

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

**Известия
Юго-Западного
государственного
университета
Серия: Техника и технологии**

Научный журнал

Том 15 № 4 / 2025

**Proceedings
of the Southwest
State University
Series: Engineering
and Technologies**

Scientific Journal

Vol. 15 № 4 / 2025



**Известия Юго-Западного
государственного университета.
Серия: Техника и технологии
(Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta.
Seriya: Tekhnika i tekhnologii)**

Научный рецензируемый журнал

Основан в 2011 г.

Цель издания – публичное представление научно-технической общественности научных результатов фундаментальных, проблемно-ориентированных научных исследований в таких областях, как металловедение и термическая обработка металлов и сплавов, порошковая металлургия и композиционные материалы, физика конденсированного состояния, физика и технология наноструктур, атомная и молекулярная физика, аналитическая химия, органическая химия.

В журнале публикуются оригинальные работы, обзорные статьи, рецензии и обсуждения, соответствующие тематике издания.

Публикация статей в журнале для авторов бесплатна.

Целевая аудитория: научные работники, профессорско-преподавательский состав образовательных учреждений, экспертное сообщество, молодые ученые, аспиранты, заинтересованные представители широкой общественности.

Журнал придерживается политики открытого доступа. Полнотекстовые версии статей доступны на сайте журнала, научной электронной библиотеки eLIBRARY.RU.

Журнал включен в перечень ведущих научных журналов и изданий ВАК Минобрнауки России, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание ученых степеней доктора наук, кандидата наук по следующим научным специальностям:

Металлургия и металловедение: 2.6.1; 2.6.5.

Физика: 1.3.8; 1.3.16; 2.6.6.

Химия: 1.4.2; 1.4.3.

ГЛАВНЫЙ РЕДАКТОР

Емельянов Сергей Геннадьевич, д-р техн. наук, профессор, лауреат премии Правительства РФ в области науки и техники, ректор, Юго-Западный государственный университет (г. Курск, Россия)

ЗАМЕСТИТЕЛИ ГЛАВНОГО РЕДАКТОРА

Агеев Евгений Викторович, д-р техн. наук, профессор, Юго-Западный государственный университет (г. Курск, Россия)

Ряполов Пётр Алексеевич, д-р физ.-мат. наук, доцент, Юго-Западный государственный университет (г. Курск, Россия)

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Агеева Екатерина Владимировна, д-р техн. наук, профессор, Юго-Западный государственный университет (г. Курск, Россия)

Алексеев Владимир Георгиевич, д-р хим. наук, доцент, Тверской государственный университет (г. Тверь, Россия)

Атрошенко Юрий Михайлович, д-р хим. наук, профессор, Тульский государственный педагогический университет имени Л. Н. Толстого (г. Тула, Россия)

Буга Сергей Геннадьевич, д-р физ.-мат. наук, профессор, Технологический институт сверхтвёрдых и новых углеродных материалов (г. Москва, Россия)

Голев Игорь Михайлович, д-р физ.-мат. наук, профессор, Военный учебно-научный центр Военно-воздушных сил «Военно-воздушная академия им. проф. Н.Е. Жуковского и Ю.А. Гагарина» (г. Воронеж, Россия)

Гуревич Леонид Моисеевич, д-р техн. наук, профессор, Волгоградский государственный технический университет (г. Волгоград, Россия)

Деев Владислав Борисович, д-р техн. наук, профессор, Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (г. Москва, Россия)

Евграфов Алексей Владимирович, д-р техн. наук, профессор, Российский государственный аграрный университет – МСХА им. К.А. Тимирязева, Институт механики и энергетики имени В.П. Горячкина (г. Москва, Россия)

Игнатенко Николай Михайлович, д-р физ.-мат. наук, профессор, Юго-Западный государственный университет (г. Курск, Россия)

Колмыков Валерий Иванович, д-р техн. наук, профессор, Юго-Западный государственный университет (г. Курск, Россия)

Коновалов Сергей Валерьевич, д-р техн. наук, профессор, Сибирский государственный индустриальный университет (г. Новокузнецк, Россия)

