая термообработка с предварительным прогревом образцов при 550 °С в течение 30 мин с целью рекристаллизации аморфизованных ионной имплантацией слоев кремния. При этом ожидалось, что при последующих режимах БТО (850 °С, 8 с, в среде Ar и 850 °С, 5 мин, в среде Ar) должен проходить лишь отжиг вторичных дефектов структуры, которые имеют как правило дислокационный тип. ИЛЮ имплантированных образцов осуществлялся импульсом рубинового лазера ($\lambda = 694 \text{ нм}$, FWHM = 70 нс) с равномерным распределением энергии импульса по участку диаметром 4 мм. Плотность энергии в импульсе выбрана равной 2 Дж/см². Процедура лазерного отжига проходила с оптико-пирометрической диагностикой *in situ* фазовых превращений [5].

Определение концентрации внедренной примеси по глубине, доли атомов селена в узлах кристаллической решетки кремния и степени кристаллического совершенства имплантированных слоев проводилось путем компьютерного анализа спектров резерфордовского обратного рассеяния (РОР). Спектры РОР были зарегистрированы на ускорительном комплексе AN-2500 (Нидерланды) с использованием ионов He⁺ с энергией $E = 1,5 \text{ МэВ}$ при угле регистрации 170° в режимах каналирования вдоль направления кристалла <100> (РОР/К – каналированные спектры) и без каналирования (РОР/С – случайные спектры). Глубинные профили концентрации атомов селена рассчитаны путем обработки спектров РОР с использованием программного кода HEAD-6 (разработан в Институте прикладных физических проблем имени А. Н. Севченко Белорусского государственного университета), а также с использованием программного пакета SIMNRA¹.

Структурные исследования проводились методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) в геометриях планарного и поперечного сечений на просвечивающем электронном микроскопе Hitachi H-800 (Япония) при ускоряющем напряжении 150 кэВ. Спектры пропускания и отражения образцов в ближнем ИК-диапазоне регистрировались на спектрометре Lambda 1050 WB (PerkinElmer, США) для спектрального диапазона 0,2–2,5 мкм. Оптическое поглощение (A) в исследованных слоях кремния рассчитывали по спектрам пропускания (T) и отражения (R):

$$A = 100 \% - R - T. \quad (1)$$

Поверхностное сопротивление (R_s) имплантированных слоев измерялось четырехзондовым методом на установке ИУС-4 (Россия).

Результаты исследований. На рис. 1, *a–c* представлены случайные и каналированные спектры РОР от образцов после отжига в различных режимах. Для лучшей наглядности на спектрах область (диапазон каналов 310–360), соответствующая глубине залегания атомов селена в образцах, была увеличена в 30 раз. Можно отметить, что для всех трех режимов изотермической термообработки в образцах происходит полное восстановление кристаллической структуры имплантированного слоя кремния, о чем можно судить по большой разнице выхода РОР-сигнала от кремния (область от 240-го канала в сторону понижения) в случайных и каналированных спектрах РОР. Появление пика во всех спектрах РОР/К вблизи 205-го канала для изотермического отжига (область кремниевой матрицы), вероятно, связано с наличием в образцах на глубине кремния (по оценке порядка 150–160 нм) остаточного дефектного слоя (область интерфейса аморфного слоя и кристалла в не отожженном образце). Из сравнения спектров РОР/С и РОР/К (рис. 1) для области выхода сигнала от атомов селена (от 310-го по 360-й каналы) по разнице площадей пиков видно, что примерно половина атомов примеси находится в узловых положениях кристаллической решетки кремния или, возможно, в кластерных образованиях в решетке.

¹ Mayer M. SIMNRA User's Guide. Garching: Max-Planck-Institute für Plasmaphysik, 1997. 62 p.

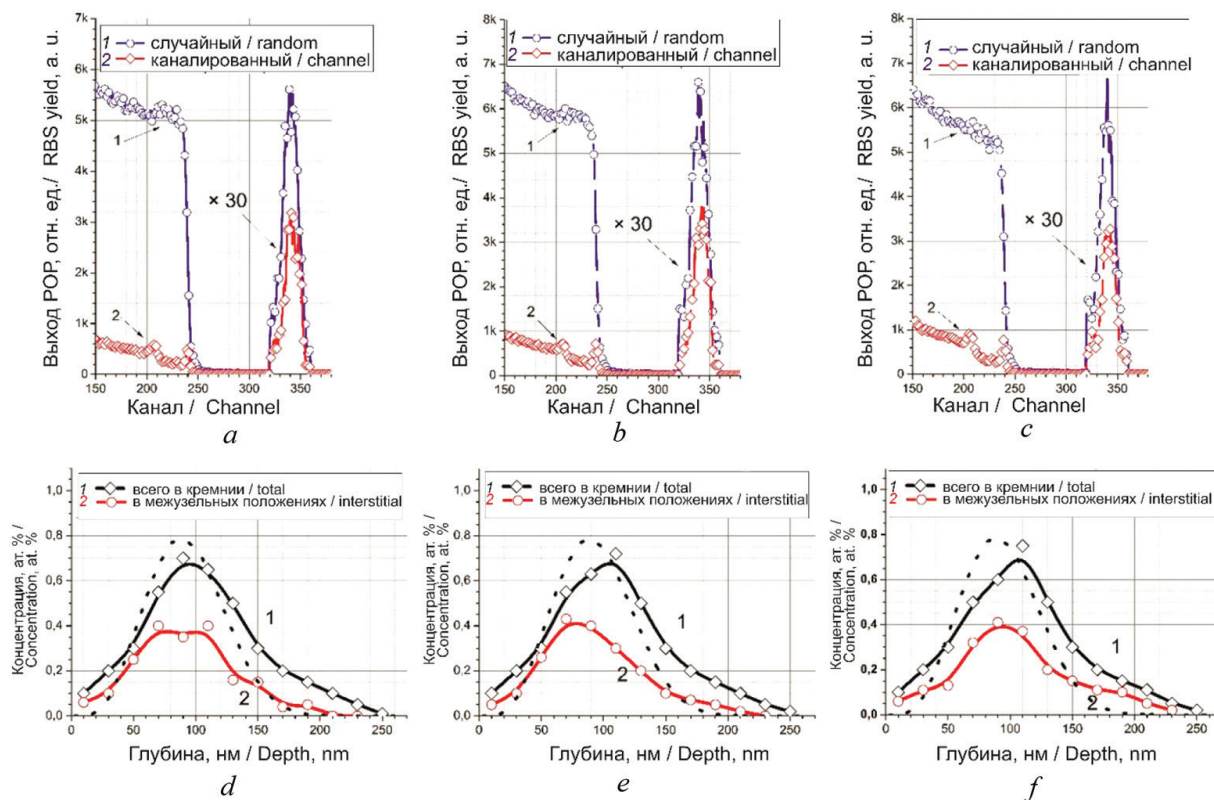


Рис. 1. Спектры резерфордского обратного рассеяния (a–c) в режимах, а также рассчитанные и измеренные распределения концентрации атомов примеси (d–f) после имплантации ионов Se^+ (140 кэВ, $3,1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$) и термообработок: 850 °C, 8 с (a, d); 550 °C, 30 мин + 850 °C, 8 с (b, e); 550 °C, 30 мин + 850 °C, 5 мин (c, f).

На графиках d, e, f пунктирной линией представлен моделированный концентрационный профиль атомов селена после имплантации

Fig. 1. Rutherford backscattering spectra (a–c), as well as calculated and measured concentration distributions of impurity atoms (d–f) after Se^+ ion implantation (140 keV , $3.1 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$) and heat treatments: 850 °C, 8 s (a, d); 550 °C, 30 min + 850 °C, 8 s (b, e); 550 °C, 30 min + 850 °C, 5 min (c, f). In graphs d, e, f, the dashed line represents the modeled concentration profile of selenium atoms after implantation

Количественный расчет степени кристаллического совершенства приповерхностных легированных слоев кремния, а также информация о доли атомов селена в узлах кристаллической решетки кремния получены с использованием следующих формул [7]:

$$f_{\text{крист}} = \frac{1 - \chi^{\text{Si}}}{1 - \chi^{\text{min}}}, \quad (2)$$

$$f_{\text{прим}} = \frac{1 - \chi^{\text{Se}}}{1 - \chi^{\text{min}}}. \quad (3)$$

Здесь χ^{Si} и χ^{Se} – соответственно минимальные значения выхода кремния и селена, которые определялись как отношение выходов каналированного и случайного спектров ($\text{ROP/K} \div \text{ROP/C}$) на глубинах, соответствующих области залегания примеси; χ^{min} – соотношение для качественной Si-решетки. В нашем случае с учетом параметров ускорительного комплекса и качества исходных пластин кремния для χ^{min} выбиралось значение 0,05. Результаты расчетов представлены в таблице.

Также в таблице приведены значения поверхностного сопротивления образцов после термообработок. До термообработки сопротивление имплантированного слоя составляло $71 \pm 1 \text{ Ом/кв}$. Увеличение сопротивления после термообработок свидетельствует о формировании p–n-переходов. Как видно из данных таблицы, степень кристаллическости и доля примеси в замещающих

положениях кремневой решетки для трех режимов изотермического отжига образцов имеют близкие значения. Для образца, подвергнутого ИЛО, характерна более высокая замещающая фракция селена (72 %) и более высокое электросопротивление слоя при практически одинаковой степени кристалличности легированного слоя. Можно выделить ряд особенностей структуры. Лучшая степень кристалличности (97,5 %) наблюдается для легированного образца с самым коротким временем изотермической термообработки – использование одноступенчатого режима БТО при 850 °С в течение 8 с. Образцу с наибольшей долей атомов селена в узлах кремниевой решетки (52,6 %) соответствует самая длительная термообработка – ступенчатый отжиг с выдержкой образца в течение 30 мин при температуре 550 °С и режим БТО при 850 °С в течение 5 мин. Но поверхностное сопротивление данного образца выше, чем для двух других режимов отжига, что свидетельствует о меньшем количестве электрически активной примеси. Более высокое сопротивление функционального слоя после ИЛО может быть связано с особенностями вторичных дефектов структуры и концентрации их в этом слое.

Степень кристалличности ($f_{\text{крист}}$) слоя, доля примесных атомов в позиции замещения ($f_{\text{прим}}$) и поверхностное сопротивление (R_s) после различных термообработок легированных селеном образцов кремния

Degree of layer crystallinity, fraction of impurity atoms in the substitutional position and surface resistance (R_s) after different heat treatments of selenium-doped silicon samples

Параметр Parameter	Режим термообработки образцов The heat treatment mode of the samples			
	850 °С, 8 с 850 °С, 8 s	550 °С, 30 мин + 850 °С, 8 с 550 °С, 30 min + 850 °С, 8 s	550 °С, 30 мин + 850 °С, 5 мин 550 °С, 30 min + 850 °С, 5 min	с использованием импульсного лазерного отжига with using pulsed laser annealing
$f_{\text{крист}}$, % Degree of crystallinity, %	97,5	91,3	89,1	93,6
$f_{\text{прим}}$, % Fraction of impurity atoms in the substitutional position, %	50,7	50,7	52,6	72
R_s , Ом/□ Surface resistance, Ω/□	397 ± 2	372 ± 4	426 ± 3	896 ± 7

На рис. 2 представлены спектры РОР для обоих режимов регистрации (рис. 2, *a*) и распределения общей концентрации селена и концентрации примеси в узлах кристаллической решетки Si по глубине образца (рис. 2, *b*).

