

Донецкий физико-  
технический  
институт  
им. А.А. Галкина



**Физика  
и Техника  
Высоких  
Давлений**

НАУЧНЫЙ ЖУРНАЛ  
ОСНОВАН В ЯНВАРЕ 1991 г.  
ВЫХОДИТ РАЗ В ТРИ МЕСЯЦА

**2** том 34  
**2024**

## Содержание

- МЕТЛОВ Л.С., ГОРДЕЙ М.М., ПЕТРЕНКО А.Г.* Модель отжига сплава Cu–Ag в терминах эффективной внутренней энергии..... 5
- САМОЛЕТОВ А.А.* Переключение динамических мод давлением. Численный эксперимент ..... 12
- НИКОЛАЕНКО Ю.М., ЭФРОС Н.Б., КОНОНЕНКО В.В., ОКУНЕВ В.Д.* Широкополосная фоточувствительность сопротивления поликристаллических образцов  $(\text{In}_2\text{O}_3)_{1-x} : (\text{SrO})_x$  в окрестности их высокорезистивного состояния ..... 21
- МЕТЛОВ Л.С.* Структурные и сегнетоэлектрические фазовые переходы в перовскитах при различных соотношениях критических температур ..... 28
- ОКУНЕВ В.Д., САМОЙЛЕНКО З.А., НИКОЛАЕНКО Ю.М., ДЬЯЧЕНКО Т.А., КОРНЕЕВЕЦ А.С., БУРХОВЕЦКИЙ В.В.* Ионно-звуковые волны и левитация потока частиц в магнетронной плазме: кластеризация плазмы и «замороженные» колебания в пленках  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_{3-x}$ ..... 37

|   |     |
|---|-----|
| <i>БУКИН Г.В., БУКИНА К.Г.</i> Исследование вращательной способности анизотропных пленок сверхвысокомолекулярного полиэтилена.....  | 51  |
| <i>ПОЛИЩУК В.С., АЛЁХОВ Ю.А., ПЕРЕСАДЧЕНКО А.Н.</i> Принципы создания модельных магнитно-абразивных порошков с прогнозируемыми свойствами.....  | 62  |
| <i>ВАРЮХИН Д.В., ТАРЯНИК Н.В., ЗАВОДОВСКИЙ В.Ф.</i> Повышение точности измерения магнитного поля сверхпроводникового соленоида .....  | 71  |
| <i>ЗАКАРЛЮКА С.В.</i> Сравнительный анализ влияния различных законов распределения напряжений натяжения по ширине неплоской полосы и несимметричности дефекта на параметры неплоскостности.....         | 79  |
| <i>РЯБИЧЕВА Л.А., БЕЛОЗИР И.И.</i> Остаточные напряжения при свободном дорновании отверстий в порошковых полых заготовках .....   | 90  |
| <i>СЕННИКОВА Л.Ф., ГАНГАЛО А.Н.</i> Термостабильность сплава АМЦ после разных схем пластической деформации .....  | 96  |
| <i>СТАРИКОВ Г.П., БОРИСЕНКО Э.В., МЕЛЬНИК Т.Н., ШАТОХИН С.В., ЯКИМЧУК Н.В.</i> Применение реологических моделей твердого тела к экспериментальному определению механических и кинетических свойств..... | 103 |
| <i>НОВИКОВ А.О., БОРИСЕНКО Э.В.</i> Результаты лабораторных испытаний по определению усилий для извлечения бесклеевых анкеров.....  | 115 |

## Contents

|   |    |
|---|----|
| <i>METLOV L.S., GORDEY M.M., PETRENKO A.G.</i> Model of anneal of the Cu–Ag alloy in terms of effective internal energy.....  | 5  |
| <i>SAMOLETOV A.A.</i> Switching dynamic modes by pressure. Numerical experiment .....   | 12 |
| <i>NIKOLAENKO Yu.M., EFROS N.B., KONONENKO V.V., OKUNEV V.D.</i> Wide-band photosensitivity of the resistance of polycrystal samples of $(\text{In}_2\text{O}_3)_{1-x} : (\text{SrO})_x$ in the vicinity of the high-resistance state.....  | 21 |
| <i>METLOV L.S.</i> Structural and ferrielectric phase transitions in perovskites at varied ratios of the critical temperatures.....   | 28 |
| <i>OKUNEV V.D., SAMOILENKO Z.A., NIKOLAENKO Yu.M., DYACHENKO T.A., KORNIEVETS A.S., BURKHOVETSKY V.V.</i> Ion-acoustic waves and levitation of a particle flow in magnetron plasma: clusterization of plasma and «frozen» oscillations in $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_{3-x}$ films..... | 37 |

|   |     |
|---|-----|
| <i>BUKIN G.V., BUKINA K.G.</i> Study of rotatory power of anisotropic films of super high molecular polyethylene .....  | 51  |
| <i>POLISHCHUK V.S., ALEKHOV Yu.A., PERESADCHENKO A.N.</i> Principles of modeling of magnetic abrasive powders with predictable properties.....  | 62  |
| <i>VARYUKHIN D.V., TARYANIK N.V., ZAVODOVSKII V.F.</i> Enhancement of the accuracy of the measuring of magnetic field of a superconducting solenoid .....   | 71  |
| <i>ZAKARLYUKA S.V.</i> Comparative analysis of the effect of laws of tension strain distribution over the width of a non-planar strip and asymmetry of a defect with respect to the parameters of non-flatness..... | 79  |
| <i>RYABICHEVA L.A., BELOZIR I.I.</i> Residual stress during free burnishing of holes in hollow powder billets.....  | 90  |
| <i>SENNIKOVA L.F., GANGALO A.N.</i> Thermal stability of the AMts alloy after different schemes of plastic deformation .....  | 96  |
| <i>STARIKOV G.P., BORISENKO E.V., MELNIK T.N., SHATOKHIN S.V., YAKIMCHUK N.V.</i> Application of rheological models of solids to experimental estimation of mechanical and kinetic features .....                   | 103 |
| <i>NOVIKOV A.O., BORISENKO E.V.</i> Results of laboratory testing of extraction loads for glueless anchors .....  | 115 |

PACS: 05.70.Ln, 64.70.Kb

Л.С. Метлов<sup>1,2</sup>, М.М. Гордей<sup>1,2</sup>, А.Г. Петренко<sup>2</sup>

## МОДЕЛЬ ОТЖИГА СПЛАВА Cu–Ag В ТЕРМИНАХ ЭФФЕКТИВНОЙ ВНУТРЕННЕЙ ЭНЕРГИИ

<sup>1</sup>Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина

<sup>2</sup>Донецкий государственный университет

Статья поступила в редакцию 7 мая 2024 года

*Развита компьютерная модель, описывающая изменение предела растворимости при отжиге закаленного сплава Cu–Ag в рамках неравновесной эволюционной термодинамики (НЭТ) в терминах эффективной внутренней энергии. Проанализированы некоторые аспекты, связанные с границами применения этой модели. Показано, что полученные результаты при определенных значениях параметров модели близки к экспериментальным данным на интересующем участке диаграммы состояния сплава.*

**Ключевые слова:** неравновесная эволюционная термодинамика, диффузионный отжиг, предел растворимости, эволюционное уравнение

### Введение

Для объяснения экспериментальных закономерностей, наблюдаемых при обработке твердых растворов серебра или олова в меди методами мегапластической деформации (МПД) [1,2], авторами был модифицирован подход НЭТ [3,4]. Одним из важнейших фундаментальных экспериментальных результатов и их теоретического описания в этом случае был выход содержания компонентов растворенного атома, а также дислокаций и границ зерен в процессе обработки раствора методом МПД на некоторое универсальное значение (стационарное состояние) [1–4]. Однако в рамках чисто теоретического описания не удалось получить полную картину явления, поскольку кривую отжига приходилось брать готовую из экспериментальных данных или из известных диаграмм состояния твердых растворов. Позже авторы предпринимали попытки построить эту кривую теоретически в рамках того же метода НЭТ [5,6]. Однако данная модель требует некоторых уточнений и более подробных разъяснений в некоторых аспектах.

Возможные структурные изменения, связанные с растворением атомов в твердом растворе, при такой постановке задачи не рассматривались, поскольку при низкой температуре количество диффундирующего компонента в  $\alpha$ -твердый раствор мало, и, следовательно, не может возникнуть какая-либо однородная упорядоченная структура.

При высоких температурах (в частности, при температурах, типичных для диффузионного отжига) протекает процесс разупорядочения, т.е. атомы легирующего компонента с одинаковой вероятностью могут занимать произвольные узлы в кристаллической решетке твердого раствора [7]. Соответственно во время последующей закалки, при достаточно быстром охлаждении неупорядоченное состояние сплава, свойственное ему при более высокой температуре, сохраняется и при более низкой [8]. Кроме того,  $\beta$ -фаза не выделяется из  $\alpha$ -твердого раствора в силу того, что диффузионное перераспределение, необходимое для зарождения и роста кристаллов  $\beta$ -фазы, не успевает произойти.

Обычно средняя энергия атома в кристалле меньше высоты потенциального барьера, однако вследствие случайного характера теплового движения всегда имеется некоторое количество атомов с энергией, достаточной для того, чтобы покинуть занимаемые ими узлы решетки. Поэтому отдельные атомы легирующего вещества, располагающиеся вблизи поверхности зерна, могут диффундировать в решетку растворителя ( $\alpha$ -фаза). Эти растворенные атомы могут также в процессе диффузии вернуться в свою фазу ( $\beta$ -фаза). Таким образом, в системе установятся два взаимно противоположно направленных потока, и в состоянии равновесия они будут равны между собой. Поэтому можем рассматривать примесные атомы в качестве точечных дефектов, проводя некоторую аналогию с вакансиями. Заметим, что количество дефектов атомарного уровня может регулироваться тепловым движением, а именно при каждой конкретной температуре существует определенное равновесное количество точечных дефектов.

Подчеркнем, что в данной работе не идет речь об описании обработки сплава Cu–Ag методами МПД в рамках НЭТ – это было сделано авторами ранее [1,2]. Но в этих работах кривую отжига не строили теоретически, а брали из эксперимента. Теоретическое описание кривой отжига в работах [3,4] базировалось на классических представлениях о минимуме свободной энергии, в настоящей же статье рассматриваем возможность построения этой кривой в рамках НЭТ в терминах максимума эффективной внутренней энергии.

## 1. Теоретическая часть

Для нахождения стационарного значения плотности дефектов (примесных атомов) воспользуемся принципом экстремальности эффективной внутренней энергии в рамках НЭТ [9]. Поскольку равновесная (стационарная) эффективная энергия дефекта  $\varphi_{\text{eq}}$  по сути является измеряемой величиной, ее можно считать еще одним дополнительным параметром теории, который можно найти из эксперимента. В таком случае эффективную внутреннюю энергию можно определить в виде

$$\bar{u}(h_L) = u - \varphi_{\text{eq}} h_L, \quad (1)$$

или с учетом разложения по степеням плотности дефектов  $h_L$  самой внутренней энергии  $u$  [5]:

$$\bar{u}(h_L) = u_0 + \varphi_0 h_L - \frac{1}{2} \varphi_1 h_L^2 - \varphi_{\text{eq}} h_L, \quad (2)$$

где  $u_0$  – внутренняя энергия бездефектной фазы,  $\varphi_0$  – упругая энергия, связанная с искажением решетки одним замещенным изолированным атомом,  $\varphi_1$  – уменьшение энергии данного атома за счет расслабляющего влияния остальных примесных атомов,  $\varphi_{\text{eq}}$  – энергия примесного атома в стационарном состоянии.

Далее, следуя стандартной процедуре НЭТ, записываем кинетическое уравнение, а именно уравнение типа Ландау–Халатникова:

$$\frac{\partial h_L}{\partial t} = \gamma \frac{\partial \bar{u}}{\partial h_L}. \quad (3)$$

Подставляя выражение для эффективной внутренней энергии, получаем искомое кинетическое уравнение. Здесь кинетический коэффициент  $\gamma$  отвечает за скорость выхода на равновесное состояние (скорость релаксации):

$$\frac{\partial h_L}{\partial t} = \gamma (\varphi_0 - \varphi_1 h_L - \varphi_{\text{eq}}). \quad (4)$$

Можем найти общее решение для данного дифференциального уравнения в виде

$$h_L = \frac{\varphi_0 - \varphi_{\text{eq}}}{\varphi_1} + C e^{-\gamma \varphi_1 t}. \quad (5)$$

Константу интегрирования  $C$  определим из условия  $h_L = h_0$  при  $t = 0$ , где  $h_0$  является концентрацией примесного атома в растворе в начальный момент времени.

В результате решение примет вид

$$h_L = \frac{\Delta \varphi}{\varphi_1} + \left( h_0 - \frac{\Delta \varphi}{\varphi_1} \right) e^{-\gamma \varphi_1 t}, \quad \Delta \varphi = \varphi_0 - \varphi_{\text{eq}}. \quad (6)$$

Плотность дефектов  $h_{LC}$ , соответствующую стационарному состоянию, находим из выражения

$$h_{LC} = \frac{\Delta \varphi}{\varphi_1}. \quad (7)$$

Как можем видеть из диаграммы состояния сплава Cu–Ag (рис. 1) из работы [10], при повышении температуры увеличивается предел растворимости атомов серебра в меди вплоть до начала плавления сплава и сосуществования жидкой и твердой фаз при эвтектической температуре. Такое увеличение предела растворимости может быть связано с тепловым расширением. При повышении температуры увеличивается кинетическая энергия атомов в узлах кристаллической решетки, что, в свою очередь, приводит к росту ам-

плитуды колебаний около положения равновесия. В результате среднее расстояние между атомами увеличивается, что связано с несимметричностью энергии взаимодействия между атомами.

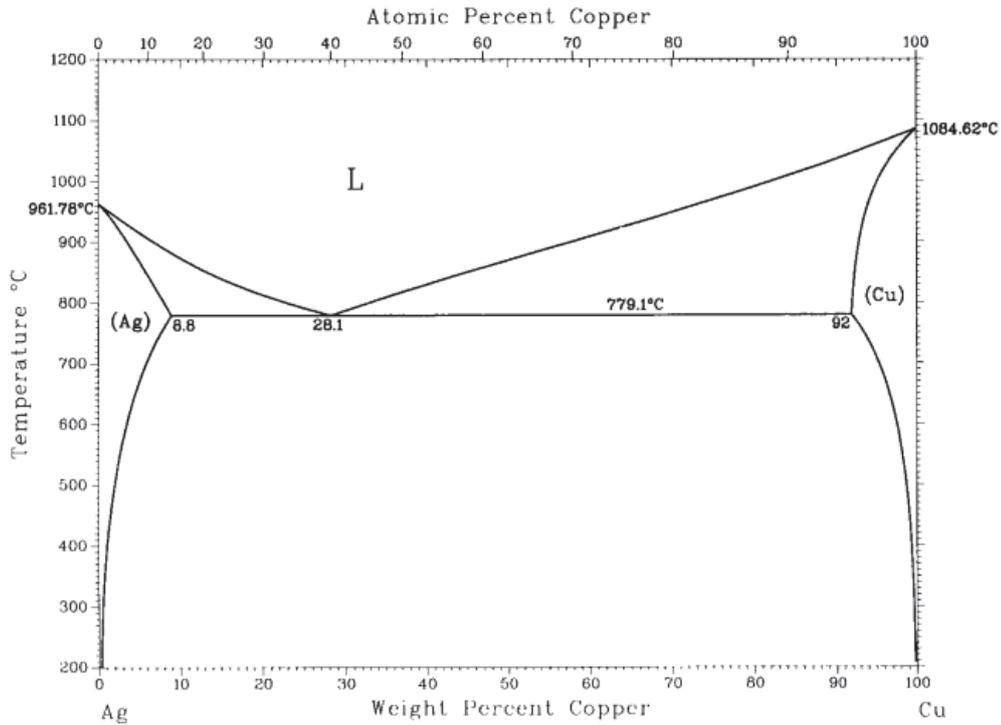


Рис. 1. Диаграмма состояний сплава Cu–Ag [10]

Исходя из всего сказанного выше, в качестве упрощения на данной стадии решения проблемы можем выбрать следующую температурную зависимость коэффициентов модели:

$$\begin{aligned} \Delta\varphi &= \Delta\varphi' - \alpha_1 T + \alpha_2 T^2, \\ \varphi_1 &= \varphi_1' - \beta T, \end{aligned} \quad (8)$$

где  $\Delta\varphi'$ ,  $\varphi_1'$  – соответствующие значения энергии  $\Delta\varphi$ ,  $\varphi_1$  при абсолютном нуле;  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$ ,  $\beta$  – некоторые новые коэффициенты теории.

Из написанного выше следует, что основным механизмом насыщения матрицы растворителя примесными атомами является их диффузия в твердый раствор, а основным механизмом диффузии в твердый раствор – взаимный обмен атомов местами на границе фаз. Соответственно скорость выхода на стационарное состояние, по аналогии с коэффициентом диффузии, должна носить активационный характер. Следовательно, кинетический коэффициент  $\gamma$  можем определить в виде

$$\gamma = \gamma_D \exp\left(-\frac{Q_D}{kT}\right). \quad (9)$$

Энергией активации диффузии является в нашем случае энергия, необходимая для преодоления атомом серебра потенциального барьера при обмене местами с атомом меди.

Выше предполагалось, что в сплаве общее количество примесных атомов превышает число атомов, способных раствориться в твердом растворе меди. Случай, когда это условие не выполняется в данной модели, можем задать условием  $h_L = h_{all}$  при  $h_L \geq h_{all}$ , где  $h_{all}$  — общая концентрация легирующего вещества в сплаве.

Таким образом, общую систему уравнений можно записать в виде

$$h_L = \begin{cases} \frac{\Delta\varphi}{\varphi_1} + \left( h_0 - \frac{\Delta\varphi}{\varphi_1} \right) e^{-\gamma\varphi_1 t}, & h_L < h_{all} \\ h_{all}, & h_L \geq h_{all} \end{cases} \quad (10)$$

## 2. Результаты и обсуждение

Как можем видеть из рис. 2,а, предлагаемая модель физически верна только при  $T > 300^\circ\text{C}$ . Однако из рис. 2,б следует, что скорость выхода на стационарное состояние при  $T < 300^\circ\text{C}$  крайне мала и, значит, в силу крайне низкой скорости диффузии система эволюционирует к стационарному состоянию при заданной температуре за неизмеримо большие промежутки времени. Поэтому в качестве нижней границы теории будем считать такую температуру, при которой установление стационарного количества примесных атомов при заданной температуре посредством диффузии в твердый раствор достигается за измеримые промежутки времени. Для рассматриваемого сплава примем данную температуру равной  $300^\circ\text{C}$ . Нахождение зависимости энергетических коэффициентов от температуры для согласования результатов на всем промежутке измерений оставим на более поздний срок.

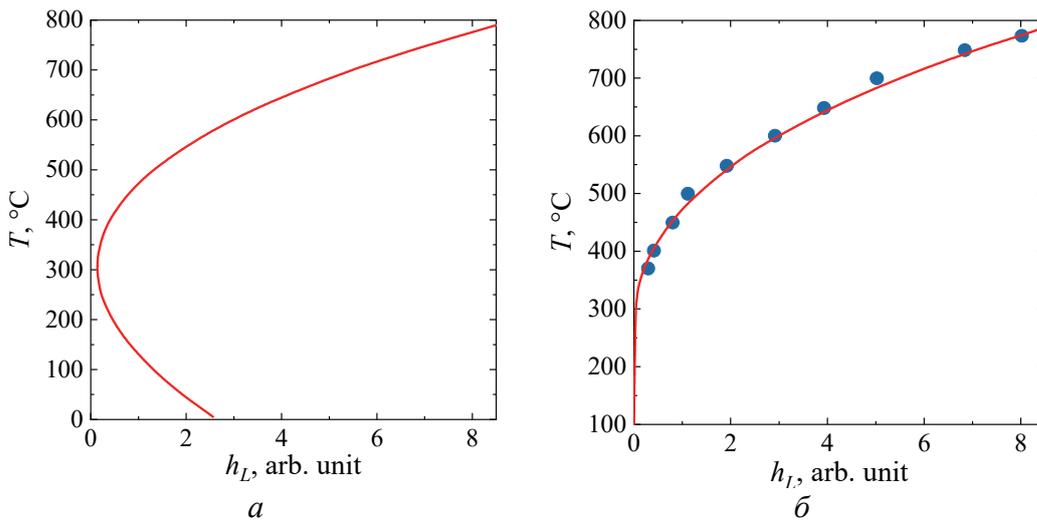
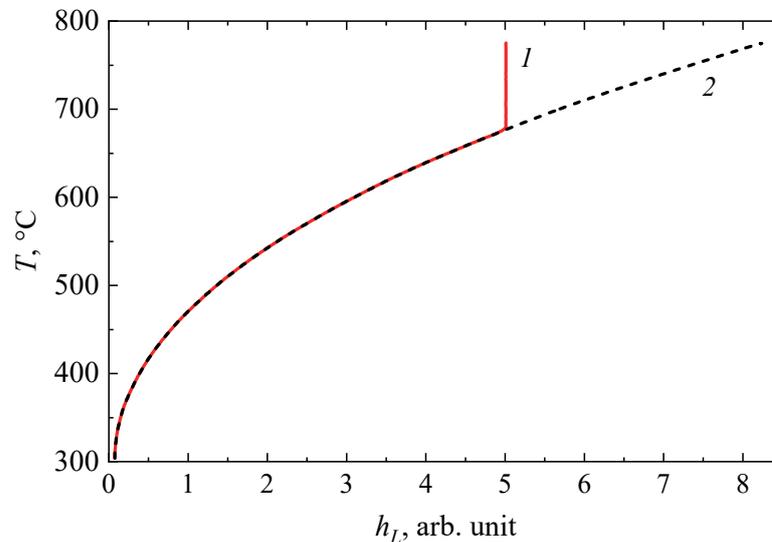


Рис. 2. Зависимость стационарного значения плотности дефектов  $h_L$  от температуры: а –  $\gamma = \text{const}$ ; б –  $\gamma = \gamma(T)$  (точки – экспериментальные данные из работы [2])

В качестве верхней границы применения модели установим эвтектическую температуру, которая для данного сплава составляет  $779^{\circ}\text{C}$ . График с учетом этих границ представлен на рис. 3 (кривая 2).



**Рис. 3.** Зависимость стационарного значения плотности дефектов  $h_L$  от температуры: 1 – количество примесных атомов меньше предела растворимости; 2 – стандартная кривая с учетом границ

Установив общую концентрацию легирующего компонента в сплаве  $h_{\text{all}} = 5$  и начальную концентрацию примесных атомов в растворе  $h_0 = 0.001$ , можем смоделировать ситуацию, когда количество примесных атомов недостаточно для выхода на стационарные состояния, соответствующие высоким температурам. В результате компьютерного моделирования получим кривую 1 на рис. 3.

### Заключение

В рамках подхода НЭТ в терминах эффективной внутренней энергии получено аналитическое решение кинетического уравнения, моделирующее эволюцию системы до некоторого стационарного состояния, определяющегося температурой. Проведены компьютерные эксперименты, показывающие, что предложенная модель хорошо согласуется с экспериментальными данными при температуре выше  $300^{\circ}\text{C}$ .

Для обоснования модели необходимо уточнение зависимости энергетических коэффициентов  $\varphi_0$  и  $\varphi_1$  от температуры, исходя из микроскопических теорий или с привлечением методов молекулярной динамики.

1. *B.B. Straumal, A.R. Kilmametov, Y. Ivanisenko, L. Kurmanaeva, B. Baretzky, Y.O. Kucheev, P. Zieba, A. Korneva, D.A. Molodov, Mater. Lett.* **118**, 111 (2014).

2. B.B. Straumal, A.R. Kilmametov, B. Baretzky, O.A. Kogtenkova, P.B. Straumal, L. Lityńska-Dobrzyńska, R. Chulist, A. Korneva, P. Zieba, Acta Mater. **195**, 184 (2020).
3. L.S. Metlov, M.M. Gordey, J. Phys. Conf. Ser. **2052**, 012026 (2021).
4. Л.С. Метлов, М.М. Гордей, ФТВД **32**, № 1, 37 (2022).
5. Л.С. Метлов, М.М. Гордей, Сборник научных трудов XIV Всероссийской научной конференции с международным участием «Химическая термодинамика и кинетика» (2024).
6. М.М. Гордей, Л.С. Метлов, Вестник НовГУ № 1(135), 123 (2024).
7. А.Г. Хачатурян, Теория фазовых превращений и структура твердых растворов, Наука, Москва (1974).
8. И.И. Новиков, Теория термической обработки металлов, Metallurgia, Москва (1974).
9. L.S. Metlov, Phys. Rev. **E90**, 022124 (2014).
10. P.R. Subramanian, J.H. Perepezko, JPE **14**, 62 (1993).

L.S. Metlov, M.M. Gordey, A.G. Petrenko

#### MODEL OF ANNEAL OF THE Cu–Ag ALLOY IN TERMS OF EFFECTIVE INTERNAL ENERGY

A computer model is developed that describes modification of the solubility limit in the course of anneal of the quenched Cu–Ag alloy within the frameworks of non-equilibrium evolutionary thermodynamics (NEET) in terms of the effective internal energy. Some aspects related to the borders of application of the model are analyzed. It is shown that the obtained results are close to the experimental data at certain values of the parameters within the area of interest on the state diagram of the alloy.

**Keywords:** non-equilibrium evolutionary thermodynamics, diffusional anneal, limit of solubility, evolution equation

**Fig. 1.** State diagram of the Cu–Ag alloy [10]

**Fig. 2.** Temperature dependence of the stationary density of defects  $h_L$ :  $a - \gamma = \text{const}$ ;  $\bar{b} - \gamma = \gamma(T)$  (the points mark experimental data [2])

**Fig. 3.** Temperature dependence of the stationary density of defects  $h_L$ :  $l$  – the amount of doping atoms is below the limit of solubility; 2 – standard curve with respect to boundaries

PACS: 02.70, 05.20, 05.70.Ln, 87.14.Gg

А.А. Самолетов

## ПЕРЕКЛЮЧЕНИЕ ДИНАМИЧЕСКИХ МОД ДАВЛЕНИЕМ. ЧИСЛЕННЫЙ ЭКСПЕРИМЕНТ

Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина

Статья поступила в редакцию 27 мая 2024 года

*Проанализирована и проверена в численных экспериментах динамика модельной системы, помещенной в контейнер под давлением. Доказано, что уравнения движения обладают свойством эргодичности для выбранной плотности распределения вероятностей. Экспериментально установлено, что в результате приложения некоторого дополнительного давления исследуемая система переходит в новый динамический режим и остается в этом состоянии после сброса давления до начального значения.*

**Ключевые слова:** давление, динамический режим, бимодальная плотность, выражение температуры

### Введение

Метод вывода уравнений движения, использованный в статье [1], является актуальным, его разновидности широко используются в текущей литературе и находят применение в современных прикладных исследованиях.

Приведем несколько примеров. Динамическая генерация выборок из желаемого распределения вероятностей:

- имеет первостепенное значение для вычислительной статистики, применяется в машинном обучении и анализе массивов данных [2–6];

- используется в оптимизации, в том числе минимизация ошибок лежит в основе машинного обучения [7,8]. Рассмотрение градиентных систем имеет свои особенности и требует отдельного рассмотрения [9]. В этом случае процесс генерации статистических выборок можно использовать для минимизации соответствующей потенциальной функции, что актуально в случае большого числа переменных величин;

- конечно же, имеет первостепенное значение в методе молекулярной динамики для изучения свойств данного вещества при постоянной температуре [4,10–13];

- используется в других областях [2,14,15].

Уже эти немногие примеры служат мотивацией для создания и изучения новых методов динамической генерации выборок из желаемого статистического распределения.

Данная работа основана на результатах, полученных в статье [1], является их продолжением и дополнением. Тема работы – исследование свойств уравнений движения модельной системы (уравнения движения (2) в статье [1]) и выполнение численных экспериментов с целью проверки теоретических результатов и наглядного представления кинетических процессов, протекающих в данной системе. Это подразумевает численную проверку требуемого свойства эргодичности движения для заданной плотности распределения вероятностей, а также зависимость характера динамического режима системы от параметра давления.

### 1. Анализ уравнений движения

В статье [1] для модельной системы в контейнере с флуктуирующим объемом были получены следующие уравнения движения, которые нам предстоит исследовать и симулировать в дальнейшем:

$$\begin{aligned} \dot{q} &= \frac{p}{m} + \varphi_q(q, p, \vartheta)(PV - \vartheta), \\ \dot{p} &= -\frac{dW(q)}{dq} + \varphi_p(q, p, \vartheta)(PV - \vartheta), \\ \dot{V} &= -\left[ \varphi_q(q, p, \vartheta) \frac{dW(q)}{dq} + \varphi_p(q, p, \vartheta) \frac{p}{m} \right] V - \lambda V, \\ \dot{\lambda} &= \mu(PV - \vartheta) - \gamma\lambda + \sqrt{2\mu\gamma\vartheta}\xi(t), \end{aligned} \quad (1)$$

где  $\xi(t)$  – стандартный процесс белого шума, параметры  $\mu > 0$ ,  $\gamma > 0$ ,  $m > 0$ ,  $\vartheta > 0$ , а векторное поле  $\Phi = \{\varphi_q(q, p, \vartheta), \varphi_p(q, p, \vartheta)\}$  удовлетворяет условию несжимаемости:

$$\nabla \cdot \Phi = \frac{\partial}{\partial q} \varphi_q(q, p, \vartheta) + \frac{\partial}{\partial p} \varphi_p(q, p, \vartheta) = 0. \quad (2)$$

В остальном выбор функций  $\varphi_q(q, p, \vartheta)$  и  $\varphi_p(q, p, \vartheta)$  оставляет некоторый произвол.

Уравнения движения (1) представляют следующие свойства. Плотность распределения вероятностей

$$\sigma(p, q, V, \lambda) \propto \exp \left\{ -\frac{1}{\vartheta} \left[ \frac{p^2}{2m} + W(q) + PV + \frac{\lambda^2}{2\mu} \right] \right\} \quad (3)$$

инвариантна для этих уравнений движения. В частности, законна идентификация:  $\vartheta = k_B T$ , где  $k_B$  – постоянная Больцмана,  $T$  – температура. Свойство инвариантности доказывается непосредственным вычислением, т.е. подстановкой выражения  $\sigma(p, q, V, \lambda)$  в уравнение Фоккера–Планка, соответствующее стохастическим уравнениям движения (1). Инвариантная плотность  $\sigma(p, q, V, \lambda)$  демонстрирует, что в равновесии (свойство эргодичности до-

стигается присутствием стохастического возмущения в уравнениях движения  $\lambda$  и численно проверяется в дальнейшем) величины  $(p, q)$  и  $(V, \lambda)$  статистически независимы. Однако в динамике, в уравнениях движения (1), все динамические переменные являются взаимно зависимыми, связанными нелинейным взаимодействием.

В основе каждой схемы динамического контроля статистического ансамбля лежит определенная функция выражения температуры [16–19]. Согласно работе [1] уравнениям движения (1) отвечает следующее выражение температуры:

$$\Theta(q, p, \lambda, \vartheta) = - \left[ \varphi_p(q, p, \vartheta) \frac{p}{m} + \varphi_q(q, p, \vartheta) W'(q) \right] \vartheta - \lambda \vartheta - \gamma \left( \frac{\lambda^2}{\mu} - \vartheta \right). \quad (4)$$

Необходимое для этого условие проверяем непосредственным вычислением статистических средних с плотностью распределения вероятностей  $\sigma(p, q, V, \lambda)$ :

$$E_{\sigma} \left\{ \varphi_p(q, p, \vartheta) \frac{p}{m} + \varphi_q(q, p, \vartheta) W'(q) \right\} = 0, \\ E_{\sigma} \left\{ \frac{\lambda^2}{\mu} - \vartheta \right\} = 0.$$

Соответствующие вычисления не представляют труда.

Для дальнейшего исследования, особенно для численного моделирования динамических уравнений (1), необходимо задать функции  $\varphi_q(q, p, \vartheta)$ ,  $\varphi_p(q, p, \vartheta)$ . Есть несколько разумных способов сделать выбор, и самый простой из них – положить

$$\varphi_q(q, p, \vartheta) = cq, \quad \varphi_p(q, p, \vartheta) = -cp, \quad (5)$$

где  $c$  – постоянная величина. Такой выбор приводит к замечательным следствиям, а именно:

$$\varphi_p(q, p, \vartheta) \frac{p}{m} + \varphi_q(q, p, \vartheta) W'(q) = -c \frac{p^2}{m} + cq W'(q) = \\ = -c \left[ \left( \frac{p^2}{m} - \vartheta \right) - (q W'(q) - \vartheta) \right].$$

Выражение температуры (4) приобретает вид

$$\Theta(q, p, \lambda, \vartheta) = -c \left[ \left( \frac{p^2}{m} - \vartheta \right) - (q W'(q) - \vartheta) \right] \vartheta - \lambda \vartheta - \gamma \left( \frac{\lambda^2}{\mu} - \vartheta \right), \quad (6)$$

где  $\left( \frac{p^2}{m} - \vartheta \right)$  и  $(q W'(q) - \vartheta)$  сами являются соответственно кинетическим и

конфигурационным выражениями температуры. Таким образом, получаем комбинацию двух выражений температуры, что совмещает два масштаба

времени в эволюции динамической системы (1). Термализация в конфигурационном пространстве – типично более медленный процесс по сравнению с термализацией импульсных переменных [20].

Новые возможности возникнут, если дополнительно положим

$$\varphi_q(q, p, \vartheta) = cq + \varphi_q(p, \vartheta), \quad \varphi_p(q, p, \vartheta) = -cp + \varphi_p(q, \vartheta)$$

так, что добавленные функции, возможно, представят альтернативные к приведенным ранее функциям температуры. Остановимся на выборе выражения (5).

В данной работе, как и в статье [1], рассматриваются выражения температуры в виде многочленов первой степени по параметру  $\vartheta$  с коэффициентами – локальными функциями фазовых переменных. Это обстоятельство приводит к марковскому характеру динамики.

## 2. Отступление

В системе уравнений (1) фигурирует флуктуирующее во времени уравнение состояния идеального газа, а именно выражение  $PV - \vartheta$ , являющееся в то же время функцией выражений температуры:  $\Theta_V = PV - \vartheta$ . В общем случае допустимо рассматривать, например, выражения температуры вида

$$\Theta_V = P\psi(V) - \vartheta \frac{d}{dV} \psi(V) = \left( P - \vartheta \frac{d}{dV} \right) \psi(V),$$

где  $\psi(0) = 0$  и  $\psi(V)$  растет на бесконечности не быстрее, чем полином. Как частный случай, допустимо взять функцию

$$\psi(V) = V \exp \left( B_2 V^{-1} + \frac{1}{2} B_3 V^{-2} + \dots \right)$$

так, что функция выражения температуры соответствует уравнению состояния неидеального газа

$$\frac{P}{\vartheta} = \frac{1}{V} - B_2 \frac{1}{V^2} - B_3 \frac{1}{V^3} - \dots$$

Ограничимся здесь констатацией этого наблюдения.

## 3. Численные эксперименты

Исследуем свойства системы уравнений движения (1) методом численного моделирования. Фокусируемся на двух аспектах: 1) проверке требуемого свойства эргодичности движения; 2) зависимости характера динамических процессов от значения параметра давления  $P$ , проверке возможности сменить динамическую моду, временно приложив повышенное давление.

### 3.1. Сборка динамической системы

Прежде всего представим систему уравнений движения (1) в конкретном виде, удобном для содержательного численного моделирования:

$$\begin{aligned} \dot{q} &= \frac{p}{m} + cq\Theta_V, \\ \dot{p} &= F(q) - cp\Theta_V, \\ \dot{V} &= c \left[ qF(q) + \frac{p^2}{m} \right] V - \lambda V, \\ \dot{\lambda} &= \mu\Theta_V - \gamma\lambda + \sqrt{2\mu\gamma\vartheta}\xi(t), \end{aligned} \quad (7)$$

где функции  $\varphi_q(q, p, \vartheta)$ ,  $\varphi_p(q, p, \vartheta)$  заданы уравнениями (5) и введены обозначения

$$F(q) = -\frac{dW(q)}{dq}, \quad \Theta_V = PV - \vartheta.$$

Рассмотрим асимметричное бимодальное распределение по переменной  $q$ . Соответствующая плотность распределения вероятностей имеет два пика разной высоты, что отвечает наличию двух минимумов функции  $W(q)$  различной величины. Положим

$$W(q) = -2q - 2q^2 + \frac{1}{4}q^4. \quad (8)$$

Соответственно

$$F(q) = 2 + 4q - q^3. \quad (9)$$

На рис. 1 для наглядности приведены графики функций  $W(q)$  и  $F(q)$ , заданных соответственно уравнениями (8) и (9). Функция  $W(q)$  имеет вид асимметричной двойной ямы.

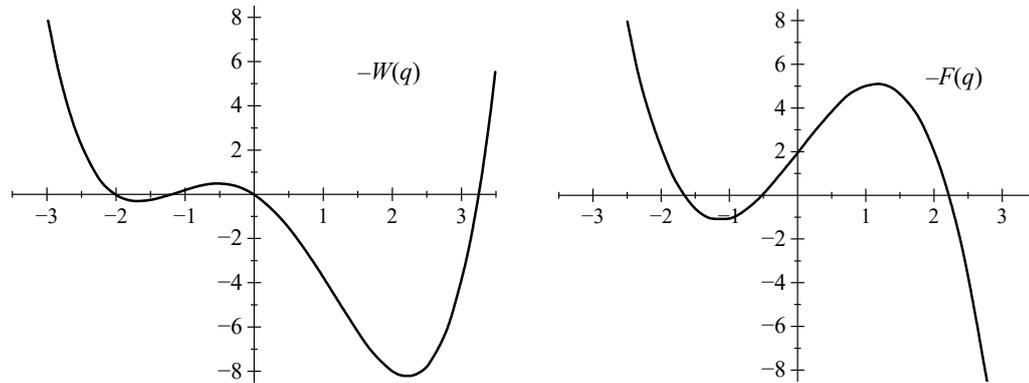


Рис. 1. Графики функций  $W(q)$  и  $F(q)$ , заданных соответственно уравнениями (8) и (9)

### 3.2. Симуляции

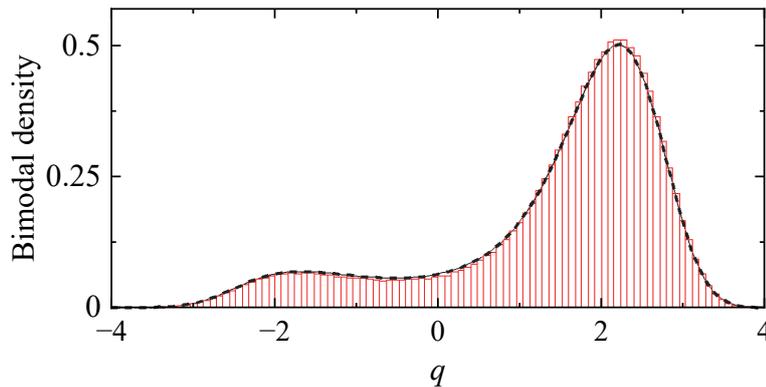
В динамической системе (7) зафиксируем следующие значения параметров:  $m = 1$ ,  $c = 1$ ,  $\mu = 1$ ,  $\gamma = 10$ . Во всех численных симуляциях эти значения будут оставаться неизменными.

Проверим, что уравнения движения (7) действительно генерируют ожидаемую равновесную статистику с бимодальной плотностью:

$$\sigma_q = Z^{-1} \exp \left\{ -\frac{1}{9} \left( -2q - 2q^2 + \frac{1}{4}q^4 \right) \right\}, \quad (10)$$

где  $Z = \int_{-\infty}^{\infty} \exp \left\{ -\frac{1}{9} \left( -2q - 2q^2 + \frac{1}{4}q^4 \right) \right\} dq \approx 15.7$  – нормировочный интеграл.

С этой целью выполним симуляцию уравнений (10) на достаточно длительном временном интервале  $t_{\max} = 10^6$  при значениях параметров  $\vartheta = 4$  и  $P = 1$ . Результат представлен на рис. 2 и ясно демонстрирует, что динамическая генерация выборок равновесной статистики (гистограмма, представленная в красном цвете) на достаточно длительном, но все же ограниченном временном интервале практически совпадает с аналитической кривой (черная штриховая кривая). Этот численный результат является подтверждением свойства эргодичности исследуемой динамической системы, необходимого для дальнейшего исследования уравнений движения (1) и (7).



**Рис. 2.** Плотность распределения вероятностей, полученная в результате численного интегрирования уравнений движения (7) ( $t_{\max} = 10^6$ ,  $\vartheta = 4$ ,  $P = 1$ ; гистограмма представлена в красном цвете), построена на фоне теоретической равновесной плотности (10) (черная штриховая кривая). Совпадение почти идеальное

Следующей и основной для данной работы задачей является вопрос о влиянии параметра  $P$  (давления) на характер динамических процессов, протекающих в изучаемой системе при постоянном значении параметра  $\vartheta$  (температуры).

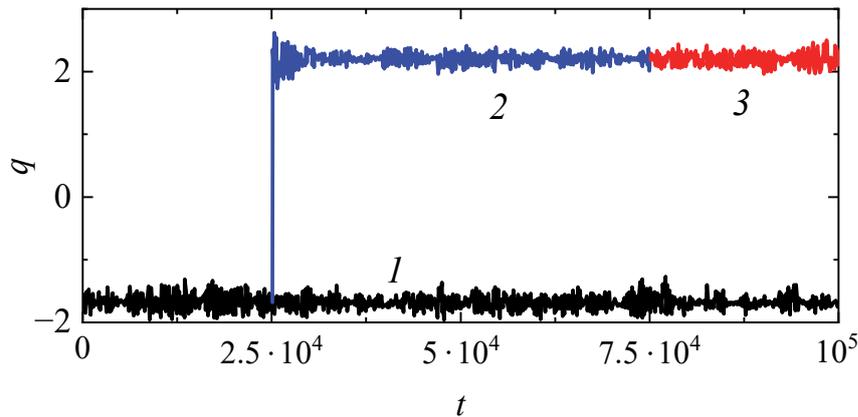
Хотя исследуемые уравнения движения первоначально сформулированы в контексте равновесных флуктуационных процессов, их значение можно понимать шире в применении к задачам статистики. В отношении задач статистической механики отметим, что динамический контроль температуры осуществляется посредством внешней механической подсистемы и отличается от динамического контроля температуры в термостатах, распространенных в литературе [4,10–13]. Отсюда происходит термин «близнецы термостатов», введенный в статье [1].

С целью исследования кинетических свойств системы (7) была выполнена следующая серия численных экспериментов.

1. В уравнениях движения (7) зафиксированы параметры давления  $P = 1$  и температуры  $\vartheta = 0.1$ . Симуляция уравнений движения (7) на продолжительном временном интервале  $t_{\max} = 10^5$  с начальными условиями, выбранными вблизи меньшего пика плотности распределения (10) ( $q(0) = -1.75$ ), привела к траектории  $q(t)$ , представленной на рис. 3 кривой 1. Иными словами, система находится в минорной динамической моде (в окрестности меньшего минимума потенциальной функции  $W(q)$ ) и будет там неопределенно долго.

2. Зафиксируем текущие значения фазовых переменных в момент времени  $t = 2.5 \cdot 10^4$ , когда динамические процессы можно считать установившимися. Продолжим симуляцию уравнений движения до момента времени  $t = 7.5 \cdot 10^4$ , повысив величину параметра давления  $P = 20 \gg 1$  при неизменных прочих условиях. Соответствующая траектория представлена на рис. 3 кривой 2. Четко видно, что система перескочила в доминирующую динамическую моду (окрестность более глубокого минимума потенциальной функции  $W(q)$ ) и остается там продолжительное время.

3. Завершение эксперимента: остановили симуляцию в момент времени  $t = 7.5 \cdot 10^4$ . Затем, понизив величину параметра давления до первоначального значения  $P = 1$ , продолжили симуляцию траектории  $q(t)$  (рис. 3, кривая 3). Видно, что система осталась в прежнем динамическом состоянии и будет находиться там неопределенно долго.



**Рис. 3.** Динамические режимы системы (7), представленные эволюцией фазовой переменной  $q(t)$  в зависимости от величины параметра давления  $P$  при неизменных других условиях. Кривая 1 получена при постоянном значении  $P = 1$  на всем временном интервале от  $t = 0$  до  $t = 10^5$ . Кривая 2 была получена по следующему процессу: до момента времени  $t = 2.5 \cdot 10^4$  параметр давления равен  $P = 1$ . В этот момент симулирование было остановлено, текущие значения фазовых переменных зафиксированы. Далее симулирование продолжалось при значении параметра давления  $P = 20$  до момента времени  $7.5 \cdot 10^4$ , остановлено, затем продолжено до  $t = 10^5$  при начальном значении параметра давления  $P = 1$  (кривая 3). Этот процесс демонстрирует: при временном повышении давления система перешла в новый динамический режим, в котором осталась после сброса давления до исходного значения  $P = 1$

Симуляции выполнены с использованием метода Рунге–Кутты четвертого порядка со случайным вкладом, взятым один раз на всем интервале от  $t$  до  $t + dt$ .

## Заключение

Проанализирована и протестирована в численных экспериментах динамика модельной системы, помещенной в контейнер под давлением (уравнения (1) и (7) в данной работе). Доказано, что уравнения движения демонстрируют свойство эргодичности для выбранной плотности распределения вероятностей.

Рассмотренная модель удовлетворяет необходимым требованиям и в математическом смысле безупречна. С точки зрения физики это тестовая модель, призванная отобразить качественное поведение системы в зависимости от давления. Действительно, если наша система является подсистемой в некотором веществе, помещенном в контейнер под давлением, то свободная энергия этого вещества должна зависеть от флуктуирующего объема, что, в свою очередь, отразится на рассматриваемой подсистеме.