Кузьменко Александр Павлович, д-р физ.-мат. наук, профессор, Юго-Западный государственный университет (г. Курск, Россия)

Латыпов Рашит Абдулхакович, д-р техн. наук, профессор, Московский политехнический университет (г. Москва, Россия)

Миргород Юрий Александрович, д-р хим. наук, профессор, Юго-Западный государственный университет (г. Курск, Россия)

Овчинников Виктор Васильевич, д-р техн. наук, профессор, Московский политехнический университет (г. Москва, Россия)

Пугачевский Максим Александрович, д-р физ.-мат. наук, доцент, Юго-Западный государственный университет (г. Курск, Россия)

Савинов Александр Сергеевич, д-р техн. наук, профессор, Магнитогорский государственный технический университет имени Г. И. Носова (г. Магнитогорск, Россия)

Серебровский Владимир Исаевич, д-р техн. наук, профессор, Курский государственный аграрный университет им. И. И. Иванова (г. Курск, Россия)

Шаткульский Александр Анатольевич, д-р техн. наук, профессор, Рыбинский государственный авиационный технический университет им. П. А. Соловьева (г. Рыбинск, Россия)

Учредитель и издатель:

ФГБОУ ВО «Юго-Западный государственный университет»

Адрес учредителя, издателя и редакции:

305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

Телефон: (4712) 22-25-26.

Факс: (4712) 50-48-00.

E-mail: rio_kursk@mail.ru

Наименование органа, зарегистрировавшего издание:

Журнал зарегистрирован Федеральной службой по надзору в сфере связи, информационных технологий и массовых коммуникаций (ПИ № ФС77-80883 от 21.04.2021).

ISSN 2223-1528 (Print)

Префикс DOI: 10.21869

Сайт журнала: <https://swsu.ru/izvestiya/seriestechnig/>

Типография:

Полиграфический центр
Юго-Западного государственного
университета, 305040, г. Курск,
ул. 50 лет Октября, 94

Подписка и распространение:
журнал распространяется
по подписке.

Подписной индекс журнала 44291
в объединенном каталоге
«Пресса России».

Периодичность: четыре раза в год

Свободная цена.

Оригинал-макет подготовлен О. В. Кофановой

Подписано в печать 25.12.2025.

Дата выхода в свет 26.12.2025. Формат 60x84/8.

Бумага офсетная. Усл. печ. л. 14,3.

Тираж 1000 экз. Заказ 61.

16+

© Юго-Западный государственный университет, 2025



Материалы журнала доступны
под лицензией Creative Commons Attribution 4.0 License



**Proceedings of the Southwest State University.
Series: Engineering and Technologies
(Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta.
Seriya: Tekhnika i tekhnologii)**

Peer-reviewed scientific journal

Published since 2011

These Proceedings present the results of scientific fundamental and applied research in such areas as metallurgy and thermal processing of metals and alloys, powder metallurgy and composite materials, physics of the concentrated state, physics and technology of nanostructures, atomic and molecular physics, analytical chemistry, organic chemistry.

The journal publishes scientific articles, critical reviews, reports and discussions in the above mentioned areas.

All papers are published free of charge.

Target readers are scientists, university professors and teachers, experts, young scholars, graduate and post-graduate students, stakeholders and interested public.

The Editorial Board of the journal pursues open access policy. Complete articles are available at the journal website and at eLIBRARY.RU.

The journal is included into the Register of the Top Scientific Journals of the Higher Attestation Commission of the Russian Federation as a journal recommended for the publication of the findings made by the scientists working on a doctoral or candidate thesis in the following areas:

Metallurgy and Metal science: 2.6.1; 2.6.5.

Physics: 1.3.8; 1.3.16. 2.6.6.

Chemistry: 1.4.2; 1.4.3.