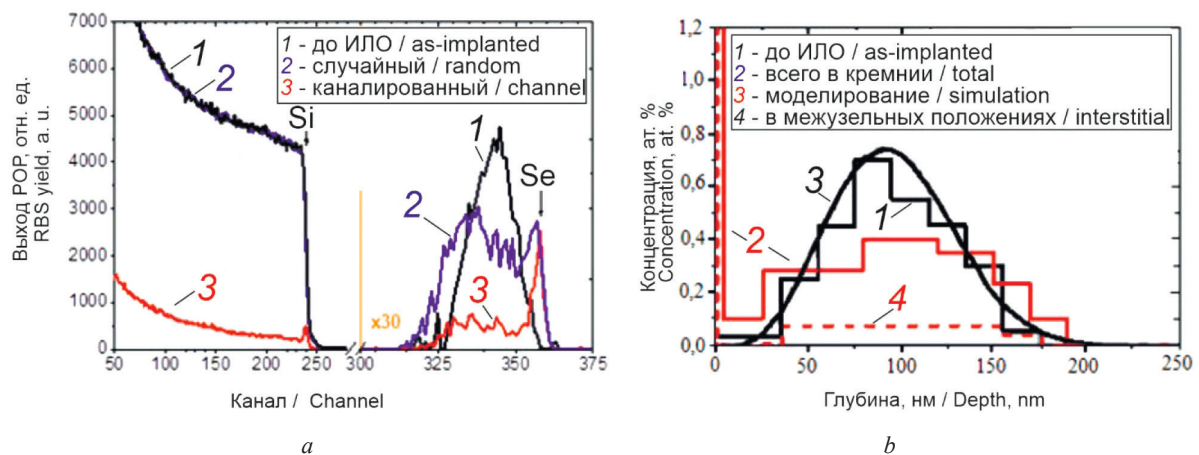


Рис. 2. Спектры резерфордского обратного рассеяния (*a*), а также рассчитанные и измеренные распределения концентрации атомов селена в Si до и после импульсного лазерного отжига (*b*, штриховая линия характеризует разницу между общей концентрацией примеси после ИЛО и находящейся в узлах решетки Si)

Fig. 2. Rutherford backscattering spectra (*a*), as well as calculated and measured distributions of the concentration of selenium atoms in Si before and after pulsed laser annealing (*b*, the dashed line in Fig. 2, *b* characterizes the difference between the total concentration of impurity after PLA and that located in the nodes of the Si lattice)

На рис. 1, *d–f* и рис. 2, *b* представлены рассчитанные по спектрам РОР концентрационные профили атомов селена в образцах кремния, а также распределения концентрации атомов селена, находящихся в узлах кристаллической решетки Si, после различных термообработок. Пунктирной линией на графиках рис. 1, *d–f* показан расчетный концентрационный профиль селена сразу после имплантации. Расчет проводился с использованием программного пакета BEAM2HD [7], разработанного для моделирования условий высокодозной ионной имплантации с учетом процессов распыления, набухания и влияния накопления ранее введенной примеси.

Из сравнения исходного имплантационного и полученных концентрационных профилей селена после термообработок следует, что отжиг образцов приводит к заметной диффузии примеси, особенно сильно выраженной для ИЛО (см. рис. 2, *b*). Известно, что в жидкой фазе кремния коэффициент диффузии примесных атомов независимо от их типа составляет $\sim 10^{-4}$ см²/с [8]. Как показывают результаты расчетов, для изотермических термообработок в твердом состоянии даже при температуре 1000 °С коэффициент диффузии составляет только $9,3 \cdot 10^{-11}$ см²/с [9]. При изотермическом отжиге наблюдается смещение максимумов профилей и появление явно выраженных диффузионных «хвостов» вглубь образцов, то есть в сторону существовавшей после имплантации примеси границы «аморфный кремний – кристаллическая подложка». Максимум концентрационного профиля селена после одностадийного быстрого термического отжига с глубины 80 нм (для имплантационного профиля) перемещается на глубину ~ 90 нм, а после двухстадийных отжигов значение максимума профиля примеси уже фиксируется на глубине ~ 110 нм. Можно отметить, что после таких термообработок диффузионное перераспределение атомов селена в сторону поверхности кремния проявляется незначительно.

Вызывает интерес сильное различие максимумов полного концентрационного профиля атомов селена и профиля селена в узловых положениях, наблюдаемое для образца кремния после ступенчатого отжига с использованием режима БТО при 850 °С в течение 8 с (см. рис. 1, *e*). В этом случае широкий максимум профиля распределения концентрации атомов селена в узлах решетки Si фиксируется на глубине $\sim 70–80$ нм, что ближе к поверхности, чем даже положение максимума имплантационного профиля. В то же время для более длительной двухступенчатой термообработки с режимом БТО при 850 °С в течение 5 мин, а также для одностадийного отжига при 850 °С в течение 8 с эти максимумы профилей концентрации селена в узлах решетки Si хорошо соответствуют среднему проецированному пробегу ионов (R_p) имплантированных атомов селена. Предположительно такой эффект (смещение концентрации атомов примеси в узлах решетки в сторону поверхности) может быть связан с процессом дефектообразования на определенной глубине образца в течение отжига, обусловленным перераспределением вакансий и/или междоузельных атомов.

В условиях выбранной плотности энергии лазерного импульса 2 Дж/см² отжиг аморфизованного имплантацией ионов селена слоя происходит с расплавлением верхнего слоя Si и с последующей эпитаксиальной кристаллизацией. Время жизни расплавленной области кремния 0,27 мкс определялось из измерения коэффициента отражения излучения зондирующего непрерывного лазера [5] от поверхности образца. Соответствующая толщина расплавленной области 0,4 мкм вычислялась с использованием метода, основанного на решении уравнений теплопроводности Стефана [10]. Учитывая полученные значения (0,27 мкс и 0,4 мкм), средняя скорость перекристаллизации расплавленной области оценивается как 1,48 м/с.

Импульсный лазерный отжиг имплантированного слоя приводит к существенному перераспределению примеси как к поверхности, так и вглубь кремния (см. рис. 2, *b*) с формированием области концентраций на уровне $5 \cdot 10^{19}–1,5 \cdot 10^{20}$ см⁻³ и с аккумулярованием части примеси в приповерхностной области. Это свидетельствует о том, что за счет сегрегации части примеси движущимся фронтом кристаллизации расплавленной области она вытесняется к поверхности. За время существования расплавленной области она вытесняется диффузия примеси как поверхности, так и вглубь кремния. Как отмечалось ранее, коэффициент диффузии селена в жидкой фазе Si существенно превышает величину его в твердом состоянии [8].

Обсуждение результатов. На основании экспериментального значения поверхностного сопротивления (~ 400 Ом/□) оценочный расчет по кривым Ирвина (зависимости удельного сопротивления от концентрации примеси) в предположении, что вся электрически активная примесь

в узлах кремниевої решетки расположена в среднем в толщине образца 200 нм, дает значение концентрации носителей заряда (электронов) в образцах после отжига $\sim 8 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$. Это на 1,5–2 порядка превышает предел равновесной растворимости селена в кремнии ($\sim 10^{16}–10^{17} \text{ см}^{-3}$) [11]. Это свидетельствует о достаточно высокой неравновесной растворимости атомов селена в условиях твердофазной рекристаллизации аморфизованных ионной имплантацией слоев Si. Следует отметить, что максимально возможная концентрация носителей заряда с учетом дозы имплантации селена, процента примеси в узлах решетки кремния $\sim 50\%$ и в предположении, что каждый встроенный атом селена может давать два электрона, составляет $1,55 \cdot 10^{20} \text{ см}^{-3}$. Таким образом, полученное нами значение концентрации носителей заряда меньше, чем ожидаемое, более чем на порядок. В качестве оценки плотность носителей вычисляется по формуле [12]

$$n = \left(\frac{N_D \cdot N_C}{2} \right)^{\frac{1}{2}} \exp \left(- \frac{\Delta E_D}{2k_B T} \right), \quad (4)$$

где N_D , N_C , ΔE_D , k_B , T – соответственно концентрация доноров, эффективная плотность состояний в зоне проводимости, активационная энергия формирования носителей тока, постоянная Больцмана и температура (в К). Для измеренного уровня легирования Si атомами халькогена ΔE_D близко к нулю [13]. Результаты такой оценки показывают примерно на порядок величины более высокие значения носителей, чем измеренные экспериментально. Отсюда следует, что атомы селена в узлах кремниевої матрицы находятся большей частью в электрически неактивных состояниях. Такой эффект можно объяснить формированием большого количества нейтральных комплексов атомов селена, когда они встраиваются в соседние узлы кремниевої решетки и образуют ковалентные связи друг с другом, что особенно проявляется при больших концентрациях селена в кремнии ($\sim 10^{20} \text{ см}^{-3}$) [14]. Вторичные дефекты структуры в отожженных образцах могут быть ловушечного типа и также уменьшать количество носителей тока, то есть выключать их из процесса электропереноса или уменьшать подвижность носителей.

Результаты структурных исследований методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) имплантированных селеном образцов кремния после различных термообработок представлены и обобщены на рис. 3. Нами установлено, что после одностадийного режима БТО

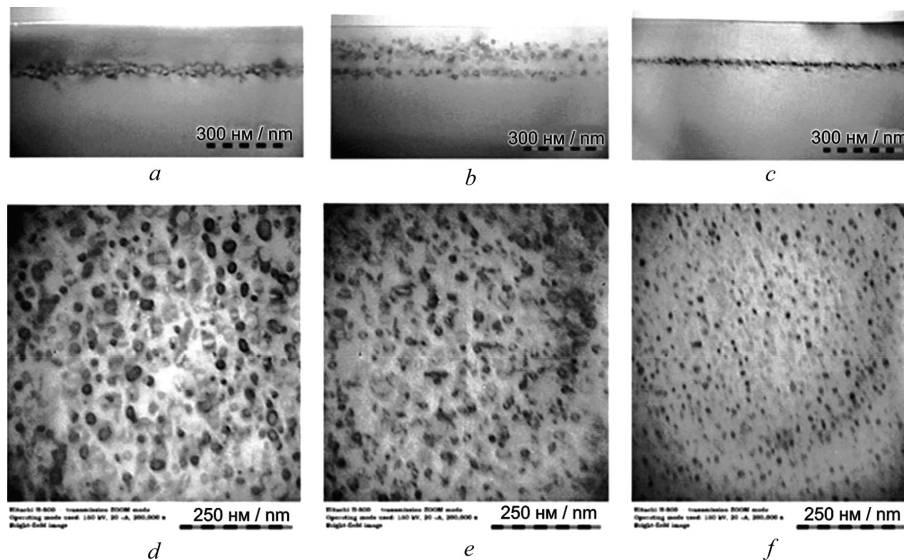


Рис. 3. Светлопольные ПЭМ-изображения поперечного (*a–c*) и планарного (*d–f*) сечений слоев кремния после имплантации ионов Se^+ (140 кэВ , $3,1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$) и термообработок: $850 \text{ }^\circ\text{C}$, 8 с (*a, d*); $550 \text{ }^\circ\text{C}$, $30 \text{ мин} + 850 \text{ }^\circ\text{C}$, 8 с (*b, e*); $550 \text{ }^\circ\text{C}$, $30 \text{ мин} + 850 \text{ }^\circ\text{C}$, 5 мин (*c, f*)

Fig. 3. Bright-field TEM-images of cross-sectional (*a–c*) and planar (*d–f*) sections of silicon layers after Se^+ ion implantation (140 keV , $3,1 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$) and heat treatments: $850 \text{ }^\circ\text{C}$, 8 s (*a, d*); $550 \text{ }^\circ\text{C}$, $30 \text{ min} + 850 \text{ }^\circ\text{C}$, 8 s (*b, e*); $550 \text{ }^\circ\text{C}$, $30 \text{ min} + 850 \text{ }^\circ\text{C}$, 5 min (*c, f*)

в образце происходит полная рекристаллизация имплантированного слоя (см. рис. 3, *a*). На глубине ~ 150 – 155 нм формируется тонкий слой вторичных дефектов структуры. Анализ дефектов в этом слое в планарном сечении (см. рис. 3, *d*) показал, что в нем преимущественно содержатся мелкие дислокационные петли со средними размерами от 10 до 30 нм. Неправильная (несимметричная) форма отдельных петель может свидетельствовать о декорировании атомами примеси данных дефектов, то есть о включении в структуру дефекта атомов селена, более тяжелых в сравнении с атомами кремния. Не исключено и формирование отдельных мелких кластеров селена в дефектном слое. На поверхности и в тонком кристаллическом слое кремния до глубины 150 нм не наблюдалось выделений заметных кластерных образований примеси, что согласуется с данными РОР о низкой диффузии селена к поверхности образца.