В нашей модели вмещающее вещество проигнорировано так, что равновесные свойства модельной системы и механического поршня статистически независимы. Однако их эволюция во времени переплетена и основана на выражении температуры, характерном для идеального газа. Имея в виду эти замечания, мы все-таки считаем, что модель содержательна для понимания влияния давления на динамические свойства рассматриваемой подсистемы. Говоря простыми словами, резкое повышение давления эффективно эквивалентно резкому повышению температуры на отрезке времени релаксации объема к его среднему для повышенного давления значению. Это следует из того факта, что выражения температуры (здесь  $\Theta_V = PV - \mathcal{G}$ ) в среднем должны релаксировать к нулевому значению. Однако эффект повышенного давления качественно отличен от эффекта повышенной температуры уже потому, что они действуют на существенно разных масштабах времени.

Для данной работы возможно продолжение. Развитую методологию необходимо попытаться распространить на случай градиентных систем, что может быть использовано в различных приложениях – от молекулярной динамики до оптимизации. Кроме того, представляют интерес стационарные неравновесные системы, а также моделирование влияния повышенного давления на скорость химических реакций. Здесь интересны градиентные системы, в которых потенциал  $W(q)$  представляет собой так называемый профиль химической реакции.

1. *A.A. Самолетов*, ФТВД **33**, № 3, 14 (2023).
2. *Ping Wang, Yan Li, Chandan K Reddy*, ACM Computing Surveys (CSUR) **51**, 1 (2019).
3. *John P Klein, Melvin L Moeschberger*, Survival analysis: techniques for censored and truncated data, Springer (2003).
4. *B. Leimkuhler, Ch. Matthews*, Molecular Dynamics: with deterministic and stochastic numerical methods, Springer (2015).
5. *A. Samoletov, C. Dettmann, M. Chaplain*, J. Stat. Phys. **128**, 321 (2007).
6. *A. Samoletov, C. Dettmann, M. Chaplain*, J. Chem. Phys. **132**, 246101 (2010).
7. *Yi-An Ma, Yuansi Chen, Chi Jin, Nicolas Flammarion, Michael I. Jordan*, Proc. Natl. Acad. Sci. U.S.A. **116**, 20881 (2019).
8. *K. Karoni, B. Leimkuhler, G. Stoltz*, arXiv preprint arXiv:2306.06738 (2023).

9. *J.V. Burke, F.E. Curtis, A.S. Lewis, M.L. Overton, L.E.A. Simões*, in: Numerical Nonsmooth Optimization: State of the Art Algorithms, A.M. Bagirov, M. Gaudioso, N. Karmita, M.M. Mäkelä, S. Taheri (Eds), Springer (2020), pp. 201–225.
10. *M.P. Allen, D.J. Tildesley*, Computer simulation of liquids, Oxford University Press (1989).
11. *D. Frenkel, B. Smit*, Understanding molecular simulation: from algorithms to applications, Elsevier (2002).
12. *M. Tuckerman*, Statistical mechanics: theory and molecular simulation, Oxford University Press (2010).
13. *Wm.G. Hoover*, Computational statistical mechanics, Elsevier (2012).
14. *A. Samoletov, B. Vasiev*, Appl. Math. Lett. **26**, 73 (2013).
15. *A. Samoletov, B. Vasiev*, arXiv preprint arXiv:2302.08218 (2023).
16. *A. Samoletov, B. Vasiev*, J. Chem. Phys. **147**, 204106 (2017).
17. *A. Samoletov, B. Vasiev*, J. Phys. Conf. Ser. **2090**, 012059 (2021).
18. *A. Samoletov, B. Vasiev*, J. Phys. Conf. Ser. **1730**, 012125 (2021).
19. *A.A. Samoletov, B.N. Vasiev*, ФТВД **30**, № 4, 49 (2020).
20. *G.E. Uhlenbeck, G.W. Ford*, Lectures in statistical mechanics. AMS, Providence, Rhode Island (1963).

*A.A. Samoletov*

#### SWITCHING DYNAMIC MODES BY PRESSURE. NUMERICAL EXPERIMENT

The dynamics of a model system placed in a pressurised container is analysed and tested in numerical experiments. It is proved that the equations of motion exhibit the ergodicity property for the chosen probability distribution density. It is experimentally proved that by applying a certain additional pressure, the system under study enters a new dynamical mode and remains in this state after the pressure is released to the initial value.

**Keywords:** pressure, dynamic regime, bimodal density, temperature expression

**Fig. 1.** Graphs of functions  $W(q)$  and  $F(q)$  given by equations (8) and (9), respectively

**Fig. 2.** The probability distribution density obtained by numerical integration of the equations of motion (7) ( $t_{\max} = 10^6$ ,  $\vartheta = 4$ ,  $P = 1$ ; the histogram is shown in red) is plotted against the theoretical equilibrium density (10) (black dashed curve). The coincidence is almost perfect

**Fig. 3.** The dynamic modes of the system (7) are represented by the evolution of the phase variable  $q(t)$  depending on the value of the pressure parameter  $P$  under constant other conditions. The curve 1 was obtained at a constant value  $P = 1$  over the entire time interval from  $t = 0$  to  $t = 10^5$ . The curve 2 was obtained by the following process: up to the time point  $t = 2.5 \cdot 10^5$ , the pressure parameter was equal to  $P = 1$ . At this point, the simulation was stopped and the current values of the phase variables were fixed. Subsequently, the simulation was continued at the value of the pressure parameter  $P = 20$  up to time point  $7.5 \cdot 10^4$ , after which it was stopped and the current values of the phase variables were fixed. This was followed by a continuation of the simulation up to  $t = 10^5$  at the initial value of the parameter  $P = 1$  (curve 3). This process demonstrates that with a temporary increase in pressure, the system entered a new dynamic regime, which persisted after the pressure was reset to its initial value.

PACS: 72.40.+w

Ю.М. Николаенко, Н.Б. Эфрос, В.В. Кононенко, В.Д. Окунев

## ШИРОКОПОЛОСНАЯ ФОТОЧУВСТВИТЕЛЬНОСТЬ СОПРОТИВЛЕНИЯ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ $(\text{In}_2\text{O}_3)_{1-x} : (\text{SrO})_x$ В ОКРЕСТНОСТИ ИХ ВЫСОКОРЕЗИСТИВНОГО СОСТОЯНИЯ

Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина

Статья поступила в редакцию 2 мая 2024 года

*Экспериментально изучен эффект фоточувствительности сопротивления поликристаллических образцов  $(\text{In}_2\text{O}_3)_{1-x} : (\text{SrO})_x$  с различным уровнем легирования SrO ( $x = 0-0.1$ ), проявляющийся в виде резистивного отклика на облучение поверхности светом оптического диапазона длин волн. Установлено, что максимальный по величине эффект достигается в высокорезистивном состоянии образцов, которое реализуется согласованным выбором уровня легирования и окисления. Количественно диапазон относительного изменения сопротивления при облучении образцов по мере роста уровня легирования увеличивается от единиц процентов при  $x < 0.06$  до  $\Delta R/R_0 > 80\%$  при  $x \geq 0.1$ . Физический механизм фотосопротивления связан с наличием в образцах разномасштабного потенциального рельефа зоны проводимости.*

**Ключевые слова:** оксидный полупроводник, фотосопротивление, донорные и акцепторные центры, собственные дефекты, вакансии кислорода, высоко- и низкорезистивное состояние образцов

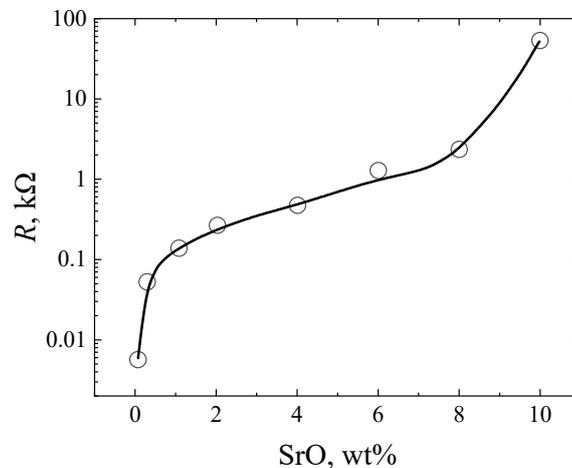
Легированная окись индия – многофункциональный материал, широко востребованный для применений в электронной технике. Наиболее популярной в прикладном аспекте является окись индия, легированная оловом. В виде пленок  $\text{In}_2\text{O}_3 : \text{Sn}$  применяется для электрических соединений в конструкциях солнечных батарей, при изготовлении оптических матриц для телевизионных экранов и различных мониторов, поскольку обладает достаточно высокой проводимостью и прозрачностью в видимой части оптического диапазона длин волн [1,2].

Окись индия, легированная стронцием, наоборот, характеризуется повышенным электрическим сопротивлением. Прикладной аспект  $(\text{In}_2\text{O}_3)_{1-x} : (\text{SrO})_x$  заключается в возможности создания нелинейных элементов – варисторов, демонстрирующих резко нелинейную вольт-амперную характеристику [3,4]. Поликристаллические образцы этого материала могут быть использованы для изготовления высокочувствительных сенсоров окислительных газов [5]. Кроме этого, окись индия, легированная стронцием, является очень привлекательным модельным материалом. В частности, при неизменном катионном составе,

например  $(\text{In}_2\text{O}_3)_{0.9} : (\text{SrO})_{0.1}$ , за счет изменения концентрации собственных дефектов можно реализовать плавный переход от сильно легированного оксидного полупроводника с высокой проводимостью  $n$ -типа к сильно компенсированному, с крайне низкой проводимостью [6]. Это, в частности, позволяет изучать особенности ряда физических аспектов, связанных с различной степенью легирования. В настоящей работе представлены результаты исследования фотопроводимости поликристаллических образцов  $(\text{In}_2\text{O}_3)_{1-x} : (\text{SrO})_x$ .

Чистая окись индия представляет собой широкозонный оксидный полупроводник. Ширина запрещенной зоны на основе экспериментальных и расчетных данных оценивается величинами от 2.7 до 3.75 eV [7]. Важной особенностью окиси индия, легированной стронцием, является электрическая активность ее собственных дефектов в виде вакансий кислорода, а также возможность изменения содержания этих дефектов в рамках процедуры термообработки образцов в кислородсодержащей газовой среде при относительно невысокой температуре, например при  $T = 300^\circ\text{C}$  [6]. Вакансии кислорода играют роль мелких доноров, непосредственно влияющих на концентрацию электронов проводимости при комнатной температуре.

Функцию глубоких акцепторов выполняют атомы стронция. Поскольку проводимость  $p$ -типа в легированной окиси индия не реализуется, при последовательном увеличении содержания SrO проводимость образца монотонно уменьшается на несколько порядков величины. На рис. 1 приведены изменения электрического сопротивления образцов  $(\text{In}_2\text{O}_3)_{1-x} : (\text{SrO})_x$  в зависимости от весового содержания в соединении SrO (степени легирования).



**Рис. 1.** Изменения электрического сопротивления образцов  $(\text{In}_2\text{O}_3)_{1-x} : (\text{SrO})_x$  в зависимости от весового содержания в материале SrO ( $x$ )

Как видно, образец чистой окиси индия ( $x = 0$ ) имеет достаточно высокую проводимость. Это необычный, но хорошо известный факт, заключающийся в том, что поликристаллические образцы, несмотря на широкую запрещенную зону, характеризуются минимальной концентрацией свободных электронов  $\sim 10^{17} \text{ cm}^{-3}$  [5,8]. С точки зрения физики высокая проводимость поликристаллических образцов окиси индия связана с электрической активностью собственных дефектов, в том числе на поверхности и на границах

раздела кристаллитов, что существенно отличает ее от электрических характеристик окиси галлия [9]. По мере увеличения содержания легирующей примеси сопротивление образцов растет нелинейно. Относительно быстрый рост сопротивления (примерно на порядок величины) наблюдается на участке от  $x = 0$  до  $x = 0.01$ . Далее наблюдается более пологая часть зависимости. Сопротивление изменяется на порядок величины на более продолжительном участке при изменении  $x$  от 0.02 до 0.08. И на участке  $x = 0.08-0.1$  вновь наблюдается резкий рост сопротивления на полтора порядка величины. Для понимания вида представленной на рис. 1 зависимости следует учесть особенности нашей технологии.

Образцы изготавливали по керамической технологии путем смешивания порошков  $\text{In}_2\text{O}_3$  и  $\text{SrCO}_3$  в нужном весовом соотношении в дистиллированной воде. Затем образцы компактировали в форме таблеток диаметром 10 мм и толщиной 3 мм под давлением 100 МПа. Спекание образцов проводили при температуре  $T = 1150^\circ\text{C}$  в течение 10 ч. На рис. 2 приведено изображение микроструктуры образцов. Как видно, образцы характеризуются гранулированной поликристаллической структурой и значительной пористостью.

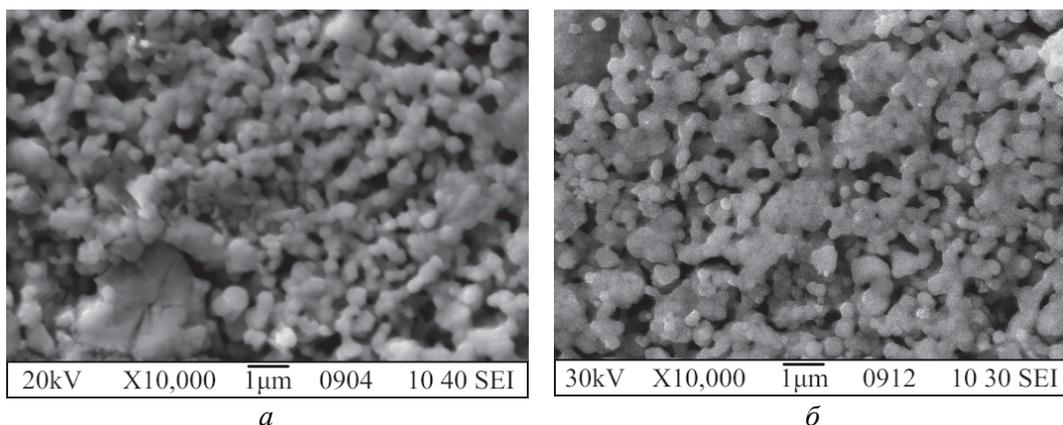
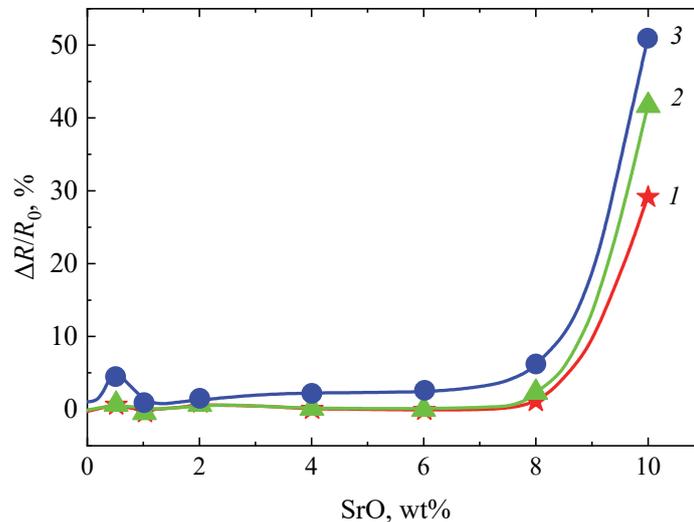


Рис. 2. SEM-изображение микроструктуры образцов: *a* – чистой окиси индия, *б* – с весовым содержанием SrO 4%

Следует отметить, что образцы с относительно большим содержанием SrO (например, 10%) двухфазные. В них помимо основной фазы вещества содержится доля  $\text{SrIn}_2\text{O}_4$  со структурой шпинели. Это соединение является химически и температурно устойчивым диэлектриком. По данным измерений методом рентгеновской дифрактометрии содержание фазы  $\text{SrIn}_2\text{O}_4$  в образце начинает заметно расти при увеличении весового состава SrO более 4%, а при составе менее 2% оно достаточно мало [5]. Резкий рост сопротивления на участке этой зависимости выше 8% может свидетельствовать о приближении к топологическому переходу в диэлектрическое состояние, вызванному двумя причинами: 1) снижением концентрации электронов проводимости как следствия эффекта легирования стронцием; 2) формированием неоднородной проводимости за счет образования дополнительной диэлектрической фазы. На рис. 3 представлена зависимость относительного

изменения сопротивления образцов с разным составом при облучении видимым светом – красным, зеленым и синим. В качестве источника света использовали трехцветные RGB-светодиоды, для которых энергию кванта можно оценить величинами соответственно 1.8, 2.3 и 2.7 eV.



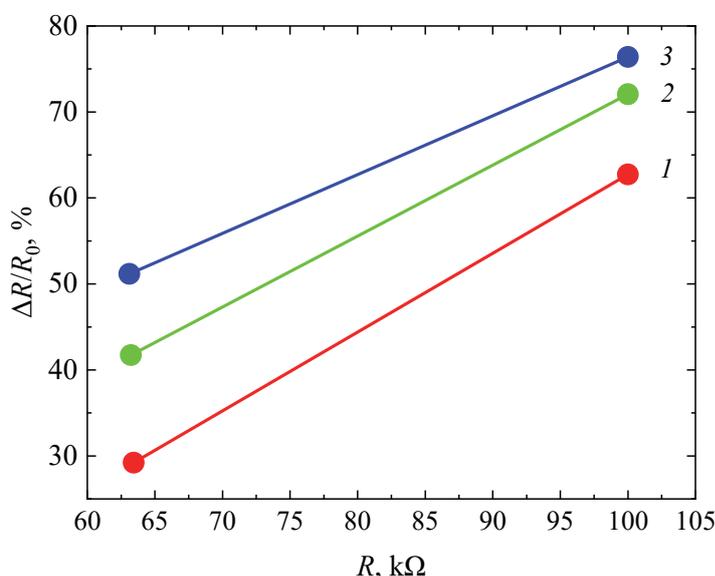
**Рис. 3.** Резистивный отклик образцов  $(\text{In}_2\text{O}_3)_{1-x}:(\text{SrO})_x$  на облучение красным (1), зеленым (2) и синим (3) светом

Как следует из данных на рис. 3, значительный эффект фотосопротивления проявляется у образцов с содержанием SrO более 8%, которые характеризуются пониженной проводимостью. У образцов с пониженным уровнем легирования изменение сопротивления при воздействии облучения не превышает  $\Delta R/R_0 = 5\%$ . Физической причиной наблюдаемых фактов может быть формирование потенциального рельефа зоны проводимости, характерного для сильно компенсированного полупроводника. Следует также учесть гранулированную структуру образцов и наличие многочисленных контактов между кристаллитами микроскопического размера, которые могут формировать отдельные «слабые связи» с относительно высокими потенциальными барьерами (см. рис. 2). Тем не менее, поскольку образцы объемные, это приводит к дополнительной пространственной неоднородной проводимости, но наиболее высокие отдельные барьеры шунтируются другими проводящими путями.

В конечном счете, процесс влияния излучения на сопротивление образцов можно интерпретировать как возбуждение электронов проводимости с уровня Ферми на энергетические состояния выше уровня протекания. Об этом также свидетельствуют результаты дополнительной термообработки образца с  $x = 10\%$ . Поскольку образец длительное время хранился на воздухе, для извлечения влаги и насыщения кислородом необходима была термообработка в кислородсодержащей газовой среде, что, как известно, приводит к снижению концентрации носителей заряда и проводимости [5].

На рис. 4 показаны изменения отклика сопротивления образца с содержанием SrO  $x > 10\%$  на облучение светом от трех источников после термообработки при  $T = 300^\circ\text{C}$  на воздухе в течение 1 h. При этом сопротивление

повысилось примерно от 60 до 100 кΩ, а отклик на облучение от разных источников увеличился в 1.5–2 раза.



**Рис. 4.** Изменения фотосопротивления образца после термообработки при  $T = 300^\circ\text{C}$  на воздухе в течение 1 h. Отрезки прямых соответствуют облучению образца красным (1), зеленым (2) и синим (3) светом

Если термообработку образца проводить в вакууме, то это приводит к обратному эффекту. Повышается концентрация электронов проводимости за счет формирования дополнительных донорных центров (вакансий кислорода), причем заполнение зоны проводимости происходит настолько эффективно, что проводимость после длительной термообработки образца в вакууме демонстрирует поведение, характерное для сильно легированного полупроводника. А именно достигается высокая величина и очень слабая температурная зависимость проводимости [6]. Иными словами, потенциальный рельеф полностью экранирован свободными носителями заряда и не проявляется при изменении температуры.

Если не учитывать микромасштабную структурную неоднородность материала, то формально наблюдаемую картину можно описать в рамках подхода сплошной среды. В рамках зонной теории это соответствует условию, когда энергия Ферми электронов превышает уровень протекания. При этом механизм фотопроводимости, обусловленный активацией электронов с уровня Ферми на энергетические уровни выше порога протекания, становится неэффективным. Такую тенденцию прямо демонстрируют данные на рис. 3 и 4, которые показывают снижение фотоэффекта по мере уменьшения степени легирования стронцием и роста концентрации электронов проводимости.

Отметим, что аналогичная картина в отношении физического механизма фотопроводимости наблюдалась ранее в образцах на основе сильно легированных и сильно компенсированных классических полупроводников (см., напр., [10]). Главная тенденция заключается в том, что эффект

растет по мере увеличения степени компенсации полупроводника, когда снижается энергия Ферми и проявляется потенциальный рельеф зоны проводимости.

В заключение отметим, что наблюдаемый эффект фотосопротивления обусловлен наличием в образцах потенциального рельефа зоны проводимости и в принципе макроскопические характеристики могут быть описаны в рамках представлений сплошной среды. Тем не менее природа энергетических барьеров для описания гальванических и оптических характеристик  $(\text{In}_2\text{O}_3)_{1-x} : (\text{SrO})_x$  ранее связывалась с контактами между отдельными гранулами [3,4], а также с образованием разнородных нанотолщинных гетеропереходов [11]. По-видимому, на практике можно реализовать различные характеристики образцов за счет целенаправленного выбора технологических режимов их приготовления, включая варьирование размера частиц исходного порошка, температуры спекания, а также условий компактирования образцов под давлением.

С точки зрения прикладного аспекта эффект фотопроводимости значительный и широкополосный, проявляется практически во всем диапазоне видимой части спектра. Для поликристаллических образцов он может быть использован как инструмент при изучении подробностей потенциального рельефа, что требует регистрации всего спектра облучения в непрерывном режиме. Для некоторых сенсорных приложений необходимо развитие технологии, например, создания одиночных или серии микроструктурных потенциальных барьеров заданной высоты.

1. H. Kim, C.M. Gilmore, A. Piqué, J.S. Horwitz, H. Mattoussi, H. Murata, Z.H. Kafafi, D.B. Chrisey, *J. Appl. Phys.* **86**, 6451 (1999).
2. Jian Du, Xin-liang Chen, Cai-chi Liu, Jian Ni, Guo-fu Hou, Ying Zhao, Xiaodan Zhang, *Appl. Phys.* **A117**, 815 (2014).
3. A. Glot, G. Behr, J. Werner, *Key Eng. Mater.* **206–213**, 1441 (2002).
4. A. Bondarchuk, A. Glot, G. Behr, J. Werner, *EPJ Appl. Phys.* **39**, 211 (2007).
5. Y.M. Nikolaenko, Y.E. Kuzovlev, Y.V. Medvedev, N.I. Mezin, C. Fasel, A. Gurlo, L. Schlicker, T.J.M. Bayer, Y.A. Genenko, *J. Appl. Phys.* **116**, 043704 (2014).
6. Ю.М. Николаенко, Ю.Е. Кузовлев, Ю.В. Медведев, Н.И. Мезин, А.Н. Бондарчук, А.Б. Глот, *ФТТ* **53**, 2111 (2011).
7. A. Walsh, J.L.F. Da Silva, S.-H. Wei, C. Körber, A. Klein, L.F.J. Piper, A. DeMasi, K.E. Smith, G. Panaccione, P. Torelli, D.J. Payne, A. Bourlange, R.G. Egdell, *Phys. Rev. Lett* **100**, 167402 (2008).
8. Y. Ohya, T. Yamamoto, T. Van, *J. Am. Ceram. Soc.* **91**, 240 (2008).
9. Ю.М. Николаенко, Н.Б. Эфрос, З.А. Самойленко, Е.И. Пушенко, Т.А. Дьяченко, Н.И. Мезин, *ФТВД* **34**, № 1, 77 (2024).
10. С.Ж. Каражанов, *ФТП* **34**, 909 (2000).
11. В.Д. Окунев, Т.А. Дьяченко, В.В. Бурховецкий, *ФТТ* **59**, 1583 (2017).

*Yu.M. Nikolaenko, N.B. Efros, V.V. Kononenko, V.D. Okunev*

WIDE-BAND PHOTOSENSITIVITY OF THE RESISTANCE OF POLYCRYSTAL SAMPLES OF  $(\text{In}_2\text{O}_3)_{1-x} : (\text{SrO})_x$  IN THE VICINITY OF THE HIGH-RESISTANCE STATE

The effect of photosensitivity of the resistance of polycrystal samples of  $(\text{In}_2\text{O}_3)_{1-x} : (\text{SrO})_x$  doped with SrO ( $x = 0-0.1$ ) is experimentally studied. The effect has the form of resistive response to surface irradiation by the visible light. It is found that the maximum effect is achieved in the high-resistance state realized by correlated doping and oxidation. Qualitatively, the range of the relative change in resistance of irradiated samples rises from a few percents at the doping level  $x < 0.06$  up to  $\Delta R/R_0 > 80\%$  at  $x \geq 0.1$ . The physical mechanism of photoresistance is related to multi-scale potential relief of the conduction band in the samples.

**Keywords:** oxide semiconductor, photoresistance, donor and acceptor centers, intrinsic defects, oxygen vacancies, high- and low-resistive state of the samples

**Fig. 1.** Electric resistance of the  $(\text{In}_2\text{O}_3)_{1-x} : (\text{SrO})_x$  samples with respect to the weight content of SrO ( $x$ )

**Fig. 2.** SEM-image of the microstructure of the:  $a$  – pure indium oxide,  $b$  – 4% weight content of SrO

**Fig. 3.** Resistive response of the  $(\text{In}_2\text{O}_3)_{1-x} : (\text{SrO})_x$  samples to irradiation by red (1), green (2), and blue (3) light

**Fig. 4.** Changes in the photoresistance of the  $(\text{In}_2\text{O}_3)_{1-x} : (\text{SrO})_x$  sample after thermal treatment at  $T = 300^\circ\text{C}$  in air for 1 h. Rectilinear segments are related to irradiation by red (1), green (2), and blue (3) light

PACS: 05.70.Fh, 64.70.Kb

Л.С. Метлов<sup>1,2</sup>

## СТРУКТУРНЫЕ И СЕГНЕТОЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ ФАЗОВЫЕ ПЕРЕХОДЫ В ПЕРОВСКИТАХ ПРИ РАЗЛИЧНЫХ СООТНОШЕНИЯХ КРИТИЧЕСКИХ ТЕМПЕРАТУР

<sup>1</sup>Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина

<sup>2</sup>Донецкий государственный университет

Статья поступила в редакцию 16 мая 2024 года

*Исследована при различных соотношениях критических температур предложенная ранее феноменологическая теория Ландау для описания связанных структурных и сегнетоэлектрических фазовых переходов в материалах, испытывающих при таких переходах тетрагональные искажения кристаллической решетки. Показано, что в случаях, когда температура сегнетоэлектрического перехода выше температуры мартенситного перехода, на интервале между критическими переходами индуцируется слабая мартенситная фаза (собственный сегнетоэлектрик). При противоположном соотношении критических температур взаимодействие между структурной и сегнетоэлектрической подсистемами провоцирует смещение критической температуры сегнетоэлектрического перехода в область более высоких температур вплоть до температуры мартенситного перехода. Показано, что при определенных соотношениях постоянных модели электрическая поляризация может быть слабой (несобственный сегнетоэлектрик).*

**Ключевые слова:** сегнетоэлектрические фазовые переходы, мартенситные фазовые переходы, параметр порядка, критические температуры, слабая тетрагональная фаза

### Введение

В работах [1,2] в терминах деформационного параметра порядка была развита феноменологическая теория Ландау связанных структурных и сегнетоэлектрических фазовых переходов в материалах, испытывающих при переходе тетрагональные искажения кристаллической решетки. Был предложен вариант свободной энергии, который сконструирован по аналогии со свободной энергией сплавов Гейслера с магнитным параметром порядка [3,4]:

$$\Phi = \Phi_0 + \frac{1}{2} a (e_2^2 + e_3^2) + \frac{1}{3} b e_3 (e_3^2 - 3e_2^2) + \frac{1}{4} c (e_2^2 + e_3^2)^2 + \frac{1}{2} a_E P^2 + \frac{1}{4} c_E P^4 + D_2 \left[ \frac{1}{\sqrt{2}} e_2 (P_1^2 - P_2^2) + \frac{1}{\sqrt{6}} e_3 (3P_3^2 - P^2) \right], \quad (1)$$

где  $e_2, e_3$  – деформационные параметры порядка;  $P_1, P_2, P_3$  – компоненты спонтанных моментов электрической поляризации. Более подробно определения переменных и констант разложения свободной энергии представлены в работах [1,2].

Критическая зависимость от температуры определяется через коэффициенты  $a$  и  $a_E$ :

$$a = a_0(T - T_M), \quad a_E = a_{E_0}(T - T_E), \quad (2)$$

где  $a_0, a_{E_0}$  – некоторые новые постоянные,  $T_M$  – критическая температура мартенситного перехода,  $T_E$  – температура Кюри для электрического фазового перехода.

Согласно выражению (1) свободная энергия описывает совместное состояние структурной (инварианты переменных  $e_2$  и  $e_3$ ) и сегнетоэлектрической (простейшие инварианты переменных  $P_i, i = 1, 2, 3$ ) подсистем с учетом их взаимодействия (инвариант третьего порядка, пропорциональный  $D_2$ ). Структурный переход без учета взаимодействия представляет собой фазовый переход первого рода в силу наличия инварианта третьего порядка, пропорционального  $b$  [5]. Сегнетоэлектрический переход сам по себе без учета взаимодействия со структурной подсистемой ( $D_2 = 0$ ) при положительном коэффициенте  $c_E$  является фазовым переходом второго рода. Как было показано ранее, взаимодействие между подсистемами может изменить род фазового перехода [2].

Важнейшие моменты в общей картине фазовых переходов – соотношение критических температур структурной и сегнетоэлектрической подсистем, а также уровень взаимодействия между ними. В работе [1] исследован случай равенства критических температур ( $T_E = T_M$ ), обнаружен эффект смены поляризации электрического момента. На начальном этапе релаксации системы поляризация направлена вдоль главной диагонали кубической ячейки ( $M_x = M_y = M_z$ ), что является типичным для сегнетоэлектрического фазового перехода второго рода. Однако, начиная с определенного времени, поляризация изменяется и выстраивается вдоль одной из сторон кубической элементарной ячейки (например,  $M_x = M_y = 0, M_z \neq 0$ ). Фактически она выстраивается коллинеарно тетрагональному искажению решетки при структурном (мартенситном) фазовом переходе. При циклическом изменении температуры имеет место гистерезис по электрической поляризации, что можно связывать не с собственным фазовым переходом (2-го рода), а с влиянием структурного фазового перехода [2].

В работе [2] исследован случай  $T_E > T_M$ , когда при понижении температуры сначала при температуре  $T_E$  протекает сегнетоэлектрический переход, а затем при температуре  $T_M$  – структурный (мартенситный) переход с тетрагональным искажением кристаллической решетки. Однако некоторые тетрагональные искажения развиваются при температурах не только ниже  $T_M$ , но и выше на интервале  $T_M - T_E$ , на котором искажения спровоцированы спонтанной поляризацией. Эти тетрагональные искажения значительно более

слабые, чем в основной мартенситной фазе, но их роль может быть решающей в формировании основной доменной структуры при температурах ниже  $T_M$ . Это связано с тем, что доменная структура в области существования слабой тетрагональной фазы вследствие невысоких барьеров между различными доменами может быть легко скорректирована слабыми электрическими полями различной пространственной конфигурации.

В настоящей работе рассмотрим третий случай соотношения критических температур, а именно  $T_E < T_M$ , например,  $T_M = 150$  К,  $T_E = 135$  К. Остальные параметры модели такие же, как в [1,2]:  $a_0 = 0.7$ ,  $b = 0.333$ ,  $c = 1$ ,  $a_{E_0} = 1$ ,  $c_E = 1$ ,  $D_2 = 0.02$ .

### 1. Слабая тетрагональность собственных сегнетоэлектриков при $T_E > T_M$

Учитывая, что в приближении слабой тетрагональности деформационные параметры порядка являются малыми величинами, оставим в уравнениях (11а) и (11б) работы [1] их самую низжайшую степень. Аналитическое решение такой задачи в направлении 1-го мартенситного корня (см. рис. 1 в [1]) можно получить в явном виде в направлениях:

– 1-го мартенситного корня при  $P_3 \neq 0$ ,  $P_1 = P_2 = 0$ :

$$e_2 = 0, \quad (3a)$$

$$e_3 = -\frac{D_2}{a} \sqrt{\frac{2}{3}} P_3^2; \quad (3б)$$

– 2-го мартенситного минимума при  $P_2 \neq 0$ ,  $P_1 = P_3 = 0$ :

$$e_2 = \frac{D_2}{a} \frac{1}{\sqrt{2}} P_2^2, \quad (4a)$$

$$e_3 = \frac{D_2}{a} \frac{1}{\sqrt{6}} P_2^2; \quad (4б)$$

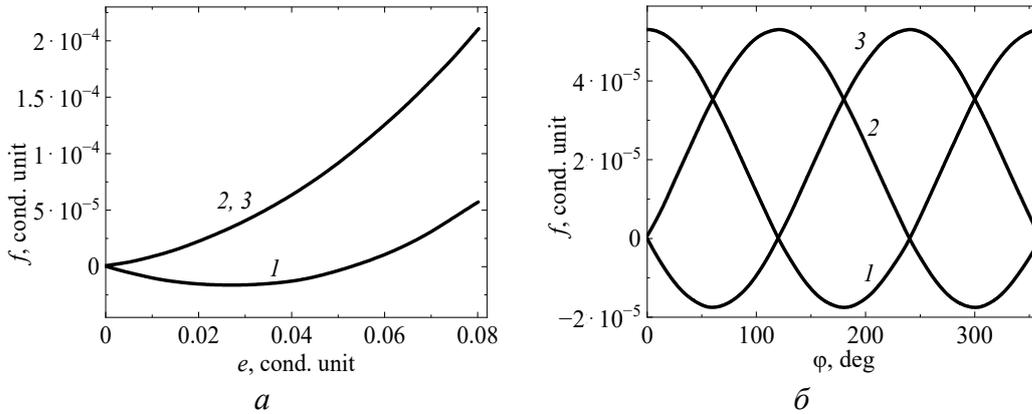
– 3-го мартенситного минимума при  $P_1 \neq 0$ ,  $P_2 = P_3 = 0$ :

$$e_2 = -\frac{D_2}{a} \frac{1}{\sqrt{2}} P_1^2, \quad (5a)$$

$$e_3 = \frac{D_2}{a} \frac{1}{\sqrt{6}} P_1^2. \quad (5б)$$

Отметим, что картина тетрагонального искажения в данном случае не является симметричной относительно главной диагонали куба элементарной ячейки кристалла, подобно тому, как это имеет место для трех мартенситных минимумов с тем же характером тетрагональных искажений (см. концептуальный рис. 1 в [1]). Спонтанная поляризация электрического момента,

наведенная самосогласованно с деформационным параметром порядка, нарушает исходную кубическую структуру (рис. 1).



**Рис. 1.** Сечение рельефа свободной энергии: *a* – в радиальном направлении относительно мартенситных минимумов 1, 2 и 3 для случая  $P_3 \neq 0$ ; *б* – по окружности вокруг центра плоскости  $e_2 - e_3$  (см. рис. 1 в [1]) поочередно для случаев  $P_3 \neq 0, P_2 \neq 0, P_1 \neq 0$

Из рис. 1, *a* видно, что для случаев  $P_3 \neq 0$  только кривая в направлении мартенситной ямы 1 на рис. 1 в работе [1] имеет минимум, в направлении остальных ям минимумы отсутствуют. Это свидетельствует о том, что к устойчивому состоянию приводит только направление поляризации, коллинеарное данному тетрагональному искажению, остальные направления поляризации неустойчивы. В направлениях мартенситных ям 2 и 3 на рис. 1 в [1] устойчивыми соответственно будут поляризации  $P_1$  и  $P_2$ .

Для каждого из случаев  $P_3 \neq 0, P_2 \neq 0$  или  $P_1 \neq 0$  (рис. 1, *б*) при обходе вокруг начала плоскости параметра порядка  $e_2 - e_3$  имеется только один минимум, а не три, как для чисто мартенситных минимумов. Отсюда следует, что слабая тетрагональность возникает не за счет отпочкования от мартенситных минимумов, а вследствие смещения центрального аустенитного минимума в направлении мартенситных минимумов, подобно тому, как это происходит при наложении внешнего поля. При температурах выше  $T_E$ , где спонтанная электрическая поляризация отсутствует  $P_i = 0$  ( $i = 1, 2, 3$ ), все пять компонент параметров порядка равны нулю, ниже этой температуры все они не равны нулю.

Отметим также, что при температурах ниже температуры мартенситного перехода вследствие того, что  $a < 0$ , все решения (3)–(5) меняют знак на противоположный. Необходимо помнить, что соотношения (3)–(5), строго говоря, пригодны только в небольшой окрестности критической температуры  $T_E$ . С приближением к температуре  $T_M$  коэффициент  $a$  обращается в нуль, а компоненты деформационного параметра порядка  $e_2$  и  $e_3$  формально обращаются в бесконечность. В данном случае необходимо учитывать и более высокие степени этих компонент.

2. Слабая электрическая поляризация несобственных сегнетоэлектриков при  $T_E < T_M$

При более высокой температуре мартенситного перехода по отношению к температуре сегнетоэлектрического перехода с понижением температуры вначале протекают структурные изменения. Собственный сегнетоэлектрический фазовый переход при этом еще не протекает, но электрическая поляризация, тем не менее, может возникнуть за счет взаимодействия сегнетоэлектрической и структурной подсистем. Для простоты задачи определим возможность возникновения такой поляризации при температуре абсолютной неустойчивости аустенитной фазы  $T = T_M$ . В этом случае структурные параметры порядка для трех вариантов мартенсита (см. концептуальный рис. 1 в работе [1]) имеют простой вид:

– для минимума 1:

$$e_2 = 0, \quad e_3 = -\frac{b}{c}; \quad (6)$$

– для минимумов 2 и 3:

$$e_2 = \pm \frac{\sqrt{3} b}{2 c}, \quad e_3 = \frac{1 b}{2 c}. \quad (7)$$

Полное решение для спонтанных электрических моментов приведено в работе [1, см. формулу (15)]:

$$P_1^2 = -\frac{1}{c_E} \left[ a_E + D_2 \left( \sqrt{2} e_2 - \sqrt{\frac{2}{3}} e_3 \right) \right], \quad (8a)$$

$$P_2^2 = -\frac{1}{c_E} \left[ a_E + D_2 \left( \sqrt{2} e_2 + \sqrt{\frac{2}{3}} e_3 \right) \right], \quad (8б)$$

$$P_3^2 = -\frac{1}{c_E} \left( a_E + 2 \sqrt{\frac{2}{3}} D_2 e_3 \right), \quad (8в)$$

где первое слагаемое  $a_E/c_E$  описывает генерацию электрического момента в результате собственно сегнетоэлектрического фазового перехода за счет взаимодействия зарядов внутри электронной подсистемы; остальные слагаемые – это вклады в сегнетоэлектрическую поляризацию структурной подсистемы. При температуре  $T = T_M$  коэффициент  $a_E$  положителен, вследствие чего собственная поляризация отсутствует. Наведенная структурной подсистемой поляризация возникнет только при условии, что хотя бы одно выражение в квадратных скобках будет отрицательным.

Проверим выполнение этих условий для 1-го мартенситного минимума. Подставляя последовательно выражения (6) в (8), получаем

$$P_1^2 = -\frac{1}{c_E} \left( a_E + D_2 \sqrt{\frac{2}{3}} \frac{b}{c} \right), \quad (9a)$$

$$P_2^2 = -\frac{1}{c_E} \left( a_E + D_2 \sqrt{\frac{2}{3}} \frac{b}{c} \right), \quad (9б)$$

$$P_3^2 = -\frac{1}{c_E} \left[ a_E - 2D_2 \sqrt{\frac{2}{3}} \frac{b}{c} \right]. \quad (9в)$$

Здесь компоненты  $P_1$  и  $P_2$  заведомо равны нулю, а компонента  $P_3$  будет отлична от нуля при выполнении условия

$$2D_2 \sqrt{\frac{2}{3}} \frac{b}{c} \geq a_E. \quad (10)$$

При выполнении последнего условия вектор поляризации будет направлен вдоль  $z$ -координаты, т.е. вдоль стороны куба элементарной ячейки, коллинеарной тетрагональному искажению. Нетрудно убедиться, что для второго корня ненулевой компонентой вектора поляризации будет  $P_1$ , а для третьего корня –  $P_2$ .

Если формулу (9в) представить в виде

$$P_3^2 = -\frac{a_E^*}{c_E}, \quad (11)$$

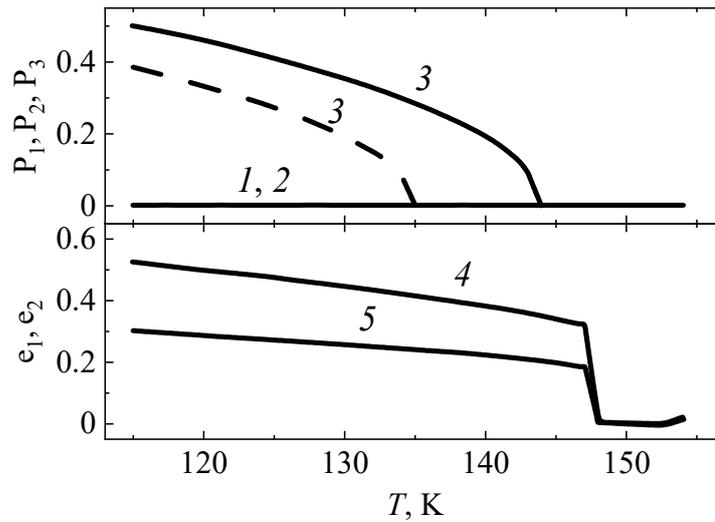
то с учетом определения (2) коэффициент  $a_E^*$  запишем как

$$a_E^* = a_{E_0} (T - T_E^*), \quad (12)$$

где

$$T_E^* = T_E + 2 \frac{D_2}{a_{E_0}} \sqrt{\frac{2}{3}} \frac{b}{c}. \quad (13)$$

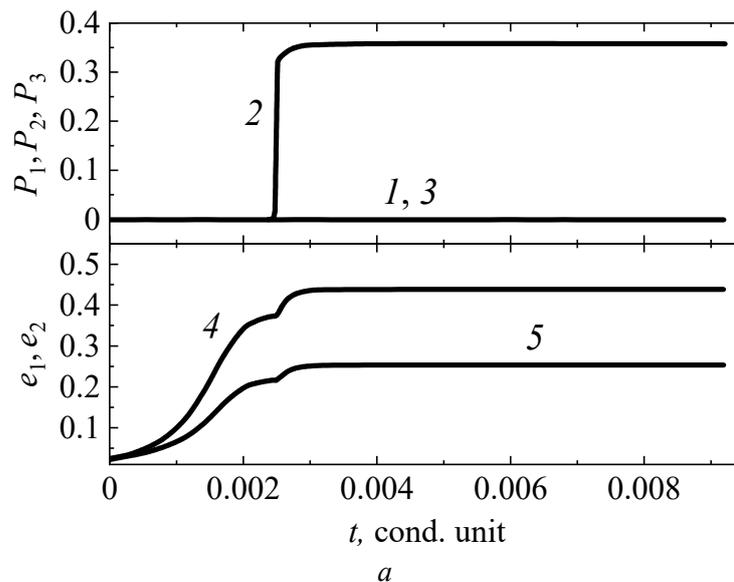
Таким образом, влияние структурной подсистемы свелось к смещению критической температуры на некоторую величину в сторону более высоких температур (рис. 2). Причем чем меньше уровень электрической поляризации, пропорциональный  $a_{E_0}^*$ , тем больше это смещение.