EDITOR-IN-CHIEF

Sergei G. Emelianov, Doctor of Engineering, a Holder of the Russian Government Prize in the Field of Science and Engineering, Rector of the Southwest State University (Kursk, Russia)

DEPUTY EDITORS

Yevgenii V. Ageev, Doctor of Engineering, Professor, Southwest State University (Kursk, Russia)

Petr A. Ryapolov, Doctor of Physics and Mathematics, Associate Professor, Southwest State University (Kursk, Russia)

EDITORIAL BOARD

Ekaterina V. Ageeva, Doctor of Engineering, Professor, Southwest State University (Kursk, Russia)

Vladimir G. Alekseev, Doctor of Chemistry, Associate Professor, Tver State University (Tver, Russia)

Yuri M. Atroshchenko, Doctor of Chemistry, Professor, Tula State Lev Tolstoy Pedagogical University (Tula, Russia)

Sergei G. Buga, Doctor of Physics and Mathematics, Professor, Federal State Budgetary Scientific Institution Institute of Technology Superhard and New Carbon Materials (Moscow, Russia)

Vladislav B. Deev, Doctor of Engineering, Professor,
National Research Technological University "MISiS"
(Moscow, Russia)

Alexey V. Evgrafov, Doctor of Engineering Professor,
Russian State Agrarian University - Timiryazev Agricultural
Academy of Agriculture, Goryachkin Institute
of Mechanics and Power Engineering (Moscow, Russia)

Igor' M. Golev, Doctor of Physics and Mathematics,
Professor, Military Training and Research Center of
the Air Force "Air Force Academy named afret Professor
N. E. Zhukovsky and Gagarin» (Voronezh, Russia)

Leonid M. Gurevich, Doctor of Engineering, Professor,
Volgograd State Technical University (Volgograd, Russia)

Nikolai M. Ignatenko, Doctor of Physics and
Mathematics, Professor, Southwest State University
(Kursk, Russia)

Valerii I. Kolmykov, Doctor of Engineering,
Professor, Southwest State University (Kursk, Russia)

Sergey V. Konovalov, Doctor of Engineering,
Professor, Siberian State Industrial University
(Novokuznetsk, Russia)

Aleksandr P. Kuz'menko, Doctor of Physics and
Mathematics,, Professor, Southwest State University
(Kursk, Russia)

Rashit A. Latypov, Doctor of Engineering, Professor,
Moscow Polytechnic University (Moscow, Russia)

Yurii A. Mirgorod, Doctor of Chemistry, Professor,
Southwest State University (Kursk, Russia)

Viktor V. Ovchinnikov, Doctor of Engineering, Professor,
Moscow Polytechnic University (Moscow, Russia)

Maxim A. Pugachevskii, Doctor of Physics and
Mathematics, Associate Professor, Southwest State
University (Kursk, Russia)

Alexander S. Savinov, Doctor of Engineering, Professor,
Magnitogorsk State Technical University named after
G. I. Nosov (Magnitogorsk, Russia)

Vladimir I. Serebrovsky, Doctor of Engineering,
Professor, Kursk State Agrarian University named after
I. I. Ivanov (Kursk, Russia)

Alexander A. Shatulsky, Doctor of Engineering,
Professor, Rybinsk State Aviation Technical University
named after P.A. Solovyov (Rybinsk, Russia)

Founder and Publisher:
"Southwest State University"

**Official address of the Founder, Publisher
and Editorial Office:**
305040, Russia, Kursk, ul. 50 Let Oktyabrya, 94.

Phone: (+74712) 22-25-26.

Fax: (+74712) 50-48-00.

E-mail: rio_kursk@mail.ru

The Journal is officially registered by:
The Federal Supervising Authority in the Field of Communication,
Information Technology and Mass media
(PI № FS77-80883 of 21.04.2021).

ISSN 2223-1528 (Print)

DOI Prefix: 10.21869

Web-site: <https://swsu.ru/izvestiya/seriestechnig/>

Printing office:
Printing Center

of the Southwest State University,
305040, Russia, Kursk,
ul. 50 Let Oktyabrya, 94

Subscription and distribution:
the journal is distributed by subscription.
Subscription index 44291
in the General Catalogue "Pressa Rossii"

Frequency: four times a year

Free-of-control price.

Original lay-out design: O. V. Kofanova

Sent to the printing 25.12.2025.
Release date 26.12.2025. Format 60x84/8.
Offset paper. Printer's sheets: 14,3.
Circulation 1000 copies. Order 61.