При использовании ступенчатой термообработки с коротким режимом БТО (8 с) в образцах кремния наблюдается схожая дефектная структура (см. рис. 3, *d*), как и при одноступенчатой термообработке. На глубине формируются мелкие дислокационные петли с размерами 10–25 нм, на которых могут локализоваться атомы примеси. Но на светлопольном снимке поперечного сечения образца (см. рис. 3, *b*) отчетливо можно различить два дефектных слоя. Первый в области ~ 160 нм, второй – на глубине 80–90 нм от поверхности. Такая развитая дефектная структура, по нашему мнению, формируется из-за того, что в процессе первого шага термообработки не происходило полного восстановления кристаллической решетки кремния. Но на границе раздела «аморфный слой – кристаллический слой» атомы примеси перемещались ближе к поверхности. При последующем режиме БТО второй дефектный слой формировался на этой границе. С увеличением длительности режима БТО до 5 мин в случае двухступенчатой термообработки дефектный слой на глубине 150–155 нм состоит из мелких дислокационных петель (в среднем ~ 3 – 10 нм), которые еще уверенно различаются. Но некоторые выделения за счет очень малых их размеров трудно интерпретировать. Они имеют геометрически неровную (даже вытянутую) форму, предположительно их можно оценить как примесные кластеры. Электронная дифракция (здесь не приводится) не выявила никаких рефлексов, кроме рефлексов кристаллического кремния.

Ввиду хрупкости имплантированного образца после лазерного отжига его ПЭМ-исследование не проводилось. По-видимому, для релаксации напряжений в слое целесообразно осуществлять ИЛО предварительно нагретых образцов.

На рис. 4 представлены спектры поглощения образцов после отжига в различных режимах. Спектр образца сразу после имплантации отличается отсутствием узких полос поглощения в УФ-области, связанных с межзонными переходами в кристаллическом кремнии. Также имплантация приводит к уменьшению интенсивности поглощения в видимой области и появлению ряда максимумов, вызванных интерференцией света на аморфном слое кремния. После проведения всех видов термообработки спектр поглощения в УФ- и видимой области полностью восстанавливается, что подтверждает рекристаллизацию аморфного слоя. Увеличения поглощения на ~ 20 % для дозы ионов Se^+ $3,1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ в ближней ИК-области удается достичь только после лазерного отжига, тогда как для других видов термообработки изменения не превышают 1 %. Однако стоит отметить, что поглощение в ближней ИК-области для образца после отжига (30 мин + 850 °С, 5 мин) составляет около 2 %, тогда как для отжига в режимах 850 °С, 8 с и 550 °С, 30 мин + 850 °С, 8 с поглощение меньше 1 %, что коррелирует с небольшой разницей в количестве примесей в узлах решетки.

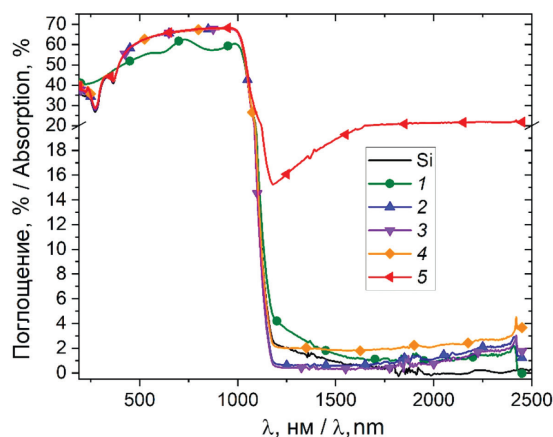


Рис. 4. Спектры поглощения Si, Si после имплантации ионов Se^+ (140 кэВ, $3,1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$) (кривая 1) и термообработок: 850 °С, 8 с (кривая 2); 550 °С, 30 мин + 850 °С, 8 с (кривая 3); 550 °С, 30 мин + 850 °С, 5 мин (кривая 4) и после импульсного лазерного отжига (кривая 5)

Fig. 4. Absorption spectra of Si, Si after Se^+ ion implantation (140 keV, $3,1 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$) (curve 1) and heat treatments: 850 °C, 8 s (curve 2); 550 °C, 30 min + 850 °C, 8 s (curve 3); 550 °C, 30 min + 850 °C, 5 min (curve 4) and after pulsed laser annealing (curve 5)

Дополнительного увеличения поглощения излучения в спектральном диапазоне 1,1–2,5 мкм и более длинноволновом можно достичь нанесением тонкого антиотражающего покрытия (SiO_2 , Si_3N_4) [5], предварительным формированием структурированной антиотражающей поверхности Si (black silicon) [15] либо увеличением концентрации легирующей примеси в функциональном слое [5]. В этом случае коэффициент поглощения ИК-излучения возрастает до 60–80 %. При этом следует отметить, что в приборах со структурированной поверхностью сложно получить воспроизводимые фотоэлектрические характеристики, которые изменяются за время работы фотоприемника [15]. Очень высокому уровню гипердопирования характерны низкие параметры фоточувствительности приборов из-за влияния эффекта рекомбинации носителей Шокли–Рида–Холла, свидетельствующего о том, что время жизни носителей сильно зависит от концентрации легирующей примеси в кремнии [2]. Поэтому в настоящей работе выбран относительно невысокий уровень пересыщения легированного слоя примесью.

Нестандартным является поведение гипердопированных селеном слоев Si после трех режимов изотермической термообработки. Сформированный функциональный слой характеризуется достаточно высоким структурным совершенством. Обогащенный дислокациями тонкий слой наблюдается только на глубине, соответствующей межфазной границе «аморфный слой – кристалл» до термообработки или области конечного пробега исходного распределения внедренной примеси. Зарегистрирован относительно высокий уровень захвата атомов примеси в узлы кристаллической решетки кремния ($\approx 50\%$), однако оптическое поглощение в сформированном слое в ближнем ИК-диапазоне (1,1–2,5 мкм) практически не изменилось.

Такое поведение сверхпересыщенной примесью области кремния может быть обусловлено образованием в ней топологически замкнутых комплексов атомов селена, расположенных в соседних узлах кристаллической решетки. Для доз ионов селена, использованных в настоящем исследовании, и температур термообработки 700–800 °C результаты квантовохимических расчетов [14] свидетельствуют о преимущественном формировании комплекса Se_6 , состоящего из шести атомов селена, топологически замкнутых в кольцо. Специфика пространственной структуры этого комплекса – наличие только двух соседних атомов Si у всех шести атомов селена. Это обуславливает значительно большую энергию образования такого комплекса (~ 2 эВ) по сравнению с пространственно незамкнутыми комплексами ($\text{Se}_2 \dots \text{Se}_5$) [14]. Характер расположения одноэлектронных энергетических уровней этого комплекса позволяет ожидать проявления им свойств нейтрального центра или очень глубокого донора. Поэтому концентрация электронов проводимости в этой области кремния значительно меньше, чем концентрация атомов селена.

О возможности формирования таких комплексов и роли их в процессах электропереноса в гипердопированном кремнии с последующими термообработками в температурном диапазоне 800–1000 °C сообщалось в [13]. Следует также отметить свойства подобных структур на основе нанокластеров атомов марганца и систем $\text{Si}_2\text{S}^{++}\text{Mn}^{--}$ в решетке кремниевой матрицы [16; 17]. Авторы работы [17] прогнозируют возможность создания нового класса фотоманитных приборов фотоспинтроники на основе таких систем с подрешетками.

Заключение. Гипердопированные слои кремния с концентрациями селена ($5 \cdot 10^{19}$ – $1,5 \cdot 10^{20}$ см⁻³), превышающими предельный уровень равновесной растворимости при комнатной температуре ($\sim 10^{16}$ см⁻³), сформированы ионной имплантацией с последующими изотермическими термообработками и наносекундным лазерным отжигом. Методом регистрации спектров РОР в случайном и каналированном режимах обнаружено формирование сверхпересыщенных селеном слоев кремния с достаточно высоким структурным совершенством. При изотермических термообработках наблюдается только небольшое диффузионное перераспределение имплантированной примеси вглубь матричного кремния. Для ИЛО имплантированных слоев наблюдается сильное перераспределение селена как вглубь, так и к поверхности образца с выходом части примеси на поверхность за счет эффекта сегрегации ее движущимся фронтом кристаллизации расплавленного лазерным импульсом кремниевого слоя.

Существенное увеличение оптического поглощения в ИК-диапазоне 1,1–2,5 мкм (до $\sim 20\%$) реализуется только после ИЛО, тогда как при изотермических термообработках поглощение изменяется незначительно. Результаты электрофизических измерений свидетельствуют о том, что

большая часть атомов Se в узлах кристаллической решетки Si после изотермических термообработок находится в электрически неактивных состояниях. За такое поведение замещающих атомов примеси в узлах решетки Si может быть ответственно формирование бинарной решетки на основе Si, где атомы Se формируют замкнутые комплексы типа Se₆.

Полученные закономерности могут быть использованы при разработке инфракрасных фотоприемников и других оптоэлектронных структур на основе гипердопированного кремния. Одним из эффективных путей повышения концентрации носителей в сверхпересыщенных атомами халькогенов слоях Si может быть способ двойной имплантации таких примесей, как халькогены и азот или халькогены и углерод.