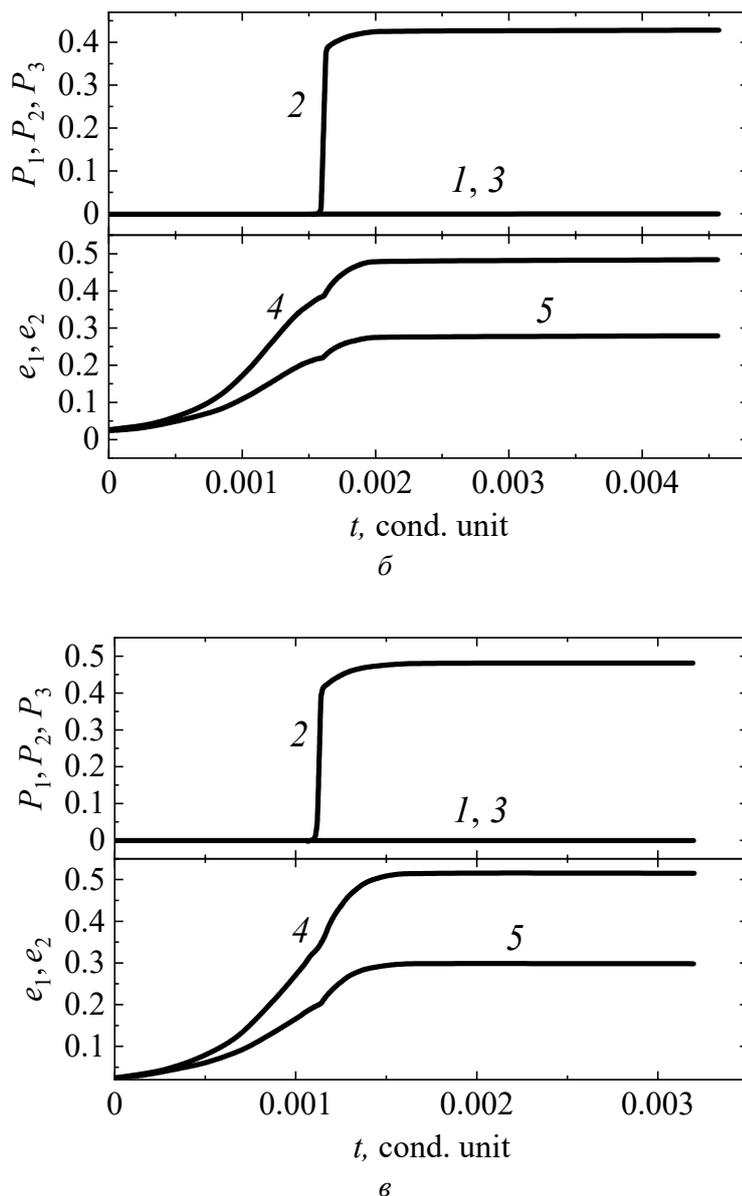


**Рис. 2.** Температурная зависимость равновесных значений параметров порядка при соотношении критических температур  $T_M > T_E$ : 1, 2, 3 – компоненты соответственно  $x$ ,  $y$ ,  $z$  электрического момента (штриховая кривая соответствует отсутствию взаимодействия подсистем  $D_2 = 0$ ); 4 и 5 – компоненты  $e_2$  и  $e_3$

Из рис. 2 видно, что температурная зависимость не равного нулю спонтанного вектора электрической поляризации (сплошная кривая 3) практически в точности по форме повторяет таковую в отсутствии связи между подсистемами (штриховая кривая 3), но заходит в область более высоких температур.

Построим также графики компонент спонтанной поляризации и деформации от времени для тех же значений параметров модели, что и в работах [1,2], при температурах 140, 135 и 130 К (рис. 3), т.е. на промежутках между критическими температурами (а), при температуре сегнетоэлектрического перехода (б) и ниже (в).





**Рис. 3.** Кинетика параметров порядка при температурах, К: *a* – 140, *б* – 135, *в* – 130. Обозначения те же, что на рис. 2

Из построенных графиков видно, что с уменьшением температуры предельное значение электрической поляризации, как и ожидалось, увеличивается, однако какого-то резкого изменения при переходе через критическую точку сегнетоэлектрического перехода при 135 К не наблюдается. Параллельно с этим начало резкого появления электрической поляризации смещается в более ранние моменты времени. Отметим также, что на графиках компонент деформационного параметра порядка  $e_2$  и  $e_3$  в момент появления электрической поляризации имеется излом, который свидетельствует об обратном влиянии сегнетоэлектрической подсистемы на релаксацию структурной подсистемы.

### Заключение

В статье показано, что характер сегнетоэлектрических явлений существенно зависит от взаимодействия структурной и сегнетоэлектрической частей. Если температура сегнетоэлектрического перехода выше температуры мартенситного перехода, на интервале между критическими точками индуцируется слабая мартенситная фаза (собственный сегнетоэлектрик). При противоположном соотношении критических температур взаимодействие между структурной и сегнетоэлектрической подсистемами приводит к смещению критической температуры сегнетоэлектрического перехода в область более высоких температур. При определенных соотношениях постоянных модели электрическая поляризация может быть слабой (несобственный сегнетоэлектрик).

1. Л.С. Метлов, ФТВД **33**, № 3, 5 (2023).
2. Л.С. Метлов, ФТВД **34**, № 1, 16 (2024).
3. Л.С. Метлов, В.В. Коледов, В.Г. Шавров, ФТВД **28**, № 1, 46 (2018).
4. Л.С. Метлов, ФТВД **29**, № 1, 28 (2019).
5. М.А. Fradkin, Phys. Rev. **B50**, 16326 (1994).

L.S. Metlov

#### STRUCTURAL AND FERRIELECTRIC PHASE TRANSITIONS IN PEROVSKITES AT VARIED RATIOS OF THE CRITICAL TEMPERATURES

The phenomenological theory by Landau is tested at varied ratios of the critical temperatures in order to describe bond structural and ferrielectric phase transitions in materials subjected to tetragonal distortions of the crystal lattice in the course of the transitions. It is shown that if the temperature of the ferrielectric transitions is higher of the temperature of the martensitic one, a weak martensitic phase is induced within the interval between the critical transitions (an intrinsic ferrielectric). At the inverse ratio of the critical temperatures, the interaction between the structural subsystem and the ferrielectric one provokes a shift of the critical temperature of the ferrielectric transition toward higher temperatures up to the temperature of the martensitic transition. It is demonstrated that at certain ratio of the model constants, electric polarization can be weak (a nonintrinsic ferrielectric).

**Keywords:** ferrielectric phase transitions, martensitic phase transitions, order parameter, critical temperatures, weak tetragonal phase

**Fig. 1.** Cross-section of the relief of the free energy:  $a$  – in radial direction with respect to the martensitic minima 1, 2 and 3 in the case of  $P_3 \neq 0$ ;  $b$  – along the circumference around the plane center  $e_2$ – $e_3$  (see Fig. 1 in [1]) in turn in the cases of  $P_3 \neq 0, P_2 \neq 0, P_1 \neq 0$

**Fig. 2.** Temperature dependence of equilibrium order parameter at the relation of the critical temperatures  $T_M > T_E$ : 1, 2, 3 are components of electric moment  $x, y, z$ , respectively (dashed line is associated with absent interaction of subsystems  $D_2 = 0$ ); 4 and 5 are components  $e_2$  and  $e_3$

**Fig. 3.** Kinetics of order parameters at the temperature, K:  $a$  – 140,  $b$  – 135,  $c$  – 130. The designations are as in Fig. 2

PACS: 03.75.-b, 52.20.Hv, 61.10.Nz, 61.46.-w, 78.40.-q

В.Д. Окунев, З.А. Самойленко, Ю.М. Николаенко, Т.А. Дьяченко,  
А.С. Корнеевец, В.В. Бурховецкий

## ИОННО-ЗВУКОВЫЕ ВОЛНЫ И ЛЕВИТАЦИЯ ПОТОКА ЧАСТИЦ В МАГНЕТРОННОЙ ПЛАЗМЕ: КЛАСТЕРИЗАЦИЯ ПЛАЗМЫ И «ЗАМОРОЖЕННЫЕ» КОЛЕБАНИЯ В ПЛЕНКАХ $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_{3-x}$

Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина

Статья поступила в редакцию 17 апреля 2024 года

*Изучены амплитудные и частотные зависимости ионно-звуковых колебаний в магнетронной плазме при импульсном распылении мишени  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_{3-x}$ , а также структура, электронные и оптические свойства 36 образцов пленок, осажденных на стеклянные подложки, установленные вдоль потока частиц. Показано, что вблизи мишени кластеризация потока лимитируется левитацией атомных кластеров в пространстве, где сила всемирного тяготения уравновешивается силой взаимодействия заряженных частиц с электрическим полем. Результаты расчета критических размеров левитирующих атомных группировок согласуются с экспериментом. С удалением от мишени кластеризация потока определяется менее эффективными процессами взаимодействия ионов и атомных кластеров с ионно-звуковыми волнами. Показано, что связь между электрическими свойствами и структурой образцов качественно описывается в рамках модели локализации Лифшица. Установлена тесная связь между генерацией ионно-звуковых волн, левитацией частиц, кластеризацией плазмы и «замороженными» колебаниями в пленках.*

**Ключевые слова:** магнетронная плазма, ионно-звуковые волны, кластеризованная структура, разновалентные ионы марганца, аморфные пленки  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$

### Введение

Магнетронное распыление является одним из основных методов получения низкотемпературной плазмы. Эта техника также широко используется для приготовления тонких пленок [1,2]. Она позволяет получать быстрый результат с невысокими затратами, особенно в случае сложных многокомпонентных химических соединений: образующиеся в плазме атомные кластеры с большим количеством ненасыщенных связей и высокой химической активностью обеспечивают минимальную концентрацию дефектов на границах, облегчая рост пленок со структурой, подходящей для проведения экспериментов. Связующим звеном между этими двумя направлениями служит пылевая плазма [3,4] – плазма, содержащая пылевые частицы размером до нескольких десятков микрон. Частицы вводятся извне или же формируются в технологическом процессе. Эта плазма представляет интерес и для специалистов, изучающих космическое пространство.

В то же время по кластеризации плазмы имеется лишь ограниченное число экспериментальных данных, полученных в основном при распылении металлов [1–4]. Для металлооксидов проблема осложняется наличием разновалентных ионов и возможностью генерации ионно-звуковых колебаний [5–7].

Результаты исследований [6,7] позволили в общих чертах понять, что существуют две стадии роста кластеров в пленках: одна реализуется в плазме, другая – уже в процессе роста пленки на подложке [7]. Рост кластеризованных пленок манганитов, обусловленный действием механизмов фазового расщепления [8–10], достаточно изучен [11,12]. Однако в нашем случае было не ясно, в каком виде осаждается поток распыляемого материала на подложку, а также с чего начинается и как развивается процесс кластеризации дальше. Знания о первой стадии, связанной с формированием малых атомных группировок в плазме, ограничивались в основном наличием рабочих гипотез.

Рассматривая особенности взаимодействия потока левитирующих частиц с ионно-звуковыми волнами и раскрывая природу «замороженных» колебаний в пленках  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_{3-x}$ , мы показали связь кластеризации плазмы с левитацией частиц и с их увлечением ионно-звуковыми волнами. Результаты исследований могут быть полезны для диагностики плазмы и для определения параметров пленок, которые невозможно получить иными методами.

## 1. Методика эксперимента

Распыление мишени  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$  диаметром  $D = 4$  см осуществляли при импульсном ( $\tau \approx 3$  ms) напряжении (350 V) на электродах в смеси аргона (84%) и кислорода (16%) при их полном давлении  $6 \cdot 10^{-3}$  Torr [6]. Поток атомов (ионов) осаждали на тонкую стеклянную подложку длиной 54 мм, установленную вдоль потока частиц (рис. 1). Измерения осуществляли в зоне осаждения – вдоль вертикали, проходящей через центр мишени. Взаимодействие частиц с электрическим и магнитным полями магнетрона показано на рис. 2. После осаждения данную структуру разделяли на 18 образцов. На всех рисунках, представленных в данной работе, указаны средние расстояния  $L$  от этих образцов шириной по 3 мм до мишени.

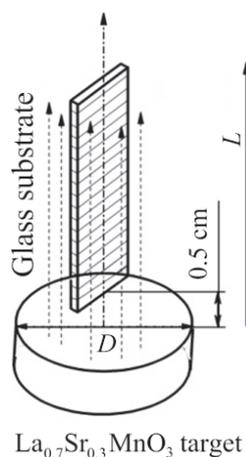


Рис. 1. Схема эксперимента

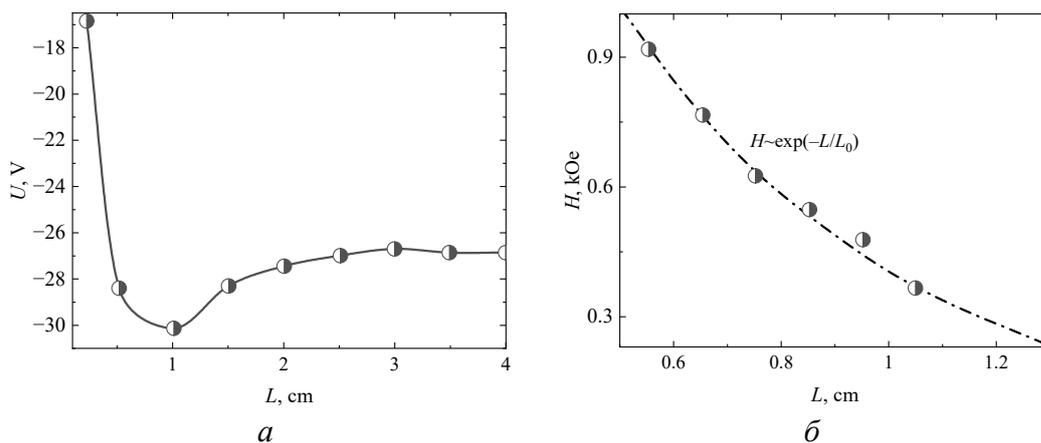


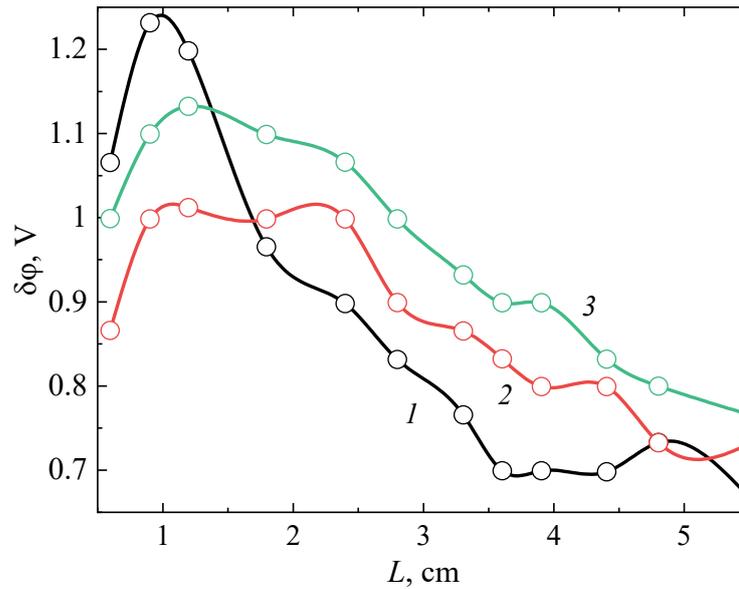
Рис. 2. Зависимость потенциала  $U$  (а) и магнитного поля  $H$  (б) от расстояния до мишени  $L$

## 2. Результаты и обсуждение

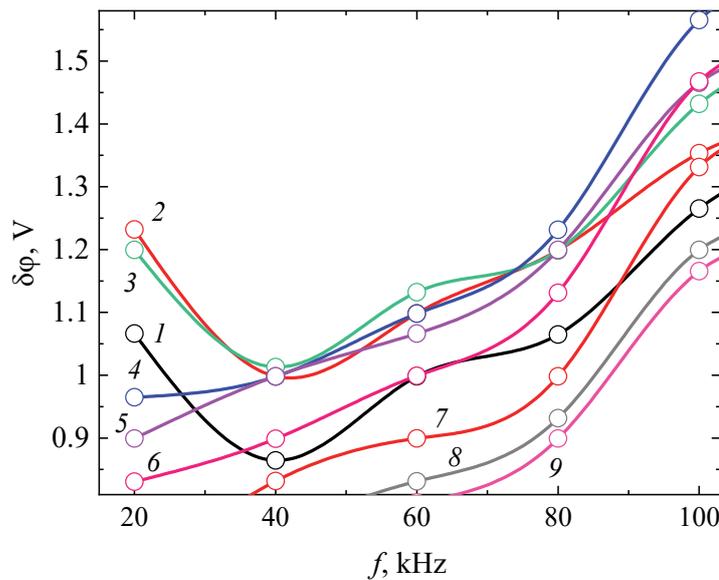
Включение разряда сопровождается появлением на вольт-амперных характеристиках магнетрона участка с отрицательным дифференциальным сопротивлением  $S$ -типа и генерацией колебаний напряжения на электродах. При наличии в потоке ионов эти колебания возбуждают продольные ионно-звуковые волны [5–7].

Амплитуда регистрируемых колебаний потенциала в плазме невелика, длины волн  $\lambda = 0.9\text{--}1.1$  cm (рис. 3). Глубина модуляции потенциала, измеряемого в режиме распыления мишени, находится в пределах нескольких процентов, приближаясь к 10% лишь в окрестности мишени. Это свидетельствует о малом числе частиц, участвующих в ионно-звуковых колебаниях. Количество таких частиц изменяется с ростом частоты и расстояния от мишени. Их концентрация выше всего вблизи мишени, что указывает на связь наблюдающихся колебаний с частицами, образующимися при распылении мишени.

На частотных зависимостях потенциала наиболее интенсивный, но широкий и размытый максимум, положение которого не зависит от расстояния до мишени, наблюдается на частотах 110–120 kHz (он не показан на рисунке). Его мы связываем с участием ионов рабочих газов в колебательном процессе. Однако наиболее интересные особенности, связанные уже непосредственно с кластеризацией плазмы, выявляются при более низких частотах. Так, следующий максимум на частоте  $f \approx 60$  kHz наблюдается только вблизи мишени ( $L = 0.6\text{--}1.2$  cm), причем наиболее интенсивный – при  $L = 1.2$  cm (рис. 4). Его природа обусловлена участием отдельных ионов, покидающих мишень. Наиболее важным результатом является рост амплитуды сигнала вблизи мишени при  $L = 0.6\text{--}1.2$  cm и  $f < 40$  kHz. Рост амплитуды сигнала с уменьшением частоты характеризует кластеризацию потока, связанную с образованием химических связей между частицами.



**Рис. 3.** Пространственные распределения потенциала, измеренные на трех частотах  $f$ , kHz: 1 – 20, 2 – 40, 3 – 60



**Рис. 4.** Частотные зависимости потенциала, измеренные на различных расстояниях от мишени  $L$ , см: 1 – 0.6, 2 – 0.9, 3 – 1.2, 4 – 1.8, 5 – 2.4, 6 – 2.8, 7 – 3.6, 8 – 4.4, 9 – 4.8

В импульсном режиме распыления мишени полная длина пробега частиц не превышает 8 см, но за время импульса  $\tau \approx 3$  ns поток частиц, если бы он продолжал существовать, мог пройти на порядок большее расстояние [7]. При этом оказалось, что включение разряда и цикл распыления мишени для каждого импульса самостоятельны, не связаны между собой и практически не зависят от предыстории, а средняя толщина пленки увеличивается за импульс на недопустимо малую величину – не более чем на  $0.03 \text{ \AA}$ .

Анализ экспериментальных данных, связанных с особенностями осаждения и развития фрактальных структур [7,13], показал, что на подложку возможно осаждение достаточно крупных атомных группировок и даже скопленных кластеров, что невозможно без левитации частиц. Значительную роль в этом играют внутренние поля. Магнитное поле удаляет электроны из пространства вблизи мишени, препятствуя осуществлению реакции



и способствуя сохранению стехиометрического состава пленок.

Важнейшую роль в формировании и росте кластеров в плазме играет электрическое поле. На частицу, движущуюся от мишени, действуют две силы: электростатическая  $F_e = Z_d e E_{\text{eff}}$  [3] и гравитационная  $F_g = m_{\text{cl}} g$ , где

$$E_{\text{eff}} = E \left[ 1 + \frac{(a/\lambda_D)^2}{3(1+a/\lambda_D)} \right], \quad E - \text{электрическое поле, } \lambda_D - \text{длина экранирования Дебая в плазме, } m_{\text{cl}}, a - \text{соответственно масса и радиус частицы, } g - \text{ускорение свободного падения. В состоянии покоя силы } F_e \text{ и } F_g \text{ уравновешивают друг друга:}$$

$$Z_d e E_{\text{eff}} = m_{\text{cl}} g = \frac{\rho \pi D^3 g}{6}, \quad (2)$$

где  $\rho$  – плотность.

В соответствии с рис. 2 отрицательно заряженные (при  $L > 0.9$  см) и положительно заряженные (при  $L < 0.75$  см) частицы левитируют над мишенью, осаждаясь на подложку при столкновении с ней. После окончания импульса гравитационная сила из-за малости члена  $(\delta\tau)^2$  лишь незначительно влияет на расстояние от частицы до мишени:

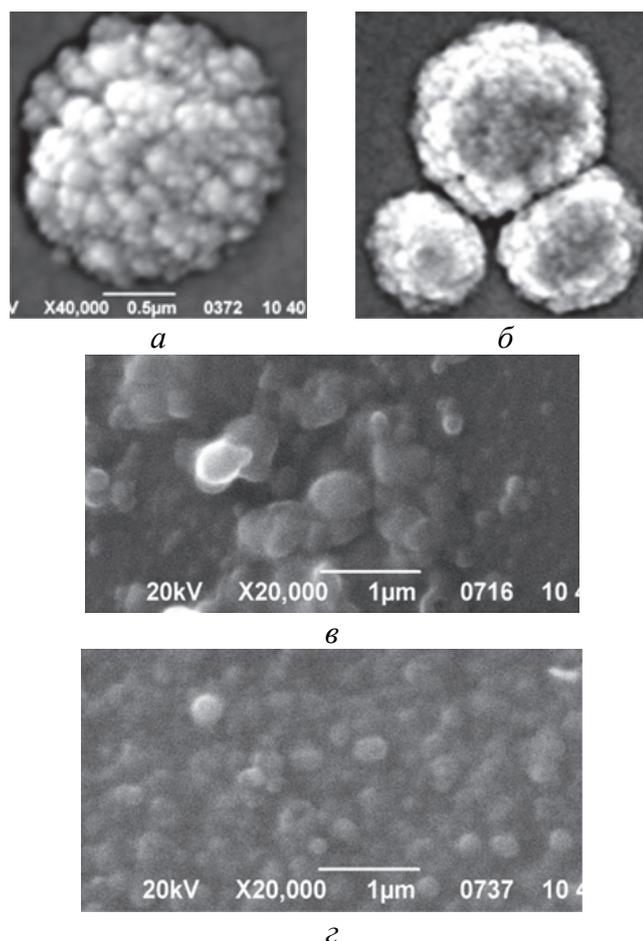
$$L = L_0 + V_0 \delta\tau - \frac{g(\delta\tau)^2}{2}, \quad (3)$$

где  $V_0$  – начальная скорость частицы,  $\delta\tau = 4$  мс – интервал между импульсами. Пространство, в котором может наблюдаться левитация частиц, зависит от их энергии и массы. В соответствии с нашими результатами это реализуется в интервале  $L$  от 0.2 до 2.1 см. В этом пространстве частицы находятся длительное время – в течение большого числа импульсов, увеличивая размеры и совершенствуя свой атомный порядок.

Осажденные на стеклянных подложках пленки характеризуются хорошо развитой кластерной структурой, выявляющейся рентгеновскими методами и детально описанной ранее [7]. На рентгеновских дифракционных картинах когерентное рассеяние излучения представлено диффузными максимумами над гало при участии крупных кластеров ( $D = 150\text{--}400$  Å) и гало, формирующимися при рассеянии меньшими кластерами ( $D = 80\text{--}150$  Å). Некогерентное рассеяние, в котором участвуют атомные группировки размером  $D = 20\text{--}80$  Å, проявляется фоном [7, рис. 3,а,б,с]. Данные особенности сохраняются в широком интервале расстояний от мишени. Однако при этом

изменяются: интенсивности гало и диффузных максимумов, зависящих от концентрации кластеров; полуширина диффузных максимумов, характеризующая размеры кластеров; интенсивность фона, связанная с объемом и дефектностью областей с неупорядоченной структурой, включающих в себя частично и периферийные области самих кластеров [7].

На первой трети пробега частиц от мишени ( $L < 2.1$  см), пока на частицы действуют электрическое и магнитное поля магнетрона, сохраняющие стехиометрию образцов, формируются крупные кластеры, многие из которых, даже при наличии протяженных периферийных областей, имеют трехмерный атомный порядок. Вблизи мишени ( $L < 1$  см), где концентрация частиц достаточно велика, формируются фрактальные структуры сферической формы (рис. 5,а); каждая содержит до  $10^6$  кластеров. Межфрактальная среда (не показана; она подобна изображенной на рис. 5,б) представлена колончатой структурой. Из рис. 5,б видно стремление отдельных фрагментов принимать сферическую форму при их взаимодействии на подложке в процессе роста. Имея большой объем нанопустот, они обладают необычными магнитными свойствами [13] и интересны для изучения магнитной фрустрации и мезоскопических явлений в манганитах [14].



**Рис. 5.** Изображения поверхности образцов  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$  в растровом электронном микроскопе: а, б –  $L = 0.65$  см, в – 1.25 см, г – 3.65 см; время роста пленки 3 часа (3 h)

При  $L > 1$  см, где собственное магнитное поле магнетрона мало и в плазме возникают условия для взаимодействия ионов с электронами и для реакции (1), наблюдается усиление дефектности образцов, проявляющееся в увеличении фона  $I_{\text{incoh}}$  (сравни рис. 3,а и б в [7]). С уменьшением плотности частиц вдоль их потока рост фрактальных структур заканчивается, и видны лишь их отдельные фрагменты на фоне колончатой структуры (см. светлый объект сферической формы в левом верхнем углу рис. 5,в).

При  $L > 2.1$  см ход реакции (1) ускоряется. Как показали измерения, с увеличением  $L$  от 2 до 4 см концентрация ионов  $\text{Mn}^{4+}$  уменьшается в 4 раза. С ростом дефектности образцов на дифракционных картинах наблюдаются интенсивные диффузные максимумы, формирующиеся с участием фрагментов плоскостей, включающих ионы  $\text{Mn}^{2+}$  [7, рис. 3,с]. Одновременно колончатая структура разрушается, а на поверхности пленок видны протяженные области, содержащие фазу  $\text{MnO}$  (рис. 5,з).

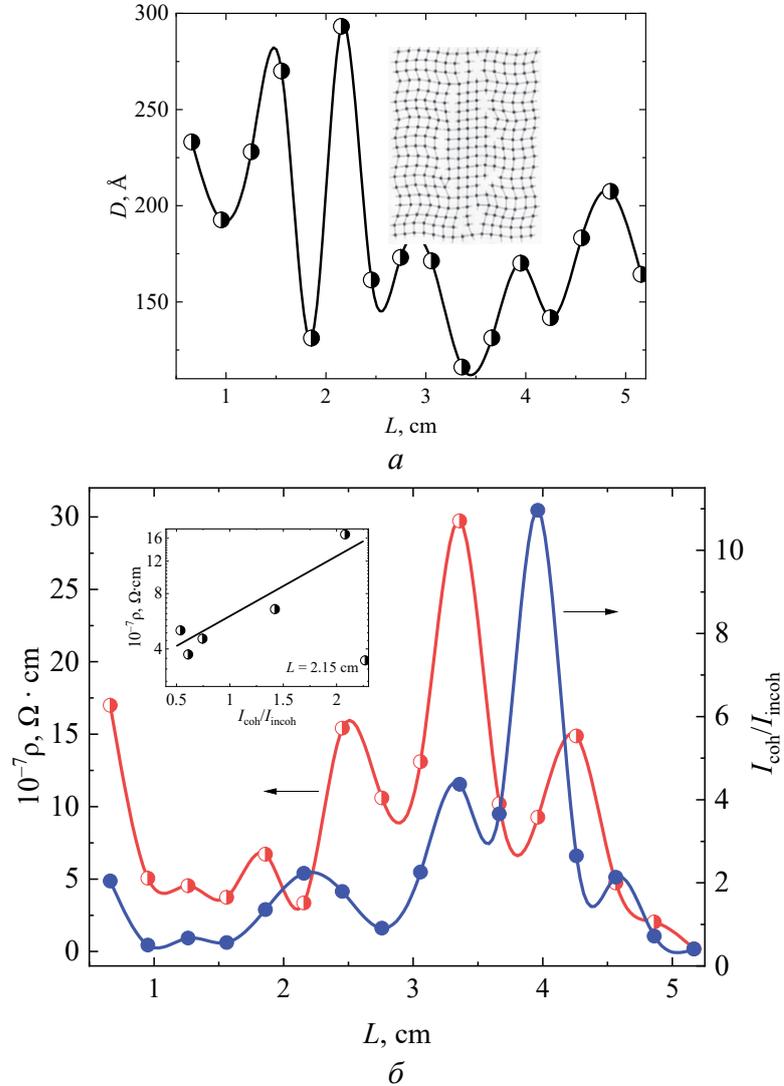
Благодаря наличию в потоке ионов  $\text{Mn}^{3+}$  и  $\text{Mn}^{4+}$  структура и свойства пленок модулируются ионно-звуковыми волнами, увлекающими частицы по пути своего движения. На рис. 6,а показано изменение среднего размера кристаллических кластеров с увеличением расстояния от мишени. Двухмерный вариант подобного кластера с кристаллоподобным расположением атомов в центральной части изображен на вставке. Максимальная концентрация дефектов реализуется в периферийных областях кластеров.

Кроме ионного звука, на поведение частиц воздействует левитация. В соответствии с рис. 1,б левитация возможна как для положительно (при  $L < 0.75$  см), так и отрицательно (в интервале  $L = 0.9\text{--}2.1$  см) заряженных частиц. В малом интервале  $L = 0.75\text{--}0.9$  см (где производная  $dU/dL \approx 0$ ) возможно изменение знака заряда частиц – их перезарядка. Согласно формуле (2) при  $Z = 1$  и  $L = 0.95\text{--}1.25$  см размер левитирующих группировок  $D_{\text{crit}} = 0.13$  мкм. Светлый шарообразный фрагмент фрактальной структуры на рис. 5,в образуется при  $Z \approx 16$ . С удалением от мишени на расстояние  $L = 2.15$  см величина  $D_{\text{crit}}$  уменьшается до 0.075 мкм. Для положительно заряженных частиц  $D_{\text{crit}}$  больше: в окрестности  $L = 0.5$  см  $D_{\text{crit}} = 0.19$  мкм. Это согласуется с данными на рис. 5,б при  $Z \approx 60\text{--}300$ .

Вблизи мишени (при  $L \leq 2.15$  см) размер кластеров вдвое больше по сравнению с областью, где заканчивается действие полей ( $L > 2.15$  см) (рис. 6,а). Левитация частиц от отдельных ионов до крупных заряженных скоплений кластеров размером до  $10^4$  Å более эффективна для увеличения размера атомных группировок, чем увлечение частиц ионно-звуковой волной. Критическая область в окрестности  $L \approx 2.15$  см выявляется также в поведении удельного сопротивления  $\rho$  и соотношения между интенсивностями когерентного и некогерентного рассеяния рентгеновского излучения  $I_{\text{coh}}/I_{\text{incoh}}$ , характеризующего атомный порядок (рис. 6,б). Это представляет интерес для получения новых знаний о кластерной структуре и мезоскопической проводимости образцов.

Ионно-звуковые колебания модулируют приток частиц на подложку, не влияя на сам процесс роста пленки и обеспечивая прямую связь между явлениями в плазме, структурой и свойствами пленки. В результате все парамет-

ры образцов представляют «замороженные» колебания, реальные характеристики которых наблюдались в плазме. Эксперименты показали, что частота «замороженных» колебаний в пленках, как и частота ионно-звуковых колебаний в плазме, зависит от давления рабочего газа.



**Рис. 6.** Изменение размера кластеров  $D$  (а), а также соотношения между когерентным  $I_{\text{coh}}$  и некогерентным  $I_{\text{incoh}}$  рассеянием рентгеновского излучения и удельного сопротивления  $\rho$  образцов  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$  (б) в зависимости от расстояния до мишени  $L$ . На вставках: а – двухмерный вариант кластера; б – зависимость удельного сопротивления  $\rho$  от соотношения  $I_{\text{coh}}/I_{\text{incoh}}$  для первых 5 образцов ( $L < 2.15$  cm).

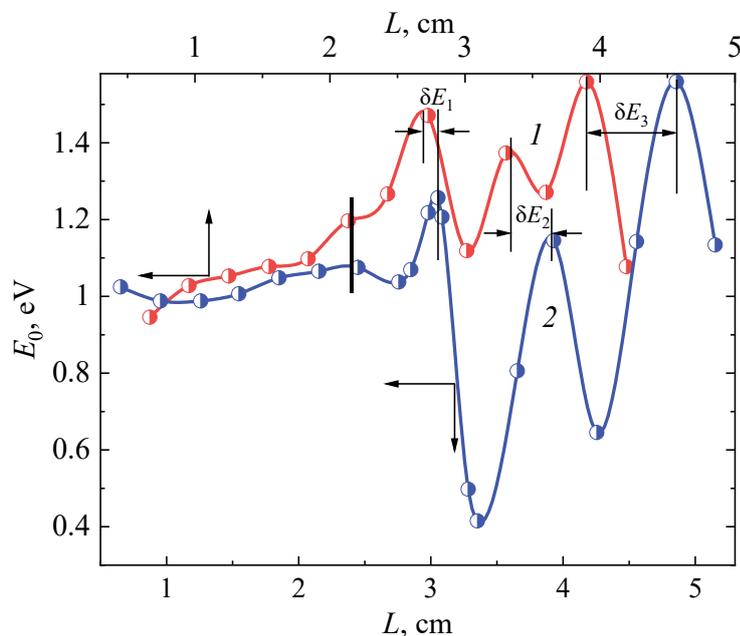
На рис. 7 показаны зависимости эффективной оптической ширины запрещенной зоны  $E_0$  исследуемых образцов от расстояния до мишени для двух давлений рабочего газа. Величину  $E_0$  определяли с помощью универсального для аморфных полупроводников соотношения Тауца [15]:

$$\alpha = B \frac{(\hbar\omega - E_0)^2}{\hbar\omega}, \quad (4)$$

где  $\alpha$  – коэффициент поглощения,  $B = \frac{4\pi\sigma_{\min}}{nC\delta E}$  ( $C$  – скорость света,  $\delta E$  – ширина зоны локализованных состояний),  $E_0$  – оптическая ширина запрещенной зоны. Наблюдаются периодические изменения  $E_0$  с увеличением  $L$ .

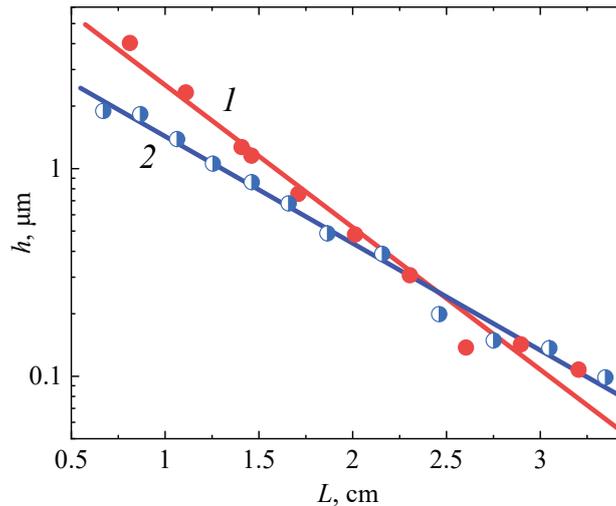
Из рис. 7 видно, что обе кривые качественно подобны, а их основные изменения связаны с уменьшением длины волны колебаний от 0.83 см (здесь необходимо отметить, что  $\lambda = 0.83$  см также наблюдается и для зависимости  $D(L)$  на рис. 6,а) до 0.6 см при увеличении давления в камере. Для большей наглядности кривые сдвинуты относительно друг друга на 0.22 см – так, чтобы первые отчетливо выявляющиеся и наиболее близкие к мишени максимумы (они указаны на рисунке вертикальной жирной чертой) совпали.

Для обеспечения одинакового масштаба длины осей  $L$  (4.7 см) в обоих случаях были одинаковы. Из рисунка хорошо видно, что расстояние между подобными максимумами увеличивается с ростом  $L$ :  $\delta E_1 < \delta E_2 < \delta E_3$ .



**Рис. 7.** Зависимость эффективной оптической ширины запрещенной зоны  $E_0$  исследуемых образцов  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$  от расстояния до мишени  $L$  для двух давлений рабочего газа, Torr: 1 –  $10^{-2}$  ( $\lambda = 0.6$  см); 2 –  $6 \cdot 10^{-3}$  ( $\lambda = 0.8$  см)

С повышением давления  $E_0$  растет, однако амплитуда колебаний  $E_0$  существенно уменьшается: с увеличением времени роста пленки на подложке происходит «зарастание» атомных структур, возникающих при модуляции потока частиц ионно-звуковой волной в плазме, что нивелирует пространственные различия в локальном атомном порядке и свойствах образцов. Этот эффект является наглядным проявлением дальнейшего роста кластеров в пленке – уже после их осаждения на подложку. Увеличение размера атомных группировок с увеличением времени роста приводит к совершенствованию структуры кластеров, уменьшению хвостов плотности состояний и к ожидаемому росту  $E_0$ .



**Рис. 8.** Зависимости толщины  $h$  исследуемых образцов  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$  от расстояния до мишени  $L$ : 1 – давление рабочего газа  $10^{-2}$  Torr, рост пленки в течение 6 h; 2 –  $6 \cdot 10^{-3}$  Torr, 3 h

Периодические изменения структуры и свойств образцов обусловлены модуляцией потока ионов марганца. Вблизи мишени (для расстояний  $L < 2.5$  cm) до тех пор, пока изменения их зарядовых состояний обусловлены в основном реакцией  $\text{Mn}^{4+} + e^- \Rightarrow \text{Mn}^{3+}$ , для исследуемых двух наборов образцов значения  $E_0$  мало различаются. Они практически не зависят от величины  $L$  в отличие от более удаленных от мишени групп, когда реализуется реакция  $\text{Mn}^{3+} + e^- \Rightarrow \text{Mn}^{2+}$  и появляются ионы  $\text{Mn}^{2+}$ , которых нет в химическом составе мишени и которые обуславливают уже значительные отклонения от стехиометрии образцов. Комплексы  $\text{MnO}$  оказывают сильное возмущающее воздействие на структуру пленок, приводящее к заметному разбросу экспериментальных точек в экспоненциальной зависимости толщины пленок от расстояния  $L$  ( $h = h_0 \exp(-\xi_0 L)$ , где коэффициент  $\xi_0$  пропорционален давлению газа). Такой разброс существенно превышает ошибку измерений (рис. 8) и особенно заметен в интервале  $L = 2.3$ – $2.8$  cm, где наблюдается значительное уменьшение толщины пленок, связанное с увеличением плотности образцов за счет структурного упорядочения. Это наблюдалось нами ранее при структурных резонансах в легированных аморфных пленках  $\text{CdGeAs}_2$  [16]. Данный вывод подтверждается наличием в интервале  $L = 2.3$ – $2.8$  cm максимума интенсивности когерентного рассеяния (см. рис. 6,а), где согласно оптическим измерениям концентрация фазы  $\text{MnO}$  равна 16–19%.

Для  $L < 2.15$  cm на рис. 6,а наблюдается качественное соответствие в поведении соотношения  $I_{\text{coh}}/I_{\text{incoh}}$  и  $\rho$ , понятное в рамках модели прыжковой проводимости, которая зависит от перекрытия локализованных состояний, принадлежащих ионам  $\text{Mn}^{3+}$  и  $\text{Mn}^{4+}$ , при структурном разупорядочении. Однако это соответствие ограничивается данными для пяти образцов, близких к мишени (см. вставку на рис. 6,б). Отсутствие такой же связи между  $I_{\text{coh}}/I_{\text{incoh}}$  и  $\rho$  при больших  $L$  совпадает с резким уменьшением  $D$  на рис. 6,а.

Поведение  $I_{\text{coh}}/I_{\text{incoh}}$  качественно не меняется с ростом  $L$  при уменьшении размера кластеров вдвое, и за нарушение связи между  $I_{\text{coh}}/I_{\text{incoh}}$  и  $\rho$ , очевидно, ответственно изменение функциональной зависимости между размером кластеров и электропроводностью образцов: размерные эффекты в мезоскопических образцах всегда играют решающую роль – здесь в первую очередь за счет захвата носителей заряда на поверхностные состояния кластеров в их периферийных областях.

Удельная электропроводность  $\sigma$  образцов на 8–10 порядков меньше минимума металлической проводимости, и основным механизмом их электропроводности является прыжковая проводимость, зависящая от концентрации ионов  $\text{Mn}^{3+}$  и  $\text{Mn}^{4+}$  и от перекрытия связанных с ними локализованных состояний [7]. Могут также реализоваться некоторые типы туннельных переходов, но лишь при наличии металлической проводимости, которая наблюдалась в оптических спектрах образцов, содержащих кластеры размером не менее 350–400 Å [7]. Во всех иных случаях ионы  $\text{Mn}^{3+}$  и  $\text{Mn}^{4+}$  в кластерах участвуют в прыжковой проводимости порознь. Однако коллективные явления все же сказываются на величине  $\sigma$  за счет снижения энергии прыжка [17,18] при наличии обменных взаимодействий, которые включаются в этом материале при  $T < 350$  К.

Как видно из простой модели двухмерного кластера на вставке к рис. 6,а, локализованные состояния в пленках сосредоточены преимущественно в периферийных областях кластеров. Кластеры с малой концентрацией ионов  $\text{Mn}^{4+}$  по своим свойствам мало отличаются от неупорядоченной межкластерной среды, и потенциальный рельеф в образцах создается преимущественно кластерами, в которых в значительных количествах присутствуют ионы  $\text{Mn}^{4+}$ . Существенная часть этих ионов благодаря наличию протяженных периферийных областей всегда локализована. Часть электронов, принадлежащих ионам  $\text{Mn}^{3+}$ , переходит из окружения в кластеры, содержащие ионы  $\text{Mn}^{4+}$ , уменьшая тем самым их концентрацию и глубину потенциальной ямы. Эта область определяется дебаевским радиусом экранирования  $l_D$  и может быть сопоставимой или даже больше длины прыжка. Поскольку известно, что при  $D < 350$  Å металлическая проводимость исчезает [7], можно с уверенностью утверждать, что величина  $l_D = 150 \mp 30$  Å, которая превышает предельную длину туннелирования в твердом теле – 100–120 Å. В результате отрицательно заряженный кластер оказывается окружен одиночными ионами  $\text{Mn}^{4+}$ , уменьшая тем самым плотность локализованных состояний, участвующих в прыжковой проводимости. Таким образом, чем крупнее кластер, тем меньше его вклад в проводимость образцов.

В случае меньшего кластера размер области вокруг него, обедненной ионами  $\text{Mn}^{3+}$ , значительно меньше длины прыжка, наиболее уязвимы состояния в самом кластере, и ситуация оказывается прямо противоположной: плотность состояний, способных участвовать в прыжковой проводимости (или в иных механизмах туннелирования), и соответственно электропроводность возрастают с увеличением  $D$ .

Из известных моделей локализации электронных состояний (Мотта, Андерсона и Лифшица) наиболее приемлемой для описания результатов является модель Лифшица [19], известная как «модель со структурным беспорядком» [20]. В этом случае каждому кластеру, содержащему ионы  $Mn^{4+}$ , соответствует своя потенциальная яма. Для глубоких ям зависимость плотности состояний от энергии  $g(\varepsilon)$  дается выражением

$$g(\varepsilon) \approx \frac{2\pi N^2}{\alpha^3} \frac{[\ln(|\varepsilon|/\lambda\alpha)]^2}{|\varepsilon|}, \quad (5)$$

где  $N$  – концентрация ям,  $\alpha^{-1}$  – радиус состояния,  $\lambda$  – параметр, зависящий от асимптотики волновых функций. В нашем случае ямы создаются в крупных кластерах состояниями  $Mn^{3+}$  и  $Mn^{4+}$ , возникающими в манганите при легировании его стронцием за счет фазового расслоения. Для случая малых  $\varepsilon$ , свойственных кластерам меньших размеров:

$$g(\varepsilon) \propto \exp\left\{-\frac{\pi N}{6\alpha^3} [\ln(\varepsilon_0/|\varepsilon|)]^3\right\}. \quad (6)$$

Наблюдается качественное соответствие в поведении кривых  $D(L)$  и  $\rho(L)$ , особенно при  $L > 2.15$  см, где каждому максимуму  $D(L)$  соответствует минимум  $\rho(L)$  и каждому минимуму  $D(L)$  соответствует максимум  $\rho(L)$ . Для образцов с меньшими кластерами разупорядочение достаточное, чтобы обеспечить перекрытие по энергии состояний, связанных с ионами  $Mn^{3+}$  и  $Mn^{4+}$ . Для образцов  $L < 2.15$  см, где перекрытие меньше, соответствие в поведении параметров  $D(L)$  и  $\rho(L)$  хуже, чем между  $I_{coh}/I_{incoh}$  и  $\rho(L)$ , где перекрытие состояний учитывается косвенным образом введением параметра  $I_{incoh}$ .

### Заключение

Изучая ионно-звуковые колебания в магнетронной плазме и их воздействие на структуру и свойства пленок, осажденных вдоль потока частиц, мы показали, что основную роль в формировании кластеров в плазме играют левитация частиц (только в первой половине пробега, где на поток действуют внутренние поля) и менее эффективные ионно-звуковые волны. Расчетные критические размеры атомных группировок согласуются с экспериментом. В рабочем режиме распыления мишени возникает квазистационарный левитирующий поток, из которого уходят группировки, не удовлетворяющие условиям (2) и (3), но который постоянно пополняется частицами, возникающими при распылении мишени. «Замороженные» колебания в пленках отражают реальные колебания в плазме. Близость значений дебаевского радиуса экранирования ( $\sim 150$  Å) и предельной длины туннелирования в твердых телах (100–120 Å) к размерам кластеров, а также разнообразие структуры и свойств образцов делают исследованные в работе пленки  $La_{0.7}Sr_{0.3}MnO_{3-x}$  привлекательными для более широкого изучения размерных эффектов.