Publications are available in accordance with
the Creative Commons Attribution 4.0 License

16+

© Southwest State University, 2025

СОДЕРЖАНИЕ

МЕТАЛЛУРГИЯ И МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ	8
Оригинальные статьи	
Имплантирование деталей дифференциала материалами на основе карбида вольфрама	8
<i>Горленко А.О., Агеева Е.В., Табольская Н.В., Гладских И.Р., Мищенко В.В.</i>	
Оптимизация технологии сплавления твердосплавных электроэрозионных порошковых материалов	21
<i>Агеев Е.В., Сабельников Б.Н.</i>	
Сравнительный анализ химического состава металлоотходов из быстрорежущей стали и электроэрозионного порошка	30
<i>Агеев Е.В., Степанов М.Ю., Гладских И.Р., Мищенко В.В., Табольская Н.В.</i>	
Состав, структура и свойства порошкового кобальта, полученного из металлоотходов кобальта марки К1Ау в среде авиационного керосина	43
<i>Агеева Е.В., Локтионова О.Г., Улитин Д.А., Андреева А.Е.</i>	
Рентгенофлуоресцентный анализ элементного состава металлоотходов титана	55
<i>Великанов А.С.</i>	
ФИЗИКА	65
Оригинальные статьи	
Размерные особенности и механизмы роста магнетронных наноплёнок нитрида тантала при высокочастотном реактивном формировании	65
<i>Кузьменко А.П., Кашкин И.С., Колпаков А.И., Сапрыкин И.С.</i>	
Генерация продольных акустических волн возбужденной акустической подсистемой при движении доменной границы в ортоферрите иттрия	82
<i>Жуков Е.А., Жукова В.И., Кузьменко А.П.</i>	
Исследование процесса захолаживания криогенных трубопроводов жидким водородом для оптимизации огневых испытаний ракетных двигателей	95
<i>Калядин О.В., Сергеев А.В., Гребенников А.А., Королев К.Г., Авдеев М.А., Лопатин А.Ю.</i>	
ХИМИЯ	109
Оригинальные статьи	
Оценка возможности индивидуального и совместного хроматографического определения моно- и дисахаридов	109
<i>Мелихова Е.В., Котельникова В.С., Сырых Д.А., Егоров Г.А.</i>	
К СВЕДЕНИЮ АВТОРОВ	123

CONTENT

METALLURGY AND MATERIALS SCIENCE.....	8
Original articles	
Implantation of differential parts with tungsten Carbide-based materials	8
<i>Gorlenko A.O., Ageeva E.V., Tabolskaya N.V., Gladskikh I.R., Mishchenko V.V.</i>	
Optimization of the technology for fusing hard-alloy electro-erosion powder materials	21
<i>Ageev E.V., Sabelnikov B.N.</i>	
Comparative analysis of the chemical composition of metal waste from drills and electro-erosion powder	30
<i>Ageev E.V., Stepanov M.Y., Gladskikh I.R., Mishchenko V.V., Tabolskaya N.V.</i>	
Composition, structure, and properties of powdered Cobalt obtained from K1Au cobalt metal waste in an aviation kerosene environment	43
<i>Ageeva E.V., Loktionova O.G., Ulitin D.A., Andreeva A.E.</i>	
X-ray fluorescence analysis of the elemental composition of Titanium metal waste.....	55
<i>Velikanov A.S.</i>	
PHYSICS	65
Original articles	
Dimensional features and mechanisms of growth of magnetron nanofilms of Tantalum nitride during high-frequency reactive formation.....	65
<i>Kuzmenko A.P., Kashkin I.S., Kolpakov A.I., Saprykin I.S.</i>	
Generation of longitudinal acoustic waves by an excited acoustic subsystem during the movement of a domain wall in Yttrium orthoferrite.....	82
<i>Zhukov E.A., Zhukova V.I., Kuzmenko A.P.</i>	
Investigation of the process of cooling cryogenic pipelines with liquid hydrogen to optimize firing tests of rocket engines	95
<i>Kalyadin O.V., Sergeev A.V., Grebennikov A.A., Korolev K.G., Avdeev M.A., Lopatin A.Yu.</i>	
CHEMISTRY	109
Original articles	
Evaluation of the possibility of individual and joint chromatographic determination of mono- and disaccharides	109
<i>Melikhova E.V., Kotelnikova V.S., Syrykh D.A., Egorov G.A.</i>	
FOR THE INFORMATION OF THE AUTHORS	123