Список использованных источников

1. Li, C. Infrared absorption and sub-bandgap photo-response of hyperdoped silicon by ion implantation and ultrafast laser melting / C. Li, J. H. Zhao, Z. G. Chen // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2021. – Vol. 883. – Art. ID 160765. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.160765>
2. Hyperdoped silicon: Processing, properties, and devices / Z. Tong, M. Bu, Y. Zhang [et al.] // *Journal of Semiconductors*. – 2022. – Vol. 43, № 9. – Art. ID 093101. <https://doi.org/10.1088/1674-4926/43/9/093101>
3. Слои кремния, гиперпересыщенные теллуром, для фотодиодов видимого и инфракрасного диапазонов / Ф. Ф. Комаров, С. Б. Ластовский, И. А. Романов [и др.] // *Журнал технической физики*. – 2021. – Т. 91, № 12. – С. 2028–2039. <https://doi.org/10.21883/JTF.2021.12.51769.144-21>
4. Energy Levels of Defects Created in Silicon Supersaturated with Transition Metals / H. García, H. Castán, S. Dueñas [et al.] // *Journal of Electronic Materials*. – 2018. – Vol. 47. – P. 4993–4997. <https://doi.org/10.1007/s11664-018-6227-4>
5. Effect of Pulsed Laser Annealing on Optical Properties of Selenium-Hyperdoped Silicon / F. F. Komarov, I. N. Parkhomenko, O. V. Mil'chanin [et al.] // *Optics and Spectroscopy*. – 2021. – Vol. 129, № 10. – P. 1114–1124. <https://doi.org/10.1134/S0030400X21080105>
6. Feldman, L. C. *Materials Analysis by Ion Channeling: Submicron Crystallography* / L. C. Feldman, W. Mayer, S. T. Picraux. – New York: Academic, 1982. – 300 p.
7. Simulation of the process of two-beam ion implantation in multilayered and multicomponent targets / A. F. Komarov, F. F. Komarov, P. Żukowski [et al.] // *Vacuum*. – 2001. – Vol. 63, № 4. – P. 495–499. [https://doi.org/10.1016/S0042-207X\(01\)00228-7](https://doi.org/10.1016/S0042-207X(01)00228-7)
8. Kodera, H. Diffusion coefficients of Impurities in Silicon Melt / H. Kodera // *Japanese Journal of Applied Physics*. – 1963. – Vol. 2. – P. 212–216. <https://doi.org/10.1143/JJAP.2.212>
9. Борисенко, В. Е. Твердофазные процессы в полупроводниках при импульсном нагреве / В. Е. Борисенко. – Мн.: Наука и техника, 1992. – 247 с.
10. Dynamics of the nanosecond laser annealing of silicon / V. A. Pilipovich, V. Z. Malevich, G. D. Ivlev, V. V. Zhidkov // *Journal of Engineering Physics*. – 1985. – Vol. 48. – P. 228–233. <https://doi.org/10.1007/BF00871878>
11. Vydyanath, H. R. Defect pairing diffusion, and solubility studies in selenium-doped silicon / H. R. Vydyanath, J. S. Lorenzo, F. A. Kröger // *Journal of Applied Physics*. – 1978. – Vol. 49, № 12. – P. 5928–5937. <https://doi.org/10.1063/1.324560>
12. Simon, M. S. *Physics of Semiconductor Devices* / M. S. Simon, L. Yiming, K. Ng. Kwok. – Ed. 4th. – Hoboken: John Wiley and Sons, 2021. – 944 p.
13. Investigation of tellurium-implanted silicon / T. F. Lee, R. D. Pashley, T. C. McGill, J. W. Mayer // *Journal of Applied Physics*. – 1975. – Vol. 46, № 1. – P. 381–388. <https://doi.org/10.1063/1.321347>
14. Таскин, А. А. Образование комплексов, связанных с атомами селена, в кремнии / А. А. Таскин, Е. Г. Тишковский // *Физика и техника полупроводников*. – 2002. – Т. 36, № 6. – С. 641–650.
15. Highly responsive tellurium-hyperdoped black silicon photodiode with single-crystalline and uniform surface microstructure / Z. Jia, Q. Wu, X. Jin [et al.] // *Optics Express*. – 2020. – Vol. 28, № 4. – P. 5239–5247. <https://doi.org/10.1364/OE.385887>
16. Silicon with Clusters of Impurity Atoms as a Novel Material for Optoelectronic and Photovoltaic Energetics / M. K. Bakhadyrhanov, U. X. Sodikov, D. Melibayev [et al.] // *Journal of Materials Science and Chemical Engineering*. – 2018. – Vol. 6, № 4. – P. 180–190. <https://doi.org/10.4236/msce.2018.64017>
17. Кремний с магнитными нанокластерами атомов марганца – новый класс фотомагнитных материалов / М. К. Бахадыханов, Х. М. Илиев, Г. Х. Мавлонов [и др.] // *Журнал технической физики*. – 2019. – Т. 89, № 3. – С. 421–425. <https://doi.org/10.21883/JTF.2019.03.47179.184-18>

References

1. Li C., Zhao J. H., Chen Z. G. Infrared absorption and sub-bandgap photo-response of hyperdoped silicon by ion implantation and ultrafast laser melting. *Journal of Alloys and Compounds*, 2021, vol. 883, art. ID 160765. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.160765>
2. Tong Z., Bu M., Zhang Y., Yang D., Pi X. Hyperdoped silicon: Processing, properties, and devices. *Journal of Semiconductors*, 2022, vol. 43, no. 9, art. ID 093101. <https://doi.org/10.1088/1674-4926/43/9/093101>

3. Komarov F. F., Lastovskii C. B., Romanov I. A., Parkhomenko I. N., Vlasukova L. V., Ivlev G. D., Berencen Y., Tsivako A. A., Koval'chuk N. S., Wendler E. Te-hyperdoped silicon layers for visible-to-infrared photodiodes. *Technical Physics*, 2022, vol. 67, no. 15, pp. 2448. <https://doi.org/10.21883/TP.2022.15.55273.144-21>
4. García H., Castán H., Dueñas S., García-Hemme E., García-Hernansaz R., Montero D., González-Díaz G. Energy Levels of Defects Created in Silicon Supersaturated with Transition Metals. *Journal of Electronic Materials*, 2018, vol. 47, pp. 4993–4997. <https://doi.org/10.1007/s11664-018-6227-4>
5. Komarov F. F., Parkhomenko I. N., Mil'chanin O. V., Ivlev G. D., Vlasukova L. A., Žuk Yu., Tsivako A. A., Koval'chuk N. S. Effect of Pulsed Laser Annealing on Optical Properties of Selenium-Hyperdoped Silicon. *Optics and Spectroscopy*, 2021, vol. 129, no. 10, pp. 1114–1124. <https://doi.org/10.1134/S0030400X21080105>
6. Feldman L. C., Mayer W., Picraux S. T. *Materials Analysis by Ion Channeling: Submicron Crystallography*. New York, Academic Publ., 1982. 300 p.
7. Komarov A. F., Komarov F. F., Żukowski P., Karwat Cz., Kamarou A. A. Simulation of the process of two-beam ion implantation in multilayered and multicomponent targets. *Vacuum*, 2001, vol. 63, no. 4, pp. 495–499. [https://doi.org/10.1016/S0042-207X\(01\)00228-7](https://doi.org/10.1016/S0042-207X(01)00228-7)
8. Koderá H. Diffusion coefficients of Impurities in Silicon Melt. *Japanese Journal of Applied Physics*, 1963, vol. 2, pp. 212–216. <https://doi.org/10.1143/JJAP.2.212>
9. Borisenko V. E. *Solid-Phase Processes in Semiconductors Under Pulse Heating*. Minsk, Nauka i tekhnika Publ., 1992. 247 p (in Russian).
10. Pilipovich V. A., Malevich V. Z., Ivlev G. D., Zhidkov V. V. Dynamics of the nanosecond laser annealing of silicon. *Journal of Engineering Physics*, 1985, vol. 48, pp. 228–233. <https://doi.org/10.1007/BF00871878>
11. Vydyanath H. R., Lorenzo J. S., Kröger F. A. Defect pairing diffusion, and solubility studies in selenium-doped silicon. *Journal of Applied Physics*, 1978, vol. 49, no. 12, pp. 5928–5937. <https://doi.org/10.1063/1.324560>
12. Simon M. S., Yiming L., Kwok K. Ng. *Physics of Semiconductor Devices*. Ed. 4th. Hoboken, John Wiley and Sons Publ., 2021. 944 p.
13. Lee T. F., Pashley R. D., McGill T. C., Mayer J. W. Investigation of tellurium-implanted silicon. *Journal of Applied Physics*, 1975, vol. 46, no. 1, pp. 381–388. <https://doi.org/10.1063/1.321347>
14. Taskin A. A., Tishkovskii E. G. Formation of selenium-containing complexes in silicon. *Semiconductors*, 2002, vol. 36, no. 6, pp. 605–614. <https://doi.org/10.1134/1.1485656>
15. Jia Z., Wu Q., Jin X., Huang S., Li J., Yang M., Huang H., Yao J., Xu J. Highly responsive tellurium-hyperdoped black silicon photodiode with single-crystalline and uniform surface microstructure. *Optics Express*, 2020, vol. 28, no. 4, pp. 5239–5247. <https://doi.org/10.1364/OE.385887>
16. Bakhadyrhanov M. K., Sodikov U. X., Melibayev D., Wumaier T., Koveshnikov S. V., Khodjanepesov K. A., Zhan J. Silicon with Clusters of Impurity Atoms as a Novel Material for Optoelectronic and Photovoltaic Energetics. *Journal of Materials Science and Chemical Engineering*, 2018, vol. 6, no. 4, pp. 180–190. <https://doi.org/10.4236/msce.2018.64017>
17. Bakhadyrhanov M. K., Iliev Kh. M., Mavlonov G. Kh., Ayupov K. S., Isamov S. B., Tachilin S. A. Silicon with Magnetic Nanoclusters of Manganese Atoms as a New Ferromagnetic Material. *Technical Physics*, 2019, vol. 64, no. 3, pp. 385–388. <https://doi.org/10.1134/s1063784219030046>

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

ДИАГНОСТИКА И БЕЗОПАСНОСТЬ ТЕХНИЧЕСКИХ И ПРИРОДНЫХ СИСТЕМ

DIAGNOSTICS AND SAFETY OF TECHNICAL AND ENVIRONMENT SYSTEMS

<https://doi.org/10.29235/1561-8358-2026-71-1-79-88>
УДК 544.723;544.58;621.039.736



Оригинальная статья

А. А. Баклай, Т. Г. Леонтьева*, Н. А. Маковская, А. С. Онищук

*Объединенный институт энергетических и ядерных исследований –
Сосны Национальной академии наук Беларуси, а/я 119, 220109, Минск, Республика Беларусь*

ВЛИЯНИЕ МОДЕЛЬНОГО МИНЕРАЛИЗОВАННОГО РАСТВОРА НА ДИФфуЗИЮ ^{137}Cs И ^{85}Sr В ГЛИНЕ МЕСТОРОЖДЕНИЯ «МАРКОВСКОЕ» ПРИ ЕЕ ИСПОЛЬЗОВАНИИ В ПРИПОВЕРХНОСТНОМ ПУНКТЕ ЗАХОРОНЕНИЯ РАДИОАКТИВНЫХ ОТХОДОВ

Аннотация. Методом прямой диффузии изучена миграция радионуклидов ^{137}Cs и ^{85}Sr в образце глины месторождения «Марковское» Гомельской области (сухая плотность 1400 кг/м^3) в зависимости от минерализации порового раствора. Образцы глины увлажняли путем добавления дистиллированной воды и модельного минерализованного раствора. Данный минерализованный раствор моделировал химический состав поровой воды образца глины в случае проникновения атмосферных осадков в пункт захоронения радиоактивных отходов (ПЗРО) и их последовательного прохождения через материалы физических барьеров: бетон – Na-бентонит (буферная засыпка) – бетон. По результатам экспериментов определены значения кажущихся коэффициентов диффузии (D_a) ^{137}Cs и ^{85}Sr в образце глины, которые составили: для дистиллированной воды – $(1,5 \pm 0,1) \cdot 10^{-12} \text{ м}^2/\text{с}$ для ^{137}Cs и $(3,8 \pm 0,2) \cdot 10^{-11} \text{ м}^2/\text{с}$ для ^{85}Sr ; для минерализованного раствора – $(1,6 \pm 0,1) \cdot 10^{-12} \text{ м}^2/\text{с}$ для ^{137}Cs и $(6,3 \pm 0,3) \cdot 10^{-11} \text{ м}^2/\text{с}$ для ^{85}Sr . Установлено, что с увеличением минерализации порового раствора образца глины среднее значение D_a ^{85}Sr возрастает в 1,7 раза, а среднее значение D_a ^{137}Cs не изменяется в пределах погрешности экспериментов. Влияние минерализации влаги на изменение диффузии ^{85}Sr в глине необходимо учитывать при ее использовании в составе подстилающего экрана пункта захоронения низко- и среднеактивных отходов АЭС, так как это будет способствовать увеличению вероятности миграции стронция за его пределы. Необходимо предусмотреть технологические решения, позволяющие ограничить или снизить доступ влаги в ПЗРО, а также увеличить время диффузии в глине посредством увеличения толщины подстилающего экрана. Полученные экспериментальные данные подтверждают, что глина месторождения «Марковское» Гомельской области перспективна для использования в составе подстилающего экрана при строительстве ПЗРО.