1. П.В. Кауштанов, Б.М. Смирнов, Р. Хиннлер, УФН **177**, 473 (2007).
2. M. Panjan, A. Anders, J. Appl. Phys. **121**, 063302 (2017).
3. В.Е. Фортков, А.Г. Храпак, С.А. Храпак, В.И. Молотков, О.Ф. Петров, УФН **174**, 495 (2004).
4. W.D. Suranga Ruhunusiri, J. Goree, Phys. Plasmas **21**, 053702 (2014).
5. Б.Б. Кадомцев, Коллективные явления в плазме, Наука, Москва (1988).
6. В.Д. Окунев, З.А. Самойленко, Ю.М. Николаенко, Т.А. Дьяченко, А.С. Корнеевец, Е.И. Пушенко, Письма в ЖТФ **46**, вып. 1, 47 (2020).
7. В.Д. Окунев, З.А. Самойленко, H. Szymczak, Т.А. Дьяченко, Е.И. Пушенко, ФТТ **63**, 433 (2021).
8. E.L. Nagaev, Phys. Rep. **346**, 387 (2001).
9. L.P. Gor'kov, V.Z. Kresin, Phys. Rep. **400**, 149 (2004).
10. A.L. Rakhmanov, K.I. Kugel, Y.M. Blanter, M.Y. Kagan, Phys. Rev. **B63**, 174424 (2001).
11. В.Д. Окунев, З.А. Самойленко, R. Szymczak, S.J. Lewandowski, ЖЭТФ **128**, 150 (2005).
12. V.D. Okunev, R. Szymczak, M. Baran, H. Szymczak, P. Gierłowski, Phys. Rev. **B74**, 014404 (2006).
13. V.D. Okunev, Z.A. Samoilenko, H. Szymczak, R. Szymczak, V.V. Burkhovetski, S.J. Lewandowski, J. Appl. Phys. **113**, 164309 (2013).
14. V.D. Okunev, H. Szymczak, J. Appl. Phys. **133**, 084301 (2023).
15. Н. Мотт, Э. Дэвис, Электронные процессы в некристаллических веществах, Мир, Москва (1982).
16. В.Д. Окунев, З.А. Самойленко, Письма в ЖЭТФ **53**, 42 (1991).
17. Э.А. Нейфельд, В.Е. Архипов, Н.А. Тумалевич, Я.М. Муковский, Письма в ЖЭТФ **74**, 630 (2001).
18. V.D. Okunev, Z.A. Samoilenko, N.N. Pafomov, A.L. Plehov, R. Szymczak, H. Szymczak, S.J. Lewandowski, Phys. Lett. **A373**, 894 (2009).
19. И.М. Лифшиц, УФН **83**, 617 (1964).
20. Б.И. Шкловский, А.Л. Эфрос, Электронные свойства легированных полупроводников, Наука, Москва (1979).

V.D. Okunev, Z.A. Samoilenko, Yu.M. Nikolaenko, T.A. Dyachenko, A.S. Kornyeveys, V.V. Burkhovetskiy

#### ION-ACOUSTIC WAVES AND LEVITATION OF A PARTICLE FLOW IN MAGNETRON PLASMA: CLUSTERIZATION OF PLASMA AND «FROZEN» OSCILLATIONS IN $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_{3-x}$ FILMS

The amplitude and frequency dependences of ion-acoustic oscillations in magnetron plasma during pulsed sputtering of  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_{3-x}$  target, as well as the structure, electronic and optical properties of 36 film samples deposited on glass substrates installed along the particle flow were studied. It is shown that near the target clusterization of the flow is limited by the levitation of atomic clusters in space, where the force of universal gravity is balanced by the force of interaction of charged particles with the electric field. The results of calculation of the critical sizes of levitating atomic groupings are consistent with experiment. With the increase in distance from the target, clusterization of the flow is determined by less efficient processes of interaction of ions and atomic clusters with

ion-acoustic waves. It is shown that the effect of structure on electrical properties of the samples is qualitatively described within the framework of the Lifshitz localization model. A close relationship between the generation of ion-acoustic waves, particle levitation, plasma clusterization and “frozen” oscillations in the films has been established.

**Keywords:** magnetron plasma, ion-acoustic waves, clusterized structure, manganese ions, amorphous  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$  films

**Fig. 1.** Scheme of the experiment

**Fig. 2.** Potential  $U(a)$  and magnetic field  $H(\bar{\delta})$  vs the distance to the target  $L$

**Fig. 3.** Spatial distributions of potential measured at three frequencies  $f$ , kHz: 1 – 20, 2 – 40, 3 – 60

**Fig. 4.** Frequency dependences of potential measured at varied distance to the target  $L$ , cm: 1 – 0.6, 2 – 0.9, 3 – 1.2, 4 – 1.8, 5 – 2.4, 6 – 2.8, 7 – 3.6, 8 – 4.4, 9 – 4.8

**Fig. 5.** SEM images of surfaces of the  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$  samples:  $a$ ,  $\bar{\delta}$  –  $L = 0.65$  cm,  $\epsilon$  – 1.25 cm,  $z$  – 3.65 cm; the time of the film growth is 3 h

**Fig. 6.** Cluster size  $D(a)$ , relation between the coherent scattering of X-ray radiation  $I_{\text{coh}}$  and incoherent one  $I_{\text{incoh}}$ , resistivity  $\rho$  of the  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$  samples ( $\bar{\delta}$ ) with respect to the distance to the target  $L$ . On the insets:  $a$  – two-dimensional cluster;  $\bar{\delta}$  – resistivity  $\rho$  vs the ratio  $I_{\text{coh}}/I_{\text{incoh}}$  at  $L = 2.15$  cm

**Fig. 7.** Effective optical width of the forbidden band  $E_0$  of the tested samples of  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$  vs the distance to the target  $L$  at two pressures of the working gas, Torr: 1 –  $10^{-2}$  ( $\lambda = 0.6$  cm); 2 –  $6 \cdot 10^{-3}$  ( $\lambda = 0.8$  cm)

**Fig. 8.** Thickness  $h$  of the tested samples of  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$  vs the distance to the target  $L$ : 1 – working gas pressure  $10^{-2}$  Torr, the film grows for 6 h; 2 –  $6 \cdot 10^{-3}$  Torr, 3 h

PACS: 64.90.-i, 81.40.Vw, 82.80.Ch

Г.В. Букин<sup>1</sup>, К.Г. Букина

## ИССЛЕДОВАНИЕ ВРАЩАТЕЛЬНОЙ СПОСОБНОСТИ АНИЗОТРОПНЫХ ПЛЕНОК СВЕРХВЫСОКОМОЛЕКУЛЯРНОГО ПОЛИЭТИЛЕНА

<sup>1</sup>Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина

Статья поступила в редакцию 25 марта 2024 года

*Разработан простой экспресс-метод измерения угла поворота  $\phi$  плоскости поляризации линейно поляризованного света анизотропных пленок сверхвысокомолекулярного полиэтилена (СВМПЭ), изготовленных из реакторных порошков (РП) 5230 и 5224. По измеренным углам поворота  $\phi$  рассчитаны зависимости вращательной способности  $\alpha$  образцов этих пленок от степени их вытягивания прокатыванием  $L$  и от температуры прокатных валков  $T_r$ . Выполнен сравнительный анализ полученных экспериментальных кривых зависимостей вращательной способности  $\alpha$  от параметров  $L$  и  $T_r$  с соответствующими экспериментальными кривыми зависимостей силы двойного лучепреломления  $(\overline{n_e - n_o})$ , найденными в результате исследования этих же образцов в работе [9]. Установлено, что в рамках погрешности проведенных измерений зависимости  $\alpha(L)$  и  $\alpha(T_r)$  имеют близкую статистическую взаимосвязь с соответствующими зависимостями  $(\overline{n_e - n_o})(L)$ ,  $(\overline{n_e - n_o})(T_r)$  и демонстрируют схожий характер функционального поведения.*

**Ключевые слова:** показатель преломления, оптическая активность, оптическое вращение, двойное лучепреломление, поляризованные волны, сверхвысокомолекулярный полиэтилен, пленки

### Введение

Современные поляриметрические методы исследования с успехом используются [1–6] для изучения новых и перспективных полимерных материалов с целью определения зависимости заданных функциональных свойств конечных изделий от физических и технологических параметров при их изготовлении. В настоящее время к таким материалам относится СВМПЭ, который нашел широкое практическое применение в различных отраслях современной промышленности и медицине.

Изделия, изготовленные из ориентированного СВМПЭ, демонстрируют свои высокие механические характеристики и сверхвысокую прочность на разрыв [7], которые сильно зависят от условий производства и физических параметров.

Как известно [8], в динамически коррелированных системах из макромолекул полимеров, к которым относятся ориентированные анизотропные

пленки СВМПЭ с двойным лучепреломлением, взаимодействия могут иметь очень сложный характер. Для их изучения требуется не только специализированное дорогостоящее оборудование, но и достаточно сложные экспериментальные методики. Однако, несмотря на это, исследования простыми методами с использованием доступной техники могут дать важную и полезную информацию о свойствах систем со сложными межмолекулярными взаимодействиями.

Поэтому актуальным является поиск простых экспресс-методов измерения параметров нового и перспективного материала из СВМПЭ для определения зависимости его функциональных свойств от условий производства изделий из него.

Так, в работе [9] экспресс-методом измерена сила двойного лучепреломления  $(\overline{n_e - n_o})$  образцов анизотропных пленок СВМПЭ квадратной формы, имеющих толщину  $\overline{d_f}$  и площадь  $S_S \approx 0.36 \text{ cm}^2$ , которые изготовлены разными способами из РП 5230 и 5224. Для указанных образцов получены экспериментальные зависимости силы двойного лучепреломления от степени их вытягивания прокатыванием  $L$  и от температуры прокатных валков  $T_r$ :  $(\overline{n_e - n_o})(L)$  и  $(\overline{n_e - n_o})(T_r)$ .

В рамках сделанного в работе [9] предположения о пропорциональности силы двойного лучепреломления со степенью анизотропии пленок СВМПЭ в направлении прокатывания, связанной, очевидно, с прочностью образцов на разрыв, полученные зависимости прямо показывают влияние условий производства на прочностные характеристики пленок.

Для более полной картины поведения свойств исследуемых анизотропных пленок СВМПЭ из РП 5230 и 5224 становится очевидной необходимость определения зависимостей вращательной способности  $\alpha$  этих образцов от параметров  $L$  и  $T_r$ .

Цели настоящего исследования – разработать простой экспресс-метод измерения угла поворота  $\varphi$  плоскости поляризации линейно поляризованного света анизотропных пленок СВМПЭ из РП 5230 и 5224; по измеренным величинам  $\varphi$  рассчитать зависимости вращательной способности  $\alpha$  от степени вытягивания образцов прокатыванием  $L$  и от температуры прокатных валков  $T_r$ ; провести сравнительный анализ полученных экспериментальных кривых зависимостей  $\alpha$  от параметров  $L$  и  $T_r$  и соответствующих кривых зависимостей силы двойного лучепреломления  $(\overline{n_e - n_o})$ , полученных в результате исследования этих образцов в работе [9].

### 1. Экспресс-метод измерения угла поворота $\varphi$ плоскости поляризации линейно поляризованного света тонкой плоскопараллельной прозрачной и бесцветной пластины СВМПЭ

При пропускании световой электромагнитной волны через вещество она взаимодействует с ним, вызывая вынужденные колебания электронов, связанных с атомами среды. Электрон, который начал колебаться, становится

источником вторичных электромагнитных волн, которые имеют разные фазы и поэтому могут интерферировать не только друг с другом, но и с первичной волной. В результате их взаимодействия могут возникать такие оптические явления, как, например, изменение фазовой скорости распространения света, дисперсия показателя преломления, двойное лучепреломление, комбинационное рассеяние света и вращение плоскости поляризации (оптическая активность).

Явление оптической активности обусловлено асимметрией как молекул, так и пространственной структуры объема вещества. Оно заключается в том, что после прохождения света через оптически активную систему направление колебаний электрического вектора световой электромагнитной волны оказывается повернутым на некоторый угол  $\varphi$  относительно своего первоначального направления колебаний.

Для любого оптически активного вещества существуют две его термодинамически тождественные модификации с зеркально симметричным строением структуры. Одна из них (если смотреть навстречу свету) поворачивает направление колебаний электрического вектора световой электромагнитной волны вправо (угол  $\varphi$  положительный), а другая – поворачивает это направление колебаний влево (угол  $\varphi$  отрицательный). Для данных двух модификаций оптически активного вещества абсолютные значения угла поворота  $|\varphi|$  совпадают.

Поскольку размеры молекул веществ значительно меньше длин волн видимого света, оптическая активность является достаточно чувствительным оптическим эффектом, способным отражать даже самые незначительные изменения в структуре вещества, что относительно легко наблюдать на практике.

Угол поворота  $\varphi$  плоскости поляризации линейно поляризованного света, проходящего через кристаллическую пластину твердого оптически активного вещества, пропорционален толщине  $d$  этой пластины:

$$\varphi = \alpha d, \quad (1)$$

где  $\alpha$  – вращательная способность данного вещества, соответствующая углу  $\varphi$ . Параметр  $\alpha$  проявляет дисперсию, т.е. зависит от длины волны света.

Пробные эксперименты на тестовом образце анизотропной пленки СВМПЭ позволили разработать следующий алгоритм исследования и способ проведения поляриметрических измерений для определения вращательной способности  $\alpha$ :

1. Линейно поляризованный лазерный световой поток с интенсивностью  $I$ , распространяющийся вдоль оптической оси экспериментальной установки, пропускаем через поляризатор и направляем на экран.

2. Вращением поляризатора вокруг оптической оси добиваемся минимальной интенсивности прошедшего света  $I \approx I_{\min} \neq 0$  и круговую шкалу отсчета углов поворота с ценой деления  $1^\circ$  устанавливаем в положение «0». Величина минимальной интенсивности  $I_{\min} \neq 0$  в результате неидеальности оптических свойств поляризатора и незначительного рассеяния лазерного светового потока на границах раздела фаз.

3. Между источником света и поляризатором вводим исследуемый образец так, чтобы плоскость анизотропной пленки СВМПЭ и ее ось были перпендикулярны оптической оси и плоскости пропускания поляризатора.

4. В результате прохождения лазерного светового потока через исследуемый образец анизотропной пленки СВМПЭ интенсивность прошедшего излучения (интенсивность лазерного пятна, наблюдаемого на экране) увеличивается на некоторую величину  $\Delta I$ , возникновение которой, очевидно, связано как с оптической активностью образца (с поворотом плоскости поляризации линейно поляризованного лазерного светового потока на некоторый угол  $\varphi^*$  относительно своего первоначального положения «0»), так и с рассеянием света на его неоднородностях.

5. Вращением поляризатора, выступающего теперь в качестве анализатора, добиваемся минимальной интенсивности прошедшего света  $I_{\min}^*$  и по круговой шкале отсчета углов поворота оцениваем соответствующее значение угла  $\varphi^*$ .

Предполагаем, что в пределах погрешности измерений угол поворота поляризатора  $\varphi^*$  равен углу поворота  $\varphi$  плоскости поляризации линейно поляризованного света в выражении (1), т.е.  $\varphi^* \approx \varphi$ .

## 2. Материалы и техника исследования

В качестве объекта исследования использовали тонкие прозрачные (слабо рассеивающие) и бесцветные (непоглощающие) анизотропные пленки квадратной формы, имеющие толщину  $\overline{d_f}$  и площадь  $S_S \approx 0.36 \text{ cm}^2$ , изготовленные из РП СВМПЭ 5230 и 5224 способом, описанным в работе [9]. Параметры образцов приведены в табл. 1.

Таблица 1

Параметры образцов пленок из РП СВМПЭ 5230 и 5224

| № образца     | $\overline{d_f}$ , mm     | $L$  | $T_r$ , К | $\overline{n_e} - \overline{n_o}$ |
|---------------|---------------------------|------|-----------|-----------------------------------|
| РП СВМПЭ 5230 |                           |      |           |                                   |
| 1             | $0.11000 \pm \pm 0.00000$ | 6.75 | 381       | 0.666639                          |
| 2             | $0.11033 \pm \pm 0.00033$ | 6.80 | 385       | 0.085379                          |
| 3             | $0.11133 \pm \pm 0.00033$ | 4.28 | 395       | 0.754061                          |
| РП СВМПЭ 5224 |                           |      |           |                                   |
| 15            | $0.1100 \pm 0.00000$      | 5.30 | 341       | -0.234622                         |
| 16            | $0.1060 \pm 0.00058$      | 5.30 | 348       | -0.548275                         |
| 18            | $0.1100 \pm 0.00000$      | 5.50 | 363       | 0.081886                          |
| 23            | $0.1100 \pm 0.00000$      | 6.20 | 389       | 0.076230                          |

Измерения проводили при помощи поляризационного рудного микроскопа ПОЛАМ Р-312, в котором в качестве источника света использовали красный лазерный модуль Red Laser мощностью 20 mW с генерацией каустического структурированного монохроматического излучения на длине волны величиной  $\lambda \approx 6555.2181$  nm в пучке с площадью поперечного сечения  $S_L \approx 0.031$  cm<sup>2</sup>. С одной стороны, большая яркость лазерного пучка затрудняет оценку его интенсивности непосредственным наблюдением в микроскоп, а с другой – из-за неравномерного распределения энергии в его поперечном сечении понижает точность измерения угла поворота  $\varphi$ .

Фоточувствительные сенсоры современных устройств цифрового технического зрения исследованы в работе [10], где показано, что при равномерной освещенности плоскости сечения входного зрачка оптической системы освещенность плоскости сечения выходного цифрового изображения является также равномерной и не зависящей от спектрального состава электромагнитного излучения и параметров матрицы. Таким образом, интегральная интенсивность входного светового сигнала пропорциональна интегральной интенсивности его выходного цифрового изображения.

Результаты, полученные авторами в работе [10], свидетельствуют о достоверности результатов фотометрических измерений, полученных при использовании многоканальных RGB-камер в качестве фотоприемника электромагнитного излучения в видимом спектральном диапазоне. Поэтому в наших исследованиях в качестве фотоприемника лазерного излучения использовали многоканальную RGB-камеру Canon EOS 700D с разрешением по ширине  $w = 4000$  px ( $\approx 55.56$  cm), по высоте  $h = 3000$  px ( $\approx 41.67$  cm) и с суммарным количеством пикселей  $N = 12000000$ . При этом цифровое двумерное представление изображения светового потока, проходящего через входной зрачок объектива, имеет люк площадью  $S_{\text{Canon}} \approx 2315$  cm<sup>2</sup>. Параметры камеры устанавливали в положение постоянных значений светочувствительности, фокусировки, выдержки и размеров полевой и апертурной диафрагм.

Регистрацию интенсивности лазерного светового потока выполняли дискретно, проводя измерения после каждого поворота анализатора с шагом через один градус в диапазоне углов, содержащем угол  $\varphi$ , при котором наблюдается минимальная интенсивность излучения  $I_{\min}^*$ , прошедшего через исследуемый образец анизотропной пленки СВМПЭ.

### 3. Эксперимент и обработка результатов измерений

Как известно, в цветовой аддитивной модели RGB для отображения цвета пикселя цифрового изображения  $C$  используется сумма трех основных цветов:

$$C(r, g, b) = r + g + b, \quad (2)$$

где  $r$ ,  $g$  и  $b$  – соответственно количество (интенсивность) красного (Red), зеленого (Green) и синего (Blue) цветов. В зависимости от цвета  $C$  пикселя, количество каждого основного цвета может принимать числовые значения в диапазоне от 0 до 255. Если пиксель цифрового изображения имеет черный

цвет, то  $C(r, g, b) = 0$ , а если белый – то  $C$  достигает своего максимально возможного значения:  $C(r, g, b) = 255 + 255 + 255 = 765$ .

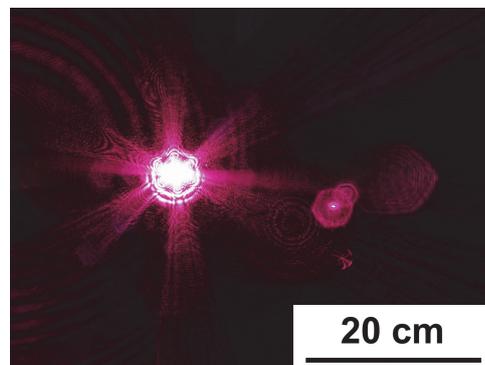
В случае монохроматического (одноцветного) светового потока линейно поляризованного света, когда излучение сосредоточено в узком спектральном интервале  $\Delta\lambda$ , определить интегральную интенсивность  $I_{\Delta\lambda}$  всех пикселей изображения можно по формуле

$$I_{\Delta\lambda} = \sum_i^N C_i \left( \frac{r_i + g_i + b_i}{3}, \frac{r_i + g_i + b_i}{3}, \frac{r_i + g_i + b_i}{3} \right), \quad (3)$$

где  $C_i \left( \frac{r_i + g_i + b_i}{3}, \frac{r_i + g_i + b_i}{3}, \frac{r_i + g_i + b_i}{3} \right)$  – скалярная величина цвета  $i$ -го пикселя, численно равная его интенсивности.

Расчет интегральной интенсивности  $I_{\Delta\lambda}$  изображений, зарегистрированных при определении угла  $\varphi$  поворота анализатора, соответствующего минимальной интенсивности  $I_{\min}^*$  прошедшего лазерного светового потока, осуществляли с использованием разработанной в [11] автоматизированной системы анализа растровых изображений.

Изображение лазерного светового потока, прошедшего через исследуемый образец пленки СВМПЭ и полученного при непосредственном прямом вводе излучения в объектив RGB-фотокамеры Canon EOS 700D, приведено на рис. 1. Как видим, цифровое изображение имеет неравномерную освещенность и занимает площадь  $S_{PLaser} \approx 28.3 \text{ cm}^2$ , что  $\approx 1.2\%$  от площади всего кадра  $S_{Canon} \approx 2315 \text{ cm}^2$ .



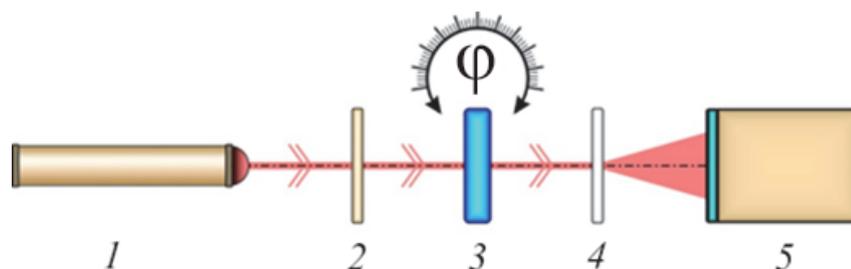
**Рис. 1.** Изображение лазерного светового потока, прошедшего через исследуемый образец пленки СВМПЭ и полученного при непосредственном прямом вводе излучения в объектив RGB-фотокамеры Canon EOS 700D

На рис. 1 видно, что в результате высокой плотности энергии центральной область изображения лазерного светового потока «засвечена», т.е. пиксели имеют белый цвет и максимальную интенсивность  $C(r, g, b) = 765$ . Поэтому измерить величину изменения интегральной интенсивности прошедшего лазерного светового потока по изменению интенсивности пикселей

в засвеченной «белой» зоне его цифрового изображения не представляется возможным. Следовательно, для этих целей способ непосредственного прямого ввода излучения в объектив RGB-фотокамеры не применим.

Задачу измерения интегральной интенсивности прошедшего лазерного светового потока мы решали путем использования бесцветного рассеивателя электромагнитного излучения, рассеивающего свет по закону Ламберта. С одной стороны, рассеиватель понижает интенсивность каустического лазерного светового потока в центральной зоне плоскости своего сечения, а с другой – за счет усреднения интенсивности по площади делает освещенность цифрового изображения существенно более равномерной.

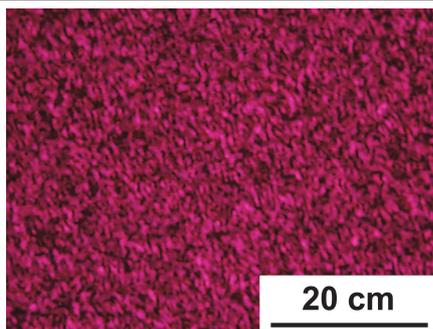
Принципиальная схема экспериментальной установки для измерения угла поворота  $\varphi$  плоскости поляризации линейно поляризованного света, приведена на рис. 2. Принцип действия установки следующий. Монохроматическое линейно поляризованное излучение лазерного модуля 1 проходит через исследуемый образец пленки СВМПЭ 2, анализатор 3 и падает на бесцветный рассеиватель 4, рассеивающий свет по закону Ламберта. Рассеянное излучение лазерного модуля проходит через систему оптического сопряжения и регистрируется многоканальным фотоприемником цифровой RGB-камеры 5.



**Рис. 2.** Принципиальная схема экспериментальной установки для измерения угла поворота  $\varphi$  плоскости поляризации линейно поляризованного света: 1 – лазерный модуль Red Laser в качестве источника монохроматического линейно поляризованного излучения, 2 – исследуемый образец анизотропной пленки СВМПЭ, 3 – анализатор (поляризатор), 4 – бесцветный рассеиватель света, 5 – цифровая RGB-фотокамера Canon EOS 700D с модулем оптического сопряжения светового сигнала

В действительности при прохождении линейно поляризованного излучения сквозь пленку СВМПЭ осуществляется его частичное рассеивание на неоднородностях образца, что естественно приводит и к частичной деполяризации линейно поляризованного лазерного излучения. В первом приближении эффектом частичной деполяризации можно пренебречь.

Цифровое изображение лазерного светового потока, прошедшего через образец пленки СВМПЭ и бесцветный рассеиватель, приведено на рис. 3. Как видим, цифровое изображение имеет равномерную освещенность и занимает максимально возможную в эксперименте площадь, равную площади всего кадра:  $S_{\text{Canon}} \approx 2315 \text{ см}^2$ . Кроме того, на данном цифровом изображении отсутствуют засвеченные «белые» области.



**Рис. 3.** Пример цифрового изображения лазерного светового потока, прошедшего через образец пленки СВМПЭ и бесцветный рассеиватель

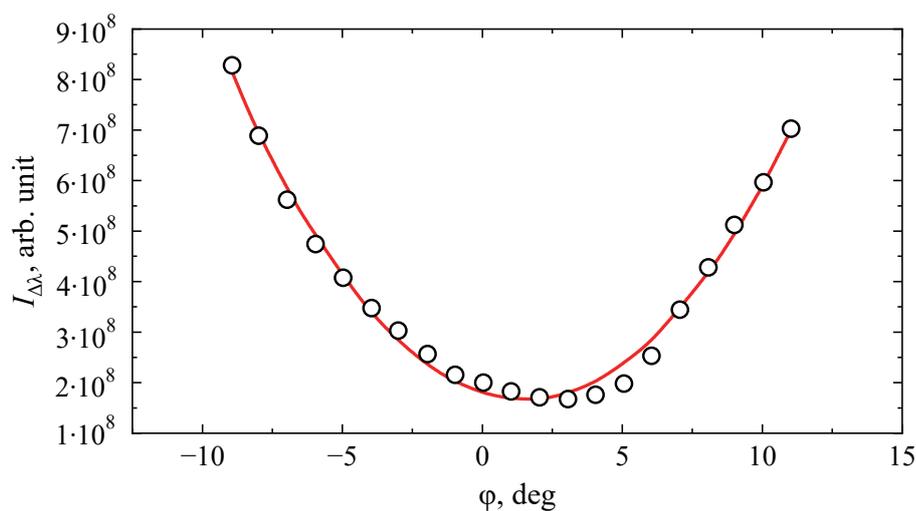
Таким образом, в случае использования рассеивателя определение изменения интегральной интенсивности лазерного светового потока, прошедшего через исследуемый образец анизотропной пленки СВМПЭ, становится возможным.

Зависимости  $I_{\Delta\lambda}(\varphi)$  интегральной интенсивности лазерного светового потока, прошедшего через образцы анизотропных пленок СВМПЭ из РП 5230 и 5224, от угла поворота  $\varphi$  анализатора аппроксимировали параболической функцией  $Y(x)$  в виде

$$Y(x) = a_1 + b_1x + c_1x^2, \quad (4)$$

где  $a_1$ ,  $b_1$  и  $c_1$  – числовые подгоночные коэффициенты.

Экспериментальная зависимость  $I_{\Delta\lambda}(\varphi)$  для образца № 1 анизотропной пленки СВМПЭ из РП 5230 и ее приближение (подгонка) функцией  $Y(x)$  представлена на рис. 4.



**Рис. 4.** Экспериментальная зависимость  $I_{\Delta\lambda}(\varphi)$  (○) интегральной интенсивности монохроматического лазерного светового потока, прошедшего через образец № 1 анизотропной пленки СВМПЭ из РП 5230, от угла поворота  $\varphi$  анализатора и ее приближение функцией  $Y(x)$  (—)

Рассчитанные значения подгоночных коэффициентов  $a_1$ ,  $b_1$  и  $c_1$  функции (4) и величина достоверности  $R_{Y(x)}^2$  приближения экспериментальных данных приведены в табл. 2.

Таблица 2

Значения подгоночных коэффициентов  $a_1$ ,  $b_1$  и  $c_1$  функции (4) и величина достоверности  $R_{Y(x)}^2$  приближения экспериментальных данных

| № образца     | $a_1$            | $b_1$             | $c_1$           | $R_{Y(x)}^2$ |
|---------------|------------------|-------------------|-----------------|--------------|
| РП СВМПЭ 5230 |                  |                   |                 |              |
| 1             | 183111549.504502 | -17500596.350875  | 5857489.240821  | 0.991102     |
| 2             | 44967520.916741  | -91013171.443464  | 14127016.971547 | 0.986514     |
| 3             | 825263912.555992 | -208232630.780457 | 21644645.022851 | 0.978589     |
| РП СВМПЭ 5224 |                  |                   |                 |              |
| 15            | 127149687.899999 | 3159568.795625    | 6457160.503917  | 0.978829     |
| 16            | 133144309.907797 | 6286525.876377    | 6639106.11005   | 0.995437     |
| 18            | 167422834.725694 | 5338648.041507    | 7121068.370006  | 0.992107     |
| 23            | 173027052.844134 | -722284.187147    | 9045752.72162   | 0.987118     |

Значения угла поворота  $\varphi$  анализатора (предположительно равного углу поворота плоскости поляризации линейно поляризованного света) определяли по положению минимума подгоночной функции  $Y(x)$ . В соответствии с выражением (1) рассчитывали вращательную способность  $\alpha = \varphi / d$  для всех исследованных образцов пленок СВМПЭ из РП 5230 и 5224. Графики зависимости вращательной способности  $\alpha$  от степени вытягивания образцов прокатыванием  $L$  и от температуры прокатных валков  $T_r$  приведены на рис. 5.

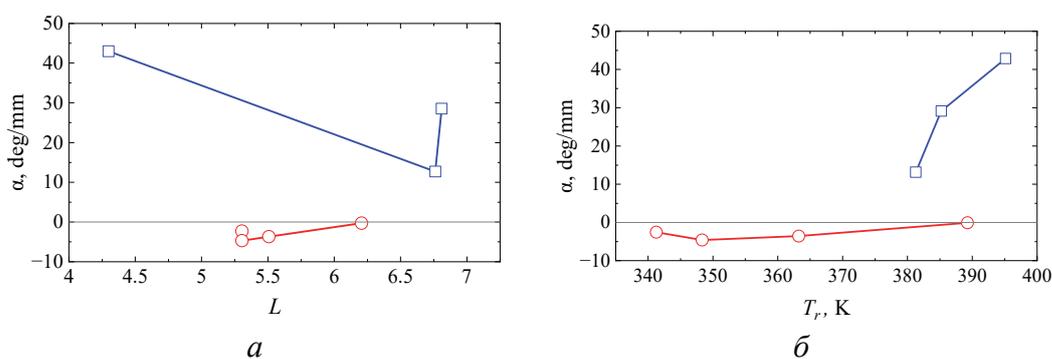


Рис. 5. Графики зависимости вращательной способности  $\alpha$  от степени вытягивания образцов прокатыванием  $L$  (а) и от температуры прокатных валков  $T_r$  (б) для образцов пленок СВМПЭ из РП 5230 ( $\square$ ) и 5224 ( $\circ$ )

Сравнительный анализ кривых  $\alpha(L)$ ,  $\alpha(T_r)$  и соответствующих кривых  $(\overline{n_e - n_o})(L)$ ,  $(\overline{n_e - n_o})(T_r)$ , полученных в работе [9], показывает, что в рамках погрешности проведенных измерений экспериментальные зависимости имеют близкую статистическую взаимосвязь и демонстрируют схожий характер функционального поведения.

Результаты исследования свидетельствуют о доступной практической возможности использования разработанного экспресс-метода измерения вращательной способности  $\alpha$  тонких прозрачных (слабо рассеивающих) и бесцветных (непоглощающих) анизотропных пленок СВМПЭ из РП 5230 и 5224 для получения дополнительных экспериментальных данных, необходимых при моделировании физических и технологических параметров производства образцов с целью получения у них заданных свойств.

### Выводы

1. Разработан простой экспресс-метод измерения угла поворота  $\phi$  плоскости поляризации линейно поляризованного света анизотропных пленок СВМПЭ, изготовленных из РП 5230 и 5224.

2. По измеренным углам поворота  $\phi$  рассчитаны зависимости вращательной способности  $\alpha$  образцов пленок СВМПЭ из РП 5230 и 5224 от степени их вытягивания прокатыванием  $L$  и от температуры прокатных валков  $T_r$ .

3. Выполнен сравнительный анализ полученных экспериментальных кривых зависимостей вращательной способности  $\alpha$  от параметров  $L$  и  $T_r$  и соответствующих экспериментальных кривых зависимостей силы двойного лучепреломления  $(\bar{n}_e - \bar{n}_o)$ , найденных в результате исследования этих же образцов в работе [9].

4. Установлено, что в рамках погрешности проведенных измерений зависимости  $\alpha(L)$  и  $\alpha(T_r)$  имеют близкую статистическую взаимосвязь с соответствующими зависимостями  $(\bar{n}_e - \bar{n}_o)(L)$  и  $(\bar{n}_e - \bar{n}_o)(T_r)$  и демонстрируют схожий характер функционального поведения.

5. Показано, что результаты исследований, проведенных при помощи простых экспресс-методов измерения, использованных в настоящей работе и в работе [9], могут применяться в качестве дополнительных экспериментальных данных при моделировании физических и технологических параметров производства анизотропных пленок СВМПЭ с целью получения образцов с заданными свойствами.

1. *N. Sinyavsky, I. Korneva*, Eur. J. Phys. **38**, 045301 (2017); DOI: 10.1088/1361-6404/aa6916.
2. *M. Stchakovsky, E. Garcia-Caurel, M. Warengem*, Eur. Phys. J. Appl. Phys. **44**, 229 (2008); DOI: 10.1051/epjap:2008156.
3. *A. Thomas, T. Chervy, S. Azzini, M. Li, J. George, C. Genet, T.W. Ebbesen*, J. Phys. Chem. C **122**, 14205 (2018); DOI: 10.1021/acs.jpcc.8b01867.
4. *L.S. Goldner, S.N. Goldie, M.J. Fasolka, F. Renaldo, J. Hwang, J.F. Douglas*, Appl. Phys. Lett. **85**, 1338 (2004); DOI: 10.1063/1.1785866.
5. *S. Firdous, M. Fuzail, M. Atif, M. Nawaz*, Optik **122**, 99 (2011); DOI: 10.1016/j.ijleo.2009.10.008.
6. *N. Ghosh, I.A. Vitkin*, J Biomed Opt **16**, 110801 (2011); DOI: 10.1117/1.3652896.
7. *П.М. Пахомов, В.П. Галицын, С.Д. Хижняк, А.Е. Чмель*, Высокопрочные и высокомодульные полиэтиленовые волокна, ТвГУ, Тверь (2012).
8. *P.H. Mott, C.M. Roland*, Macromolecules **31**, 7095 (1998).

9. Г.В. Букин, А.П. Борзенко, ФТВД **33**, № 3, 43 (2023).
10. J. Wasniowska, A. Siota, Appl. Sci. **13**, 10641 (2023); DOI: 10.3390/app131910641.
11. Г.В. Букин, В.Ф. Дроботько, В.В. Забродский, С.А. Соколов, Н.Н. Севаторов, Я.Г. Букина, И.П. Бухтиярова, Т.П. Кохан, ФТВД **27**, № 3, 51 (2017).

G.V. Bukin, K.G. Bukina

#### STUDY OF ROTATORY POWER OF ANISOTROPIC FILMS OF SUPER HIGH MOLECULAR POLYETHYLENE

A simple rapid method of measuring the rotation angle  $\varphi$  of the polarization plane of plane-polarized light of anisotropic films of super high molecular polyethylene (SHMPE) made of reactor powders (RP) 5230 and 5224. The measured rotation angle  $\varphi$  allows calculation of rotatory power of the films  $\alpha$  with respect to the degree of tension by rolling  $L$  and the temperature of rolls  $T_r$ . The obtained experimental dependences of rotatory power  $\alpha$  with respect to  $L$  and  $T_r$  are compared to the related experimental data on the double refraction  $(\bar{n}_e - \bar{n}_o)$  for the same samples [9]. It is found that within the measurement error,  $\alpha(L)$  and  $\alpha(T_r)$  are statistically related to  $(\bar{n}_e - \bar{n}_o)(L)$  and  $(\bar{n}_e - \bar{n}_o)(T_r)$ , with the same functional behavior.

**Keywords:** refraction index, optical activity, optical rotation, double refraction, polarized waves, super high molecular polyethylene, films

**Fig. 1.** Laser light beam after passing the tested sample of the SHMPE film at direct entrance of radiation to the objective lens of RGB-camera Canon EOS 700D

**Fig. 2.** Scheme of the experimental device for measurement of the rotation angle  $\varphi$  of the polarization plane of plane-polarized light: 1 – laser module Red Laser as a source of monochromatic plane-polarized radiation, 2 – tested sample of anisotropic SHMPE film, 3 – analyzer (polarizer), 4 – colorless diffuser of light, 5 – digital RGB-camera Canon EOS 700D with the module of optical conjugation of light signal

**Fig. 3.** Digital image of laser light beam passed through the SHMPE film sample and colorless diffuser

**Fig. 4.** Experimental data  $I_{\Delta\lambda}(\varphi)$  (○) on integral intensity of monochromatic laser beam passed through the anisotropic SHMPE film sample 1 (RP 5230) with respect to the analyzer rotation angle  $\varphi$  and approximation by  $Y(x)$  (—)

**Fig. 5.** Rotatory power  $\alpha$  with respect to tension by rolling  $L$  (a) and the roll temperature  $T_r$  (b) for the samples of SHMPE films made of RP 5230 (□) and 5224 (○)

PACS: 89.20.Bb

В.С. Полищук, Ю.А. Алёхов, А.Н. Пересадченко

## ПРИНЦИПЫ СОЗДАНИЯ МОДЕЛЬНЫХ МАГНИТНО-АБРАЗИВНЫХ ПОРОШКОВ С ПРОГНОЗИРУЕМЫМИ СВОЙСТВАМИ

НИИ «Реактивэлектрон», Донецк

Статья поступила в редакцию 12 декабря 2023 года

*Разработаны модели зерен композиционных магнитно-абразивных порошков (КМАП) глобулярной, цилиндрической и пластинчатой форм с прогнозируемыми экстремально высокими магнитными и абразивными свойствами. Описаны технологические подходы при разработке таких порошков. Для обеспечения корректных характеристик получаемых порошков использованы исключительно монодисперсные исходные ферромагнитные и абразивные порошки. Показано, что использование поверхностно-адгезионных веществ в производстве КМАП обеспечивает достаточно прочную связь магнитной и абразивной компонент и высокую эффективность магнитно-абразивной обработки (МАО) сталей, твердых сплавов и цветных металлов.*

**Ключевые слова:** композиционный магнитно-абразивный порошок, модельные порошки, адгезионная связь, магнитно-абразивная обработка, магнитная проницаемость, режущая способность, стойкость к изнашиванию

### Введение

К настоящему времени существует ряд публикаций по методам получения и материаловедению КМАП. С помощью этих методов можно изготавливать порошки определенных составов, структур и форм зерна. Так называемый керамический метод [1–3] позволяет получать КМАП в виде железных магнитных частиц с припеченными частицами абразива. Но не все абразивы можно использовать для реализации этого метода. В одних случаях причиной является нестойкость абразива в условиях спекания (алмазы), в других – очень низкая адгезионная активность по отношению к железу (оксид алюминия) или, наоборот, очень высокая химическая активность по отношению к нему при температуре спекания (карбид хрома), что приводит к образованию слоев с низкими магнитными и абразивными свойствами [2,4]. Кроме того, весьма сложно управлять структурой и формой зерна КМАП, изготовленных керамическим способом.

Метод получения литых КМАП [5] основан на плавлении смесей железа с металлами, образующими при этом абразивные фазы (Al, Si) с последующим распылением. Он позволяет в широких пределах управлять размерами и формой зерна порошков, но их структурой управлять весьма сложно.

Так называемые псевдоплавленные КМАП [6] получают непосредственно из простых веществ – железа, углерода и карбидообразующих переходных металлов (Ti, V, Zr, Nb и др.). Метод основан на использовании высокой активности переходных металлов и углерода при нагревании их смеси выше температуры плавления железа. Расплав последнего смачивает образовавшиеся частицы карбидов переходных металлов, что обеспечивает высокую адгезионную связь магнитной и абразивной фаз. Метод позволяет в некоторых пределах управлять составом, структурой и размерами зерна КМАП, но затруднена возможность управлять его формой.

В работах [5–8] материаловедческие и технологические исследования КМАП главным образом выполнены на порошках, полученных по рассмотренным методам. Поскольку ни один из этих методов не позволяет изготавливать порошки с прогнозируемыми параметрами зерна (состав, структура, форма, размеры) и соответственно с его магнитными и абразивными свойствами, результаты указанных работ привязаны к технологическим методам получения КМАП.

В исследованиях КМАП, изготовленных по описанным методам, отсутствуют характеристики их зерен, на основании которых можно было бы установить однозначную связь с рядом факторов, таких как химический и фазовый составы КМАП, структура, форма и размер зерен, их магнитные и абразивные свойства, производительность MAO и качество обрабатываемой поверхности.

Наличие таких данных позволит создать классификацию КМАП и обеспечить эффективную MAO материалов с различными магнитными и физико-механическими свойствами, например сталей, твердых сплавов, цветных металлов и др.

### **1. Разработка моделей зерен КМАП с прогнозируемыми экстремально высокими магнитными и абразивными свойствами**

Прежде всего, зададимся вопросом, какие структура и форма зерна КМАП являются оптимальными для обработки тех или иных материалов.

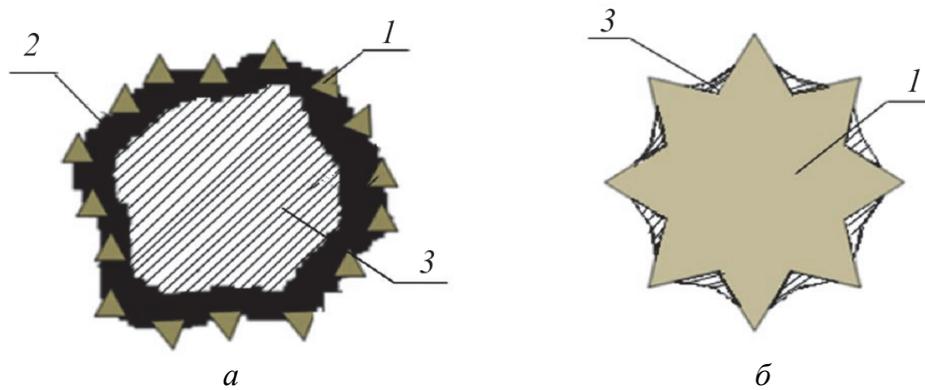
К важнейшим свойствам зерна, определяющим эффективность MAO, относятся: магнитная проницаемость, индукция насыщения, режущая способность, стойкость к их изнашиванию во время эксплуатации. Эти свойства формируются в процессе изготовления зерна и одновременно оказывают влияние на эффективность MAO. Причем для обработки различных материалов требования к перечисленным свойствам разные. Очевидно, что их сочетание определяет эксплуатационные характеристики КМАП.

Опираясь на литературные источники и собственный опыт, попытаемся представить модель зерна КМАП, максимально отвечающую указанным требованиям.

В первую очередь это должно быть композитное зерно, состоящее из монолитного ферромагнитного ядра, на поверхности которого закреплены абразивные частицы. Его магнитные и абразивные свойства сочетаются в оптимальных соотношениях с учетом того, что все абразивы практически немагнитные и их присутствие в зерне снижает его магнитные свойства.

Для обеспечения высоких режущих свойств зерна КМАП и возможности максимального использования его абразивного ресурса абразивные частицы должны находиться на поверхности магнитной матрицы (ядра), прочность их закрепления должна обеспечивать необходимую стойкость зерна в процессе работы.

Эскиз модели зерна КМАП, которая в значительной степени удовлетворяет вышеперечисленным требованиям, представлена на рис. 1,а. Как видим, модель 1 обладает большим количеством абразивных элементов с малой протяженностью острых режущих граней. Монолитное ферромагнитное ядро зерна КМАП обеспечивает его высокие магнитные свойства. Варьируя состав и крупность абразива в такой модели зерна, можно в широких пределах изменять возможности MAO в достижении высокого качества обрабатываемой поверхности различных материалов.



**Рис. 1.** Эскизы моделей зерен КМАП (в разрезе) с поверхностным расположением абразива (а) и магнитной компоненты (б): 1 – абразив, 2 – связка, 3 – магнитная компонента

Чтобы получить методом шлифования низкие значения шероховатости ( $Ra < 0.2 \mu m$ ), при обработке поверхности изделия, имеющего высокую начальную шероховатость ( $Ra > 10 \mu m$ ), необходимо использовать ряд шлифовальных порошков с последовательно уменьшающимся размером частиц. Это связано с трудностью снижения шероховатости крупнодисперсными абразивами.