УДК 621.2.082.18

<https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-4-8-20>



Имплантация деталей дифференциала материалами на основе карбида вольфрама

А.О. Горленко¹, Е.В. Агеева^{2✉}, Н.В. Табольская², И.Р. Гладских²,
В.В. Мищенко²

¹ Брянский государственный технический университет
бул. 50 лет Октября, д. 7, г. Брянск 241035, Российская Федерация

² Юго-Западный государственный университет
ул. 50 лет Октября, д. 94, г. Курск 305040, Российская Федерация

✉ e-mail: ageeva-ev@yandex.ru

Резюме

Целью настоящей работы являлось решение проблемы повышения износостойкости деталей дифференциала трансмиссии автомобиля путем их имплантации с последующей обработкой поверхностно-пластической деформацией.

Методы. Для достижения поставленной в работе цели использовались следующие методы обработки исследуемых деталей: исправление геометрии шипа крестовины, бывшей в эксплуатации, путем точения на токарно-винторезном станке; нанесение графитовольфрамовой обмазки на подготовленные к имплантации поверхности и ее сушка; непосредственно имплантация на специально разработанной для этого процессу установке; упрочнение имплантированной поверхности путем обкатки двухроликовой головкой; чистовое шлифование упрочненной поверхности шипа крестовины; исследование износостойкости упрочненных поверхностей по стандартной методике; оценка ресурса восстановленных и упрочненных деталей.

Результаты. На основании проведенных исследований, направленных на повышение износостойкости деталей дифференциала трансмиссии автомобиля, установлено, что свойства восстановленных и упрочненных поверхностей крестовины дифференциала зависят от состава и структуры сформированного поверхностного слоя путем имплантации вольфрамсодержащих материалов и последующей обкатки двухроликовой головкой. В частности, установлено, что износостойкость рабочих поверхностей деталей, восстановленных и упрочненных по новой комбинированной технологии, увеличивается в 2,07 раза по сравнению с новыми при сопоставимом увеличении ресурса.

Заключение. Поставленная цель достигнута, а именно решена проблема повышения износостойкости деталей дифференциала трансмиссии автомобиля путем их имплантации с последующей обработкой поверхностно-пластической деформацией. Полученные в данной работе результаты работы могут найти практическое применение при организации ресурсосберегающих и импортозамещающих технологий, которые, в свою очередь, будут способствовать созданию высокотехнологичных производств.

Ключевые слова: детали дифференциала; износ; комбинированная обработка; карбид вольфрама; имплантация.

Конфликт интересов: Авторы декларируют отсутствие явных и потенциальных конфликтов интересов, связанных с публикацией настоящей статьи.

Для цитирования: Имплантация деталей дифференциала материалами на основе карбида вольфрама / А.О. Горленко, Е.В. Агеева, Н.В. Таболевская, И.Р. Гладских, В.В. Мищенко // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. 2025. Т. 15, № 4. С. 8–20. <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-4-8-20>.

Поступила в редакцию 10.11.2025

Подписана в печать 02.12.2025

Опубликована 25.12.2025

Implantation of differential parts with tungsten Carbide-based materials

Alexander O. Gorlenko¹, Ekaterina V. Ageeva²✉, Natalia V. Tabolskaya²,
Ivan R. Gladskikh², Vitaly V. Mishchenko²

¹ Bryansk State Technical University
50 let Oktyabrya Blvd. 7, Bryansk 241035, Russian Federation

¹ Southwest State University
50 let Oktyabrya Str. 94, Kursk 305040, Russian Federation

✉ e-mail: ageeva-ev@yandex.ru

Abstract

The purpose of this work was to solve the problem of increasing the wear resistance of car transmission differential parts by implanting them with subsequent treatment by surface plastic deformation.