Ключевые слова: глина, монтмориллонит, сорбция, диффузия, цезий, стронций, модельный минерализованный раствор, пункт захоронения радиоактивных отходов

Конфликт интересов: авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Информация об авторах: Баклай Анатолий Анатольевич – старший научный сотрудник лаборатории радиохимических исследований природных сред и экспертизы радиоактивных материалов Объединенного института энергетических и ядерных исследований – Сосны Национальной академии наук Беларуси, e-mail: a.baklay@tut.by; Леонтьева Татьяна Геннадьевна – заведующий лаборатории радиохимических исследований природных сред и экспертизы радиоактивных материалов Объединенного института энергетических и ядерных исследований – Сосны, e-mail: leontieva@sosny.bas-net.by; Маковская Наталья Александровна – кандидат биологических наук, доцент, ученый секретарь Объединенного института энергетических и ядерных исследований – Сосны Национальной академии наук Беларуси, e-mail: nata.mak@sosny.bas-net.by; Онищук Анна Сергеевна – младший научный сотрудник лаборатории радиохимических исследований природных сред и экспертизы радиоактивных материалов Объединенного института энергетических и ядерных исследований – Сосны Национальной академии наук Беларуси, e-mail: hannaonis@gmail.com

Вклад авторов: Баклай Анатолий Анатольевич – обоснование концепции исследования (формулирование идеи, исследовательских целей и задач), создание модели исследования, планирование исследований по изучению диффузии

* Автор, ответственный за переписку / Corresponding author.

^{137}Cs и ^{85}Sr глинами, проведение инструментальных исследований и измерений удельной активности растворов ^{137}Cs и ^{85}Sr , применение статистических и математических методов для анализа результатов исследования, обобщение результатов исследования, интерпретация результатов исследования; *Леонтьева Татьяна Геннадьевна* – анализ и обобщение литературных данных, пробоподготовка образцов глин, проведение инструментальных исследований и измерений удельной активности растворов ^{137}Cs и ^{85}Sr , обобщение результатов исследования, интерпретация результатов исследования, формулировка выводов, работа с графическим материалом, критический пересмотр текста рукописи, редактирование текста рукописи; *Маковская Наталья Александровна* – разработка методологии исследования, участие в исследованиях по изучению диффузии ^{137}Cs и ^{85}Sr глинами, проведение сравнительного анализа, формулировка выводов, критический пересмотр текста рукописи, редактирование текста рукописи; *Онищук Анна Сергеевна* – пробоподготовка образцов глин, проведение инструментальных исследований и измерений удельной активности растворов ^{137}Cs и ^{85}Sr , редактирование текста рукописи.

Для цитирования: Влияние модельного минерализованного раствора на диффузию ^{137}Cs и ^{85}Sr в глине месторождения «Марковское» при ее использовании в приповерхностном пункте захоронения радиоактивных отходов / А. А. Баклай, Т. Г. Леонтьева, Н. А. Маковская, А. С. Онищук // Весці Нацыянальнай акадэміі навук Беларусі. Серыя фізіка-тэхнічных навук. – 2026. – Т. 71, № 1. – С. 79–88. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2026-71-1-79-88>

Поступила в редакцию: 06.03.2025

Доработанный вариант: 18.11.2025

Утверждена к публикации: 05.03.2026

Подписана в печать: 12.03.2026

Original article

Anatoly A. Baklay, Tatiana G. Leontieva*, Natalia A. Makovskaya, Anna S. Onischuk

*The Joint Institute for Power and Nuclear Research – Sosny of the National of the Academy of Sciences of Belarus,
PO Box 119, 220109, Minsk, Republic of Belarus*

THE EFFECT OF MODEL MINERALIZED SOLUTION ON DIFFUSION OF ^{137}Cs AND ^{85}Sr IN THE CLAY FROM “MARKOVSKOE” DEPOSIT WHEN USED IN NEAR-SURFACE RADIOACTIVE WASTE DISPOSAL

Abstract. The migration of radionuclides ^{137}Cs and ^{90}Sr in a compacted clay sample from the “Markovskoye” deposit of the Gomel region depending on the mineralization of its pore solution has been studied by the in-diffusion method. Distilled water and model mineralized solution were added to clay; the mineralized solution was modeling the chemical composition of pore water of the clay sample in case of atmospheric precipitation permeation into the radioactive waste disposal site and its consecutive passage through the materials of the physical barriers: concrete – Na-bentonite – concrete. The apparent diffusion coefficients (D_a) of ^{137}Cs and ^{90}Sr in the clay sample were determined by the results of experiments: $(1.5 \pm 0.1) \cdot 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$ for ^{137}Cs and $(3.8 \pm 0.2) \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$ for ^{85}Sr in distilled water, $(1.6 \pm 0.1) \cdot 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$ for ^{137}Cs and $(6.3 \pm 0.3) \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$ for ^{85}Sr in mineralized solution. It was found that with increasing mineralization of the pore solution of the clay sample D_a ^{90}Sr increases by 1,7 times, and D_a ^{137}Cs does not change within the limits of the error of the experiments. This change of ^{90}Sr diffusion coefficient in clay should be taken into account in case of its use as a part of the underlying screen of the disposal site of low- and medium-active waste of NPP, as it will increase the probability of ^{90}Sr migration beyond its limits. There is a necessity to come up with technological solutions to prevent or decrease water permeation into the radioactive waste disposal as well as increase the diffusion time by raising the thickness of the clay barrier. The results of the experiments in this study confirm that clay from the “Markovskoye” deposit of the Gomel region is promising for use as a compacted clay barrier in the radioactive waste disposal facility.

Keywords: clay, montmorillonite, sorption, diffusion, cesium, strontium, model mineralized solution, radioactive waste disposal facility

Conflict of interest: the authors declare that there is no conflict of interest.

Information about the authors: *Anatoly A. Baklay* – Senior Researcher, Laboratory for Radiochemical Research of Natural Environments and Examination of Radioactive Materials at The Joint Institute for Power and Nuclear Research – Sosny of the National Academy of Sciences of Belarus, e-mail: a.baklay@tut.by; *Tatiana G. Leontieva* – Head of the Laboratory for Radiochemical Research of Natural Environments and Examination of Radioactive Materials at The Joint Institute for Power and Nuclear Research – Sosny of the National Academy of Sciences of Belarus, e-mail: leontieva@sosny.bas-net.by; *Natalia A. Makovskaya* – Cand. Sci. (Biology), Associate Professor, Scientific Secretary at The Joint Institute for Power and Nuclear Research – Sosny of the National Academy of Sciences of Belarus, e-mail: nata.mak@sosny.bas-net.by; *Anna S. Onischuk* – Junior Researcher, Laboratory for Radiochemical Research of Natural Environments and Examination of Radioactive Materials at The Joint Institute for Power and Nuclear Research – Sosny of the National Academy of Sciences of Belarus, e-mail: hannaonis@gmail.com

Contribution of the authors: *Anatoly A. Baklay* – designing the concept of the study (posing the idea and goals of the study), creating the model of the study, planning the investigation of ^{137}Cs and ^{85}Sr diffusion in clays, carrying out the practical experiments and measurements of ^{137}Cs and ^{85}Sr activity in solutions, implementation of statistical and mathematical methods to analyze the results of the experiments, summarizing the results of the study, interpreting the results of the study; *Tatiana G. Leontieva* – analysis and summarizing of literature, clay sample preparation, carrying out the practical experiments

and measurements of ^{137}Cs and ^{85}Sr activity in solutions, summarizing the results of the study, interpreting the results of the study, conclusion formulation, creating graphs and illustrations, critical analysis of the manuscript, editing the manuscript; *Natalia A. Makovskaya* – creating the model of the study, participation in investigating ^{137}Cs and ^{85}Sr diffusion in clays, conducting the comparative analysis, conclusion formulation, critical analysis of the manuscript, editing the manuscript; *Anna S. Onischuk* – clay sample preparation, carrying out the practical experiments and measurements of ^{137}Cs and ^{85}Sr activity in solutions, editing the manuscript.

For citation: Baklay A. A., Leontieva T. G., Makovskaya N. A., Onischuk A. S. The effect of model mineralized solution on diffusion of ^{137}Cs and ^{85}Sr in the clay from “Markovskoe” deposit when used in near-surface radioactive waste disposal. *Vestsi Natsyyanal'nai akademii navuk Belarusi. Seryya fizika-tekhnichnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2026, vol. 71, no. 1, pp. 79–88 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2026-71-1-79-88>

Received: 06.03.2025

Modified: 18.11.2025

Approved for publication: 05.03.2026

Signed to the press: 12.03.2026

Введение. В практике обращения с радиоактивными отходами диффузионным и сорбционным процессам, связанным с миграционным поведением радионуклидов в окружающей среде, уделяется значительное внимание [1; 2]. Это связано как с выявлением особенностей распространения радионуклидов в окружающей среде при различных авариях на предприятиях ядерного топливного цикла [3], так и с необходимостью создания физических барьеров для удержания радионуклидов в местах захоронения радиоактивных отходов (РАО) [4]. Низко- и среднеактивные радиоактивные отходы, образующиеся на АЭС, подлежат захоронению в приповерхностном пункте захоронения радиоактивных отходов (ПЗРО) [5]. Поэтому особую актуальность приобретает проблема долговременного и безопасного захоронения РАО. На практике решение данной проблемы связано с использованием многобарьерной защитной системы, основной функцией которой является предотвращение или значительное снижение выхода радионуклидов в окружающую среду [6].

К элементам системы физических барьеров безопасности ПЗРО относятся буферная засыпка, подстилающий и покрывающий экраны [7]. Для создания подстилающего экрана используют глину, которую уплотняют до такой степени, чтобы значение коэффициента фильтрации составляло не более 10^{-5} м/сут, что позволяет создать условия, при которых миграция радионуклидов в глине в случае попадания воды в ПЗРО возможна только посредством диффузии [8; 9]. Ранее установлено [9], что коэффициент фильтрации в образце глины месторождения «Марковское» при ее сухой плотности 1380 кг/м^3 составляет $9,0 \cdot 10^{-6}$ м/сут. Продолжение изучения миграции радионуклидов в уплотненных глинах необходимо для определения коэффициента диффузии радионуклидов и последующего обоснования долговременного прогноза последствий захоронения РАО в ПЗРО [10].

Анализ данных [11; 12] показал, что диффузия любого радионуклида через слой глины может быть охарактеризована как кажущимся коэффициентом диффузии (D_a , $\text{м}^2/\text{с}$), который учитывает эффект замедления радионуклида за счет сорбции на глине, так и эффективным коэффициентом диффузии (D_e , $\text{м}^2/\text{с}$), который не учитывает это замедление. Для получения значения D_e необходимо установление стационарной диффузии радионуклида в системе глина – поровый раствор, что приводит к большой длительности экспериментов для сильносорбирующихся радионуклидов, в частности ^{137}Cs [11]. Для определения значения D_a ^{137}Cs или ^{90}Sr в глинах используется метод прямой диффузии, в соответствии с которым в слоях глины регистрируется изменение концентрации радионуклида от времени в зависимости от продолжительности эксперимента [12].

Влага может проникать в ПЗРО с атмосферными осадками из-за потери покрывающим экраном противодиффузионных свойств [13]. При взаимодействии поверхностных вод с бетоном (конструкция ПЗРО) и Na-бентонитом (буферная засыпка) происходит увеличение pH и содержания катионов Na^+ и Ca^{2+} в поровой влаге [14]. Это может отрицательно повлиять на противодиффузионные свойства глины в составе подстилающего экрана приповерхностного ПЗРО, увеличивая диффузию радионуклидов.

Согласно результатам исследования [14], образец глины месторождения «Марковское» (Гомельская область) обладает наилучшими сорбционными свойствами по отношению к ^{137}Cs среди образцов глин из семи белорусских месторождений. Для дальнейшего изучения влияния мине-

рализованной поровой влаги на диффузионные свойства глины по отношению к радионуклидам цезия и стронция использовался образец глины указанного месторождения. Согласно работе [15], глины имеют различный минеральный состав, от которого зависят их фильтрационные, сорбционные и диффузионные свойства.

Цель данной работы – исследование диффузии ^{137}Cs и ^{85}Sr в глине месторождения «Марковское» путем моделирования условий приповерхностного захоронения радиоактивных отходов.