Нами предложена новая модель композиционного магнитно-абразивного зерна, максимально удовлетворяющая требованиям обработки грубых поверхностей (рис. 1,б). Модель 2 представляет собой монолитное абразивное зерно. Благодаря большой протяженности режущих граней оно позволяет на начальных этапах шлифования достаточно эффективно срезать неровности материала шлифуемой поверхности с высоким уровнем шероховатости. Расположение магнитной компоненты внутри впадин абразивного зерна обеспечивает необходимые магнитные свойства.

Модели 1 и 2 (рис. 1) могут иметь различные формы, например глобулярную (близкую к шарообразной), цилиндрическую или пластинчатую. Зерна КМАП, изготовленные в соответствии с этими моделями, позволяют удовлетворить весь комплекс требований к MAO поверхностей, в том числе и с весьма высокой начальной шероховатостью ( $Ra > 20 \mu m$ ).

## 2. Технологические подходы при разработке модельных магнитно-абразивных порошков с прогнозируемыми магнитными и абразивными свойствами

Необходимые магнитные свойства композиционного магнитно-абразивного зерна, изготовленного в соответствии с моделью 1, удовлетворяются, если в качестве его магнитной матрицы использовать не очень загрязненное техническое железо. Его магнитная проницаемость находится в пределах  $6.3 \cdot 10^{-3}$  G/m, а индукция насыщения – 2.15 Т, что позволяет существенно разнообразить состав композиционного зерна. Ожидаемо, что вводимые в железную матрицу немагнитные абразивные частицы приведут к снижению указанных параметров. Допустимые пределы содержания абразива, наносимого на железную матрицу, являются предметом специальных исследований.

Режущая способность композиционного магнитно-абразивного зерна зависит в первую очередь от свойств используемого абразива – его твердости, дисперсности, углов между режущими гранями. Преимущество такого зерна перед однородным, кроме всего прочего, заключается в том, что его режущую способность можно в широких пределах варьировать, меняя вводимый абразив с необходимыми свойствами.

Динамическая стойкость композиционного магнитно-абразивного зерна зависит от износостойкости магнитной и абразивной компонент и от прочности закрепления абразивных частиц на поверхности или внутри магнитной железной матрицы. В свою очередь, прочность такого закрепления зависит от используемой технологии – высокотемпературного спекания компонент, наличия жидкой фазы железа при спекании, использования адгезионно-активных веществ для соединения железной матрицы и абразива и др. Необходимо иметь в виду, что при керамическом методе получения КМАП эффективность скрепления магнитной и абразивной компонент в значительной степени определяется уровнем их сродства и возможностью образования промежуточных слоев, обеспечивающих прочность связи компонент.

Как показал наш опыт, использование адгезионно-активных веществ для соединения (склеивания) железной матрицы и абразива имеет то преимущество, что изменения свойств последних в ходе этого технологического процесса практически не происходит. Ожидаемый уровень связи абразива с магнитной матрицей в данном случае значительно более низкий, чем при спекании. Но если иметь в виду, что при МАО силы разрушения зерна КМАП существенно ниже, чем в абразивном процессе, то уровень связи магнитной и абразивной компонент при склеивании может оказаться вполне достаточным. Прочность закрепления абразивных частиц внутри или на поверхности железной матрицы будет зависеть также от структуры самого зерна.

В конечном итоге производительность процесса (съем массы с поверхности обрабатываемого изделия  $\Delta m$  и время достижения необходимой шероховатости поверхности Ra) является интегральной функцией магнитных и абразивных свойств КМАП, технологических и конструктивных параметров используемого устройства (напряженности и формы магнитного поля в рабочем зазоре, взаимной линейной скорости движения поверхности обрабатываемой детали и коллектива КМАП, осцилляции, качества смазочно-охлаждающей жидкости и др.), а также магнитных и физико-механических свойств обрабатываемого изделия.

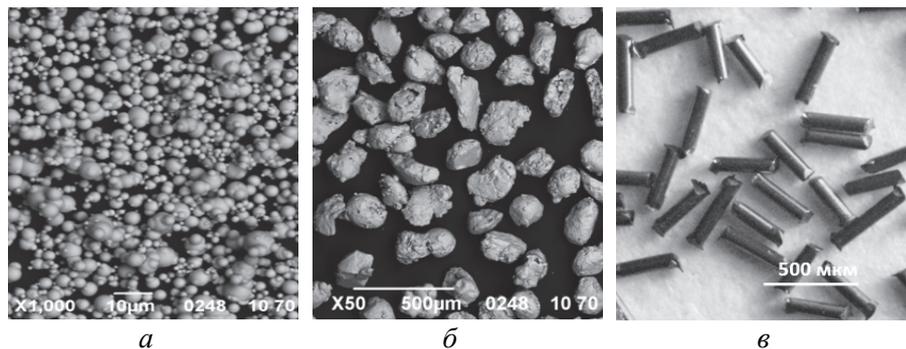
Известно, что размер магнитно-абразивного зерна оказывает существенное влияние на эффективность МАО. Поэтому при исследовании ее суммарных результатов мы использовали исключительно монодисперсные КМАП.

Как показали наши эксперименты, способ получения композиционного магнитно-абразивного зерна путем соединения исходных компонент при помощи адгезионно-активных веществ оказался вполне приемлемым. Из большого количества таких веществ в настоящей работе использована эпоксидная смола. Избранный способ оказался весьма эффективным для производства КМАП – нам удалось синтезировать порошок с объемным и поверхностным расположением абразива, с его различными химическим и фазовым составами и дисперсностью.

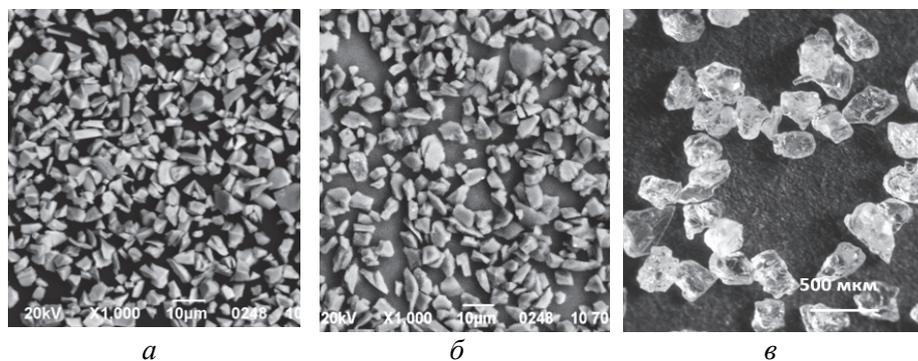
При исследовании нами выбраны три формы зерна: глобулярная, цилиндрическая и пластинчатая. Образцы КМАП с такими формами численно можно характеризовать по уровню коэффициента неизометричности  $K_n$ , представляющего собой отношение усредненной длины зерна к его усредненной толщине.

### 3. Исходные железные и абразивные порошки, используемые для получения модельных магнитно-абразивных материалов

Для обеспечения корректных характеристик получаемых модельных магнитно-абразивных порошков использованы исключительно монодисперсные исходные ферромагнитные и абразивные порошки (рис. 2, 3).



**Рис. 2.** Микрофотографии монодисперсных частиц железных порошков: *а* – карбонильного железа марки Р-10, *б* – железа распыленного марки ПЖРВ 2.200.28, *в* – изготовленных из стальной проволоки марки 12Х18Н10Т в форме цилиндров



**Рис. 3.** Микрофотографии монодисперсных частиц абразивных порошков, используемых для получения модельных КМАП: *а* – карбид титана псевдоплавленный (ТУ 6-09-03492–75), *б* – алмаз синтетический марки АСМ 7/5, *в* – электрокорунд марки 25А

Внешний вид частиц исследован на сканирующем электронном микроскопе-микроанализаторе JSM-6490LV (СЭМ) и на оптическом микроскопе КМЦ 1600.

#### 4. Разработка модельных КМАП глобулярной, цилиндрической и пластинчатой форм зерна

В работах [7,8] отмечается влияние на интенсивность МАО неизометричности формы зерна КМАП как фактора, оказывающего воздействие на ориентацию зерен в магнитном рабочем пространстве и на их способность к переориентации в процессе обработки. Анализ результатов, приведенных в этих литературных источниках и полученных в наших предварительных исследованиях, показал, что сформировать композиционные зерна КМАП указанных форм на стадии образования композита весьма сложно. Поэтому нами было принято решение осуществить данный процесс поэтапно.

Сначала в качестве магнитного ядра зерна КМАП подбираем железный порошок необходимой конфигурации и размеров зерна или путем технологической обработки формируем необходимые его форму и размеры. При помощи набора сит разделяем зерна на фракции. После этого на поверхность полученного магнитного железного ядра наносим абразив (см. модель 1 на рис. 1,а) или на абразив – магнитную компоненту со связующим (см. модель 2 на рис. 1,б). Опыт показал, что такой подход позволяет моделировать зерна КМАП необходимой структуры, формы, состава, размеров и в весьма широких пределах значений коэффициента неизометричности  $K_n$ .

В соответствии с описанным принципом нами получены и исследованы образцы КМАП глобулярной, цилиндрической и пластинчатой форм частиц с поверхностным расположением абразива. Размеры зерен от 50 до 500  $\mu\text{m}$ . В качестве абразива использовали монодисперсные порошки алмаза, электрокорунда, карбидов титана, кремния и бора. Оптимальное содержание абразива в зерне определяли на основании предварительных исследований и практического опыта. Было установлено, что 40% vol. абразива в зерне обеспечивают его оптимальный ресурс, содержание абразива выше 40% vol. экономически нецелесообразно, меньше 40% vol. – снижает абразивный ресурс зерна.

Что касается КМАП, полученных на основе монокристаллических зерен электрокорунда и карбонильного железа с поверхностным расположением магнитной компоненты (см. модель 2 на рис. 1,б), то ее оптимальное содержание составляет 8–10% vol.

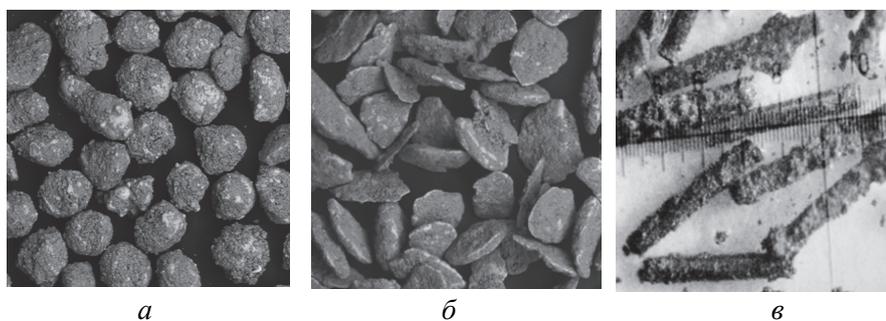


Рис. 4. Внешний вид зерен КМАП модели 1 с глобулярной (а), пластинчатой (б) и цилиндрической (в) формами

Дисперсность абразива и его количество в зерне КМАП можно задавать в широких пределах и таким образом управлять абразивными, магнитными, реологическими и другими свойствами порошка, а следовательно, и эффективностью МАО.

Внешний вид зерен модельных КМАП (модель 1) представлен на рис. 4.

На рис. 5 показаны зерна КМАП (модель 2) на основе электрокорунда марки 25А (абразив) и карбонильного железа (магнитная составляющая).

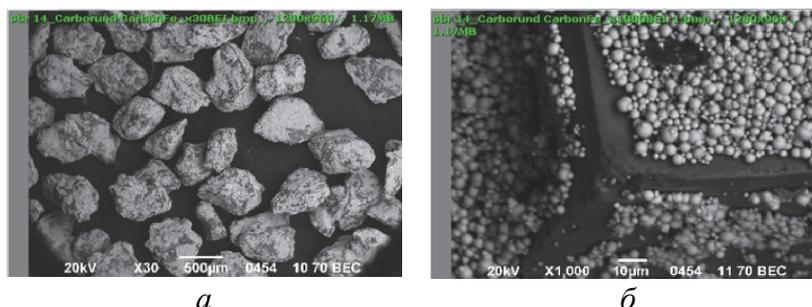


Рис. 5. Зерна КМАП модели 2 (а) и фрагмент зерна (б), на котором видны режущие грани абразива и монодисперсные частицы карбонильного железа в его впадинах

Результаты испытаний модельных магнитно-абразивных порошков, изготовленных по разработанной технологии, приведены в таблице.

Таблица  
Эффективность модельных КМАП при магнитно-абразивной обработке тел вращения

| Обрабатываемый материал   | Исходная шероховатость Ra, $\mu\text{m}$ | Абразив          | Фракция абразива, $\mu\text{m}$ | Содержание абразива в КМАП, % vol./m | Фракция КМАП, $\mu\text{m}$ | Удельный съем $\Delta m$ , $\text{mg}/(\text{cm}^2 \cdot \text{min})$ | Достигнутая шероховатость Ra, $\mu\text{m}$ |
|---------------------------|--|------------------|---------------------------------|--------------------------------------|-----------------------------|---|---|
| Керамика ZrO <sub>2</sub> | 1.99                                     | Алмаз АСМ        | 10/5                            | 40/20                                | 250/180                     | –   | 0.023                                       |
| Алунд                     | 2.3                                      | Алмаз АСМ        | 10/5                            | 40/20                                | 250/180                     | 1.0   | 0.65  |
| Мо                        | 0.8                                      | TiC              | 7/5                             | 40/30                                | 250/100                     | 0.6   | 0.4   |
| M42                       | 0.5                                      | Алмаз АСМ        | 10/5                            | 40/20                                | 250/180                     | 4.8   | 0.012                                       |
| P6M5                      | 1.17                                     | TiC              | 7/5                             | 40/30                                | 150/106                     | 6.5   | 0.12  |
| Ст45                      | 2.0                                      | Алмаз АСМ        | 10/5                            | 40/20                                | 250/180                     | 7.0   | 0.22  |
| Ст45                      | 2.2                                      | SiC              | 6/3                             | 40/21                                | 250/100                     | 1.2   | 0.31  |
| Ст45                      | 2.2                                      | TiC              | 7/5                             | 40/30                                | 250/100                     | 6.5   | 0.056                                       |
| Ст45                      | 1.8                                      | B <sub>4</sub> C | 13/3                            | 40/18                                | 250/100                     | 1.2   | 0.53  |
| Ti                        | 2.23                                     | TiC              | 7/5                             | 40/30                                | 250/100                     | 0.7   | 0.48  |

Порошки получены на основе железа; в качестве абразива применены: алмазы, оксид алюминия, карбиды титана, бора и кремния; связующим служит эпоксидная смола. Данные таблицы свидетельствуют, что наши магнитно-абразивные порошки демонстрируют весьма высокие результаты по МАО тел вращения, изготовленных из сталей, твердых сплавов и цветных металлов.

### Выводы

Созданы модели зерен КМАП с прогнозируемыми свойствами. Предложенная модель 1 порошка позволяет максимально использовать абразивный ресурс абразивных частиц, находящихся на поверхности зерна. Технология нанесения абразивного слоя дает возможность варьировать его химический состав, дисперсность, твердость, что обеспечивает управление абразивными и магнитными свойствами КМАП. Заданное изменение свойств порошков обеспечивает эффективность МАО сталей, твердых сплавов и цветных металлов.

Применение КМАП модели 2 позволяет эффективно срезать неровности шлифуемой поверхности с высоким уровнем шероховатости благодаря большой протяженности режущих граней. Приемлемые магнитные свойства данной модели порошка обеспечивает магнитная компонента, расположенная во впадинах абразивного зерна.

Установлено, что 40% vol. абразива в зерне модели 1 обеспечивают его оптимальный ресурс, более высокое содержание абразива экономически нецелесообразно, более низкое – уменьшает абразивный ресурс зерна. Что касается КМАП, полученных на основе монокристаллических зерен электрокорунда и карбонильного железа с поверхностным расположением магнитной компоненты (см. модель 2 на рис. 1,б), то ее оптимальное содержание составляет 8–10% vol.

Зерна КМАП, изготовленные в соответствии с предлагаемыми моделями, позволяют удовлетворить весь комплекс требований к МАО поверхностей, в том числе и с весьма высокой начальной шероховатостью ( $Ra > 20 \mu m$ ).

1. Г.Г. Гнесин, М.Д. Крымский, Л.Н. Жульчинский, в сб.: Магнитно-абразивные материалы и методы их испытаний, Г.Г. Гнесин (ред.), ИПМ, Киев (1980), с. 17–25.
2. В.С. Полищук, Г.Д. Наливка, Н.Г. Кисель, Порошковая металлургия № 3, 94 (1983).
3. В.С. Полищук, Интенсификация процессов получения карбидов, нитридов и композиционных материалов на их основе, Вебер, Севастополь (2003).
4. Г.В. Самсонов, А.Д. Панасюк, М.С. Боровикова, Порошковая металлургия № 6, 51 (1973).
5. Т.Я. Гридасова, А.Ф. Жорняк, В.Е. Оликер, В.Я. Шлюко, Л.А. Карпова, А.П. Кругляк, в сб.: Магнитно-абразивные материалы и методы их испытаний, Г.Г. Гнесин (ред.), ИПМ, Киев (1980), с. 49–59.
6. Г.Д. Наливка, В.С. Полищук, А.Н. Степанчук, Порошковая металлургия № 8, 83 (1979).

7. Ю.М. Барон, в сб.: Магнитно-абразивные материалы и методы их испытаний, Г.Г. Гнесин (ред.), ИПМ, Киев (1980), с. 10–17.
8. Н.С. Хомич, в сб.: Магнитно-абразивные материалы и методы их испытаний, Г.Г. Гнесин (ред.), ИПМ, Киев (1980), с. 105–112.
9. В.С. Полищук, Ю.А. Алехов, А.Н. Пересадченко, Модельные порошки-инструменты для магнитной обработки сталей, твердых сталей и цветных металлов, Изд-во ИП Ильина Н.Б., Донецк (2023).

*V.S. Polishchuk, Yu.A. Alekhov, A.N. Peresadchenko*

#### PRINCIPLES OF MODELING OF MAGNETIC ABRASIVE POWDERS WITH PREDICTABLE PROPERTIES

Models of globular, cylinder and lamellar grains of composite magnetic abrasive powders of with predicted extremely high magnetic and abrasive properties have been developed. The technological approaches to the development of the powders are described. To ensure the correct characteristics of the resulting powders, exclusively monodisperse initial ferromagnetic and abrasive powders were used. It has been shown that the use of surface adhesive substances in the production of composite magnetic abrasive powders ensures a fairly strong connection between the magnetic and abrasive components and high efficiency of magnetic abrasive treatment (MAT) of hard alloy steels and non-ferrous metals.

**Keywords:** composite magnetic abrasive powder, model powders, adhesive bond, magnetic abrasive treatment, magnetic permeability, cutting ability, wear resistance

**Fig. 1.** Schemes of the CMAP grains (section) with surface location of the abrasive (*a*) and the magnetic component (*b*): 1 – abrasive, 2 – bond, 3 – magnetic component

**Fig. 2.** Microphotograph of monodisperse particles of iron powders: *a* – carbonyl iron P-10, *b* – sprayed iron ПЖРВ 2.200.28, *c* – made of steel wire 12X18H10T, cylinder-shaped

**Fig. 3.** Microphotograph of monodisperse particles of abrasive powders employed to production of model CMAP: *a* – pseudo-melt titanium carbide (ТУ 6-09-03492-75), *b* – synthetic diamond ACM 7/5, *c* – alundum 25A

**Fig. 4.** Appearance of the CMAP grains, model 1, of globular (*a*), lamellar (*b*) and cylindrical shape (*c*)

**Fig. 5.** CMAP grains, model 2 (*a*), and a grain fragment (*b*). The cutting edges of the abrasive and monodisperse particles of carbonyl iron in the dimples are seen

PACS: 07.55.Db, 84.32.Nh, 84.40.Ik, 84.71.Ba, 84.71.Mn

Д.В. Варюхин, Н.В. Таряник, В.Ф. Заводовский

## ПОВЫШЕНИЕ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЯ МАГНИТНОГО ПОЛЯ СВЕРХПРОВОДНИКОВОГО СОЛЕНОИДА

Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина

Статья поступила в редакцию 18 марта 2024 года

*Описан способ повышения точности измерения магнитного поля сверхпроводникового соленоида путем улучшения однородности поля в зоне измерения. Используются сверхпроводниковые обмотки компенсации градиентов магнитного поля  $\partial H/\partial z$  и  $\partial^2 H/\partial z^2$ , установленные на датчике магнитного поля. Приведена конструкция и описан принцип работы обмоток компенсации. Обмотки закорочены ключами, питаются током индуктивным путем и являются универсальными, так как их размеры задаются в относительных величинах. В качестве измерителя магнитного поля использован магнитометр ЯМР.*

**Ключевые слова:** сверхпроводниковый соленоид, однородность магнитного поля, датчик магнитного поля, градиент магнитного поля, обмотки компенсации градиентов поля

### Введение

Для измерения постоянных магнитных полей, в том числе сверхпроводниковых соленоидов, разработано много устройств. Слабые магнитные поля (менее  $10^{-5}$  Т) измеряют преимущественно сверхпроводниковым квантовым интерферометрическим датчиком на базе эффекта Джозефсона [1]. Датчик обладает высокой чувствительностью, однако он не применим для измерения сильных магнитных полей, создаваемых сверхпроводниковыми соленоидами. Для измерения магнитных полей величиной до 1.6 Т используют измеритель магнитной индукции Ш1-8, выполненный на базе преобразователя Холла. При этом неоднородность поля не должна превышать  $3.5 \cdot 10^{-2}$  rel. unit·cm<sup>-1</sup>, а относительная погрешность измерений велика и составляет  $1.5 \cdot 10^{-2}$  rel. unit. Величину однородных магнитных полей на уровне  $\approx 10^{-4}$  rel. unit·cm<sup>-1</sup> и выше определяют с помощью измерителей поля, основанных на эффекте ядерного магнитного резонанса (ЯМР). Диапазон измерения магнитного поля измерителем магнитной индукции Ш1-1 составляет (0.025–2.5) Т, а тесламетром А-3М [2] – (0.5–10) Т. Погрешность измерения этих приборов не превышает  $1.5 \cdot 10^{-4}$  rel. unit и в первую очередь зависит от однородности магнитного поля: чем она выше, тем меньше погрешность и соответственно выше точность измерений.

Точность измерения магнитного поля также зависит от погрешности установки датчика поля в заданную точку. С учетом того, что высота криостата, в котором расположен сверхпроводниковый соленоид, составляет не менее 1 м, штанга датчика измерителя магнитного поля имеет такую же длину. Поэтому точность установки датчика в заданную точку магнитного поля соленоида составляет несколько миллиметров, что приводит к большой погрешности при измерениях поля, особенно если оно неоднородное. Если же в окрестности этой точки однородность поля будет улучшена, то точность измерений повысится.

Однородность магнитного поля вдоль оси соленоида улучшают с помощью обмоток компенсации осевых градиентов поля [3]. Так, обмотка компенсации градиента поля  $\partial H/\partial z$  состоит из двух встречно включенных катушек, а градиента  $\partial^2 H/\partial z^2$  – из трех последовательно включенных пар катушек, при этом ток в катушках центральной пары направлен в одну сторону, а в двух крайних – в противоположную. Размеры обмотки компенсации градиента поля  $\partial H/\partial z$  выбраны из условия, чтобы она не создавала градиент  $\partial^3 H/\partial z^3$ , а размеры обмотки компенсации  $\partial^2 H/\partial z^2$  – чтобы не создавала градиент  $\partial^4 H/\partial z^4$ , поскольку эти градиенты могут ухудшить однородность магнитного поля соленоида. Кроме того, обмотка компенсации  $\partial^2 H/\partial z^2$  не создает постоянную составляющую поля и соответственно не изменяет абсолютную величину поля соленоида.

Для запитывания обмоток компенсации током используют источники питания. Если обмотки компенсации градиентов магнитного поля изготовлены из сверхпроводникового провода и замкнуты сверхпроводниковыми ключами, то их можно запитывать током не от источников питания, а индуктивным путем, например при возбуждении поля в соленоиде. Однако нужный по величине ток в обмотках компенсации наводится только при строго заданных их размерах. Такие обмотки называют индуктивно запитываемыми.

Цель разработки – повышение точности измерения магнитного поля вдоль оси сверхпроводникового соленоида.

### 1. Конструкция обмоток компенсации градиентов магнитного поля соленоида

Поставленную задачу решали путем улучшения однородности магнитного поля в окрестности точки, в которой установлен датчик измерителя магнитного поля. Это достигается за счет использования замкнутых индуктивно запитываемых сверхпроводниковых обмоток компенсации осевых градиентов магнитного поля  $\partial H/\partial z$  и  $\partial^2 H/\partial z^2$ , которые устанавливаются на датчике.

Расчет параметров обмоток компенсации выполняли с соблюдением следующих условий: а) токи в обмотках наводятся индуктивным путем при изменении магнитного поля соленоида; б) создаваемые обмотками компенсации градиенты магнитного поля от наведенных в них токов должны быть равны по абсолютной величине соответствующим градиентам магнитного поля соленоида; в) обмотка компенсации градиента поля  $\partial H/\partial z$  должна со-

здавать линейный градиент и не создавать кубический градиент  $\partial^3 H/\partial z^3$ ; г) обмотка компенсации градиента  $\partial^2 H/\partial z^2$  должна создавать квадратичный градиент, а также не создавать градиент четвертого порядка  $\partial^4 H/\partial z^4$  и постоянную составляющую магнитного поля  $H_0$ , которая при наложении на поле соленоида изменит его абсолютную величину.

В работе [4] приведена конструкция сверхпроводниковых обмоток компенсации градиентов поля  $\partial H/\partial z$  и  $\partial^2 H/\partial z^2$  для повышения однородности поля соленоида. Замкнутые ключами обмотки компенсации установлены неподвижно в центре соленоида и запитываются током индуктивным путем при возбуждении магнитного поля в соленоиде. Анализ конструкции и работы обмотки компенсации градиента поля  $\partial H/\partial z$ , состоящей из двух встречно включенных катушек, показал, что она не в полной мере обеспечивает компенсацию соответствующего градиента поля соленоида.

Обмотка компенсации градиента поля  $\partial^2 H/\partial z^2$  состоит из четырех последовательно соединенных катушек одинаковых длины и радиуса, установленных на одинаковом расстоянии друг от друга, при этом крайние катушки включены встречно средним катушкам. Недостатком конструкции этой обмотки является то, что она создает постоянную составляющую магнитного поля, которая изменяет абсолютную величину поля соленоида. Постоянная составляющая магнитного поля появляется за счет того, что поле, создаваемое средними катушками, больше поля крайних катушек, поэтому их суммарное поле не равно нулю.

Для устранения этих недостатков была усовершенствована обмотка компенсации градиента поля  $\partial H/\partial z$  и разработана новая обмотка компенсации  $\partial^2 H/\partial z^2$ .

Обмотка компенсации градиента поля  $\partial H/\partial z$ , состоящая из двух одинаковых встречно включенных катушек, имеет следующие размеры: приведенная к радиусу длина катушки  $\beta_1 = l_1/r_1 = 0.80$ , а приведенное к радиусу расстояние между катушками  $\beta_2 = b_1/r_1 = 1.12$ , где  $r_1$ ,  $l_1$  – соответственно радиус и длина катушки,  $b_1$  – расстояние между катушками.

В новой обмотке компенсации градиента  $\partial^2 H/\partial z^2$  длина, радиус и расстояние между крайними катушками не равны соответствующим размерам средних катушек. Соотношения между длинами, радиусами катушек и расстоянием между ними следующие: приведенная к радиусу  $r_2$  крайних катушек их длина  $l_2$  равна:  $\beta_3 = l_2/r_2 = 0.49$ , а приведенное к этому радиусу расстояние  $b_2$  между ними:  $\beta_4 = b_2/r_2 = 2.0$ . Приведенная к радиусу  $r_2$  длина средних катушек  $l_3$  равна:  $\beta_5 = l_3/r_2 = 0.21$ , а приведенное к этому радиусу расстояние  $b_3$  между ними:  $\beta_6 = b_3/r_2 = 0.70$  (рис. 1). Радиусы крайних и средних катушек выбраны из условия:  $r_3 = 1.52r_2$  [5]. Такая обмотка компенсации градиента поля создает только квадратичный градиент  $\partial^2 H/\partial z^2$  и не создает градиент  $\partial^4 H/\partial z^4$  и постоянную составляющую поля.

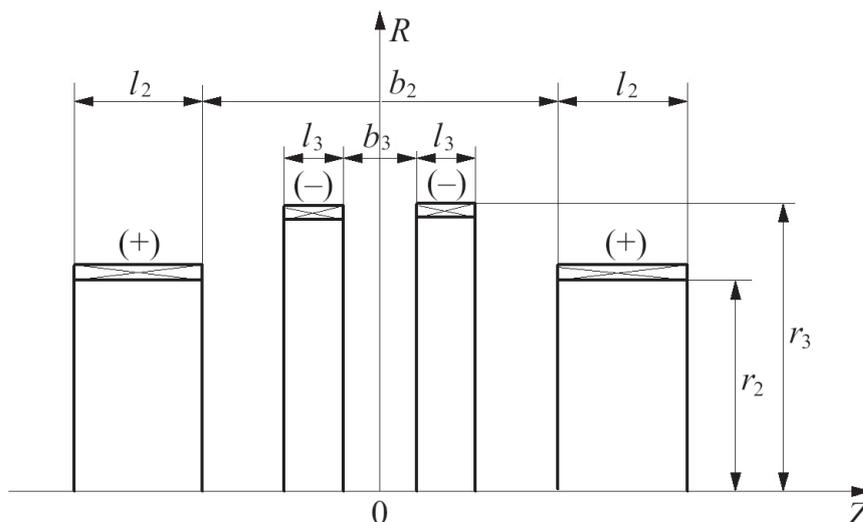


Рис. 1. Осевое сечение обмотки компенсации градиента магнитного поля  $\partial^2 H/\partial z^2$

Поскольку размеры обмоток компенсации градиентов поля  $\partial H/\partial z$  и  $\partial^2 H/\partial z^2$  задаются в относительных единицах, такие обмотки являются универсальными.

Замкнутый режим обмоток компенсации обеспечивается использованием сверхпроводниковых ключей, а высокая стабильность магнитного поля от индуктивно наведенных токов – выполнением соединительных контактов, например, холодной сваркой сверхпроводников с остаточным сопротивлением менее  $10^{-14} \Omega$  [6].

## 2. Измерение магнитного поля сверхпроводникового соленоида

Принцип работы замкнутых обмоток компенсации градиентов магнитного поля, имеющих с соленоидом индуктивную связь, заключается в следующем. Изменение неоднородности магнитного поля вдоль оси  $Z$  соленоида, обусловленной соответствующим градиентом поля, индуцирует ток в замкнутой обмотке компенсации данного градиента. В свою очередь, этот ток создает такое магнитное поле, градиент которого вдоль оси  $Z$  осуществляет компенсацию соответствующего градиента поля соленоида, в результате чего однородность поля повышается.

Ток в обмотках компенсации градиентов поля соленоида индуцируется независимо от способа изменения магнитного поля: как при перемещении датчика магнитометра с обмотками в магнитном поле соленоида, так и при возбуждении магнитного поля в соленоиде, когда датчик с обмотками уже установлен в заданной точке вдоль оси соленоида.

Схема криомагнитной системы со сверхпроводниковым соленоидом приведена на рис. 2. В криостате 1 смонтирован сверхпроводниковый соленоид 2, в рабочем отверстии которого установлен датчик магнитного поля 3 магнитометра ЯМР 4. Датчик установлен таким образом, чтобы ампула 5 с веществом, на котором наблюдают сигнал ЯМР, располагалась в точке измерения магнитного поля. В качестве вещества ампулы использован мелкодисперсный

порошок алюминия, поскольку измерения магнитного поля соленоида выполняются при температуре жидкого гелия. Сверхпроводниковые обмотки компенсации градиентов поля  $\partial H/\partial z$  (6) и  $\partial^2 H/\partial z^2$  (7) намотаны в кольцевых пазах каркаса из немагнитного материала. Каркас с обмотками компенсации установлен снаружи датчика магнитометра таким образом, чтобы плоскость симметрии обмоток совпадала с центром ампулы датчика. Перемещение датчика магнитометра вдоль оси  $Z$  соленоида осуществляют реохордом  $\delta$ .

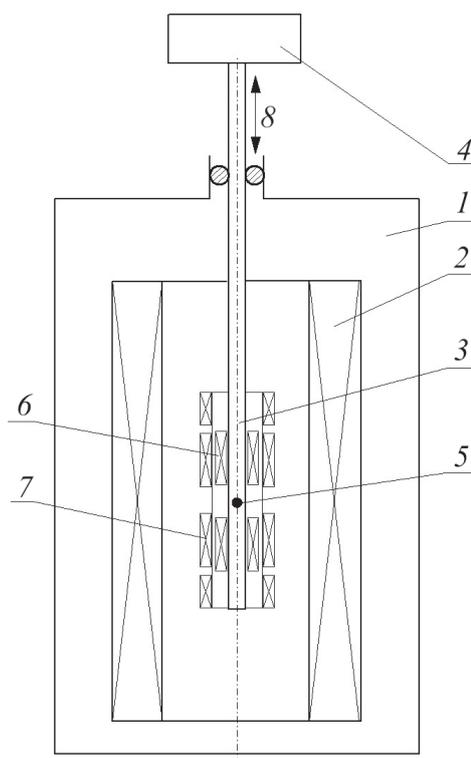
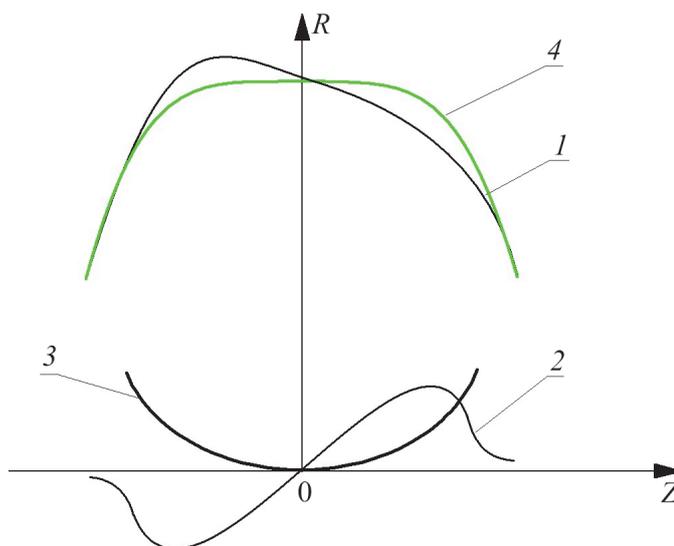


Рис. 2. Схема криомагнитной системы для измерения магнитного поля соленоида

Измерение магнитного поля вдоль оси  $Z$  сверхпроводникового соленоида выполняли следующим образом. В исходном состоянии датчик магнитометра ЯМР с обмотками компенсации устанавливали в центральной области магнитного поля, например в центре соленоида с координатой  $Z = 0$ . От источника питания в соленоид вводили ток и возбуждали магнитное поле, типичный профиль которого вдоль оси  $Z$  представлен кривой  $I$  на рис. 3. Такой профиль поля характерен для большинства сверхпроводниковых соленоидов, скорректированных внутренним или наружным пазом для возбуждения однородного магнитного поля [4]. Исходная однородность магнитного поля лабораторных соленоидов составляет  $10^{-3}$ – $10^{-4}$  rel. unit·cm<sup>-1</sup> и на несколько порядков ниже расчетного значения. Невысокая исходная однородность поля вызвана: погрешностями при изготовлении обмоток соленоидов (в первую очередь бескаркасных и компаундированных эпоксидной смолой), изменением размеров при охлаждении до температуры жидкого гелия и действию пондеромоторных сил, влиянием поля намагниченности сверхпроводниковой обмотки и др.

Из хода кривой 1 на рис. 3 видно, что профиль магнитного поля характеризуется как «перекосом» поля вдоль оси  $Z$ , который обусловлен градиентом поля  $\partial H/\partial z$ , так и «выпуклостью» вверх (или «вогнутостью» вниз), которая вызвана градиентом  $\partial^2 H/\partial z^2$ . При возбуждении магнитного поля соленоида в обмотках компенсации градиентов поля индуктивным путем наводятся токи, создающие собственные магнитные поля, профили которых вдоль оси  $Z$  представлены кривыми 2 и 3.



**Рис. 3.** Профили магнитного поля вдоль оси  $Z$ : 1 – соленоида, 2 – обмотки компенсации градиента поля  $\partial H/\partial z$ , 3 – обмотки компенсации градиента поля  $\partial^2 H/\partial z^2$ , 4 – соленоида и обмоток компенсации градиентов поля

Из рисунка видно, что в центре соленоида ( $Z = 0$ ) магнитное поле, создаваемое обмоткой компенсации градиента  $\partial^2 H/\partial z^2$ , равно нулю (кривая 3), т.е. обмотка не создает постоянную составляющую магнитного поля. Также видно, что кривизна профиля магнитного поля соленоида и кривизна профиля поля обмоток компенсации направлены в противоположные стороны и при сложении этих полей происходит выравнивание профиля поля соленоида вдоль оси  $Z$  (кривая 4). Однородность магнитного поля соленоида в окрестности точки  $Z = 0$  повысится, ширина сигнала ЯМР уменьшится, что обеспечит более высокую точность измерения резонансной частоты сигнала и соответственно магнитного поля соленоида. Однородность магнитного поля будет определяться некомпенсированными градиентами поля соленоида более высокого порядка:  $\partial^3 H/\partial z^3$  и  $\partial^4 H/\partial z^4$ . Но поскольку обмотки компенсации не создают эти градиенты поля, они не будут ухудшать однородность поля соленоида. Абсолютная величина магнитного поля соленоида также не изменится, поскольку обмотка компенсации градиента  $\partial^2 H/\partial z^2$  не создает постоянную составляющую магнитного поля.

Для измерения магнитного поля в другой точке вдоль оси  $Z$  соленоида датчик магнитометра с обмотками компенсации перемещаются в эту точку. При их перемещении в точку магнитного поля, которая характеризуется дру-

гой однородностью поля и другими по величине градиентами поля, в замкнутых обмотках компенсации наведутся такие токи, градиенты магнитного поля которых скомпенсируют соответствующие градиенты поля соленоида. Однородность магнитного поля соленоида в окрестности этой точки улучшится, а точность измерения поля повысится. Если же однородность магнитного поля в этой точке такая же, как в предыдущей, то при перемещении обмоток компенсации градиентов поля наведенные ранее в них токи не изменятся.

Кроме того, поскольку остаточное сопротивление соединительных контактов в обмотках компенсации мало и не превышает  $10^{-14} \Omega$ , индуктивно наведенные в них токи и соответственно создаваемые ими магнитные поля будут стабильными во времени. Наблюдаемый на экране сигнал ЯМР также будет стабильным, что повысит точность измерения магнитного поля соленоида.

Если же магнитное поле соленоида сильно неоднородное (на уровне  $10^{-2}-10^{-3} \text{ rel. unit} \cdot \text{cm}^{-1}$ ) и не может быть измерено магнитометром ЯМР, то используется измеритель поля на базе преобразователя Холла. В этом случае датчик измерителя также комплектуется сверхпроводниковыми обмотками компенсации градиентов поля  $\partial H/\partial z$  и  $\partial^2 H/\partial z^2$ .

При измерении магнитного поля, когда датчик магнитометра находится при комнатной температуре, обмотки компенсации изготавливаются из медного провода и запитываются током от источников питания.

### Выводы

1. Описан способ повышения точности измерения магнитного поля сверхпроводникового соленоида, заключающийся в повышении однородности поля за счет использования индуктивно запитываемых замкнутых сверхпроводниковых обмоток компенсации градиентов поля  $\partial H/\partial z$  и  $\partial^2 H/\partial z^2$ , которые установлены на датчике измерителя магнитного поля.

2. Сверхпроводниковая обмотка компенсации градиента магнитного поля  $\partial H/\partial z$  выполнена в виде двух одинаковых последовательно соединенных и встречно включенных катушек и не создает кубический градиент поля  $\partial^3 H/\partial z^3$ .

3. Обмотка компенсации градиента поля  $\partial^2 H/\partial z^2$  выполнена в виде двух пар последовательно соединенных катушек разных длины и радиуса, при этом крайние катушки включены встречно средним катушкам. Радиус средних катушек в 1.52 раза больше радиуса крайних. Обмотка компенсации не создает градиент четвертого порядка  $\partial^4 H/\partial z^4$  и постоянную составляющую магнитного поля.

1. В.М. Ажажа, В.А. Десненко, А.С. Ожигов, Ж.С. Ажажа, И.В. Свечкарев, В.В. Федорченко, Вопросы атомной науки и техники. Серия: Физика повреждений и радиационное материаловедение № 4, 241 (2009).
2. А.А. Глуценко, А.Я. Лаптиенко, Н.Н. Карагай, В.И. Курочкин, Измерительная техника № 6, 56 (1984).
3. В.Б. Назаров, В.А. Забродин, И.С. Краинский, Л.Н. Гальперин, ПТЭ № 5, 208 (1971).

4. Н.В. Таряник, Д.В. Варюхин, Д.О. Федюк, ФТВД **29**, № 3, 131 (2019).
5. «А. с. № 1371236. Зонд ЯМР-магнитометра, Н.В. Таряник, В.В. Сухой, А.Я. Лаптиенко, В.И. Курочкин. Зарегистрировано в Государственном реестре изобретений СССР 1 октября.1987 г.
6. А.Я. Лаптиенко, В.А. Похилов, Вопросы атомной науки и техники. Серия: Общая и ядерная физика № 2(6), 27 (1986).

*D.V. Varyukhin, N.V. Taryanik, V.F. Zavodovskii*

#### ENHANCEMENT OF THE ACCURACY OF THE MEASURING OF MAGNETIC FIELD OF A SUPERCONDUCTING SOLENOID

A method of the enhancement of the measuring of the magnetic field of a superconducting solenoid by advanced uniformity of the field in the measuring zone is described. The superconducting coils are applied to compensation of the magnetic field gradients  $\partial H/\partial z$  and  $\partial^2 H/\partial z^2$ , being mounted at the magnetic field sensor. The scheme and the operation description of the compensation coils are presented. The coils are shorted by keys, inductively energized, and universal because of the per-unit size. A NMR magnetometer was applied to the magnetic field measuring.

**Keywords:** superconducting solenoid, magnetic field uniformity, magnetic field sensor, magnetic field gradient, coils of the compensation of field gradient

**Fig. 1.** Axial section of the coil of the compensation of magnetic field gradient  $\partial^2 H/\partial z^2$

**Fig. 2.** Scheme of the cryomagnetic system for the measuring of the solenoid magnetic field

**Fig. 3.** Magnetic field profiles along axis  $Z$ : 1 – solenoid, 2 – coils of compensation of the field gradient  $\partial H/\partial z$ , 3 – coils of compensation of the field gradient  $\partial^2 H/\partial z^2$ , 4 – solenoid and coils of compensation of the field gradient

PACS: 89.20.Bb

С.В. Закарлюка

## СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ ВЛИЯНИЯ РАЗЛИЧНЫХ ЗАКОНОВ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ НАПРЯЖЕНИЙ НАТЯЖЕНИЯ ПО ШИРИНЕ НЕПЛОСКОЙ ПОЛОСЫ И НЕСИММЕТРИЧНОСТИ ДЕФЕКТА НА ПАРАМЕТРЫ НЕПЛОСКОСТНОСТИ

Донецкий национальный технический университет

Статья поступила в редакцию 8 апреля 2024 года

*Получены сравнительные данные параметров неплоскостности для различных законов распределения напряжений натяжения по ширине волнистых и коробоватых полос с учетом несимметричного расположения дефекта. Установлена степень влияния на параметры неплоскостности квадратичного, синусоидального и би-квадратичного законов распределения напряжений по ширине для несимметричной волнистости и коробоватости по сравнению с симметричным дефектом. Полученные данные позволяют более точно определять параметры неплоскостности и настраивать современные системы автоматического регулирования плоскостности (САРП), снижать обрывность холоднокатаных полос при обработке с натяжением в непрерывных агрегатах.*

**Ключевые слова:** полоса, волнистость, коробоватость, упругое растяжение, максимальные напряжения натяжения, параметры несимметричной и симметричной неплоскостности

### Введение

Одним из важнейших качественных показателей тонколистового проката является его плоскостность. На различных технологических участках полоса подвергается различному уровню натяжения [1]. В случае растяжения неплоской полосы изменяются ее параметры неплоскостности [2,3]. Например, с увеличением натяжения уменьшается амплитуда волнистости или коробоватости, неравномерно перераспределяются напряжения по ширине полосы. Это наиболее актуально при контроле и управлении плоскостностью САРП [4–7].

Неплоскостность может быть в виде симметричного и несимметричного дефектов [8]. Несимметричность дефекта проявляется как неодинаковая величина амплитуды волнистости по разным кромкам или как коробоватость, смещенная относительно оси полосы.

В случае натяжения неплоской полосы в упругой области величина дефекта может значительно изменяться и частично скрываться, что снижает точность контроля неплоскостности проката. При растяжении такой полосы в процессе обработки изменяется также ее напряженно-деформированное

состояние. Неравномерно распределяются напряжения натяжения по ширине проката, достигая максимума в центре для волнистых и на кромках для коробоватых полос, что необходимо учитывать для оценки вероятности обрывности проката при обработке в непрерывных агрегатах.

Величина изменения параметров неплоскостности полосы и ее напряженно-деформированное состояние при растяжении зависят не только от вида дефекта, его несимметричности, но и от закона распределения напряжений по ширине полосы [9–11].

Цель настоящей работы – оценка влияния законов распределения напряжений натяжения по ширине полос и несимметричности дефекта на параметры неплоскостности при упругом растяжении.

### Зависимости для расчета параметров неплоскостности

Проведем сравнительный анализ влияния натяжения на параметры несимметричной неплоскостности (максимальные напряжения натяжения  $\sigma_{\max}$ , высота волны с амплитудой  $A$  при ее периоде  $\lambda$ ) для квадратичного, синусоидального и биквадратичного законов распределения напряжений по ширине полосы  $\sigma_x$ . Выполним оценку влияния несимметричности дефекта на рассматриваемые параметры неплоскостности по сравнению с симметричной волнистостью и коробоватостью.