Материалы и методы исследования. Для анализа диффузионных свойств использовали образец глины, отобранный в 2020 г. из промышленно разрабатываемого карьера месторождения «Марковское». Минеральный состав образца глины определяли методом рентгенофазового анализа на дифрактометре Ultima-N (Rigaku, Япония) с использованием CuK_α -излучения: диапазон съемки 2θ (2 – 70°), шаг $0,01$ – $0,02^\circ$, время накопления сигнала – не менее $0,3$ с на точку. Анализ результатов проводился согласно рекомендациям, описанным в [16; 17]. Количественный минеральный анализ осуществляли методом Ритвельда в программном пакете PROFEX GUI для BGMN (<http://www.bgm.de>) [17]. По результатам исследований установлен минеральный состав образца глины месторождения «Марковское» (далее – ГМ), мас.‰: монтмориллонит – $39,6$, иллит – $4,0$, каолинит – $12,7$, кварц – $34,3$, микроклин – $6,3$, альбит – $2,3$ и анатаз – $0,8$.

Изучение миграции ^{137}Cs и ^{85}Sr в образце ГМ проводили методом прямой диффузии в соответствии с методикой [12]. Для этого использовали диффузионные ячейки из нержавеющей стали с внутренним диаметром 47 мм (рис. 1).

Основными дозообразующими радионуклидами, вносящими вклад в активность низко- и среднеактивных РАО, являются ^{137}Cs и ^{90}Sr [5]. Для изучения диффузионных свойств образца глины по отношению к цезию и стронцию в данной работе использовали радионуклиды ^{137}Cs (период полураспада $T_{1/2} = 30,2$ года) и ^{85}Sr ($T_{1/2} = 64,85$ сут) соответственно. Применение ^{85}Sr связано с тем, что по химическим свойствам он является аналогом ^{90}Sr , однако выступает гамма-излучателем, что позволяет упростить (отсутствует необходимость выдержки растворов в течение определенного времени по сравнению со ^{90}Sr) и повысить точность измерений.

В экспериментах по изучению прямой диффузии ^{137}Cs или ^{85}Sr в образце глины использовали два типа растворов:

- 1) дистиллированную воду, имитирующую атмосферные осадки;
- 2) модельную минерализованную поровую влагу (далее – модельный минерализованный раствор, ММР), моделирующую химический состав поровой воды образца глины в случае проникновения атмосферных осадков в пункт захоронения радиоактивных отходов и их последовательного прохождения через материалы физических барьеров: бетон – Na-бентонит – бетон, полученную по методике, приведенной в работе [14].

В табл. 1 приведен катионный и анионный составы модельного минерализованного раствора с $\text{pH } 7,8 \pm 0,2$.

Перед началом экспериментов образец глины высушивали при температуре 105 ± 5 °С до постоянной массы, измельчали в ступке и просеивали через сито с размером ячеек 1 мм. Из полученного порошка глины отбирали навеску массой 90 г, увлажняли водой или ММР согласно методике, приведенной в [12], и оставляли на 24 ч для взаимодействия. По истечении

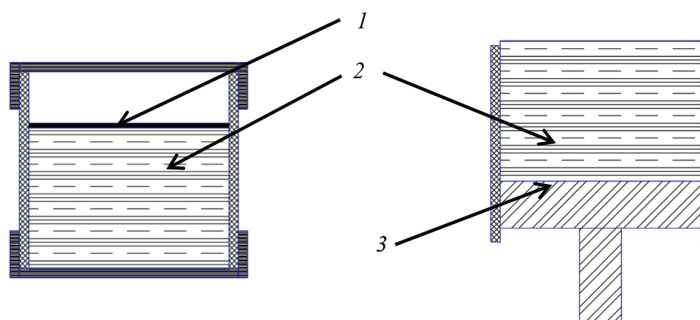


Рис. 1. Схема диффузионной ячейки: 1 – плоский источник; 2 – глина; 3 – поршень
Fig. 1. Schematic diagram of the diffusion cell: 1 – flat source; 2 – clay; 3 – piston

указанного времени навеску увлажненной глины небольшими порциями закладывали в ячейку (см. рис. 1, слева) и уплотняли до значения плотности 1400 кг/м^3 . Толщина уплотненного образца глины составляла 30 мм, диаметр – 47 мм. Затем на верхнее основание образца глины помещали диск из фильтровальной бумаги (далее – плоский источник), пропитанный раствором ^{137}Cs в количестве 10^{-8} моль (соответствует активности $4,4 \cdot 10^6$ Бк) или ^{85}Sr в количестве 10^{-10} моль (соответствует активности $7,4 \cdot 10^6$ Бк), и герметизировали ячейку крышкой.

Таблица 1. Состав модельного минерализованного раствора
 Table 1. Composition of the model mineralized solution

Катионный состав Cationic composition	Содержание в растворе, мг/дм ³ Content in solution, mg/dm ³	Анионный состав Anionic composition	Содержание в растворе, мг/дм ³ Content in solution, mg/dm ³
[Na ⁺]	243,4	[NO ₃ ⁻]	2,1
[K ⁺]	13,5	[Cl ⁻]	240,3
[Ca ²⁺]	95,3	[SO ₄ ²⁻]	299,1
[Mg ²⁺]	1,5	[HCO ₃ ⁻]	103,7

По истечении времени контакта образца глины с плоским источником (70 сут для ^{137}Cs и 10 сут для ^{85}Sr) ячейку разбирали, с торцов снимали крышки и устанавливали винтовой поршень. С его помощью постепенно выдавливали образец глины из ячейки (см. рис. 1, справа), делая срезы на слои толщиной ~ 1 мм (далее – слой), которые взвешивали и определяли толщину по формуле

$$h_i = \frac{m_i}{m} \cdot H, \quad (1)$$

где h_i – толщина i -го слоя образца глины, мм; m_i – масса i -го слоя образца глины, г; H – толщина уплотненного образца глины, мм; m – масса образца глины, г.

Затем слои образца глины высушивали до постоянной массы при температуре $105 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ в сушильном шкафу. Влажность (W , мас.%) каждого слоя образца глины и их сухую плотность (ρ_d , кг/м^3) определяли по формулам:

$$W = \frac{m_{1i} - m_{2i}}{m_{1i}} \cdot 100 \%, \quad (2)$$

$$\rho_d = \frac{m_{1i}}{(1 + 0,01W) \cdot V}, \quad (3)$$

где m_{1i} и m_{2i} – масса влажного и сухого слоя образца глины соответственно, кг; V – объем слоя образца, м³.

После этого в сухих слоях образца глины измеряли удельную активность ^{137}Cs или ^{85}Sr прямым спектрометрическим методом по линиям E_γ , равным 662 и 514 кэВ соответственно, с использованием универсального спектрометрического комплекса РУС-91М (Республика Беларусь). Значение кажущегося коэффициента диффузии (D_a) рассчитывали из наклона прямых, аппроксимирующих экспериментальные профили распределения диффундирующих радионуклидов ^{137}Cs или ^{85}Sr в образце глины месторождения «Марковское». Все эксперименты проводили в двукратной повторности при температуре $20 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$.

Результаты и их обсуждение. Согласно работам [2; 11], если среда, в которой диффундирует радионуклид, является гомогенной и изотропной, а миграция радионуклида протекает в x -направлении, то уравнение диффузии радионуклида может быть записано в следующем виде:

$$\frac{\partial C(x, t)}{\partial t} = D_a \frac{\partial^2 C(x, t)}{\partial x^2}, \quad (4)$$

где $C(x, t)$ – объемная активность радионуклида в пористой среде, Бк/м³; x – пространственная координата, м; t – время диффузии, с; D_a – кажущийся коэффициент диффузии, м²/с.

Решение уравнения (4) для тонкого плоского источника, в котором радионуклид распределен равномерно по площади поперечного сечения ($S, \text{м}^2$), при начальных $C(x=0, t=0) = C_0/(\delta(x) \cdot S)$ и граничных $C(x=\infty, t>0) = 0$ условиях имеет следующий вид [2; 12]:

$$C(x, t) = \frac{C_0}{S\sqrt{\pi D_a t}} \cdot \exp\left(-\frac{x^2}{4D_a t}\right), \quad (5)$$

где C_0 – активность радионуклида в тонком плоском источнике, Бк; $\delta(x)$ – дельта-функция Дирака.

Результаты исследования влажности (W , мас.%) и сухой плотности (ρ_d , кг/м^3) слоев образца глины, обработанного дистиллированной водой (далее – ДВ) или ММР, приведены в табл. 2.

Т а б л и ц а 2. Диапазон изменения значений влажности и сухой плотности слоев в образцах глины месторождения «Марковское», обработанных дистиллированной водой (ДВ) или модельным минерализованным раствором (ММР)

Table 2. Moisture content and dry density values range in the slices of the clay samples of the “Markovskoye” deposit treated with distilled water (DW) or a model mineralized solution (MMS)

Номер эксперимента Experiment number	Раствор для обработки образца глины Clay sample treatment solution	Радионуклид Radionuclide			
		^{137}Cs		^{85}Sr	
		Влажность слоев образца глины (W), мас.% Moisture of clay sample layers (W), wt.%	Плотность сухих слоев образца глины (ρ_d), кг/м^3 Density of dry clay sample layers (ρ_d), kg/m^3	Влажность слоев образца глины (W), мас.% Moisture of clay sample layers (W), wt.%	Плотность сухих слоев образца глины (ρ_d), кг/м^3 Density of dry clay sample layers (ρ_d), kg/m^3
1	ДВ	21,5–22,1	1417–1424	21,2–21,9	1419–1427
2	DW	21,8–22,3	1415–1420	21,6–22,2	1416–1423
1	ММР	21,7–22,4	1413–1422	21,8–22,3	1415–1420
2	MMS	21,9–22,5	1412–1419	21,4–21,9	1419–1419

Как видно из табл. 2, значения влажности и сухой плотности слоев в образце ГМ, обработанном ДВ и ММР, изменяются незначительно, что говорит о гомогенности распределения влаги в образце глины и его плотности. По данным [12; 18] пористую среду глины можно считать изотропной при рассмотрении диффузии радионуклида в направлении, перпендикулярном срезу ее слоев (x -направлении).

В результате экспериментов установлено, что образец ГМ толщиной 30 мм можно рассматривать в качестве бесконечной пористой среды, так как за время диффузии ^{137}Cs и ^{85}Sr (в течение 70 и 10 сут соответственно) данные радионуклиды не достигают нижней границы уплотненного образца глины. Полученные экспериментальные данные позволяют говорить о том, что диффузионное распределение ^{137}Cs или ^{85}Sr в образце ГМ от тонкого плоского источника должно описываться выражением (5). Такая зависимость реализуется в координатах $\ln C(x, t) - x^2/t$ или $\ln I(x, t) - x^2/t$, так как активность и скорость счета диффундирующего радионуклида пропорциональна его концентрации:

$$\ln I(x, t) = -\frac{x^2}{4D_a t} + \ln \frac{C_0}{S\sqrt{\pi D_a t}}, \quad (6)$$

где $I(x, t)$ – удельная скорость счета радионуклида в слое образца глины на расстоянии x (мм) от тонкого плоского источника, имп/с·см³.

На рис. 2 и 3 представлены диффузионные профили распределения радионуклидов ^{137}Cs и ^{85}Sr в образце ГМ, обработанном ДВ и ММР, в координатах $I(x, t) - x$ (см. рис. 2, а, с и рис. 3, а, с) и $\ln I(x, t) - x^2/t$ (см. рис. 2, b, d и рис. 3, b, d). Полученные данные представлены для одного эксперимента ввиду близости результатов двух параллельных экспериментов в пределах их погрешности.

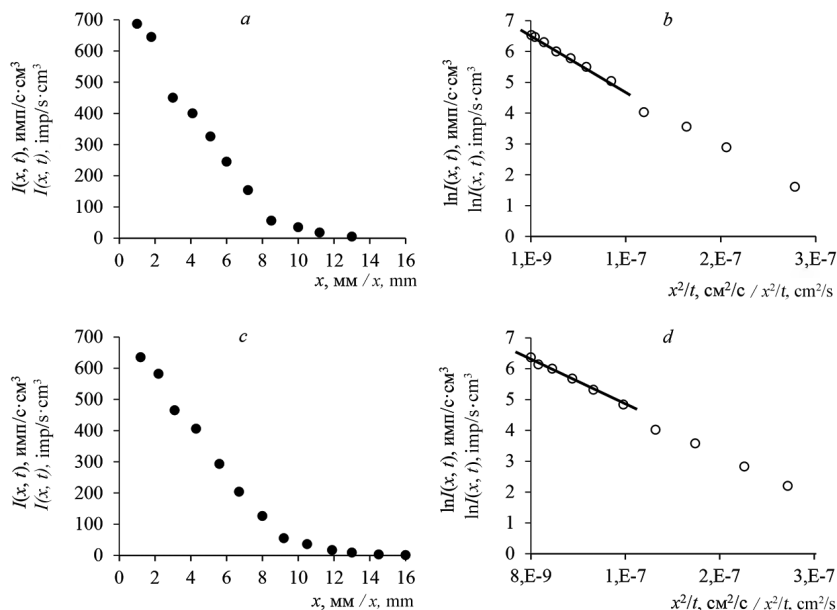


Рис. 2. Диффузионные профили распределения ^{137}Cs в образце глины месторождения «Марковское», обработанном дистиллированной водой (a, b) или модельным минерализованным раствором (c, d)

Fig. 2. Diffusion profiles of ^{137}Cs distribution in the clay sample of the “Markovskoye” deposit treated with distilled water (a, b) or model mineralized solution (c, d)

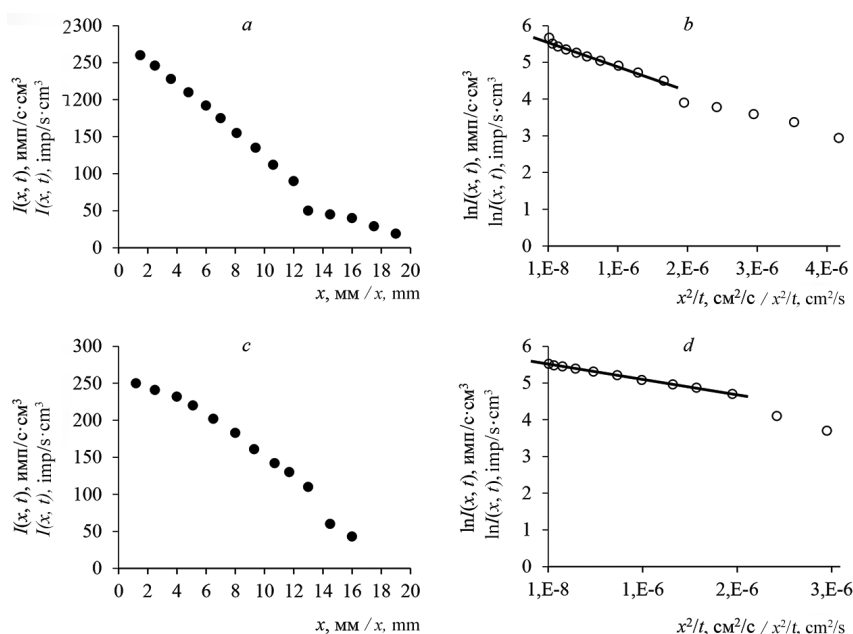


Рис. 3. Диффузионные профили распределения ^{85}Sr в образце глины месторождения «Марковское», обработанном дистиллированной водой (a, b) или модельным минерализованным раствором (c, d)

Fig. 3. Diffusion profiles of ^{85}Sr distribution in the clay sample of the “Markovskoye” deposit treated with distilled water (a, b) or model mineralized solution (c, d)

Как видно из рис. 2 и 3, диффузионные профили распределения ^{85}Sr менее крутые, чем данные профили ^{137}Cs в глине месторождения «Марковское», что свидетельствует о более быстрой миграции ^{85}Sr и более высоком значении кажущегося коэффициента диффузии (D_a) ^{85}Sr в ней.

Значение D_a радионуклидов ^{137}Cs и ^{85}Sr в образце ГМ находили с использованием экспериментальных профилей, представленных в координатах $\ln I(x, t) - x^2/t$ (см. рис. 2, b, d и 3, b, d). Полученные значения кажущегося коэффициента диффузии ^{137}Cs и ^{85}Sr для образца ГМ, обработанного ДВ или ММР, приведены в табл. 3.

Таблица 3. Значение кажущегося коэффициента диффузии (D_a) ^{137}Cs и ^{85}Sr для образца глины месторождения «Марковское», обработанного дистиллированной водой (ДВ) или модельным минерализованным раствором (ММР)

Table 3. Value of apparent diffusion coefficient (D_a) ^{137}Cs and ^{85}Sr for clay sample of «Markovskoye» deposit treated with distilled water (DW) or model mineralized solution (MMS)

Номер эксперимента Experiment number	Раствор для обработки образца глины Clay sample treatment solution	Средняя влажность слоя образца глины (W), мас.% Average moisture content of the clay sample layer (W), wt.%	Средняя плотность сухого слоя образца глины (ρ_d), кг/м ³ Average density of dry clay sample layer (ρ_d), kg/m ³	Время диффузии в образце глины, сут Diffusion time in the clay sample, days	Значение кажущегося коэффициента диффузии (D_a), м ² /с The value of the apparent diffusion coefficient (D_a), m ² /s	Среднее значение D_a , м ² /с The average value of D_a , m ² /s
^{137}Cs						
1	ДВ DW	21,8 ± 0,3	1420 ± 4	70	1,4 · 10 ⁻¹²	(1,5 ± 0,1) · 10 ⁻¹²
2		22,1 ± 0,2	1417 ± 3	70	1,6 · 10 ⁻¹²	
1	ММР MMS	22,0 ± 0,4	1417 ± 5	70	1,5 · 10 ⁻¹²	(1,6 ± 0,1) · 10 ⁻¹²
2		22,2 ± 0,3	1415 ± 4	70	1,7 · 10 ⁻¹²	
^{85}Sr						
1	ДВ DW	21,6 ± 0,3	1423 ± 4	10	3,6 · 10 ⁻¹¹	(3,8 ± 0,2) · 10 ⁻¹¹
2		21,9 ± 0,3	1420 ± 3	10	4,0 · 10 ⁻¹¹	
1	ММР MMS	22,1 ± 0,2	1417 ± 3	10	6,0 · 10 ⁻¹¹	(6,3 ± 0,3) · 10 ⁻¹¹
2		21,7 ± 0,2	1422 ± 3	10	6,6 · 10 ⁻¹¹	

Значения кажущегося коэффициента диффузии ^{137}Cs или ^{85}Sr для образца ГМ, обработанного ДВ или ММР, получены практически в одинаковых условиях (см. значения влажности и сухой плотности в табл. 3). Как видно, среднее значение D_a ^{85}Sr для образца ГМ при его обработке ДВ в 25 раз выше, чем среднее значение D_a ^{137}Cs , а при обработке ММР – в 39 раз выше, чем среднее значение D_a ^{137}Cs . С увеличением минерализации раствора среднее значение кажущегося коэффициента диффузии ^{85}Sr возрастает в 1,7 раза, а среднее значение D_a ^{137}Cs практически не меняется в пределах погрешности экспериментов. Полученный результат можно объяснить разным сорбционным поведением радионуклидов ^{137}Cs и ^{85}Sr на образце ГМ, что определяется структурными особенностями монтмориллонита, входящего в состав данного образца глины [13].

Согласно данным исследований [14; 19], сорбция ^{137}Cs на изученном образце глины выше по сравнению со ^{85}Sr и это связано тем, что ^{137}Cs сорбируется в основном на высокоселективных центрах сорбции [13], а ^{85}Sr – на низкоселективных центрах сорбции, которые не отдадут предпочтения какому-либо конкретному иону металла (неселективны) [19]. В связи с этим в основном за счет ионов Ca^{2+} (химический аналог стронция) и Na^+ , входящих в состав модельного минерализованного раствора, значительно возрастает конкуренция за места сорбции с ^{85}Sr на низкоселективных центрах сорбции образца ГМ [14], что и приводит к повышению значения D_a ^{85}Sr .

Заключение. Методом прямой диффузии в модельных условиях изучена миграция ^{137}Cs и ^{85}Sr в образце глины месторождения «Марковское» (Гомельская область) при сухой плотности 1400 кг/м³. Для исследований использовали дистиллированную воду (бессолевого раствор) и модельный минерализованный раствор с концентрацией Na^+ , K^+ , Ca^{2+} и Mg^{2+} соответственно 243,4; 13,5; 95,3 и 1,5 мг/дм³, который отражает химический состав поровой воды в глине в случае проникновения атмосферных осадков в ПЗРО и их последовательного прохождения через материалы физических барьеров: бетон (конструкция ПЗРО) – На-бентонит (буферная засыпка) – бетон (конструкция ПЗРО). По результатам экспериментов определены средние значения кажущихся коэффициентов диффузии ^{137}Cs и ^{85}Sr в образце глины месторождения «Марковское» при сухой плотности 1400 кг/м³, которые составили:

- для бессолевого порового раствора: D_a ^{137}Cs – $(1,5 \pm 0,1) \cdot 10^{-12}$ м²/с и D_a ^{85}Sr – $(3,8 \pm 0,2) \cdot 10^{-11}$ м²/с;
- для модельного минерализованного порового раствора: D_a ^{137}Cs – $(1,6 \pm 0,1) \cdot 10^{-12}$ м²/с и D_a ^{85}Sr – $(6,3 \pm 0,3) \cdot 10^{-11}$ м²/с.

Экспериментально установлено, что модельный минерализованный раствор практически не влияет на диффузию ^{137}Cs в образце глины, но значительно влияет на диффузию ^{85}Sr . Увеличение

минерализации порового раствора образца глины приводит к росту значения кажущегося коэффициента диффузии $D_a^{85\text{Sr}}$ в 1,7 раза, а значение $D_a^{137\text{Cs}}$ не изменяется в пределах погрешности экспериментов. Данный факт по изменению диффузии ^{85}Sr в глине необходимо учитывать при ее использовании в составе подстилающего экрана пункта захоронения низко- и среднеактивных отходов АЭС. Минерализация поровой влаги будет способствовать увеличению миграции ^{90}Sr (аналог ^{85}Sr), поэтому необходимо предусмотреть использование технологических решений, позволяющих ограничить или снизить доступ влаги в ПЗРО, а также увеличить время диффузии в глине посредством корректировки толщины подстилающего экрана.

Таким образом, проведенные исследования дополняют ранее полученные результаты [14] и подтверждают, что глина месторождения «Марковское» перспективна для использования в составе подстилающего экрана при строительстве пункта захоронения очень низко-, низко- и среднеактивных отходов. Она способна существенно снизить миграцию ^{137}Cs за пределы ПЗРО даже при увеличении минерализации поровой влаги при проникновении атмосферных осадков в зону захоронения РАО.