Для установления связи между параметрами неплоскостности до и после приложения натяжения при упругом растяжении использовали зависимость, представленную в работе [3]:

$$A = \sqrt{A_0^2 - \frac{4\lambda_0^2 \sigma_{\max}}{E\pi^2}}, \quad (1)$$

где  $A$  – амплитуда неплоскостности после приложения натяжения к полосе;  $A_0$ ,  $\lambda_0$  – амплитуда и период неплоскостности до приложения натяжения к полосе;  $\sigma_{\max}$  – максимальные напряжения натяжения по ширине полосы;  $E$  – модуль упругости материала полосы. Величину  $\sigma_{\max}$  определяли в зависимости от вида дефекта и его несимметричности, законов распределения напряжений натяжения по ширине полосы  $\sigma_x$  и величины  $\sigma_{\text{сп}}$ .

Рассмотрим зависимости для расчета  $\sigma_{\max}$  в соответствии с квадратичным, синусоидальным и биквадратичным законами распределения напряжений по ширине полосы  $\sigma_x$ .

#### 1.1. Квадратичный закон

В работе [9] представлены распределения напряжений натяжения по ширине полосы:

– с несимметричной волнистостью

$$\sigma_x = \Delta\sigma_1 \left( 1 - \frac{x^2}{b_0^2} \right), \quad (2)$$

– с несимметричной коробоватостью

$$\sigma_x = \Delta\sigma \left[ \frac{4}{B^2}(x-l)^2 - \frac{4}{B}(x-l) + 1 \right], \quad (3)$$

где  $b_0$  – наибольшее расстояние от кромки полосы (например, левой) до оси эпюры  $\sigma_x$ , определяемое исходя из граничного условия

$$b_0 = B / \left( \sqrt{\Delta\sigma_2 / \Delta\sigma_1} + 1 \right). \quad (4)$$

В формулах (2)–(4)  $\Delta\sigma_1$  и  $\Delta\sigma_2$  – неравномерность напряжений натяжения соответственно между левой и правой кромками, а также серединой полосы при натяжении, когда напряжения при растяжении распределяются по всей ширине;  $\Delta\sigma$  – неравномерность напряжений натяжения между кромками и серединой коробоватой полосы до смещения эпюры  $\sigma_x$  (в случае, если бы полоса имела симметричную коробоватость);  $B$  – ширина полосы;  $l$  – величина смещения эпюры  $\sigma_x$  относительно оси полосы.

Для квадратичной зависимости  $\sigma_x$  видов (2) и (3) получены следующие выражения [9]:

а) для несимметричной волнистости полосы:

– при  $\sigma_{\max} < \Delta\sigma_2$

$$\sigma_{\text{sp}} = \frac{4\sigma_{\max}^{3/2}}{3(\sqrt{\Delta\sigma_1} + \sqrt{\Delta\sigma_2})}, \quad (5)$$

– при  $\sigma_{\max} > \Delta\sigma_2$

$$\sigma_{\text{sp}} = \frac{1}{\sqrt{\Delta\sigma_1} + \sqrt{\Delta\sigma_2}} \left[ \frac{2}{3}\sigma_{\max}^{3/2} + \sigma_{\max}\sqrt{\Delta\sigma_2} - \frac{\Delta\sigma_2^{3/2}}{3} \right]; \quad (6)$$

б) для несимметричной коробоватости:

– при  $\sigma_{\max} < \Delta\sigma_1 - \Delta\sigma_2$

$$\sigma_{\text{sp}} = \sigma_{\max} \left( \frac{1}{2} + \frac{l}{B} \right) - \frac{\Delta\sigma_1^{3/2} - (\Delta\sigma_1 - \sigma_{\max})^{3/2}}{3\sqrt{\Delta\sigma}}, \quad (7)$$

– при  $\sigma_{\max} > \Delta\sigma_1 - \Delta\sigma_2$

$$\sigma_{\text{sp}} = \sigma_{\max} - \frac{\Delta\sigma_1 - \Delta\sigma_2}{2} + \frac{l(\Delta\sigma_1 - \Delta\sigma_2)}{B} - \frac{\Delta\sigma_1^{3/2} + \Delta\sigma_2^{3/2}}{3\sqrt{\Delta\sigma}} + \frac{2(\Delta\sigma_1 - \sigma_{\max})^{3/2}}{3\sqrt{\Delta\sigma}}. \quad (8)$$

### 1.2. Синусоидальный закон

В работе [10] представлены распределения напряжений натяжения по ширине полосы с несимметричной волнистостью и коробоватостью в виде

$$\sigma_x = \frac{\Delta\sigma_1}{2} \cos \frac{\pi}{b_0} x + \frac{\Delta\sigma_1}{2}. \quad (9)$$

Для синусоидальной зависимости (9) получены следующие выражения [10]:

а) для несимметричной волнистости полосы:

– при  $\sigma_{\max} < \Delta\sigma_2$

$$\sigma_{sp} = \frac{\Delta\sigma_1}{\arccos\left(1 - \frac{2\Delta\sigma_2}{\Delta\sigma_1}\right) + \pi} \left[ \left( \frac{2\sigma_{\max}}{\Delta\sigma_1} - 1 \right) \arccos\left(1 - \frac{2\sigma_{\max}}{\Delta\sigma_1}\right) + 2\sqrt{\frac{\sigma_{\max}}{\Delta\sigma_1} - \left(\frac{\sigma_{\max}}{\Delta\sigma_1}\right)^2} \right], \quad (10)$$

– при  $\sigma_{\max} > \Delta\sigma_2$

$$\begin{aligned} \sigma_{sp} = & \frac{\Delta\sigma_1}{2 \arccos\left(1 - \frac{2\Delta\sigma_2}{\Delta\sigma_1}\right) + 2\pi} \left[ \left( \frac{2\sigma_{\max}}{\Delta\sigma_1} - 1 \right) \arccos\left(1 - \frac{2\sigma_{\max}}{\Delta\sigma_1}\right) + \right. \\ & + 2\sqrt{\frac{\sigma_{\max}}{\Delta\sigma_1} - \left(\frac{\sigma_{\max}}{\Delta\sigma_1}\right)^2} + \left. \left( \frac{2\Delta\sigma_2}{\Delta\sigma_1} - 1 \right) \arccos\left(1 - \frac{2\Delta\sigma_2}{\Delta\sigma_1}\right) + \right. \\ & \left. + 2\sqrt{\frac{\Delta\sigma_2}{\Delta\sigma_1} - \left(\frac{\Delta\sigma_2}{\Delta\sigma_1}\right)^2} + \frac{2(\sigma_{\max} - \Delta\sigma_2)}{\Delta\sigma_1} \arccos\left(1 - \frac{2\Delta\sigma_2}{\Delta\sigma_1}\right) \right]; \quad (11) \end{aligned}$$

б) для несимметричной коробоватости:

– при  $\sigma_{\max} < \Delta\sigma_1 - \Delta\sigma_2$

$$\sigma_{sp} = \frac{(1 + 2l/B)\Delta\sigma_1}{4\pi} \left[ \left( \frac{2\sigma_{\max}}{\Delta\sigma_1} - 1 \right) \arccos\left(1 - \frac{2\sigma_{\max}}{\Delta\sigma_1}\right) + 2\sqrt{\frac{\sigma_{\max}}{\Delta\sigma_1} - \left(\frac{\sigma_{\max}}{\Delta\sigma_1}\right)^2} \right], \quad (12)$$

– при  $\sigma_{\max} > \Delta\sigma_1 - \Delta\sigma_2$

$$\begin{aligned} \sigma_{sp} = & \frac{(1 + 2l/B)\Delta\sigma_1}{4\pi} \left[ 2 \left( \frac{2\sigma_{\max}}{\Delta\sigma_1} - 1 \right) \arccos\left(1 - \frac{2\sigma_{\max}}{\Delta\sigma_1}\right) + \right. \\ & + 4\sqrt{\frac{\sigma_{\max}}{\Delta\sigma_1} - \left(\frac{\sigma_{\max}}{\Delta\sigma_1}\right)^2} + \left. \left( \frac{2\Delta\sigma_2}{\Delta\sigma_1} - 1 \right) \arccos\left(\frac{2\Delta\sigma_2}{\Delta\sigma_1} - 1\right) - \right. \\ & \left. - 2\sqrt{\frac{\Delta\sigma_2}{\Delta\sigma_1} - \left(\frac{\Delta\sigma_2}{\Delta\sigma_1}\right)^2} \right] - \frac{2l}{B} (\sigma_{\max} + \Delta\sigma_2 - \Delta\sigma_1). \quad (13) \end{aligned}$$

### 1.3. Биквадратичный закон

В работе [11] представлены распределения напряжений натяжения по ширине полосы:

– для несимметричной волнистости

$$\sigma_x = \Delta\sigma_1 \left( 1 - \frac{x^4}{b_0^4} \right), \quad (14)$$

– для несимметричной коробоватости

$$\sigma_x = \Delta\sigma \left[ \frac{2}{B}(x-l) - 1 \right]^4. \quad (15)$$

Для биквадратичной зависимости  $\sigma_x$  вида (14) и (15) получены следующие выражения [11]:

а) для несимметричной волнистости:

– при  $\sigma_{\max} < \Delta\sigma_2$

$$\sigma_{\text{sp}} = \frac{8}{5} \frac{\sigma_{\max}^{5/4}}{\sqrt[4]{\Delta\sigma_1} + \sqrt[4]{\Delta\sigma_2}}, \quad (16)$$

– при  $\sigma_{\max} > \Delta\sigma_2$

$$\sigma_{\text{sp}} = \frac{1}{\sqrt[4]{\Delta\sigma_1} + \sqrt[4]{\Delta\sigma_2}} \left[ \frac{4}{5} \sigma_{\max}^{5/4} + \sigma_{\max} \sqrt[4]{\Delta\sigma_2} - \frac{1}{5} \Delta\sigma_2^{5/4} \right]; \quad (17)$$

б) для несимметричной коробоватости:

– при  $\sigma_{\max} < \Delta\sigma_1 - \Delta\sigma_2$

$$\sigma_{\text{sp}} = \sigma_{\max} \left( \frac{1}{2} + \frac{l}{B} \right) - \frac{2 \left[ \Delta\sigma_1^{5/4} - (\Delta\sigma_1 - \sigma_{\max})^{5/4} \right]}{5 \sqrt[4]{\Delta\sigma}}, \quad (18)$$

– при  $\sigma_{\max} > \Delta\sigma_1 - \Delta\sigma_2$

$$\begin{aligned} \sigma_{\text{sp}} = \sigma_{\max} - \frac{\Delta\sigma_1 - \Delta\sigma_2}{2} + \frac{l}{B} (\Delta\sigma_1 - \Delta\sigma_2) - \\ - \frac{2 \left( \Delta\sigma_1^{5/4} + \Delta\sigma_2^{5/4} \right)}{5 \sqrt[4]{\Delta\sigma}} + \frac{4 (\Delta\sigma_1 - \Delta\sigma_{\max})^{5/4}}{5 \sqrt[4]{\Delta\sigma}}. \end{aligned} \quad (19)$$

Связь между  $\Delta\sigma_1$ ,  $\Delta\sigma_2$  и параметрами волнистости можно определить, используя зависимости, полученные в работах [9–11]:

$$\Delta\sigma_1 = a_B E \left( \frac{A_{01} \pi}{2 \lambda_{01}} \right)^2, \quad (20)$$

$$\Delta\sigma_2 = a_B E \left( \frac{A_{02}\pi}{2\lambda_{02}} \right)^2, \quad (21)$$

где  $a_B$  – коэффициент, учитывающий материальную связь участков по ширине полосы ( $a_B \approx 1$ );  $E$  – модуль упругости стальной полосы;  $A_{01}$ ,  $\lambda_{01}$  – соответственно амплитуда и период волнистости по левой кромке полосы до приложения натяжения;  $A_{02}$ ,  $\lambda_{02}$  – соответственно амплитуда и период волнистости по правой кромке полосы до приложения натяжения.

Для коробоватости величину  $\Delta\sigma_1$  определяли из выражения

$$\Delta\sigma_1 = a_B E \left( \frac{A_0^1\pi}{2\lambda_0^1} \right)^2 \quad (22)$$

(где  $A_0^1$ ,  $\lambda_0^1$  – амплитуда и период коробоватости до приложения натяжения к полосе), а величину  $\Delta\sigma_2$  находили, исходя из граничных условий (при  $x = B$ ,  $\sigma_x = \Delta\sigma_2$ ) из выражений (7), (9), (15):

– для квадратичного закона

$$\Delta\sigma_2 = \Delta\sigma \left( \frac{2l}{B} - 1 \right)^2, \quad (23)$$

– для синусоидального

$$\Delta\sigma_2 = \frac{\Delta\sigma_1}{2} \left( \cos \frac{2\pi B}{B+2l} + 1 \right), \quad (24)$$

– для биквадратичного

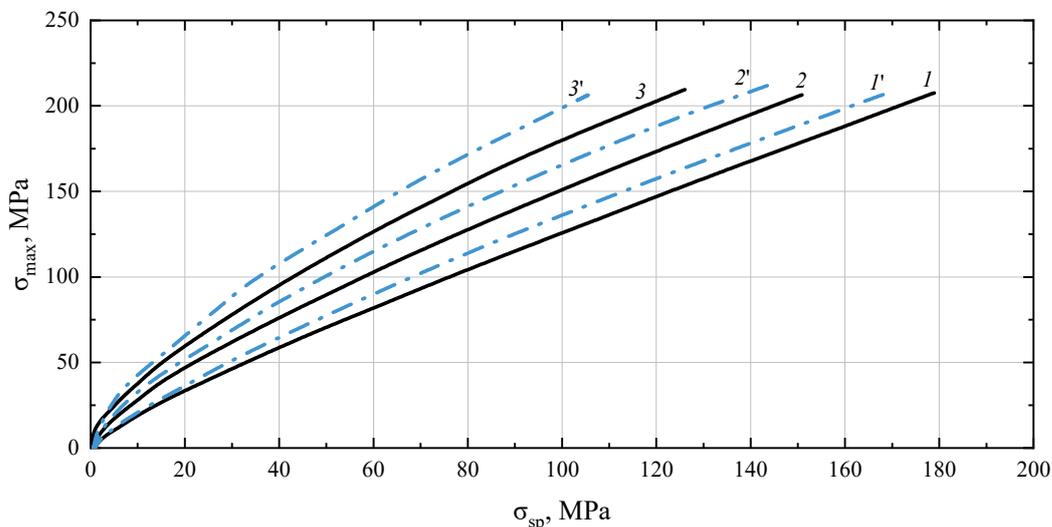
$$\Delta\sigma_2 = \Delta\sigma \left( \frac{2l}{B} - 1 \right)^4. \quad (25)$$

## 2. Сравнительный анализ влияния натяжения на параметры неплоскостности для различных законов распределения напряжений по ширине полосы

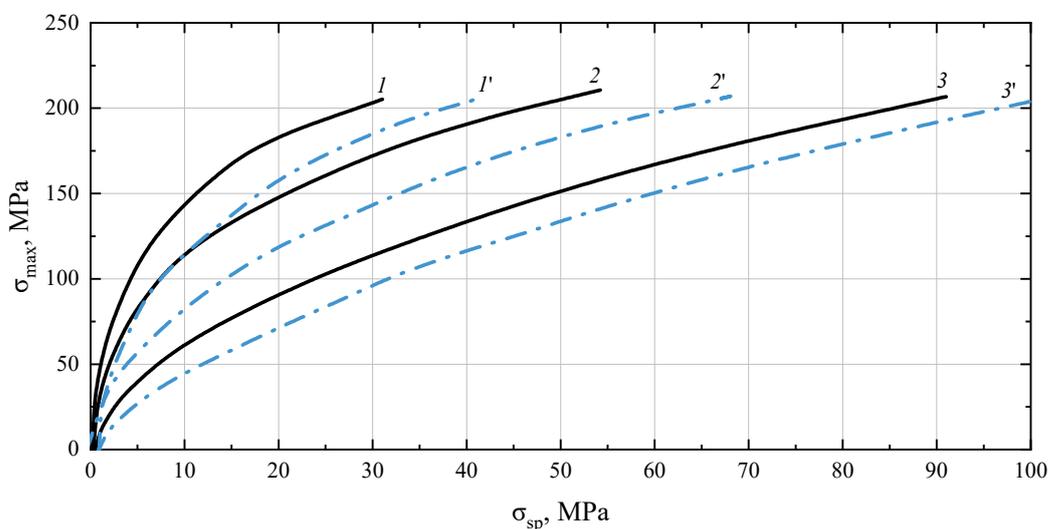
С учетом приведенных зависимостей для расчета  $\sigma_{\max}$  построили сравнительные графики при волнистости (рис. 1) и коробоватости (рис. 2) полосы для различных законов распределения напряжений по ее ширине  $\sigma_x$  (биквадратичного, квадратичного, синусоидального) [12]. Также для этих законов с учетом зависимости (1) построили сравнительные графики для расчета амплитуды волнистости (рис. 3) и коробоватости полосы (рис. 4) [12].

Из рис. 1 видно, что при одном и том же напряжении натяжения  $\sigma_{sp}$  наибольшие максимальные напряжения в средней части волнистой полосы наблюдаются для синусоидального закона, наименьшие – для биквадратич-

ного. Сравнение кривых при несимметричной и симметричной волнистости полос свидетельствует, что несимметричность дефекта снижает интенсивность роста  $\sigma_{\max}$  для всех рассматриваемых законов. Наибольшая разница наблюдается для синусоидального закона.



**Рис. 1.** Зависимость максимальных напряжений натяжения  $\sigma_{\max}$  от напряжения натяжения  $\sigma_{\text{сп}}$  волнистых полос (амплитуды волнистости по кромкам полосы  $A_{01} = 20 \text{ mm/m}$ ,  $A_{02} = 10 \text{ mm/m}$ ) и от различных законов распределения:  $1, 1'$  – биквадратичного;  $2, 2'$  – квадратичного;  $3, 3'$  – синусоидального (номера кривых со штрихом – для симметричной волнистости)



**Рис. 2.** Зависимость максимальных напряжений натяжения  $\sigma_{\max}$  от напряжения натяжения  $\sigma_{\text{сп}}$  коробчатых полос и от различных законов распределения (смещение оси эпюры распределения напряжений по ширине полосы  $l = 100 \text{ mm}$ , ширина полосы  $B = 1500 \text{ mm}$ ,  $A_0 = 20 \text{ mm/m}$ ,  $E = 21 \cdot 10^4 \text{ MPa}$ ):  $1, 1'$  – биквадратичного;  $2, 2'$  – квадратичного;  $3, 3'$  – синусоидального (номера кривых со штрихом – для симметричной коробчатости)

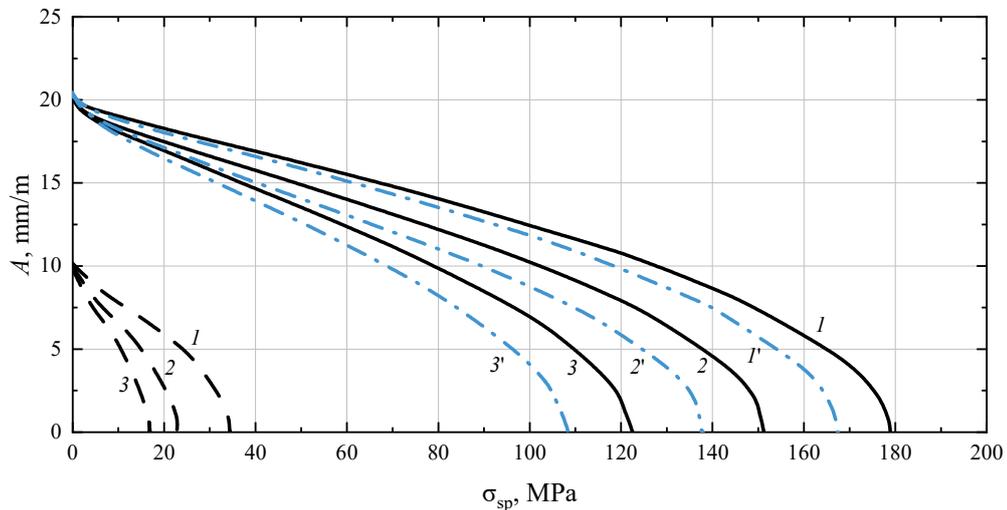
Как видно из рис. 2, при одном и том же напряжении натяжения  $\sigma_{sp}$  наибольшие максимальные напряжения  $\sigma_{max}$  для коробоватости по кромкам полосы наблюдаются при биквадратичном законе, наименьшие – при синусоидальном. Сравнивая кривые для различной коробоватости, получаем, что несимметричность дефекта увеличивает интенсивность роста  $\sigma_{max}$  коробоватых полос для всех рассматриваемых законов  $\sigma_x$ . Наибольшая разница наблюдается для биквадратичного закона  $\sigma_x$ .

В случае растяжения волнистой полосы величины  $\sigma_{max}$  будут наибольшими в центральной части проката для синусоидального закона.

Сравнивая рис. 1 и 2, можно сказать, что максимальные напряжения натяжения  $\sigma_{max}$  наиболее интенсивно растут при несимметричной коробоватости полосы для всех законов распределения напряжений по ее ширине. По сравнению с волнистыми полосами максимальные напряжения натяжения  $\sigma_{max}$  для коробоватых полос существенно (в несколько раз) превышают значения  $\sigma_{sp}$ .

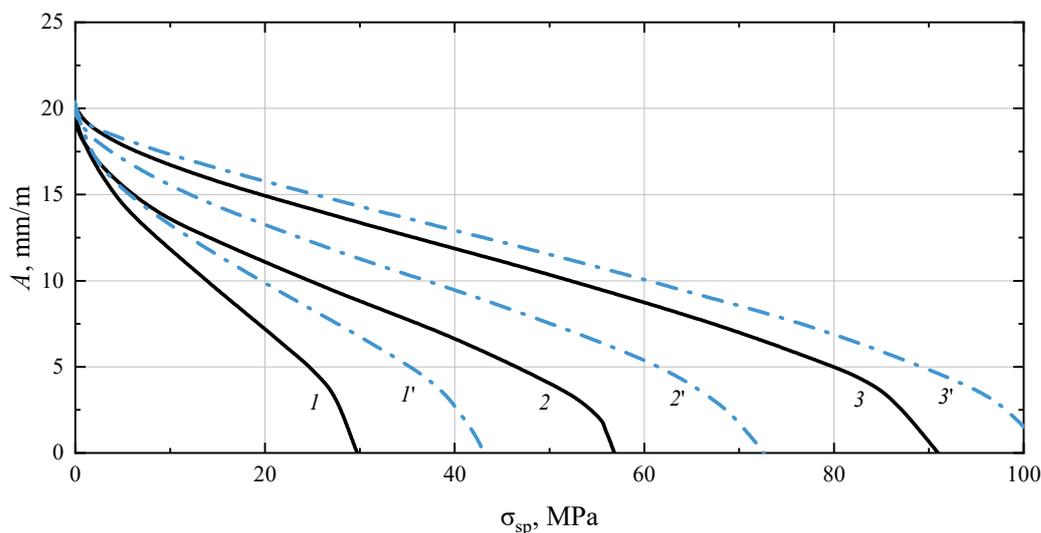
Знать величину максимальных напряжений  $\sigma_{max}$  необходимо при назначении режимов натяжения и снижения обрывности тонких полос в непрерывных агрегатах, особенно коробоватых полос, где максимальные напряжения сосредотачиваются по кромкам.

Из рис. 3 следует, что при растяжении волнистой полосы наиболее интенсивно уменьшается амплитуда неплоскостности для синусоидального закона, наименьшее – для биквадратичного. Сравнивая кривые для несимметричной и симметричной волнистости, видим, что несимметричность дефекта снижает интенсивность уменьшения амплитуды волнистых полос для всех рассматриваемых законов.



**Рис. 3.** Зависимость амплитуды несимметричной волнистости (амплитуда волнистости по кромкам полосы  $A_{01} = 20 \text{ mm/m}$ ,  $A_{02} = 10 \text{ mm/m}$ ) от напряжения натяжения полосы для различных законов распределения напряжений ее натяжения: 1, 1' – биквадратичного; 2, 2' – квадратичного; 3, 3' – синусоидального; —, - - - - несимметричная волнистость полосы соответственно по правой и левой кромкам, -·-·-· – симметричная волнистость

При коробоватости полосы (рис. 4) наиболее интенсивно снижается амплитуда неплоскостности для биквадратичного закона, в наименьшей степени – для синусоидального. Сравнение кривых для различной коробоватости показало, что несимметричность дефекта снижает интенсивность уменьшения амплитуды коробоватых полос для всех рассматриваемых законов распределения напряжений натяжения по ширине полосы.



**Рис. 4.** Зависимость амплитуды коробоватости  $A$  от напряжения натяжения  $\sigma_{sp}$  для различных законов распределения (смещение эпюры распределения напряжений по ширине полосы  $l = 100$  мм, ширина полосы  $B = 1500$  мм,  $E = 21 \cdot 10^4$  МПа): 1, 1' – биквадратичного; 2, 2' – квадратичного; 3, 3' – синусоидального (номера кривых со штрихом – для симметричной коробоватости)

Сравнивая рис. 3 и 4, можно сказать, что амплитуда неплоскостности при упругом растяжении наиболее интенсивно снижается для полос с несимметричной коробоватостью по сравнению с несимметричной волнистостью для всех законов распределения напряжений по ширине полосы. Дефект упруго скрывается в полосе при коробоватости значительно раньше, чем при волнистости. Закон распределения напряжений по ширине полосы существенно влияет на интенсивность снижения неплоскостности с увеличением натяжения, особенно для коробоватых полос.

Это необходимо учитывать при измерении неплоскостности в случае обработки полос с относительно низким уровнем натяжения.

### Выводы

1. Сравнительный анализ зависимостей для расчета параметров неплоскостности при упругом растяжении полосы показал значительное влияние законов распределения напряжений по ее ширине и несимметричности дефекта на максимальные напряжения натяжения, а также на амплитуду волнистости и коробоватости.

2. Установлено, что различные законы распределения напряжений по ширине полосы и несимметричность дефекта в большей степени воздействуют на параметры коробоватости по сравнению с параметрами волнистости. Несимметричность дефекта в меньшей степени влияет на параметры неплоскостности для синусоидального закона.

3. Проведенные исследования имеют практическую ценность для оценки влияния напряжения натяжения на измеряемые параметры неплоскостности тонких холоднокатаных полос в САРП, а также для снижения вероятности обрывности проката в непрерывных агрегатах.

Работа выполнена в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (тема № 1023020900002-3-1.2.1;1.4.3).

1. *А.И. Божков, В.П. Настич*, Плоскостность тонколистового проката, «СП ИНТЕРМЕТ ИНЖИНИРИНГ», Москва (1998).
2. *П.И. Денисов, В.А. Некит, А.Г. Медведев*, Изв. ВУЗов. Черная металлургия № 3, 62 (1985).
3. *В.М. Клименко, В.М. Богатырев, С.В. Закарлюка и др.*, Изв. ВУЗов. Черная металлургия № 10, 54 (1986).
4. *D.C. Tran, N. Tardif, A. Limam*, Int J Solids Struct **69–70**, 343 (2015).
5. *R. Nakhoul, P. Montmitonnet, N. Legrand*, Int. J. Mater. Form. **8**, 283 (2015).
6. *Р.Л. Шаталов, Т.А. Койнов, Н.Н. Литвинова*, Автоматизация технологических процессов прокатки и термообработки металлов и сплавов: учебное пособие для студентов высших учебных заведений по направлению «Металлургия», Metallurgizdat, Москва (2010).
7. *Е.А. Максимов, Р.Л. Шаталов, Н.Ш. Босхамджиев*, Производство планшетных полос при прокатке, Теплотехник, Москва (2008).
8. *С.М. Бельский, И.П. Мазур, С.Н. Лежнев, Е.А. Панин*, Формоизменение полосы при тонколистовой прокатке: монография, КГИУ, Темиртау (2016).
9. *С.В. Закарлюка, Ю.И. Юрченко, В.Е. Гончаров и др.*, Моделирование и развитие процессов обработки металлов давлением: междунар. сб. науч. тр., А.Б. Моллер (ред.), Изд-во Магнитогорск. гос. техн. ун-та им. Г.И. Носова, Магнитогорск (2018), вып. 24, с. 3–12.
10. *Е.А. Руденко, С.В. Закарлюка, В.Е. Гончаров, Ю.И. Юрченко, С.А. Будакова*, ФТВД **30**, № 2, 88 (2020).
11. *С.В. Закарлюка, Е.А. Руденко, В.Е. Гончаров, В.В. Пилипенко*, Metallurg № 2, 82 (2024).
12. *С.В. Закарлюка, Е.А. Руденко, В.Е. Гончаров, А.И. Шевелев*, Упругое растяжение неплоских полос для биквадратичного закона распределения напряжений по ширине. Сборник научных трудов ДонГТИ № 30 (73) (2023), с. 47–55.

S.V. Zakarlyuka

COMPARATIVE ANALYSIS OF THE EFFECT OF LAWS OF TENSION STRAIN DISTRIBUTION OVER THE WIDTH OF A NON-PLANAR STRIP AND ASYMMETRY OF A DEFECT WITH RESPECT TO THE PARAMETERS OF NON-FLATNESS

The comparative data on the flatness parameters are obtained for different laws of distribution of tension strain over the width of wave-like and warped strips with respect to asymmetric location of a defect. The effect of quadratic, sinusoidal and biquadratic law of strain distribution over the width in the cases of asymmetrical corrugation on the non-flatness parameters is found and compared to the symmetrical case. The obtained data allow more accurate evaluation of the non-flatness parameters, adjusting of modern systems of automatic control of flatness (SACF), and reduction of breakage of cold strips processed by tension in continuous units.

**Keywords:** strip, corrugation, warpage, elastic tension, maximum tension strain, parameters of asymmetrical and symmetrical non-flatness

**Fig. 1.** Maximum tension strain  $\sigma_{\max}$  vs tension strain  $\sigma_{\text{sp}}$  for corrugated strips (amplitudes of corrugation at the strip edges  $A_{01} = 20$  mm/m,  $A_{02} = 10$  mm/m) at different laws of distribution: 1, 1' – biquadratic; 2, 2' – quadratic; 3, 3' – sinusoidal (the primed numbers of curves mark symmetrical corrugation)

**Fig. 2.** Maximum tension strain  $\sigma_{\max}$  vs tension strain  $\sigma_{\text{sp}}$  of warped strips and different distribution laws (displacement of the axis of the distribution diagram of strain over the strip width  $l = 100$  mm, width  $B = 1500$  mm,  $A_0 = 20$  mm/m,  $E = 21 \cdot 10^4$  MPa): 1, 1' – biquadratic; 2, 2' – quadratic; 3, 3' – sinusoidal (the primed numbers of curves mark symmetrical warpage)

**Fig. 3.** Amplitude of symmetrical corrugation (amplitude of corrugation at the strip edges  $A_{01} = 20$  mm/m,  $A_{02} = 10$  mm/m) vs tension strain for different laws of distribution of tension: 1, 1' – biquadratic; 2, 2' – quadratic; 3, 3' – sinusoidal; —, - - - - asymmetrical corrugation of the strip at the right edge and the left one, respectively, - · - · - · - symmetrical corrugation

**Рис. 4.** Amplitude of warpage  $A$  vs tension strain  $\sigma_{\text{sp}}$  for different laws of distribution (displacement of the axis of the distribution diagram of strain over the strip width  $l = 100$  mm, strip width  $B = 1500$  mm,  $E = 21 \cdot 10^4$  MPa): 1, 1' – biquadratic; 2, 2' – quadratic; 3, 3' – sinusoidal (the primed numbers of curves mark symmetrical warpage)

PACS: 83.10.Pp

Л.А. Рябичева, И.И. Белозир

## ОСТАТОЧНЫЕ НАПРЯЖЕНИЯ ПРИ СВОБОДНОМ ДОРНОВАНИИ ОТВЕРСТИЙ В ПОРОШКОВЫХ ПОЛЫХ ЗАГОТОВКАХ

Луганский государственный университет им. В. Даля

Статья поступила в редакцию 20 мая 2024 года

*Представлены результаты исследования путем компьютерного моделирования распределения остаточных напряжений в зависимости от химического состава, пористости, степени толстостенности и натяга при свободном дорновании полых заготовок из порошковых материалов. Установлено, что при одной и той же исходной пористости заготовок наличие в порошковой смеси частиц титана приводит к увеличению окружных напряжений. Обнаружено, что величина остаточных напряжений зависит от степени толстостенности, что особенно проявляется у заготовок с тонкой стенкой. Выявлено влияние натяга на окружные и радиальные напряжения. Микротвердость и толщина упрочненного слоя уменьшаются от внутренней поверхности отверстия к наружной поверхности заготовки.*

**Ключевые слова:** порошковая пористая заготовка, свободное дорнование, пористость, степень толстостенности, натяг, микротвердость

### Введение

Пластическое формоизменение заготовок приводит к появлению остаточных напряжений, величина которых зависит как от технологических факторов, так и от свойств материала [1]. Эти напряжения существуют в конструкциях и деталях при отсутствии внешних воздействий и в случае, если они превышают предел прочности, может наступить разрушение материала [2].

Дорнование является холодным локальным пластическим деформированием, при котором рабочий инструмент – дорн проталкивается через отверстие, имеющее меньший диаметр по сравнению с диаметром дорна [1]. При этом диаметр отверстия увеличивается, его точность существенно возрастает, происходит сглаживание исходной шероховатости и деформационное упрочнение поверхностного слоя, а также формирование в нем благоприятных сжимающих остаточных напряжений [3]. Для порошковых материалов одновременно возрастает плотность. Точность, качество и плотность поверхностного слоя отверстий определяются влиянием целого ряда факторов: конструктивными особенностями обрабатываемых деталей и принятой схемой обработки, механическими свойствами материала и технологическими параметрами процесса [3].

Установлено, что после обработки дорнованием наибольшую величину имеют окружные остаточные напряжения [4], которые могут быть как сжимающими, так и растягивающими в зависимости от соотношения диаметра отверстия и внешнего диаметра детали [1].

В работе [4] авторы установили, что в результате дорнования повышается качество деталей из порошковых материалов. Для образца из порошковой меди получена зависимость остаточных напряжений от пористости. При этом остаточные радиальные и окружные напряжения являются сжимающими, уменьшающимися по толщине стенки полый заготовки.

Влияние высоты заготовки на распределение остаточных напряжений установлено в работе [5]. Однако в ней отсутствуют сведения об изменении остаточных напряжений в деталях из порошковых смесей.

Цель настоящей работы – исследование путем компьютерного моделирования распределения остаточных напряжений в зависимости от химического состава, степени толстостенности и натяга при свободном дорновании порошковых полых заготовок.

## 1. Методика исследования

Для компьютерного моделирования свободного дорнования использована порошковая полый заготовка, выполненная из смеси медного порошка марки ПМС-1 и порошка титана марки ВТ1-0 (6%). Моделирование осуществляли в программном пакете Deform 10.2 [4]. Заготовки получали односторонним прессованием на гидравлическом прессе модели ПД-476 усилием 1600 kN, спекали в среде генераторного газа, затем осуществляли свободное дорнование в экспериментальном штампе на испытательной машине ZD 4.

Сравнивали остаточные напряжения после свободного дорнования полых заготовок из порошковой смеси меди и титана с остаточными напряжениями в заготовках из медного порошка (рис. 1). Исходная пористость материала составляла 15%.

Распределение остаточных напряжений в зависимости от степени толстостенности  $D_0 / d_0$  (где  $D_0$  – наружный диаметр заготовки,  $d_0$  – внутренний диаметр отверстия) после дорнования полых заготовок из порошковой смеси меди и титана моделировали при  $D_0 / d_0 = 1.17$  и  $2.04$ . Исходная пористость материала 15%, натяг  $i = 0.2$  mm (рис. 2).

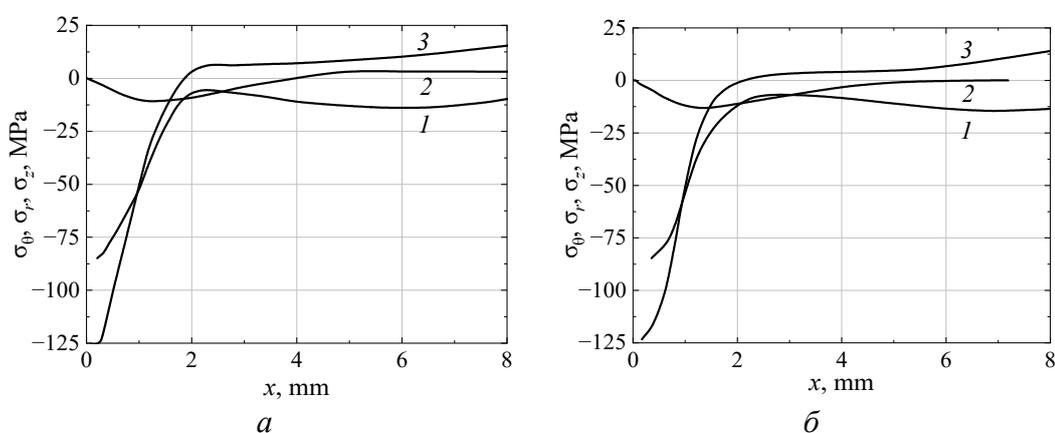
После дорнования порошковых пористых заготовок с относительным натягом 2 и 8.7% строили эпюры остаточных напряжений (рис. 3).

## 2. Результаты и обсуждение

На рис. 1,а представлены эпюры остаточных окружных  $\sigma_\theta$ , радиальных  $\sigma_r$  и осевых напряжений  $\sigma_z$  по толщине стенки  $x$  полый заготовки для порошковой смеси меди с титаном при исходной пористости 15%. Для сравнения на рис. 1,б приведено распределение остаточных напряжений для порошковой меди при той же пористости [4]. Как видно, характер

распределения остаточных напряжений для обоих материалов практически одинаков. Однако величина напряжений больше у порошковой смеси. Очевидно, частицы титана, имея более высокие прочностные свойства, обеспечивают повышение остаточных напряжений порошковой смеси в среднем на 5%.

Установлено, что изменение радиальных и осевых напряжений в порошковом и компактном материалах одинаково. При этом у компактного материала окружные напряжения при некотором значении толщины стенки отверстия резко возрастают по абсолютной величине и из сжимающих становятся растягивающими [6]. У порошкового материала окружные напряжения остаются сжимающими, в чем сказывается влияние пористости. Такие изменения наблюдали при пористости заготовок 6 и 24% [4].



**Рис. 1.** Эпюры остаточных окружных (1), радиальных (2) и осевых (3) напряжений по толщине стенки заготовки с исходной пористостью материала 15%: *a* – порошковая смесь медь + титан; *б* – медный порошок

Степень толстостенности не влияет на ход кривых напряжений, они отличаются только по абсолютной величине (рис. 2). При  $D_0/d_0 = 1.17$  окружные напряжения максимальны по абсолютной величине в очаге деформации (рис. 2,*a*). В зоне растяжения они повышаются. При  $D_0/d_0 = 2.04$  окружные сжимающие напряжения по абсолютной величине равны 84 МПа, их трансформация в растягивающие не происходит (рис. 2,*б*). Очевидно, при меньшей относительной толщине стенки окружные напряжения изменяются более равномерно, что влияет на процесс уплотнения и упрочнения материала.

Радиальные напряжения в заготовках с различной относительной степенью толстостенности являются сжимающими и очень слабо зависят от размеров стенки заготовки. Их абсолютная максимальная величина для заготовки с  $D_0/d_0 = 1.17$  достигается на расстоянии примерно 1.5 mm от образующей отверстия и равна 8 МПа. У заготовки с  $D_0/d_0 = 2.04$  абсолютная максимальная величина соответствует расстоянию 1.8 mm.

Осевые напряжения в заготовках с различной степенью толстостенности имеют подобный характер. У более тонкостенных заготовок их абсолютная величина больше.

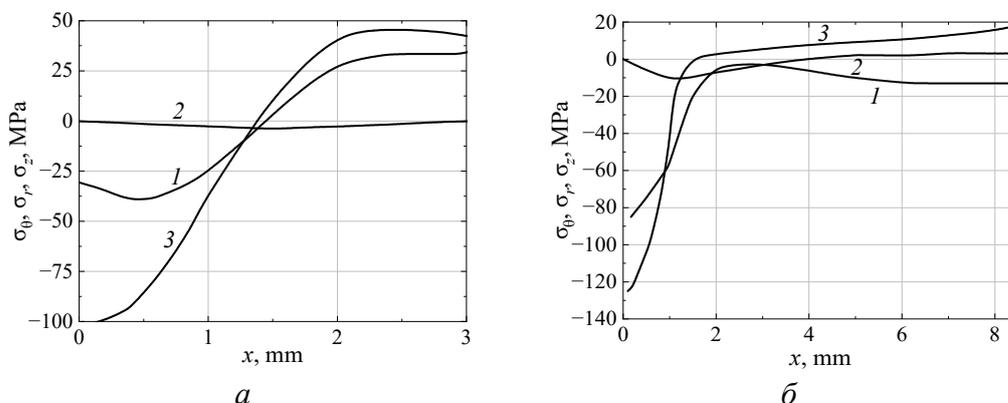


Рис. 2. Эпюры остаточных окружных (1), радиальных (2) и осевых (3) напряжений в заготовках со степенью толстостенности  $D_0 / d_0$ : а – 1.17, б – 2.04

Эпюры остаточных напряжений в зависимости от относительного натяга представлены на рис. 3. Окружные напряжения по абсолютной величине повышаются с ростом относительного натяга. Причем чем больше относительный натяг, тем более полого располагается кривая. При относительном натяге 2% значения радиальных напряжений наименьшие. С ростом относительного натяга их абсолютная величина возрастает. Осевые напряжения при любом значении относительного натяга одинаковые.

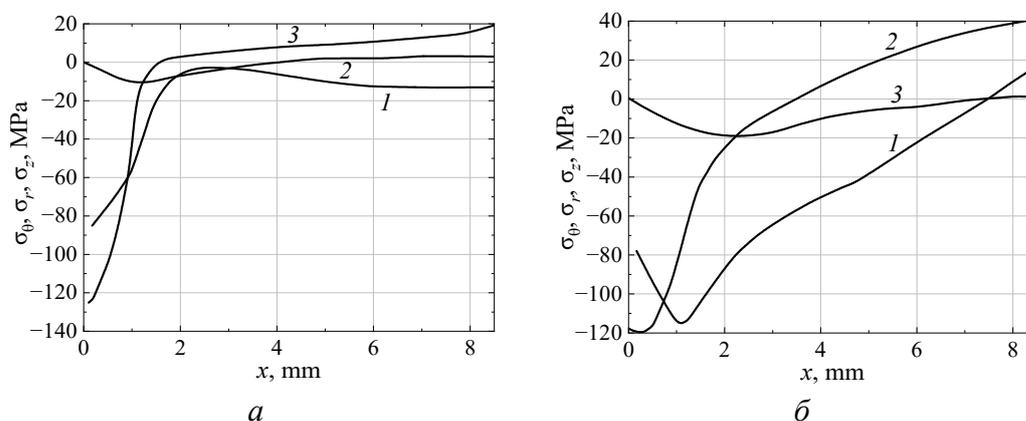


Рис. 3. Эпюры остаточных окружных (1), радиальных (2) и осевых (3) напряжений по толщине стенки полый заготовки после дорнования с относительным натягом, %: а – 2, б – 8.7

Деформационное упрочнение поверхностного слоя отверстия, полученное в результате свободного дорнования с относительным натягом  $i/d_0 = 0.02$  дорном с  $d = 10$  mm, углом заборного конуса  $\alpha = 4^\circ$ , изучали методом измерения микротвердости на заготовках с исходной пористостью 6, 15, 24% [7]. Авторы

показали, что с увеличением пористости заготовок микротвердость уменьшается и находится в пределах от 700 до 300 МПа, толщина упрочненного слоя составляет 1.6 mm для пористости 24% и 2 mm для пористости 6%. Это объясняется наличием структурной и пластической деформаций, изменяющих физико-механические свойства порошкового материала. Наиболее напряженной является внутренняя часть отверстия полый заготовки вследствие пластической деформации сжатия.

### Выводы

Установлено распределение остаточных окружных, радиальных, осевых напряжений при свободном дорновании порошковых пористых заготовок в зависимости от химического состава, пористости, степени толстостенности и натяга.

Обнаружено, что наличие в порошковой смеси частиц титана приводит к увеличению окружных напряжений при одной и той же исходной пористости полых заготовок вследствие больших значений прочностных свойств титана. Остаточные напряжения зависят от степени толстостенности, что особенно проявляется у полых заготовок с тонкой стенкой. Натяг влияет на абсолютную величину остаточных напряжений. Окружные напряжения возрастают, радиальные напряжения наименьшие при минимальном натяге 2%. Осевые напряжения не зависят от натяга.

Деформационное упрочнение поверхностного слоя подтверждается результатами измерения микротвердости и толщины упрочненного слоя.

1. *Ю.Г. Проскураков*, Дорнование отверстий, Машгиз, Свердловск (1961).
2. *А.И. Буркин, Г.В. Шимов, Е.А. Андрюкова*, Металлургия. Остаточные напряжения в металлопродукции, Юрайт, Москва (2018).
3. *Ю.Г. Проскураков, В.Н. Романов, А.Н. Исаев*, Объемное дорнование отверстий, Машиностроение, Москва (1984).
4. *Л.А. Рябичева, Д.В. Решетняк*, Социально-экономические и технические системы: исследование, проектирование, оптимизация № 2(88), 116 (2021).
5. *Л.А. Рябичева, И.И. Белозир*, Современная наука: актуальные вопросы, достижения и инновации: сборник статей XXIX Международной научно-практической конференции, МЦНС «Наука и Просвещение», Пенза (2023).
6. *В.Ф. Скворцов, И.С. Охотин, А.Ю. Арляпов*, Известия ТПУ 316, № 2, 24 (2010).
7. *L.A. Ryabicheva, I.I. Belozir*, Journal of Advanced Research in Technical Science № 35, 11 (2023).

*L.A. Ryabicheva, I.I. Belozir*

## RESIDUAL STRESS DURING FREE BURNISHING OF HOLES IN HOLLOW POWDER BILLETS

The results of computer modeling of the distribution of residual stresses depending on the chemical composition, porosity, wall thickness and tension during free burnishing of hollow billets made of powder materials are presented. It has been established that the presence of titanium particles in the powder mixture results in an increase in circumferential stresses at the same initial porosity of the billets. It is found that the magnitude of residual stresses depends on the degree of wall thickness, especially in the thin wall billets. It was revealed that interference affects the circumferential and radial stresses. The microhardness and thickness of the hardened layer decreases from the inner surface of the hole to the outer surface of the billet.

**Keywords:** powder porous billet, free burnishing, porosity, degree of wall thickness, interference, microhardness

**Fig. 1.** Diagrams of residual circumferential (1), radial (2) and axial (3) stresses along the wall thickness of the billet at the 15% initial porosity of the material:  $a$  – powder mixture of copper and titanium;  $b$  – copper powder

**Fig. 2.** Diagrams of residual circumferential (1), radial (2) and axial (3) stresses in the billet; the degree of thickness  $D_0 / d_0$ :  $a$  – 1.17,  $b$  – 2.04

**Fig. 3.** Diagrams of residual circumferential (1), radial (2) and axial (3) stresses along the wall thickness of a hollow billet after the mandrel with the relative interference, %:  $a$  – 2,  $b$  – 8.7

PACS: 61.72.Mm, 62.20.Fe, 62.20.Qp, 81.40.Ef, 81.40.Lm

Л.Ф. Сенникова, А.Н. Гангало

## ТЕРМОСТАБИЛЬНОСТЬ СПЛАВА АМЦ ПОСЛЕ РАЗНЫХ СХЕМ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина

Статья поступила в редакцию 12 марта 2024 года

*Изучено влияние температуры отжига и продолжительности выдержки при различных температурах на прочностные свойства сплава АМЦ после разных схем пластической деформации, включающих методы интенсивной пластической деформации (ИПД) и традиционной обработки металлов давлением. Установлено, что материал после деформации и последующего отжига независимо от схемы обработки сохраняет высокую твердость при нагреве вплоть до 300 °С с продолжительностью выдержки до 10 ч. При температуре нагрева 400 °С твердость сплава снижается до уровня отожженного материала.*

**Ключевые слова:** сплав АМЦ, деформация, структура, гидроэкструзия, равнональное угловое прессование, прочность, термостабильность, температура

### Введение

Как известно, ИПД приводит к формированию в материалах ультрамелкозернистых (УМЗ) структур. Для этих структур характерно присутствие высоких плотностей решеточных и зернограницных дислокаций, а также других дефектов, которые создают поля дальнедействующих упругих напряжений, в результате чего имеют место значительные атомные смещения из узлов кристаллической решетки. Поэтому такие структуры являются метастабильными [1]. Отсюда важным является вопрос об устойчивости подобных структур к внешним воздействиям, таким как температура и деформация.

Термически активируемые процессы эволюции микроструктуры в УМЗ-материалах, полученных методами ИПД, были изучены в многочисленных работах. Исследования структуры и свойств проводились как на чистых металлах, так и на сплавах. Обзор последних достижений в области ИПД и свойств материалов после деформации дан в работе [2]. Эволюцию структуры никеля, подвергнутого кручению под давлением при отжиге, наблюдали авторы [3,4]. На начальной стадии нагрева имело место исчезновение дислокаций внутри зерен в процессе возврата, который происходил уже при комнатной температуре. При 673 К структура становилась полностью рекристаллизованной и наблюдался рост зерен.

Авторы работы [5] сравнили результаты исследований Ni, подвергнутого равноканальному угловому прессованию (РКУП) и ИПД-кручению, и показали, что эволюция структуры в этих случаях проходит при разных температурах. В результате формируются различные структура и, как следствие, свойства.

В работах [6,7] были исследованы закономерности эволюции структуры при отжиге меди после РКУП. Отжиг привел к формированию зерен, не содержащих контуры экстинкции, которые стали равновесными. Температура рекристаллизации в зависимости от чистоты меди варьировалась от 398 до 448 К. Авторы работы [7] проанализировали эволюцию размеров зерен и микроискажений кристаллической решетки в ходе отжига нанокристаллической меди и определили, что рост зерен начинается при относительно низкой температуре  $0.32T_{\text{melt}}$ . Эволюцию структуры и рост зерен при отжиге после ИПД исследовали и в других металлах (Fe, Co, Ti) [8,9].

В работе [10] рассмотрена термическая стабильность УМЗ- и наноструктурированных металлов и сплавов, полученных методами ИПД. Оценены распространенные конструкционные металлы, такие как алюминий, медь, никель, магний, сталь, титан и родственные им сплавы. Отмечено, что энергия дефекта упаковки является ключевым фактором, который оказывает решающее влияние на прогнозирование процесса коалесценции или укрупнения ультратонких и наноразмерных зерен после ИПД-обработки.

Процессы, установленные в ходе эволюции структуры при нагреве чистых металлов после ИПД, имеют место и для сплавов после аналогичной обработки [1].

В работе [11] представлены результаты термической стабильности микроструктуры и механических свойств УМЗ-сплавов Zr–1 mass% Nb и Ti–45 mass% Nb после длительного термического воздействия при температуре 400°C. Показано, что в сплаве Zr–1 mass% Nb в УМЗ-состоянии с увеличением продолжительности отжигов от 5 до 360 h наблюдается рост структурных элементов (зерен, субзерен, фрагментов) матричной фазы  $\alpha$ -Zr и частиц  $\beta$ -Nb, что снижает прочностные свойства сплава.

Результаты исследования механических свойств, микроструктуры и фазового состава низкоуглеродистой феррито-перлитной стали 10Г2ФТ после РКУП и последующих высокотемпературных отжигов при температурах 500–700°C приведены в работе [12]. Показано, что сформированная при РКУП преимущественно субмикроструктурная структура обладает высокой термостабильностью до температуры 500°C.

Термическая стабильность, определяющая способность материала сохранять свои свойства при требуемых температурах в течение длительного времени эксплуатации, становится новым достижением в области алюминиевых сплавов. Ее улучшение значительно расширило бы область их применения в конструкциях, особенно в автомобильной и аэрокосмической промышленности.

Большое внимание уделяется попыткам увеличить текущий верхний предел срока службы высокотемпературных сплавов. Требуется разработать новые алюминиевые сплавы, которые остаются стабильными в температурном и временном диапазонах, что необходимо для современных конструкций [13].

Особенности изменения УМЗ-структуры при отжиге и ее влияние на свойства материалов в каждом конкретном случае все еще изучены недостаточно. Поэтому исследования термостабильности материалов после разных схем пластической деформации являются актуальными.

Цель данной работы – изучить влияние нагрева на структуру и механические свойства алюминиевого сплава АМЦ, предварительно подвергнутого пластической деформации по разным схемам.

## 1. Материал и методы исследования

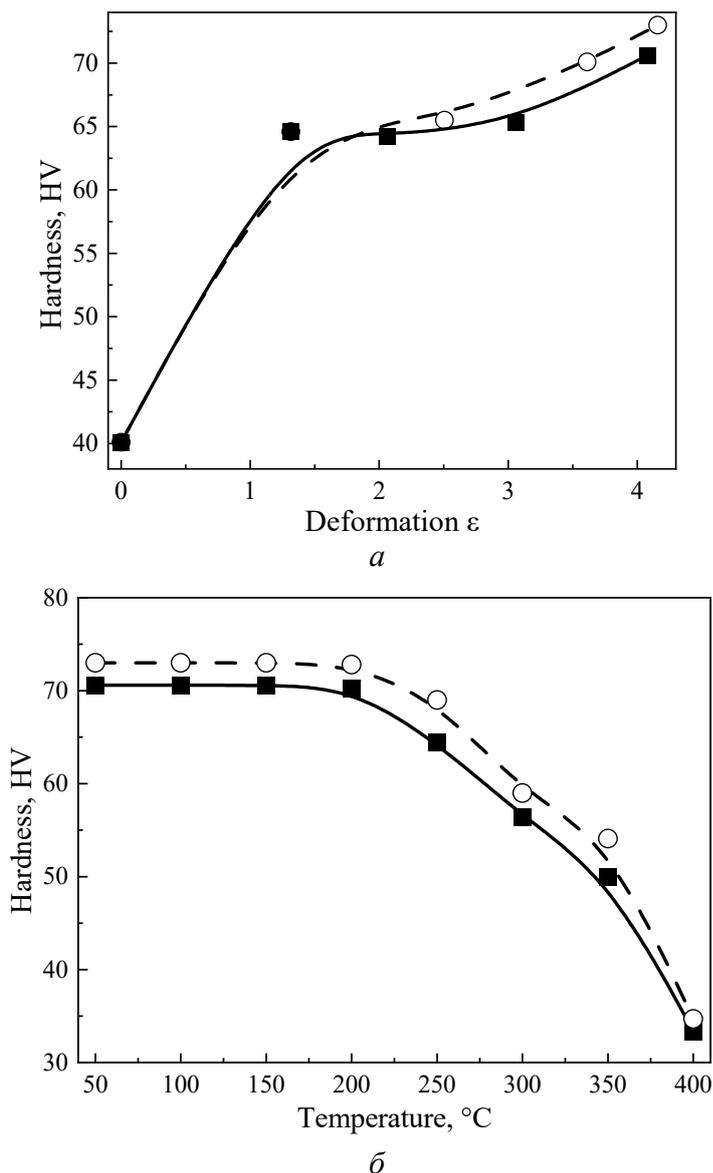
Материалом для исследований служил промышленный горячепрессованный пруток алюминиевого сплава АМЦ диаметром 60 mm, который проточили до диаметра 56 mm и отожгли при температуре 400°C с выдержкой 1 h. Термическую обработку образцов проводили в лабораторной печи СНОЛ 7.2/1100. Затем заготовку деформировали гидроэкструзией (ГЭ) за два перехода до диаметров 29 и 20 mm. Полученные образцы сплава АМЦ деформировали по разным схемам, но с одинаковой степенью суммарной деформации ( $\Sigma \varepsilon = 4$ ), используя ГЭ и ее комбинацию с РКУП [14].

Для исследования твердости заготовок после деформации и отжигов при разных температурах применяли твердомер Виккерса. Отжиги деформированного сплава проводили начиная с 50 и до 400°C с интервалом 50°C.

Процесс ГЭ осуществляли при комнатной температуре по маршруту 56–29–16–9–7 mm. Для реализации маршрута использовали контейнеры высокого давления диаметрами 60, 32 и 20 mm. Угол конуса матриц составлял  $2\alpha = 20\text{--}30^\circ$ . В качестве рабочей жидкости применяли индустриальное масло И-30. Для реализации ГЭ использовали прессы усилием 500 и 100 tf. Процесс РКУП осуществляли при комнатной температуре с использованием контейнера с рабочим диаметром каналов 20 mm и углом пересечения  $\theta = 90^\circ$  на прессе 100 tf.

## 2. Результаты и их обсуждение

В работе изучены две схемы пластической деформации: 1) четыре перехода ГЭ, 2) комбинированная обработка, включающая 2 ГЭ + 1 РКУП + 1 ГЭ. Результаты исследования механических свойств сплава АМЦ после разных схем обработки представлены на рис. 1. Анализ полученных результатов показал, что наиболее высокими прочностными свойствами обладают образцы после ГЭ, твердость их достигает 73 HV. После деформации по комбинированной схеме твердость сплава немного меньше – 70.6 HV. По отношению к отожженному состоянию сплава твердость HV в результате деформации по указанным схемам увеличилась примерно в 1.8 раза. Предполагается, что основной вклад в упрочнение сплава при деформации вносит фаза  $Al_6(Mn,Fe)$ , поскольку она более плотная и ее частицы не когерентно связаны с алюминиевой матрицей, так как имеют другой тип кристаллической решетки. Согласно литературным данным [15], прочность этой фазы в результате деформации может увеличиваться до 48%.

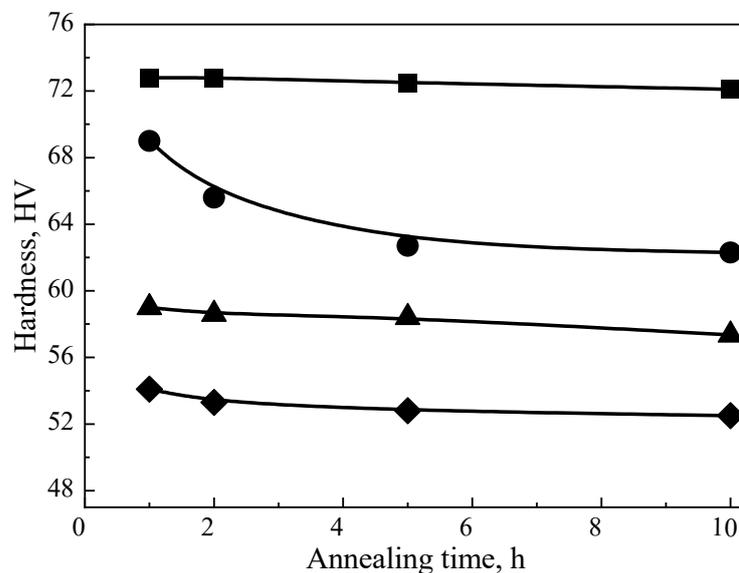


**Рис. 1.** Твердость (а) и термостабильность (б) сплава АМЦ после разных схем пластической деформации: ○ – 4 ГЭ, ■ – 2 ГЭ + 1 РКУП + 1 ГЭ

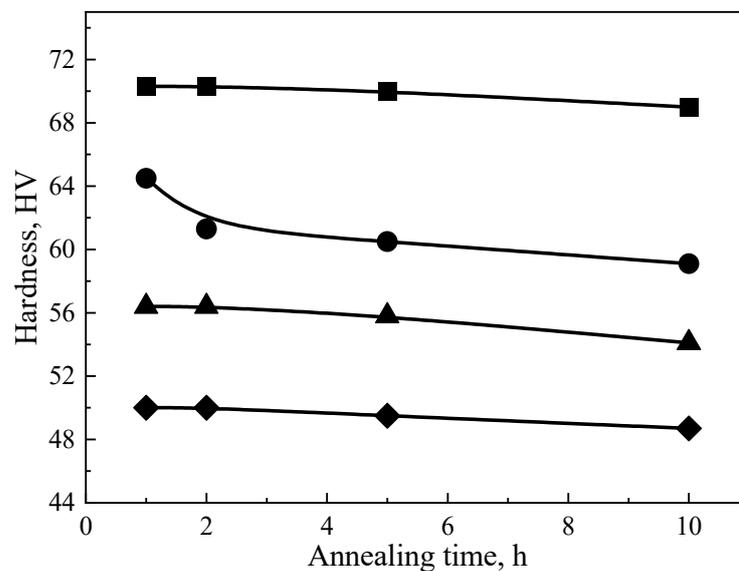
Для исследования термостабильности сплава после пластической деформации проводили отжиг деформированных образцов при температурах до 400°C с интервалом 50°C. На рис. 1,б представлен график зависимости твердости от температуры отжига сплава. Очевидно, что материал после указанных видов обработки сохраняет высокую твердость вплоть до температуры нагрева 300°C. При нагреве до 400°C твердость материала, независимо от предыстории его обработки, падает до 33–34 HV.

Зависимость твердости сплава от продолжительности времени выдержки в печи при указанных температурах представлена на рис. 2. После выдержки в течение 1 h при 200°C твердость остается на уровне деформированного состояния для исследуемых схем деформации, а с дальнейшим повышением температуры снижается в зависимости от температуры отжига от 8 до 29%

по отношению к деформированному состоянию для комбинированной схемы деформации и от 5 до 25% – для ГЭ. С увеличением продолжительности выдержки результаты эксперимента показали практически стабильные значения твердости вплоть до 10 h выдержки при указанных температурах отжига независимо от схемы деформации.



*a*



*б*

**Рис. 2.** Зависимость твердости сплава АМЦ от продолжительности выдержки при разных температурах отжига ( $^{\circ}\text{C}$ : ■ – 200, ● – 250, ▲ – 300, ◆ – 350) после разных схем деформации: *a* – 4 ГЭ; *б* – 2 ГЭ + 1 РКУП + 1 ГЭ

Исследования микроструктуры деформированных образцов показали, что на макроуровне формируется полосовая структура вдоль направления деформации с волокнами, разделенными поперечными границами на равно-

осные фрагменты, как после четырех проходов ГЭ, так и после комбинированной деформации: 2 ГЭ + 1 РКУП + 1 ГЭ. Внутри волокон наблюдается УМЗ-структура с размером зерна менее 1  $\mu\text{m}$ , присутствуют мелкие и более крупные фрагменты. Формирование такой структуры приводит к улучшению механических свойств сплава АМЦ [16].

В процессе пластической деформации с большой степенью в материале происходит динамическая рекристаллизация. Падение твердости материала с такой структурой осуществляется в основном за счет снижения зернограничного упрочнения [16].

### Заключение

Показано, что в результате деформации по указанным схемам ИПД с суммарной эквивалентной степенью  $\sum \varepsilon = 4$  твердость сплава АМЦ повысилась в 1.8 раза по отношению к отожженному состоянию.

Установлено, что материал после ИПД и последующего отжига, независимо от схемы обработки, сохраняет высокую твердость при нагреве вплоть до 300°C и с продолжительностью выдержки до 10 h. Падение твердости до уровня отожженного состояния материала происходит при 400°C.

1. *Р.З. Валиев, И.В. Александров*, Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией, Логос, Москва (2000).
2. *K. Edalati, A. Bachmaier, V.A. Beloshenko, Y. Beygelzimer, V.D. Blank, W.J. Botta et al.*, Mater. Res. Lett. **10**, No 4, 163 (2022).
3. *А.В. Корзников, Г.Ф. Корзникова, М.М. Мышляев, Р.З. Валиев, Д.А. Салимоненко, О. Димитров*, ФММ № 4, 133 (1997).
4. *Kh. Ya. Mulyukov, G.F. Korznikova, R.Z. Abdulov, R.Z. Valiev*, J. Magn. Magn. Mater. **89**, 207 (1990).
5. *Kh. Ya. Mulyukov, K.A. Valeev, N.A. Akhmadeev*, Nanostruct. Mater. **5**, 449 (1995).
6. *И.В. Александров*, Развитие и применение методов рентгеноструктурного анализа для исследования структуры и свойств ультрамелкозернистых материалов : дис. ... д.ф.-м.н., Уфа (1997).
7. *N.H. Ahmadeev, N.P. Kobelev, R.R. Mulyukov, Ya.M. Soifer, R.Z. Valiev*, Acta Metall. Mater. **41**, 1041 (1993).
8. *Ю.В. Иванисенко*, Формирование субмикроструктурной структуры в железе и сталях при интенсивной холодной пластической деформации : дис. ... к.ф.-м.н. : 01.04.07, Уфа (1997).
9. *В.И. Бетехтин, V. Sklenicka, А.Г. Кадомцев, Ю.П. Колобов, М.В. Нарыкова*, ФТТ **59**, 935 (2017).
10. *F. Khodabakhshi, M. Mohammadi, A.P. Gerlich*, Mater. Sci. **56**, 15513 (2021).
11. *А.Ю. Ерошенко, Ю.П. Шаркеев, М.А. Химич, П.В. Уваркин, А.И. Толмачев, И.А. Глухов, Е.В. Легостаева*, Известия вузов. Физика **63**, № 11, 9 (2020).
12. *Е.Г. Астафурова, Г.Г. Захарова, Е.В. Найденкин, Г.И. Рааб, С.В. Добаткин*, ФММ **111**, № 1, 64 (2011).

13. *F. Czerwinski*, *Materials* **13**, 3441 (2020).
14. *Л.Ф. Сенникова, А.Н. Гангало, Г.К. Волкова*, *ФТВД* **33**, № 4, 116 (2023).
15. *Tao Song, Xiao Jing Xu, Zhen Fan, Yong Luo, Bin Wang, Gui Chao Wu*, *Adv. Mat. Res.* **189–193**, 943 (2011).
16. *O.A. Chikova, E.V. Shishkina, A.P. Petrova, I.G. Brodova*, *Met. Sci. Heat Treat.* **56**, 188 (2014).

*L.F. Sennikova, A.N. Gangalo*

#### THERMAL STABILITY OF THE AMts ALLOY AFTER DIFFERENT SCHEMES OF PLASTIC DEFORMATION

The effect of the annealing temperature and the duration of the retardation at varied temperature on strength of the AMts alloy is studied after different schemes of plastic deformation including the method of severe plastic deformation (SPD) and traditional pressure processing of metals. It is found that the material retains high hardness after deformation and the succeeding anneal under heating up to 300°C and retardation up to 10 h. If the temperature is 400°C, the hardness of the alloy is reduced down to the level of the annealed material.

**Keywords:** AMts alloy, deformation, structure, hydroextrusion, equal-channel angular pressing, strength, thermal stability, temperature

**Fig. 1.** Hardness ( $a$ ) and thermal stability ( $b$ ) of the AMts alloy after different schemes of plastic deformations:  $\circ$  – 4 HE,  $\blacksquare$  – 2 HE + 1 ECAP + 1 HE

**Fig. 2.** Retardation time dependence of the hardness of the AMts alloy at varied anneal temperature (°C:  $\blacksquare$  – 200,  $\bullet$  – 250,  $\blacktriangle$  – 300,  $\blacklozenge$  – 350) after different deformation schemes:  $a$  – 4 HE;  $b$  – 2 HE + 1 ECAP + 1 HE

PACS: 62.20.Fc, 61.43.Gt, 83.80.Nb

Г.П. Стариков<sup>1</sup>, Э.В. Борисенко<sup>1</sup>, Т.Н. Мельник<sup>1,2</sup>, С.В. Шатохин<sup>1</sup>,  
Н.В. Якимчук<sup>1</sup>

## ПРИМЕНЕНИЕ РЕОЛОГИЧЕСКИХ МОДЕЛЕЙ ТВЕРДОГО ТЕЛА К ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ МЕХАНИЧЕСКИХ И КИНЕТИЧЕСКИХ СВОЙСТВ

<sup>1</sup>Институт физики горных процессов, Донецк

<sup>2</sup>Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина

Статья поступила в редакцию 25 мая 2024 года

*Изучена возможность применения реологических моделей Фойгта и Фарбмана для анализа результатов экспериментов по сжатию гранулированных материалов и определению прочности и вязкости исходного монолитного образца. Используются природные минералы с заметно отличающимися свойствами – каменный уголь и кварц. Установлены границы применимости моделей и выработаны рекомендации по наиболее удобной методике определения прочностных и кинетических характеристик.*

**Ключевые слова:** деформация, прочность, вязкость, диспергированный материал, размер гранулы

### Введение

С феноменологической точки зрения любое макроскопическое твердое тело характеризуется в той или иной мере прочностью и пластичностью. Для описания поведения твердого тела при деформировании был создан ряд базовых (так называемых реологических) моделей, включающих в себя минимальный набор структурно-механических характеристик. Тем не менее они описывают поведение многих категорий материалов с достаточно высокой точностью.

Реологические уравнения представляют собой математическое воплощение удобных феноменологических моделей, которые адекватно отражают поведение реальных тел [1,2]. Используются эти модели в случаях, когда ввиду сложности объекта неприменимы обычные уравнения упругости и вязкости. Например, поскольку полимеры при одних условиях проявляют свойства, присущие упругим телам, а при других – вязким жидкостям, для описания механического поведения полимеров недостаточно лишь закона вязкого течения Ньютона либо закона Гука.

Для подобных ситуаций и были созданы реологические модели, учитывающие одновременно протекающие процессы упругого деформирования и вязкого течения. С целью наглядности в рамках механической модели мате-

риал представляется в виде ансамбля разнородных пружин, характеризующих упругость, и демпферов, воспроизводящих воздействие вязкости. Поведение материала с математической точки зрения описывают соответствующие дифференциальные уравнения вида

$$\sum_{k=0}^m a_k \frac{d^k \sigma}{dt^k} = \sum_{k=0}^m b_k \frac{d^k \varepsilon}{dt^k}, \quad t > 0, \quad (1)$$

дополненные начальными условиями для напряжения  $\sigma(t)$  либо для деформации  $\varepsilon(t)$ . Постоянные коэффициенты  $a_k$ ,  $b_k$  ( $k = 1, \dots, m$ ) характеризуют механические свойства исследуемого материала.

В настоящее время реологические модели широко применяются для эффективного описания упруго-вязких свойств реальных материалов. Спектр моделей весьма разнообразен и позволяет охватить большое число уникальных эффектов компрессионного поведения.

С другой стороны, реологические модели могут быть использованы для получения информации об упругих и сдвиговых характеристиках материала на основании анализа экспериментальных результатов. В данном случае весьма удобным представляется то обстоятельство, что реологические модели содержат очень ограниченный набор феноменологических параметров, которые могут быть оценены по результатам эксперимента. В то же время именно эти обобщенные параметры (как правило, модули упругости и вязкость материала на разных стадиях деформирования) позволяют прогнозировать поведение реальных объектов.

Разнообразие реологических моделей дает возможность описывать поведение под нагрузкой самых различных материалов: природных и производимых промышленно, монолитных и измельченных, органических и неорганических.

В настоящей работе представлены результаты использования реологических моделей для определения упругих и вязкостных характеристик природных материалов: ископаемого угля и кварца. Этот выбор призван отразить ширину спектра применимости моделей. Анализ опирается на данные экспериментов по сжатию порошков угля и кварца с разным размером частиц. Порошки изучаются по той причине, что на этапе подготовки образцов возникают большие трудности при определении упругих, прочностных и вязкостных характеристик многих хрупких природных материалов (в частности, угля) согласно методикам, принятым для металлических и иных неорганических веществ. Получение образцов необходимых форм и размеров с высокой степенью обработки поверхности занимает достаточно большое время. В то же время изучение измельченного материала может применяться в качестве экспресс-метода для определения прочности и вязкости.

## 1. Реологические модели поведения природных материалов

При большом разнообразии существующих механических моделей, используемых для характеристики вязкоупругого поведения твердых тел различной природы, полимеры и гелевые материалы часто описываются при помощи модели Фойгта. В определенной степени она применима к ископае-

мому углю. Эта модель дает возможность более точно прогнозировать поведение материалов в широком диапазоне условий нагружения, что позволяет учитывать результаты ее использования при формулировке рекомендаций для производственных процессов, включая безопасность проведения работ.

Реологическая модель Кельвина–Фойгта представляет собой вязкоупругую систему, состоящую из параллельно соединенных пружины и демпфера. Пружина характеризуется модулем упругости  $E$ , приложенным напряжением  $\sigma_1$  и деформацией  $\varepsilon_1$ . Соответственно атрибутами демпфера являются вязкость  $\eta$ , напряжение  $\sigma_2$  и деформация  $\varepsilon_2$ .

Под действием растягивающего усилия пружина удлиняется, а поршень демпфера двигается, сталкиваясь с вязким сопротивлением жидкости, поэтому полное растяжение пружины наступает не сразу. После устранения нагрузки пружина сжимается до первоначальной длины, однако для этого вновь требуется время ввиду вязкого сопротивления жидкости.

Математическое описание модели тела Кельвина–Фойгта базируется на том факте, что при параллельном соединении элементов деформация сложного тела равна деформации каждого элемента, а напряжение суммарного элемента равно сумме напряжений в отдельных элементах. При данной конфигурации  $\varepsilon_1 = \varepsilon_2 = \varepsilon$  результирующее напряжение  $\sigma = \sigma_1 + \sigma_2$ . Поскольку  $\sigma_1 = E\varepsilon$ , а  $\sigma_2 = \eta\dot{\varepsilon}$ , получаем

$$\sigma = E\varepsilon + \eta \frac{d\varepsilon}{dt}. \quad (2)$$

Решение неоднородного дифференциального уравнения (1) записываем в виде

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E} \left[ 1 - \exp\left(-\frac{E}{\eta}t\right) \right]. \quad (3)$$

Подэкспоненциальный множитель  $\tau_d = E/\eta$  имеет физический смысл времени запаздывания. Таким образом, данная модель может быть использована для описания релаксации механических напряжений в монолитном природном материале.

Однако следует отметить, что модель Кельвина–Фойгта имеет существенные ограничения. Прежде всего она предполагает линейное поведение материала, наличие только лишь малых деформаций и не учитывает нелинейные эффекты, такие как пластичность и разрушение. Поэтому для описания поведения материалов при больших деформациях или в условиях, близких к экстремальным вблизи пределов прочности и текучести, необходимо применять более сложные модели упругости, с большим количеством элементов. Данная модель не может быть использована для описания прессования хрупких или порошковых материалов. Для этой цели лучше подходит реологическая модель Фарбмана, разработанная для спрессованных рассыпных веществ.

В модели Фарбмана [3] процесс деформации разделяется на три этапа. На первом этапе сжатия из навески рассыпного материала при небольшой нагрузке вытесняются пустоты между гранулами. На кривой зависимости

давления прессования от плотности (или нагрузки от деформации) данный участок практически линеен и близок к оси абсцисс. На втором этапе интенсивное увеличение упругопластических деформаций сопровождается быстрым ростом давления прессования. График зависимости деформация–напряжение становится нелинейным. Далее, на третьем этапе, происходит нагружение спрессованного композита, в котором преобладают упругие деформации при резко возрастающем давлении. График зависимости нагружения от деформации в целом обретает экспоненциальную форму. После снятия нагрузки деформации прекращаются с некоторым запаздыванием во времени, что связано с наличием упругого последействия, т.е. эластичности.

Для описания указанных процессов Фарбман [3] предложил трехзвенную реологическую модель, в которой первый этап прессования моделируется пружиной  $E_1$  малой жесткости, а именно телом Гука с защелкой на конце. Второй этап ассоциируется со звеном, состоящим из соединенных параллельно тел Ньютона и Сен-Венана. Совокупно первое и второе звенья модели Фарбмана образуют упругое вязкое пластичное тело Бингама. В таком теле деформации не исчезают после снятия нагрузки, остаточные напряжения сохраняются. Третий этап прессования моделируется звеном, состоящим из соединенных параллельно тел Ньютона и Гука (т.е. телом Кельвина).

Рассматриваемая модель позволяет описать процесс сжатия не постадийно, а в целом. Ключевым соотношением является выражение для суммарной деформации по прошествии всех трех этапов:  $\varepsilon = \varepsilon_1 + \varepsilon_2 + \varepsilon_3$ .

Результатом становится зависимость деформации от времени, выраженная в виде

$$\varepsilon = \frac{\sigma_1}{E_1} + (\sigma_2 - \sigma_1) \frac{t_2}{\eta_1} + \sigma_3 \frac{1 - \exp\left(-\frac{E_1 t_3}{\eta_2}\right)}{E_2}. \quad (4)$$

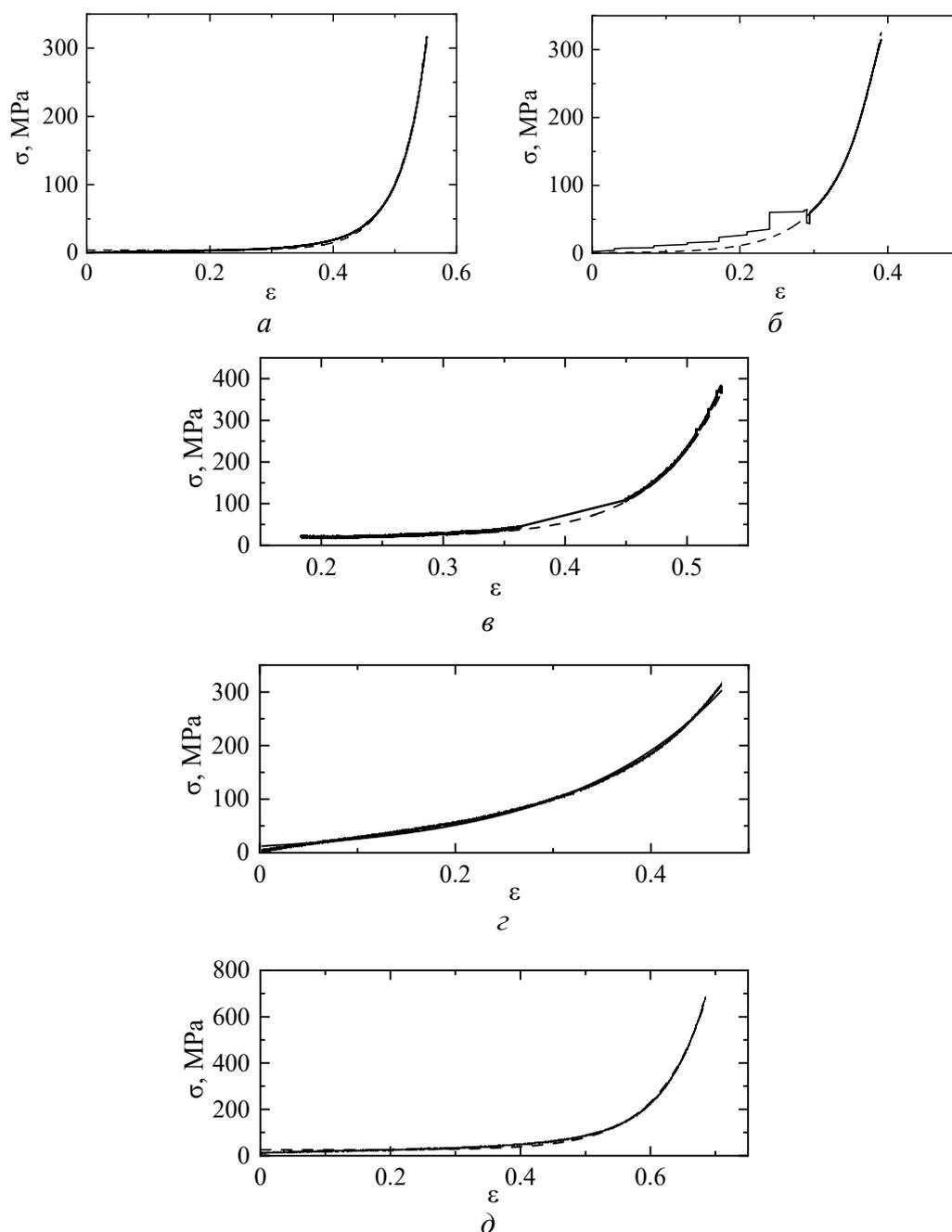
Здесь  $E_1, E_2$  – модули упругости соответственно на первом и третьем этапах сжатия навески;  $\eta_1, \eta_2$  – вязкость на этих же этапах;  $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$  – нагрузки в конце каждого из этапов;  $t_2, t_3$  – длительности соответственно второго и третьего этапов сжатия. В данной формуле параметр  $\sigma_2$  может быть соотнесен с прочностью материала, из которого состоят сжимаемые гранулы. Нагрузка на навеску в конце второго этапа  $\sigma_2 = \sigma_1 + \eta_1 \frac{d\varepsilon_2}{dt}$ . Вопрос заключается в определении момента окончания второго этапа, т.е. достижения предела прочности на сжатие.

## 2. Результаты эксперимента

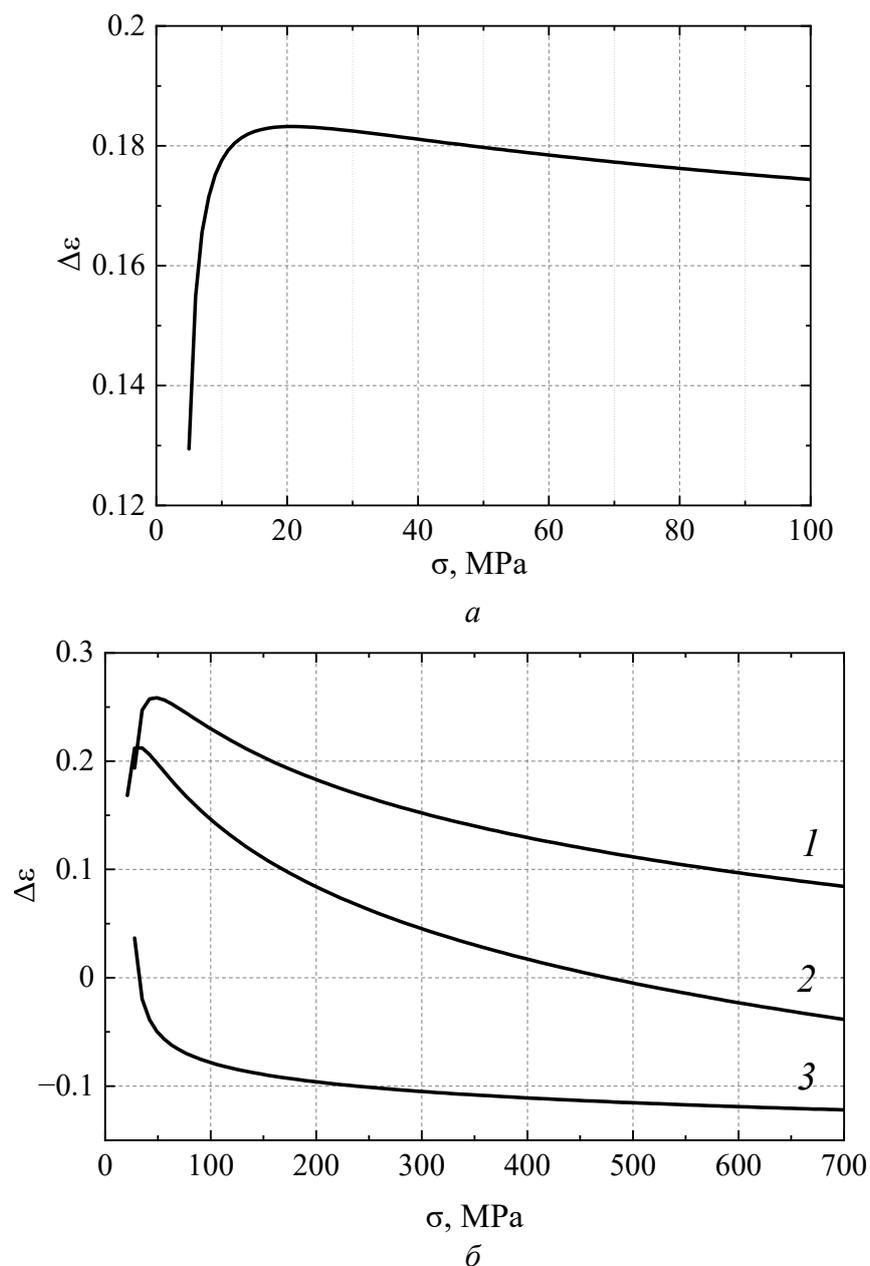
Для экспериментов, положенных в основу экспресс-метода определения прочности горных пород [4,5], образцы угля отбирали на шахте им. А.А. Скочинского. Породные образцы измельчали до размера зерен 1–5 мм. Отбирали фракции с диаметрами гранул 1.0 и 2.0–3.0 мм с навеской по 25 г. Фракции поочередно засыпали в контейнер высокого давления, который

устанавливали на пресс с регистрирующей аппаратурой и нагружали до максимального давления 250–400 МПа. Диаметр гранул второго материала (кварца) составлял 0,1, 1 и 2–3 мм.

Результаты измерений позволили построить графики зависимостей нагрузка–относительная деформация для каждой из фракций (рис. 1) и разность деформаций–нагрузка (одинаковая для всех фракций) (рис. 2).

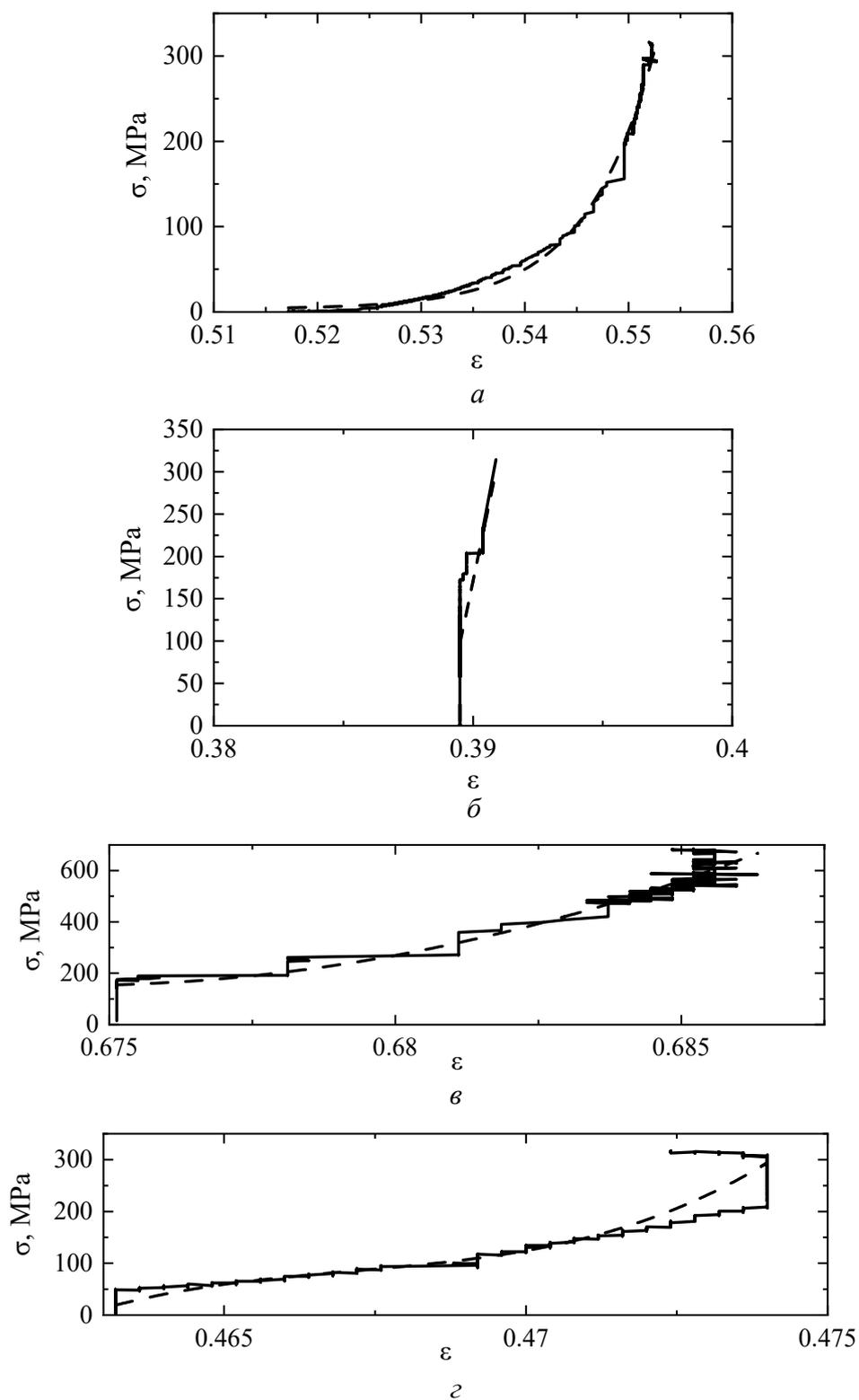


**Рис. 1.** Экспериментальные кривые зависимости нагрузки  $\sigma$  от относительной деформации  $\epsilon$  для угля (а, б) и кварца (в–г). Размеры гранул, мм: а – 1; б, в – 2–3; г – 0,1; д – 1. Сплошные линии – экспериментальные данные, штриховые – аппроксимации



**Рис. 2.** Разность деформаций навесок гранул разного размера при одной и той же нагрузке для угля (а) и кварца (б). Размеры гранул, mm: для угля – 0.1 и 1 mm; для кварца – кривая 1 – 0.1, 1; 2 – 3, 1; 3 – 3, 0.1

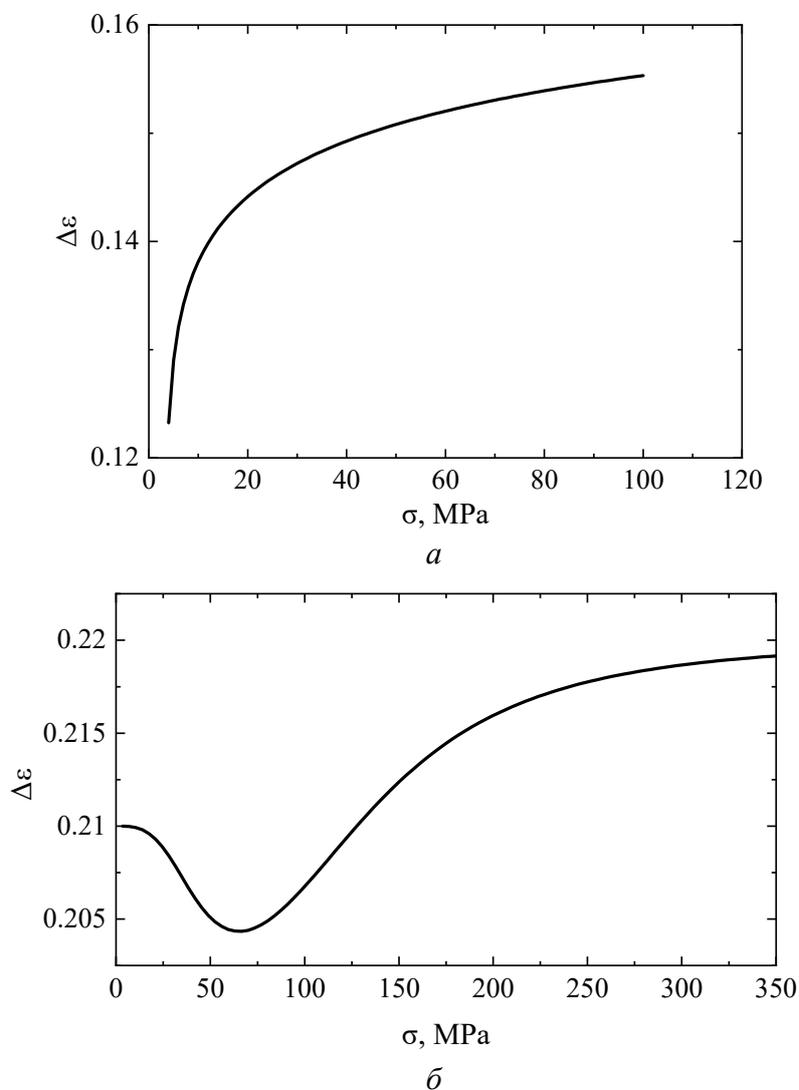
Далее, следуя методике, описанной в [4,5] и базирующейся на определении особых точек зависимостей разности деформаций (рис. 2), установили прочность изучаемых материалов. Для угля этот параметр составил 27 МПа, для кварца – 320 МПа. Аналогичной обработке подвергли и данные о поведении сжатой навески при разгрузке, т.е. после прекращения нагружения. Экспериментальные кривые представлены на рис. 3.