Список использованных источников

1. Applied geochemistry special issue on “Geochemistry of clays and clay rocks in the context of radioactive waste disposal” / A. Gautschi, I. Gaus, T. Gimmi [et al.] // *Applied Chemistry*. – 2019. – Vol. 105. – P. 127–129. <https://doi.org/10.1016/j.apgeochem.2019.05.001>
2. Диффузия и сорбция радия и стронция в слое пористого сорбента на основе гидроксипатита / А. В. Северин, А. В. Гопин, А. Н. Васильев, К. И. Еникеев // *Радиохимия*. – 2021. – Т. 63, № 1. – С. 54–58. <https://doi.org/10.31857/S0033831121010081>
3. Crovisier, J. L. Nature and role of natural alteration gels formed on the surface of ancient volcanic glasses. (Natural analogs of waste containment glasses) / J. L. Crovisier, T. Advocat, J. Dussossay // *Journal of Nuclear Materials*. – 2003. – Vol. 321, iss. 1. – P. 91–109. [https://doi.org/10.1016/S0022-3115\(03\)00206-X](https://doi.org/10.1016/S0022-3115(03)00206-X)
4. FUNMIG Integrated Project results and conclusions from a safety case perspective / B. Schwyn, P. Wersin, J. Rüedi [et al.] // *Applied Chemistry*. – 2012. – Vol. 27. – P. 501–525. <https://doi.org/10.1016/j.apgeochem.2011.09.018>
5. Жемжуров, М. Л. Техническая концепция захоронения очень низкоактивных, низкоактивных и короткоживущих среднеактивных отходов Белорусской АЭС / М. Л. Жемжуров, Н. Д. Кузьмина // *Весті Нацыянальнай акадэміі навук Беларусі. Серыя фізіка-тэхнічных навук*. – 2022. – Т. 67, № 1. – С. 105–118. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-1-105-118>
6. Анисимов, Н. А. Численное моделирование влагопереноса в конструкциях приповерхностного пункта захоронения радиоактивных отходов / Н. А. Анисимов, А. А. Куваев // *Радиоактивные отходы*. – 2022. – № 3 (20). – С. 97–106. <https://doi.org/10.25283/2587-9707-2022-3-97-106>
7. Варлакова, Г. А. Оценка противомиграционных свойств материалов для буферной засыпки приповерхностного хранилища радиоактивных отходов / Г. А. Варлакова, Е. Е. Осташкина, З. И. Голубева // *Радиохимия*. – 2013. – Т. 55, № 6. – С. 549–552.
8. Шарафутдинов, Р. Б. Моделирование диффузии радионуклидов из приповерхностных хранилищ жидких РАО / Р. Б. Шарафутдинов, О. Н. Уманова, В. И. Корж // *Ядерная и радиационная безопасность*. – 2008. – № 1. – С. 18–25.
9. Маковская, Н. А. Глины Республики Беларусь в качестве инженерных барьеров при захоронении радиоактивных отходов / Н. А. Маковская, Т. Г. Леонтьева, А. А. Баклай // *Весті Нацыянальнай акадэміі навук Беларусі. Серыя фізіка-тэхнічных навук*. – 2023. – Т. 68, № 3. – С. 252–264. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2023-68-3-252-264>
10. Сускин, В. В. Подходы к геомиграционному моделированию при оценке безопасности пункта захоронения РАО в расчетном комплексе GERA / В. В. Сускин, И. В. Капырин, К. А. Балдырев // *Радиоактивные отходы*. – 2023. – № 3 (24). – С. 117–125. <https://doi.org/10.25283/2587-9707-2023-3-117-125>
11. Overview of laboratory methods employed for obtaining diffusion coefficients in FEBEX compacted bentonite / M. Garcia-Gutiérrez, J. L. Cormenzana, T. Missana [et al.] // *Journal of Iberian Geology*. – 2006. – Vol. 32, № 1. – P. 37–53.
12. Baborová, L. Comparison of Sr transport in compacted homoionous Na and Ca bentonite using a planar source method evaluated at ideal and non-ideal boundary condition / L. Baborová, E. Viglošová, D. Vopálka // *Water*. – 2021. – Vol. 13. – P. 37–53. <https://doi.org/10.3390/w13111520>
13. Богатов, С. А. К вопросу выбора инженерных барьеров пункта приповерхностного захоронения РАО на примере сценария переполнения / С. А. Богатов, Г. Д. Неуважаев, В. Ю. Коновалов // *Вопросы радиационной безопасности*. – 2019. – № 3. – С. 3–14.
14. Влияние минерализованного раствора на защитные свойства глин при изоляции радиоактивных отходов / Н. А. Маковская, Т. Г. Леонтьева, А. А. Баклай, Д. А. Кузьмук // *Весті Нацыянальнай акадэміі навук Беларусі. Серыя фізіка-тэхнічных навук*. – 2024. – Т. 69, № 3. – С. 233–243. <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2024-69-3-233-243>
15. Использование глинистых материалов для создания защитных барьеров радиационно опасных объектов / К. В. Мартынов, Е. В. Захарова, А. Н. Дорофеев [и др.] // *Радиоактивные отходы*. – 2020. – № 3 (12). – С. 39–53. <https://doi.org/10.25283/2587-9707-2020-3-39-53>
16. Post, J. E. Rietveld refinement of crystal structures using powder X-ray diffraction data / J. E. Post, D. L. Bish // *Reviews in Mineralogy and Geochemistry*. – 1989. – Vol. 20, № 1. – P. 277–308.

17. Doebelin, N. Profex: a graphical user interface for the Rietveld refinement program BGMN / N. Doebelin, R. Kleeberg // *Journal of Applied Crystallography*. – 2015. – Vol. 48, part 5. – P. 1573–1580. <https://doi.org/10.1107/S1600576715014685>
18. Румынин, В. Г. Опыт изучения глинистых толщ и кристаллических массивов как геологических сред для окончательной изоляции РАО / В. Г. Румынин // *Радиоактивные отходы*. – 2017. – № 1 (1). – С. 42–53.
19. Diffusion of Na (I), Ca (II), Cs (I), Sr (II) and Eu (III) in smectite rich natural clay / Sharayu Karas, Sumit Kumar, R. K. Bajpai, B. S. Tomar // *Journal of Environmental Radioactivity*. – 2016. – Vol. 151, part 1. – P. 218–223. <https://doi.org/10.1016/j.jenvrad.2015.10.012>

References

1. Gautschi A., Gaus I., Gimmi T., Mazurek M., Wersin P., Cathelineau M., Bath A. Applied geochemistry special issue on “Geochemistry of clays and clay rocks in the context of radioactive waste disposal”. *Applied Chemistry*, 2019, vol. 105, pp. 127–129. <https://doi.org/10.1016/j.apgeochem.2019.05.001>
2. Severin A. V., Gopun A. V., Vasil'ev A. N., Enikeev K. I. Diffusion and sorption of radioactivity and strontium in a porous sorbent based on hydroxyapatite. *Radiochemistry*, 2021, vol. 63, no. 1, pp. 51–55. <https://doi.org/10.1134/s1066362221010082>
3. Crovisier J. L., Advocat T., Dussoray J. Nature and role of natural alteration gels formed on the surface of ancient volcanic glasses. (Natural analogs of waste containment glasses). *Journal of Nuclear Materials*, 2003, vol. 321, pp. 91–109. [https://doi.org/10.1016/S0022-3115\(03\)00206-X](https://doi.org/10.1016/S0022-3115(03)00206-X)
4. Schwyn B., Wersin P., Rüedi J., Schneider J., Altmann S., Missana T., Noseck U. FUNMIG Integrated Project results and conclusions from a safety case perspective. *Applied Geochemistry*, 2012, vol. 27, pp. 501–525. <https://doi.org/10.1016/j.apgeochem.2011.09.018>
5. Zhemzhurov M. L., Kuzmina N. D. Technical concept of disposal for very low-level, low-level and short-lived intermediate-level radioactive waste of the Belarusian NPP. *Vesti Natsyynal'nai akademii nauk Belarusi. Seriya fizika-tekhnichnykh nauk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2022, vol. 67, no. 1, pp. 105–118 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-1-105-118>
6. Anisimov N. A., Kyvaev A. A. Numerical modeling of moisture transfer in structures of a near-surface radioactive waste disposal facility. *Radioaktivnye othody = Radioactive Waste*, 2022, no. 3 (20), 97–106 (in Russian). <https://doi.org/10.25283/2587-9707-2022-3-97-106>
7. Varlakova G. A., Ostashkina E. E., Golybeva Z. E. Evaluation of the antimigration properties of materials for buffer filling of a near-surface radioactive waste repository. *Radiochemistry*, 2013, vol. 56, pp. 109–113. <https://doi.org/10.1134/s1066362214010214>
8. Sharafutdinov R. B., Umanova O. N., Korzh V. I. Modeling of radionuclide diffusion from near-surface liquid RW storage facilities. *Yadernaya i radiatsionnaya bezopasnost' = Nuclear and Radiation Safety*, 2008, no. 1, pp. 18–25 (in Russian).
9. Makovskaya N. A., Leontieva T. G., Baklay A. A. Clays of the Republic of Belarus as engineering barriers for disposal of radioactive waste. *Vesti Natsyynal'nai akademii nauk Belarusi. Seriya fizika-tekhnichnykh nauk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2023, vol. 68, no. 3, pp. 252–264 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2023-68-3-252-264>
10. Suskin V. V., Kapyrin I. V., Baldyrev K. A. Approaches to geomigration modeling for safety assessment of RAW disposal site in the GERA calculation complex. *Radioaktivnye othody = Radioactive Waste*, 2023, no. 3 (24), pp. 117–125 (in Russian). <https://doi.org/10.25283/2587-9707-2023-3-117-125>
11. Garcia-Gutiérrez M., Cormenzana J. L., Missana T., Mingarro M., Molinero J. Overview of laboratory methods employed for obtaining diffusion coefficients in FEBEX compacted bentonite. *Journal of Iberian Geology*, 2006, vol. 32, no. 1, pp. 37–53.
12. Baborová L., Viglošová D., Vopálka D. Comparison of Sr transport in compacted homoionous Na and Ca bentonite using a planar source method evaluated at ideal and non-ideal boundary condition. *Water*, 2021, vol. 13, pp. 37–53. <https://doi.org/10.3390/w13111520>
13. Bogatov S. A., Neuvazhaev G. D., Konovalov V. Yu. The issue of selection of engineering barriers of near-surface RW disposal facility on the example of overflow scenario. *Voprosy radiatsionnoi bezopasnosti = Radiation Safety Issues*, 2019, no. 3, pp. 3–14 (in Russian).
14. Makovskaya N. A., Leontieva T. G., Baklay A. A., Kuzmuk D. A. Effect of mineralized solution on protective properties of clays in radioactive waste isolation. *Vesti Natsyynal'nai akademii nauk Belarusi. Seriya fizika-tekhnichnykh nauk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical-technical series*, 2024, vol. 69, no. 3, pp. 233–243 (in Russian). <https://doi.org/10.29235/1561-8358-2024-69-3-233-243>
15. Martynov K. V., Zakharova E. V., Dorofeev A. N., Zubkov A. A., Prishchep A. A. Use of clay materials to create protective barriers for radiation hazardous facilities *Radioaktivnye othody = Radioactive Waste*, 2020, no. 3 (12), pp. 39–53 (in Russian). <https://doi.org/10.25283/2587-9707-2020-3-39-53>
16. Post J. E., Bish D. L. Rietveld refinement of crystal structures using powder X-ray diffraction data *Reviews in Mineralogy and Geochemistry*, 1989, vol. 20, no. 1, pp. 277–308.
17. Doebelin N., Kleeberg R. Profex: a graphical user interface for the Rietveld refinement program BGM. *Journal of Applied Chemistry*, 2015, vol. 48, part 5, pp. 1573–1580. <https://doi.org/10.1107/S1600576715014685>
18. Rumynin V. G. Experience in studying clay strata and crystalline massifs as geologic media for final isolation of RWs. *Radioaktivnye othody = Radioactive Waste*, 2017, no. 1 (1), pp. 42–53 (in Russian).
19. Karas Sharayu, Kumar Sumit, Bajpai P. K., Tomar B. S. Diffusion of Na (I), Ca (II), Cs (I), Sr (II) and Eu (III) in smectite rich natural clay. *Journal of Environmental Radioactivity*, 2016, vol. 151, part 1, pp. 218–233. <https://doi.org/10.1016/j.jenvrad.2015.10.012>