**Рис. 3.** Экспериментальные кривые (сплошные линии) и аппроксимации (штриховые линии) зависимости нагрузки  $\sigma$  от относительной деформации  $\epsilon$  при разгрузке сжатых навесок:  $a, б$  – уголь;  $в, г$  – кварц. Размеры гранул, мм:  $a$  – 1,  $б$  – 3,  $в$  – 1,  $г$  – 0.1

Поскольку процесс разгрузки после отмены нагружения становится намного более быстрым, исходные графики включают в себя меньшее количество точек, и аппроксимация гладкими кривыми является необходимой для дальнейшей обработки результатов.

В соответствии с процедурой, описанной в [4,5], были построены графики зависимости разности относительной деформации при одном и том же нагружении при разгрузке навесок (рис. 4). Они подобны тем, что были получены при нагружении, и демонстрируют аналогичные особенности: возможность линейной аппроксимации заключительного участка кривой для угля и особую точку для кварца. Положения особых точек на графиках разностей деформаций, построенных для сжатия и разгрузки, являются близкими и лежат вблизи 50 МПа. Поэтому можно сделать вывод, что данные, получаемые при разгрузке сжатой навески, могут быть использованы также для определения прочности материала, находящегося в измельченном состоянии.



**Рис. 4.** Разность деформаций навесок гранул разного размера при одной и той же нагрузке для угля (*a*) и кварца (*b*) после снятия нагружения

### 3. Анализ и обсуждение

Ключевым моментом метода определения прочности по данным о сжатии порошков с гранулами разного размера является вычисление разности деформаций навесок при одном и том же нагружении [4,5]. Если теперь обратиться к теоретическому описанию, то согласно модели Фарбмана эта разность будет записываться как

$$\Delta\varepsilon = \frac{(\sigma_2 - \sigma_1)}{\eta_1} \cdot \frac{\Delta\sigma}{s} + \frac{\sigma_3}{E_2} \left\{ \exp\left(-\frac{E_1 t_3}{\eta_2}\right) - \exp\left[-\frac{E_1 \left(t_3 + \frac{\Delta\sigma}{s}\right)}{\eta_2}\right] \right\}. \quad (5)$$

Если в ходе эксперимента контролируется скорость нагружения  $s$ , то  $\Delta\sigma/s$  – разность во времени наступления этапа 2, вызванная разным временем вытеснения свободного объема при разном размере гранул. На границе второго и третьего этапов  $t_3 = \sigma_2/s$ . Поэтому выражение (5) представим в виде

$$\Delta\varepsilon = \frac{(\sigma_2 - \sigma_1)}{\eta_1} \cdot \frac{\Delta\sigma}{s} + \frac{\sigma_3}{E_2} \exp\left(-\frac{E_1 \sigma_2}{\eta_2 s}\right) \left[ 1 - \exp\left(-\frac{E_1 \frac{\Delta\sigma}{s}}{\eta_2}\right) \right]. \quad (6)$$

Далее очевидно, что зависимость  $\Delta\varepsilon(\sigma_2)$  нелинейна, и это подтверждается экспериментом. Такая зависимость имеет точку экстремума при

$$\sigma = \frac{\eta_2 s}{E_1} \ln \frac{\Delta\sigma E_2 \eta_2}{\eta_1 s \sigma_3 E_1} \left[ 1 - \exp\left(-\frac{E_1 \Delta\sigma}{s \eta_2}\right) \right]^{-1}. \quad (7)$$

В этой точке поведение кривой (6) изменяется вследствие смены процесса, происходящего при сжатии (уплотнение сменяется разрушением гранул). Имеет смысл считать эту величину окончанием второго этапа сжатия гранулированного материала.

Точное вычисление предела прочности по диаграмме нагружение–деформация требует расчета модулей упругости и вязкости на каждом из трех этапов сжатия методом секущих, что внесет определенные погрешности в результат. В то же время фиксация экстремума на экспериментальном графике  $d\Delta\varepsilon/d\sigma$  или нахождение точки отклонения графика  $\Delta\varepsilon(\sigma)$  от касательной к этому графику на его заключительной части [4] позволяет упростить и ускорить получение данных о величине предела прочности.

Оценку модуля упругости на каждом этапе сжатия выполняем по формуле  $E = d\sigma/d\varepsilon$ , а вязкости – по формуле  $\eta = \sigma/\dot{\varepsilon}$ . Величина  $\dot{\varepsilon}$  означает производную от деформации по времени, но при условии постоянной скорости нагружения  $s$  получаем  $\dot{\varepsilon} = d\varepsilon/dt = s d\varepsilon/d\sigma$ . Соответственно в этом случае вязкость на разных стадиях сжатия вычисляем как  $\eta = \sigma E/s$ .

Наибольший интерес представляет величина  $\eta_2$ , поскольку она характеризует состояние гранул под нагрузкой вблизи предела прочности. Этот диапазон и представляет максимальный интерес в связи с возможным прогнозированием поведения материала под нагрузкой в реальных условиях. Из формулы (5) может быть получена зависимость вязкости от разности деформаций гранул разных размеров

$$\eta = \frac{(\sigma_2 - \sigma_1) \frac{\Delta\sigma}{s}}{\Delta\varepsilon - \frac{\sigma_3}{E_2}}. \quad (8)$$

Формулы (7), (8) были использованы для анализа экспериментальных данных, представленных на рис. 1, 2. Параметры экспериментальных кривых и результаты расчета для гранул размером 1 мм представлены в таблице.

Таблица

**Параметры экспериментальных кривых и результаты расчета прочности  $\sigma$  и вязкости  $\eta$  по формулам (7), (8)**

| Параметры           | Единицы измерения | Уголь                                 | Кварц                                 |
|---------------------|-------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|
| $\Delta\varepsilon$ | –                 | 0.05                                  | 0.1                                   |
| $\Delta\sigma$ ,    | МПа               | 21                                    | 100                                   |
| $E_1$               |                   | 23                                    | 100                                   |
| $E_2$               |                   | 220                                   | 354                                   |
| $E_3$               |                   | 2750                                  | 1869                                  |
| $s$                 | МПа/s             | 0.036                                 | 0.076                                 |
| $\eta_1$            | Pa·s              | $4.5 \cdot 10^{12}$                   | $2.4 \cdot 10^{13}$                   |
| $\eta_2$            |                   | $2.4 \cdot 10^{14}$                   | $2 \cdot 10^{14}$                     |
| $\eta_3$            |                   | $2.4 \cdot 10^{16}$                   | $2.4 \cdot 10^{15}$                   |
| $\sigma$            | МПа               | <b>370</b>                            | <b>589</b>                            |
| $\eta$              | Pa·s              | <b><math>1.4 \cdot 10^{13}</math></b> | <b><math>1.5 \cdot 10^{14}</math></b> |

Расчет показал, что формула (7) неприменима к оценке предела прочности материала, из которого состоят гранулы, в случае непостоянной скорости нагружения, поскольку дает чрезмерно (на порядок) завышенную оценку величины  $\sigma$ . Прочность материала гранул, определенная по методике [4,5], составляет 11 МПа для угля и 320 МПа для кварца. В то же время оценка вязкости материала находится в соответствии с известными данными.

На основании вышеизложенного делаем заключение, что модель Фарбмана адекватно описывает сжатие гранулированных материалов, включая горные породы, и может быть использована для прогнозирования поведения этих материалов под нагрузкой. Непременным условием такого прогноза является предварительное определение в лабораторных условиях параметров модели, а именно упругих модулей и вязкости исходного материала. Обратная задача (т.е. вычисление прочностных и вяз-

костных характеристик по существующим экспериментальным зависимостям (нагружение–деформация) может быть более сложной, но вполне реализуемой при контролируемых условиях эксперимента (к примеру, постоянной скорости деформации). Существенным недостатком модели Фарбмана является отсутствие однозначных указаний относительно границ этапов сжатия. Однако модель позволяет в любом случае качественно описать поведение экспериментальных кривых и интерпретировать результаты их математической обработки.

Таким образом, представляется более целесообразным определение прочности гранулированного материала по отклонению графика разности деформаций на его заключительном участке от линейной зависимости в случае прочных пород (кварц) и по локализации особой точки графика для материалов с невысокой прочностью (уголь). В то же время анализ реологической модели дает возможность оценить вязкость материала, что предоставляет дополнительную возможность мониторинга состояния монолитного материала, находящегося под нагрузкой.

### Выводы

Проведенное в работе вычисление прочности и вязкости материала на основании данных по сжатию измельченных фракций было нацелено в первую очередь на разработку удобного и быстрого метода определения механических параметров материалов. Анализ характеристик природных материалов в гранулированном виде позволяет избежать долгой и кропотливой подготовки образца. Тем самым, к примеру, можно быстро и своевременно получать данные об изменении прочности и вязкости вещества горного массива. Эта задача является весьма актуальной, поскольку как прочность, так и вязкость отражают способность массива к внезапному разрушению. Уменьшение прочности или вязкости является свидетельством возросшей вероятности выброса вывала на определенном участке выработки. Поэтому предложенная в данной работе методика оценки вязкости может послужить средством быстрой локализации и периодического мониторинга потенциально опасных зон в месте проведения горных работ.

1. М. Рейнер, Реология, Э.И. Григолюк (ред.), Наука, Москва (1965).
2. Реология: теория и приложения, Ф. Эйрих (ред.), Изд-во иностр. лит., Москва (1962).
3. С. Мельников, Р. Фарбман, Производство травяной муки в гранулах, Лениздат, Ленинград (1975).
4. Г.П. Стариков, Т.Н. Мельник, Д.А. Нескреба, ФТВД **30**, № 4, 83 (2020).
5. Т.Н. Мельник, Э.В. Борисенко, А.В. Кравченко, Л.Н. Прокофьева, В.Д. Иващенко, ФТВД **33**, № 3, 72 (2023).

*G.P. Starikov, E.V. Borisenko, T.N. Melnik, S.V. Shatokhin, N.V. Yakimchuk*

APPLICATION OF RHEOLOGICAL MODELS OF SOLIDS TO EXPERIMENTAL ESTIMATION OF MECHANICAL AND KINETIC FEATURES

A possibility of application of rheological models by Voigt and Farbman to the analysis of the results of the experiments on compression of granulated materials and estimation of strength and viscosity of the initial monolithic sample. Natural materials are used that differ in features, namely, fossil coal and quartz. The boundaries of the applicability of the models are found and recommendations of the most appropriate method of evaluation of strength and kinetic characteristics are presented.

**Keywords:** deformation, strength, viscosity, dispersed material, granule size

**Fig. 1.** Experimental dependences of loading  $\sigma$  vs relative deformation  $\varepsilon$  for coal ( $a, \bar{b}$ ) and quartz ( $\bar{c}-\bar{d}$ ). Granule size, mm:  $a - 1$ ;  $\bar{b}, \bar{c} - 2-3$ ;  $\bar{c} - 0.1$ ;  $\bar{d} - 1$ . Solid lines are experimental data, dashed lines are approximations

**Fig. 2.** Difference in deformation of the subsamples of the granules differing in size under the same loading for coal ( $a$ ) and quartz ( $\bar{b}$ ). Granule size for coal: 0.1 and 1 mm; for quartz: curve  $1 - 0.1$  and 1 mm,  $2 - 3$  and 1 mm,  $3 - 3$  and 0.1 mm

**Fig. 3.** Experimental dependences of loading  $\sigma$  (solid lines) and approximations (dashed lines) vs relative deformation  $\varepsilon$  in the course of unloading of the compressed subsamples:  $a, \bar{b} -$  coal;  $\bar{c}, \bar{z} -$  quartz. Granule size, mm:  $a - 1, \bar{b} - 3, \bar{c} - 1, \bar{z} - 0.1$

**Fig. 4.** Difference in deformations of the subsamples of granules of different size under the same loading for coal ( $a$ ) and quartz ( $\bar{b}$ ) after unloading

PACS: 62.20.F, 91.10.Kg

А.О. Новиков, Э.В. Борисенко

## РЕЗУЛЬТАТЫ ЛАБОРАТОРНЫХ ИСПЫТАНИЙ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ УСИЛИЙ ДЛЯ ИЗВЛЕЧЕНИЯ БЕСКЛЕЕВЫХ АНКЕРОВ

Институт физики горных процессов, Донецк

Статья поступила в редакцию 12 марта 2024 года

*Представлены результаты лабораторных исследований, выполненных на физических моделях из реальных горных пород с использованием положений теории подобия и планирования эксперимента. Предварительно в моделях с помощью динамической нагрузки были установлены металлические анкеры. В ходе экспериментов их извлекали с применением гидравлического пресс-насоса ГПНВ-5 и фиксировали фактические усилия. Обработка результатов позволила установить характерные особенности изучаемого процесса и получить зависимости усилий для извлечения анкеров от основных влияющих факторов.*

**Ключевые слова:** модель, анкер, динамическая нагрузка, усилие извлечения

### Введение

Проблема повышения эффективности работы угольных шахт в Донбассе в ряд важнейших ставит задачи совершенствования горного хозяйства, внедрения прогрессивных технических и технологических решений, позволяющих обеспечить своевременное обновление линии очистных забоев, увеличение объемов добываемого угля, снижение издержек производства. Решение этих задач, в свою очередь, неразрывно связано с повышением скоростей и ростом протяженности подготовительных выработок при одновременном уменьшении затрат на их поддержание. Следует также отметить, что горно-геологические и горнотехнические условия на большинстве шахт региона значительно сложнее, чем на предприятиях ведущих угледобывающих стран.

Ежегодно на шахтах в Донбассе расходуется около 100 тыс. т металлопроката для крепления выработок металлическими податливыми крепями, а на их ремонте занято более 30 тысяч подземных рабочих. Перспективным направлением решения задачи обеспечения устойчивости выработок является использование анкерных и комбинированных крепей на их основе [1]. Как показывает опыт ведения горных работ за последнюю четверть века, наибольший объем применения приходится на сталеполлимерные анкеры [2,3]. Недостатком этой конструкции является большая стоимость ампул со смолой и отвердителем, необходимых для закрепления анкера в шпуре.

Таким образом, актуально проведение исследований, направленных на разработку новых технологических решений, позволяющих раскреплять анкеры в породном массиве без использования химических закрепителей.

### 1. Способы установки анкеров

Известны сотни различных конструкций анкеров (распорных и безраспорных) и способов их установки [4]. Перечень конструкций, широко используемых на шахтах и рудниках в развитых горнодобывающих странах, существенно короче. Область и объем применения для каждой из них определяются способностью обеспечить высокий уровень безопасности в конкретных горно-геологических условиях, простотой изготовления и установки, надежностью конструкции, техническими характеристиками, стоимостью изготовления и т.д. С учетом всех вышеперечисленных факторов на угольных шахтах широкое распространение получили анкеры, устанавливаемые химическим способом. Однако при этом около половины стоимости приходится на ампулы с вяжущим, необходимые для закрепления анкера в шпуре. Попытка решить данную техническую задачу была предпринята в США. Предлагалось устанавливать анкеры, забивая их в породу силовым воздействием, наподобие погружения сваи в грунт. Однако способ не получил промышленного применения из-за потери анкером устойчивости на начальном этапе установки, а также ввиду его отклонения от намеченного расположения при последующем вдавливании в массив.

Решение этой задачи описано в патенте [5], в котором предлагается для устранения недостатков предыдущего способа установки использовать предварительно пробуренный направляющий шпур с диаметром, меньшим, чем у анкера, применяя динамическую нагрузку.

Анализ научно-технической литературы не выявил в мировой практике работ, посвященных этому способу установки. Такие исследования позволяют определить параметры способа и оценить область его использования.

Проведенные нами ранее лабораторные исследования [6,7] экспериментально подтвердили техническую возможность реализации установки анкеров в массив динамическим способом. Были определены параметры процесса.

В действующих нормативных документах, регламентирующих расчетные параметры анкерной крепи, одним из основных является усилие, необходимое для извлечения анкера из шпура. Цель данной работы – определение этого параметра для предложенного способа установки и конструкции анкера.

### 2. Методика моделирования

В основу моделирования положена хорошо апробированная теория подобия И. Ньютона, развитая в работах Г.Н. Кузнецова, И.Д. Насонова [8,9].

Для модели и натуре должны выполняться условия геометрического и механического подобия [10,11]. Будем записывать параметры в натуре с индексом 1, а в модели – с индексом 2. Тогда для выполнения условия геометрического подобия необходимо, чтобы соблюдалось тождество

$$\frac{l_1}{l_2} = \frac{d_1}{d_2} = C_e, \quad (1)$$

где  $l_1, l_2$  – продольные размеры анкера соответственно в натуре и в модели, м;  $d_1, d_2$  – поперечные размеры анкера соответственно в натуре и в модели, м;  $C_e$  – критерий подобия.

При определении усилия, необходимого для извлечения анкера из шнура, условие механического подобия примет вид

$$\frac{p_1 \tau_1^2}{\rho_1 l_1^4} = \frac{p_2 \tau_2^2}{\rho_2 l_2^4} = \frac{p \tau^2}{\rho l^4} = \text{idem}, \quad (2)$$

где  $p_1, p_2$  – усилия для извлечения анкера соответственно в натуре и модели, кН;  $\tau_1, \tau_2$  – время извлечения соответственно в натуре и модели, с;  $\rho_1, \rho_2$  – плотности материала соответственно в натуре и модели,  $\text{kg/m}^3$ .

С учетом подобия скоростей развития процессов в натуре  $v_1$  и модели  $v_2$  выражение (1) примет следующий вид:

$$\frac{C_p C_\tau^2}{C_\rho C_l^4} = 1; \quad \frac{C_p}{C_\rho C_l^2 C_v^2} = 1. \quad (3)$$

Здесь  $C_p = p_1 / p_2$ ,  $C_\rho = \rho_1 / \rho_2$ ,  $C_\tau = \tau_1 / \tau_2$ ,  $C_l = l_1 / l_2$ ,  $C_v = v_1 / v_2$ .

До начала экспериментов определяли прочность пород на одноосное сжатие  $\sigma_{\text{com}}$  и модуль упругости  $E_r$ . Величину  $\sigma_{\text{com}}$  устанавливали методом прямых испытаний с помощью гидравлического пресса на образцах породы цилиндрической формы, изготовленных из кернов. Для определения модуля упругости испытания проводили в режиме многократного нагружения на сжатие образцов с последующей разгрузкой. По результатам испытаний строили графики напряжения–деформации, по которым находили величину  $E_r$ .

Физико-механические характеристики материала, из которого изготавливались модели, представлены в табл. 1.

Таблица 1

Физико-механические характеристики материала модели

| Наименование породы | $\rho, \text{kg/m}^3$ | $E_r, \text{МПа}$ | $\sigma_{\text{com}}, \text{МПа}$ |
|---------------------|-----------------------|-------------------|-----------------------------------|
| Глинистый сланец    | 2520                  | $1.08 \cdot 10^4$ | 28                                |
| Песчаный сланец     | 2460                  | $1.9 \cdot 10^4$  | 39                                |
| Песчаник            | 2420                  | $3.65 \cdot 10^4$ | 53                                |

В ходе исследований экспериментально определяли усилие, требуемое для извлечения из модели ранее установленного в нее анкера [7], а также изменение этого параметра по мере уменьшения линейного размера анкера, находящегося в модели.

Испытания проводили в лаборатории физического моделирования кафедры РМПИ ФГБОУ ВО «ДонНТУ» на сертифицированном гидравлическом пресс-насосе типа ГПНВ-5 (рис. 1), прошедшем плановую поверку. Прибор работает следующим образом. При движении поршня насоса вниз масло по маслопроводу поступает в нижнюю часть рабочего цилиндра. Затем поршень движется вверх и сжимает возвратную пружину. Одновременно масло поступает в манометр, который показывает величину давления в системе. При движении поршня насоса вверх давление в системе уменьшается и возвратная пружина перемещает поршень в исходное положение.



Рис. 1. Внешний вид прибора ГПНВ-5

Испытания на извлечение анкера с использованием ГПНВ-5 проводили в следующем порядке:

- соединяли захват для анкерного устройства с выступающей из модели частью анкера;
- центрировали анкер и ГПНВ-5, закрепляя прибор на поверхности породного образца путем вывинчивания регулировочных опор;
- выполняли центрирование прибора и анкера путем регулировки высоты опор прибора, чтобы продольные оси анкера и штока рабочего поршня стали соосны;
- плавно вращали ручку винтового насоса и со скоростью 2–3 kN/s прикладывали нагрузку;
- непрерывно пошагово фиксировали показания силоизмерителя и штангенциркуля по мере извлечения анкера из модели.

Точность измерения усилия закрепления  $\pm 50$  N, а перемещения анкера  $\pm 0.01$  mm. При проведении экспериментов осуществляли фото- и видеосъемку.

Полученные результаты обрабатывали путем построения одно- и многофакторных зависимостей усилия, необходимого для извлечения анкера из шпура,  $N_s$  от безразмерных параметров: отношения диаметров анкера и шпура  $k_0$ ; отношения модулей упругости породы и анкера  $E_r/E_a$ ; отношения длины к диаметру анкера  $l_a/d_a$ .

### 3. Результаты исследований

Результаты проведенных экспериментов по определению усилий, необходимых для преодоления сил трения при извлечении анкеров из различных материалов горных пород, представлены в табл. 2.

Таблица 2

**Результаты экспериментальных исследований по определению усилий, необходимых для преодоления сил трения при извлечении анкеров (для всех моделей  $l_a = 150$  mm,  $d_h = 10$  mm)**

| № модели | Наименование горной породы | $d_a$ | $l_h$ | $k_0$ | Длина части анкера, находящейся в породе $l_{inst}$ , mm | Усилие извлечения $N_s$ , kN |
|----------|----------------------------|-------|-------|-------|--|------------------------------|
|          |                            | mm    |       |       |  |                              |
| 1        | Сланец глинистый           | 11    | 180   | 1.1   | 150  | 58.7                         |
| 2        |                            | 12    |       | 1.2   | 135  | 74.8                         |
| 3        |                            | 13    |       | 1.3   | 120  | 154.1                        |
| 4        | Сланец песчаный            | 11    | 160   | 1.1   | 135  | 71.8                         |
| 5        |                            | 11.5  |       | 1.15  | 130  | 89.8                         |
| 6        |                            | 12    |       | 1.2   | 125  | 146.9                        |
| 7        | Песчаник                   | 11    | 140   | 1.1   | 120  | 71.2                         |
| 8        |                            | 11.3  |       | 1.13  | 115  | 106.4                        |
| 9        |                            | 11.7  |       | 1.17  | 110  | 163.6                        |
| 10       | Сланец глинистый           | 11    | 180   | 1.1   | 150  | 63.8                         |
| 11       |                            | 12    |       | 1.2   |  | 88.0                         |
| 12       |                            | 13    |       | 1.3   |  | 161.4                        |
| 13       | Сланец песчаный            | 11    | 160   | 1.1   | 150  | 73.4                         |
| 14       |                            | 11.5  |       | 1.15  |  | 94.3                         |
| 15       |                            | 12    |       | 1.2   |  | 153.5                        |
| 16       | Песчаник                   | 11    | 140   | 1.1   | 150  | 76.5                         |
| 17       |                            | 11.3  |       | 1.13  |  | 116.0                        |
| 18       |                            | 11.7  |       | 1.17  |  | 170.9                        |

Общий вид моделей из глинистого сланца (№ 3), песчаного сланца (№ 14) и песчаника (№ 17) на момент начала и окончания испытаний показан на рис. 2. Для удобства анализа результатов экспериментов были построены графики зависимостей усилий для извлечения анкеров  $N_s$  от глубины их установки  $l_{inst}$ .

В качестве примера приведены зависимости, полученные при испытаниях моделей из песчаника (рис. 3). Как видно, изменение усилия для извлечения анкера носит нелинейный характер при его перемещении из глубины модели к устью шпура. При  $k_0 = 1.1, 1.13$  и  $1.17$  максимальные значения  $N_s$  для моделей № 7, 8 и 9 составили соответственно 72.1, 106.4 и 163.6 kN, а для моделей № 16, 17 и 18 – соответственно 76.5, 116.0 и 170.9 kN.



**Рис. 3.** Состояние моделей из глинистого сланца (№ 3), песчаного сланца (№ 14) и песчаника (№ 17) на момент начала (*а, в, д*) и окончания (*б, з, е*) испытаний

Так, на начальном этапе извлечения (участок 0–0.05 м) величина  $N_s$  уменьшается незначительно ( $k_0$  изменяется от 5 до 7%), поскольку в донной части шпура его диаметр максимально соответствует диаметру коронки. На участке 0.05–0.1 м происходит резкое снижение значения  $N_s$ , которое для различных  $k_0$  составляет от 0.3 до 0.5 максимальной величины (большее

значение соответствует породам с большим модулем упругости). Такой характер изменения  $N_s$  объясняется уменьшением площади контакта тела анкера и стенок шпура по мере приближения анкера к его устью.

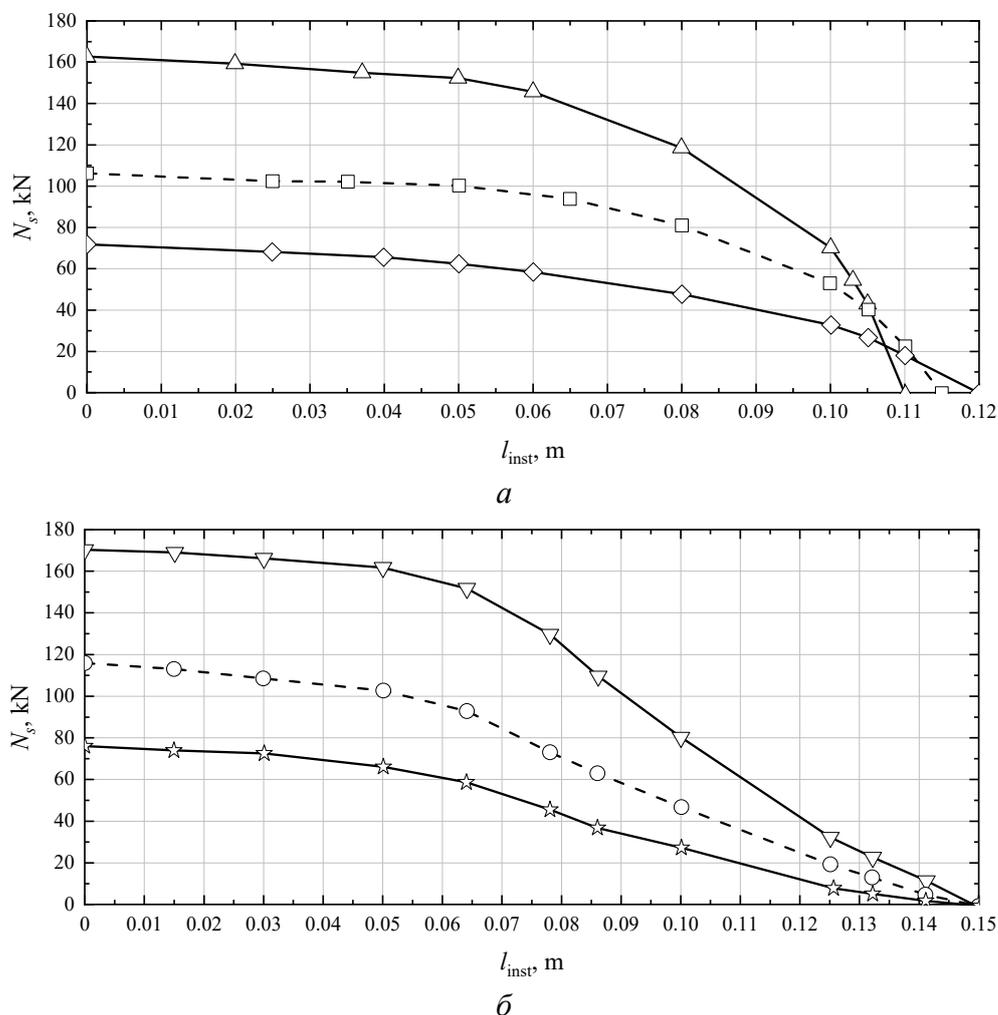
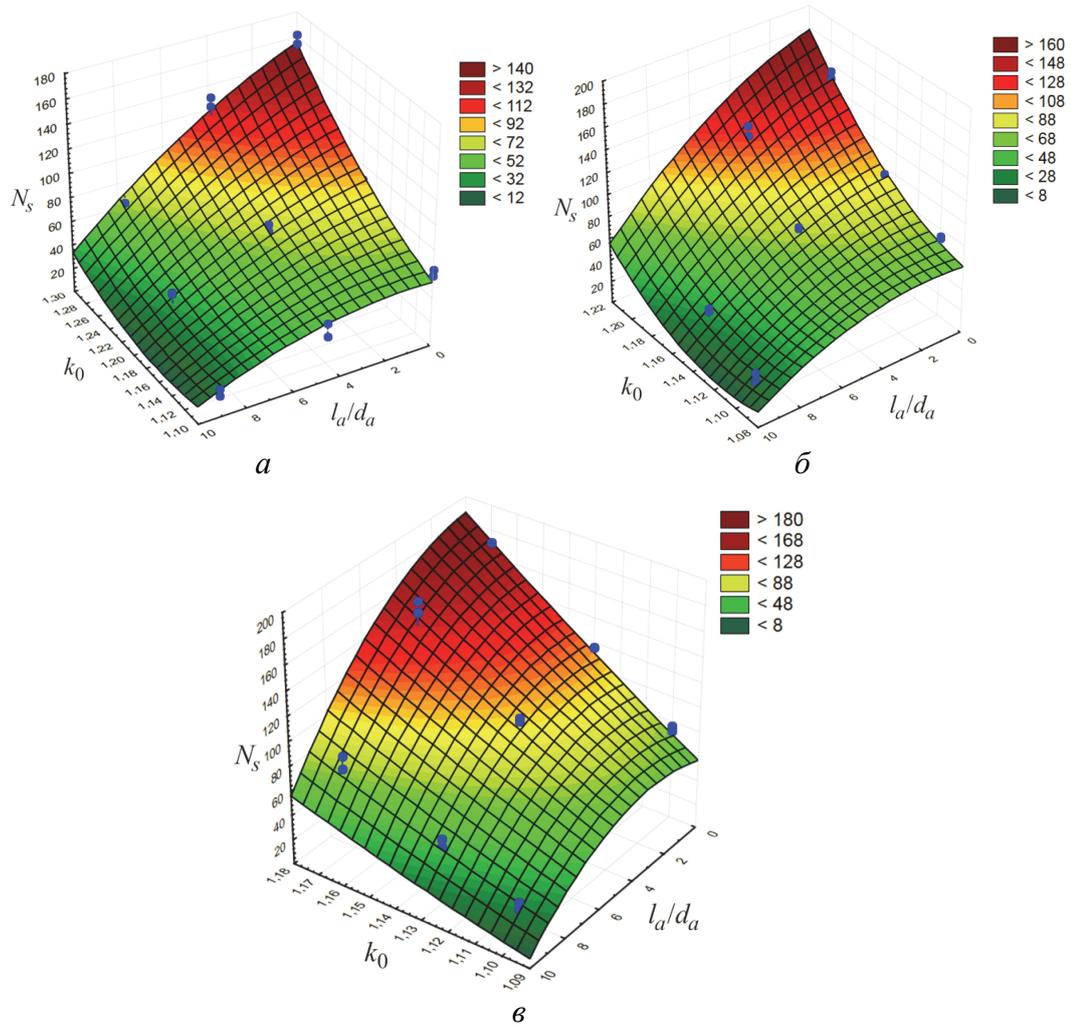


Рис. 3. Зависимости усилия на преодоление сил трения при извлечении анкеров  $N_s$  от глубины их установки  $l_{inst}$  в моделях из песчаника: а – № 7 (◇), 8 (□), 9 (△); б – № 16 (☆), 17 (○), 18 (▽)

На завершающей стадии (участок 0.1 – полное извлечение) наблюдается снижение  $N_s$  до нуля. Следует отметить, что уменьшение  $N_s$ , приходящееся на единицу извлеченной длины анкера, на этом участке выше, чем на предыдущем рассмотренном участке. Это можно объяснить завышенным диаметром шпура в его устье, который характерен для участка начала бурения из-за несовершенства техники бурения и неоднородности физико-механических свойств материала модели, что приводит к уменьшению площади контакта стенок шпура и анкера.

Результаты испытаний обработаны программой Statistica. Полученные данные для параметров природы представлены в виде поверхностей на рис. 4. Для удобства анализа результаты влияющие факторы были приняты в безразмерных относительных единицах.



**Рис. 4.** Зависимости усилия для извлечения анкера  $N_s$  от параметров  $k_0$  и  $l_a/d_a$  для глинистого сланца (а), песчаного сланца (б) и песчаника (в)

Наименьшая ошибка аппроксимации  $\pm 5\%$  ( $R^2 = 0.95$ ) имеет место в областях поверхностей, обозначенных зеленым цветом:

- для глинистого сланца (рис. 4,а)  $k_0 = 1.15\text{--}1.2$ ,  $N_s$  изменяется от 50 до 70 kN;
- для песчаного сланца (рис. 4,б)  $k_0 = 1.1\text{--}1.18$ ,  $N_s = 40\text{--}65$  kN;
- для песчаника (рис. 4,в)  $k_0 = 1.09\text{--}1.13$ ,  $N_s = 25\text{--}50$  kN.

Таким образом, рекомендуемые значения  $k_0$  для различных типов пород следующие:

- для глинистого сланца ( $E_r/E_a = 0.054$ )  $k_0 = 1.18\text{--}1.25$ , усилие для извлечения анкера  $N_s = 50\text{--}70$  kN;
- для песчаного сланца ( $E_r/E_a = 0.095$ )  $k_0 = 1.1\text{--}1.2$ ,  $N_s = 45\text{--}60$  kN;
- для песчаника ( $E_r/E_a = 178$ )  $k_0 = 1.09\text{--}1.12$ ,  $N_s = 25\text{--}48$  kN.

При анализе поверхностей, представленных на рис. 4, были получены регрессионные зависимости величины  $N_s$  от влияющих факторов  $k_0$  и  $l_a/d_a$  для различных типов пород:

- глинистого сланца:

$$N_s = 1207.2 - 2365.9k_0 + 46.3 \frac{l_a}{d_a} + 1197.5k_0^2 - 41.3k_0 \frac{l_a}{d_a} - 0.5 \left( \frac{l_a}{d_a} \right)^2, \text{ kN}, \quad (4)$$

$$R^2 = 0.88;$$

– песчаного сланца:

$$N_s = 5045.2 - 9444.9k_0 + 61.2 \frac{l_a}{d_a} + 4471.9k_0^2 - 54.5k_0 \frac{l_a}{d_a} - 0.71 \left( \frac{l_a}{d_a} \right)^2, \text{ kN}, \quad (5)$$

$$R^2 = 0.88;$$

– песчаника:

$$N_s = 105.3 - 1428.3k_0 + 106.5 \frac{l_a}{d_a} + 1269k_0^2 - 91.5k_0 \frac{l_a}{d_a} - 1.16 \left( \frac{l_a}{d_a} \right)^2, \text{ kN}, \quad (6)$$

$$R^2 = 0.88.$$

Расчет по регрессионным зависимостям является наиболее удобным способом определения значений  $N_s$  в заданных горно-геологических условиях.

### Выводы

1. На физических моделях из реальных горных пород, в которые динамическим способом были установлены анкеры, проведены лабораторные эксперименты по установлению усилий, необходимых для извлечения анкеров из массива.

2. По результатам исследований построены графики зависимости усилий для извлечения анкеров из массива от остаточной длины закрепленного участка анкера в шпуре.

3. Построены многофакторные графики усилий извлечения анкеров из различных пород в зависимости от отношений диаметров анкера и шпура  $k_0$ , модулей упругости породы и материала анкера  $E_r/E_a$ , а также его длины и диаметра  $l_a/d_a$ .

4. Получены регрессионные зависимости, позволяющие рассчитывать усилие для извлечения анкера, установленного в породе динамической нагрузкой, с учетом поперечных размеров анкера и шпура, механических свойств породы и анкера, его геометрических размеров.

5. Выполненные исследования дали возможность оценить область применения способа установки анкеров динамической нагрузкой, исходя из рекомендуемых значений  $k_0$  для различных типов пород.

1. А.Ф. Булат, В.В. Виноградов, Опорно-анкерное крепление горных выработок угольных шахт, Институт геотехнической механики НАН Украины, Днепропетровск (2002).
2. Руководство по проектированию подземных горных выработок и расчету крепи, ВНИИМ, ВНИИОМШС Минуглепрома СССР, Стройиздат, Москва (1983).

3. Указания по рациональному расположению, охране и поддержанию горных выработок на угольных шахтах СССР, ВНИМИ, Стройиздат, Ленинград (1986).
4. А.П. Широков, В.А. Лидер, М.А. Дзауров, М.Е. Ржевский, А.И. Петров, Анкерная крепь: справочник, Недра, Москва (1990).
5. Патент на корисну модель № 55763 Україна, МКИ E21D 20/00. Спосіб встановлення анкера, М.М. Касьян, О.О. Новіков, Ю.А. Петренко, П.С. Дрипан, І.М. Шестопалов, С.Ю. Гладкий, Д.Д. Виговський; заявл. 04.06.2010; опубл. 27.12.2010, Бюл. № 24, 6 с.
6. А.О. Новиков, И.Н. Шестопалов, П.С. Дрипан, Материалы 16-ой Международной конференция «Социально-экономические и экологические проблемы горной промышленности, строительства и энергетики». Т. 1, Изд-во ТулГУ, Тула (2020), с. 265–272.
7. А.О. Новиков, П.С. Дрипан, И.Г. Старикова, Научный вестник НИИГД «Респиратор» № 1(58), 59 (2021).
8. Г.Н. Кузнецов, М.Н. Будько, Ю.И. Васильев и др., Моделирование проявлений горного давления, Недра, Ленинград, (1968).
9. И.Д. Насонов, Моделирование горных процессов: учеб. пособие, Недра, Москва (1969).
10. С.В. Борщевский, С.А. Калякин, К.Н. Лабинский, И.Ф. Марийчук и др., Моделирование физических процессов в горном производстве: учеб. пособие, ООО «Цифровая типография», Донецк (2016).
11. И.А. Ефремов, Н.В. Малеев, Основы моделирования геомеханических процессов, Ноулидж, Донецк (2012).

*A.O. Novikov, E.V. Borisenko*

#### RESULTS OF LABORATORY TESTING OF EXTRACTION LOADS FOR GLUELESS ANCHORS

The results of laboratory studies based on physical models of real rocks with using the principles of similarity theory and experimental planning are presented. Preparatory, metal anchors were mounted in the models by means of dynamical loading. During the experiments, the anchors were removed with the aid of hydraulic press pump GPNV-5 and the actual forces were recorded. The processing of the obtained results made it possible to find the characteristic features of the studied process and the dependences of the extraction efforts on the main influencing factors.

**Keywords:** model, anchor, dynamic load, extraction force

**Fig. 1.** Appearance of the GPNV-5 device

**Fig. 2.** State of models made of clay shale (No. 3), sandy shale (No. 14) and sandstone (No. 17) at the start (*a, в, д*) and at the end of testing (*б, з, е*)

**Fig. 3.** Load to overcome friction forces  $N_s$  when extracting anchors vs the depth of their installation  $l_{inst}$  in sandstone models: *a* – № 7 ( $\diamond$ ), 8 ( $\square$ ), 9 ( $\triangle$ ); *б* – № 16 ( $\star$ ), 17 ( $\circ$ ), 18 ( $\nabla$ )

**Fig. 4.** Anchor withdrawal force required to overcome friction  $N_s$  with respect to parameters  $k_0$  and  $l_a/d_a$  for shale (*a*), sandy shale (*б*) and sandstone (*в*)

## Правила оформления рукописей для авторов журнала «ФИЗИКА И ТЕХНИКА ВЫСОКИХ ДАВЛЕНИЙ»

Редакция журнала просит авторов при подготовке статей руководствоваться изложенными ниже правилами. Материалы, оформленные без соблюдения последних, к рассмотрению не принимаются.

В журнале публикуются статьи на русском и английском языках.

В редакцию направляются 2 экземпляра рукописи (включая все ее элементы), набранной шрифтом типа Times размером 14 п.т. через 1,5 интервала на одной стороне листа формата А4.

Поля: левое – не менее 3, верхнее и нижнее – 2, правое – 1,5 см. Все страницы необходимо пронумеровать.

Рукопись должна быть вычитана и подписана автором (соавторами).

Необходимо предоставление электронной версии статьи на цифровом носителе либо передача электронной почтой по адресу:

E-mail: [ftvd\\_donetsk@mail.ru](mailto:ftvd_donetsk@mail.ru)

### Комплектность рукописи

Рукопись должна содержать текст статьи, аннотации, ключевые слова, список литературы, подрисуночные подписи, комплект рисунков, сведения об авторах.

**1. Текст статьи.** На первой странице указываются:

- классификационный индекс по системе PACS;
- инициалы и фамилии авторов;
- название статьи;
- полный почтовый адрес учреждения, в котором выполнена работа.

*Название* статьи должно быть кратким, но информативным. Недопустимо применение в нем сокращений, кроме самых общепринятых (ВТСП, ГЦК, ЯМР и др.). Используемые авторами аббревиатуры необходимо расшифровать при первом их упоминании.

*Размерности* физических величин (в системе СИ) по всей рукописи должны быть на английском языке. В десятичных числах перед десятичными следует ставить точку.

**2. Таблицы** должны быть напечатаны на отдельных страницах и иметь заголовки. Обязательно указание единиц измерения величин.

**3. Формулы** следует набирать в редакторе уравнений. *Все индексы должны быть на английском языке.* Экспоненту следует обозначать как «*x*», а не как «*e*» в степени.

**4. Рисунки** требуется предоставить в черно-белом варианте отдельными файлами. Рисунок, помещаемый на всю ширину страницы, должен иметь размер по горизонтали 14 см, на ½ страницы – 7 см. Для рисунков в растровых (bitmap) форматах допустимое разрешение – не менее 300 dpi. При этом в файле размер изображения по горизонтали, включая подписи по осям, должен

быть не менее 800 пикселей для рисунка на  $\frac{1}{2}$  ширины страницы и 1600 пикселей – на всю ширину. *Все надписи на рисунках должны быть на английском языке, а их число сведено к минимуму.*

**5. Аннотация** (не более 15 строк) должна содержать цель работы, метод ее достижения, основные результаты. В редакцию представляется текст аннотации (с указанием авторов и названия статьи) на русском и английском языках на отдельных страницах.

**6. Ключевые слова** (не более 10 терминов) на русском и английском языках должны отражать суть статьи. Не допускается использование аббревиатур.

**7. Список литературы** приводится в конце статьи в порядке упоминания в тексте. В библиографическом описании указываются инициалы и фамилии всех авторов, а далее:

а) для книги – названия книги, издательства и города, год издания (в круглых скобках):

*А.Ф. Иоффе*, Физика кристаллов, ГИЗ, Москва (1929).

б) для статьи в журнале – название, том, номер журнала, номер первой страницы статьи, год издания (в круглых скобках):

*С.А. Фирстов, Ю.Н. Подрезов, Н.И. Даниленко, Е.М. Борисовская, Н.В. Минаков*, ФТВД **13**, № 3, 36 (2003).

**8. Подрисуночные подписи** должны содержать текст, объясняющий рисунок; представляются на русском и английском языках. Описание элементов рисунка желательно выносить в подрисуночную подпись.

**9. Сведения об авторах** необходимо представить на отдельной странице, где указываются:

- полные имя, отчество и фамилия авторов;
- их служебные адреса и телефоны.

Следует указать, с кем из авторов предпочтительно поддерживать связь при работе над статьей.

*Совокупность названия статьи, аннотации, рисунков и подрисуночных подписей должна давать ясное представление о сути работы.*

Все перечисленные требования распространяются и на оформление рукописи **краткого сообщения**, объем которого не должен превышать 3 с.

*Обращаем внимание авторов* на то, что журнал ФТВД включен в систему Российского индекса научного цитирования.

Полная версия журнала размещена на сайте: <http://www.donfti.ru/main/ftvd-journal/>

Редакторы: *С.С. Фомина, Т.Н. Алехова*  
Компьютерная верстка *М.В. Сноведская*

Федеральное государственное бюджетное научное учреждение  
«Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина»  
«Физика и техника высоких давлений»

Издатель: ФГБНУ ДОНФТИ  
ул. Р. Люксембург, 72, г. Донецк, 283048  
Св. № 000102, сер. ААА, 15.02.2017 г.

Подп. в печать 25.06.2024 г. Формат 70x108/16. Бумага офс. Офсетная печать.  
Усл. печ. л. 11.20. Уч.-изд. л. 11.78 . Тираж 100 экз. Зак. № . Цена свободная.