Methods. To achieve the goal set in the work, the following methods of processing the studied parts were used: correcting the geometry of the spike of a crosspiece that was in use by turning on a rotary-screw machine; applying graphite-tungsten coating to surfaces prepared for implantation and drying it; directly implanting on an installation specially designed for this process; hardening the implanted surface by running in with a two-roller head; fine grinding of the hardened surface of the crosspiece spike; investigation of the wear resistance of hardened surfaces according to the standard methodology; evaluation of the resource of restored and hardened parts.

Results. Based on the conducted studies aimed at increasing the wear resistance of the differential transmission parts of the car, it was found that the properties of the restored and hardened surfaces of the differential crosspiece depend on the composition and structure of the formed surface layer by implanting tungsten-containing materials and subsequent running-in with a two-roller head. In particular, it was found that the wear resistance of the working surfaces of parts repaired and hardened using the new combined technology increases by 2.07 times compared with the new ones with a comparable increase in service life.

Conclusion. Thus, the goal has been achieved, namely, the problem of increasing the wear resistance of the differential transmission parts of the car by implanting them with subsequent treatment by surface plastic deformation has been solved. The results obtained in this work can find practical application in the organization of resource-saving and import-substituting technologies, which in turn will contribute to the creation of high-tech industries.

Keywords: differential parts; wear; combined machining; tungsten carbide; implantation.

Conflict of interest: The Authors declare the absence of obvious and potential conflicts of interest related to the publication of this article.

For citation: Gorlenko A.O., Ageeva E.V., Tabolskaya N.V., Gladskikh I.R., Mishchenko V.V. Implantation of differential parts with tungsten Carbide-based materials. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Tekhnika i tekhnologii* = *Proceedings of the Southwest State University. Series: Engineering and Technologies*. 2025;15(4):8-20. (In Russ.) <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-4-8-20>.

Received 10.11.2025

Accepted 02.12.2025

Published 25.12.2025

Введение

В контексте современного машиностроения [1] исследования, направленные на повышение износостойкости [2] пары трения «сателлит – ось сателлита» дифференциала, безусловно, остаются крайне актуальными. Ключевым аспектом в этом направлении является выбор рациональных технологических методов обработки, ориентированных на достижение максимальной износостойкости поверхностей трения [3] деталей дифференциала. Рациональный подбор способов обработки [4] позволяет не только продлить срок службы узлов, но и обеспечить надежную и эффективную работу механизма в условиях интенсивных эксплуатационных нагрузок [5].

Особенно перспективной техникой в данном случае представляется упрочняющая обработка [6]. Этот метод позволяет осуществлять целенаправленное воздействие на поверхность трения, что способствует минимизации износа контактирующих деталей. Одним из наиболее эффективных подходов является создание многослойных модифицированных поверхностных слоев, которые обладают высокими физико-механическими свойствами [7].

Выбор конкретного метода упрочняющей обработки зависит от характеристик материала, условий эксплуатации и специфических требований к компонентам дифференциала [8]. Комплексный подход, включающий анализ условий ра-

боты, подбор оптимальных технологических параметров и контроль качества обработанных поверхностей, является залогом успешного повышения износостойкости и долговечности узлов [9].

Таким образом, дальнейшие исследования в области технологического обеспечения износостойкости пары трения «сателлит – ось сателлита» дифференциала, с акцентом на упрочняющие методы обработки и создание многослойных модифицированных поверхностей [10], имеют значительный потенциал для улучшения эксплуатационных характеристик деталей дифференциала и обеспечения их надежной работы в течение длительного времени [11].

Материалы и методы

Одной из важнейших деталей автомобиля, выполняющей сразу несколько весовых функций, является, конечно же, дифференциал, основная задача которого – передача, изменение и распределение крутящего момента между колёсами или мостами, что способствует их вращению с разной угловой скоростью, а это, как известно, чрезвычайно важно при поворотах или движении по неровной поверхности [12].

В зависимости от вида зубчатой передачи различают несколько типов дифференциалов (рис. 1), причем каждый из них обладает определенным рядом достоинств.

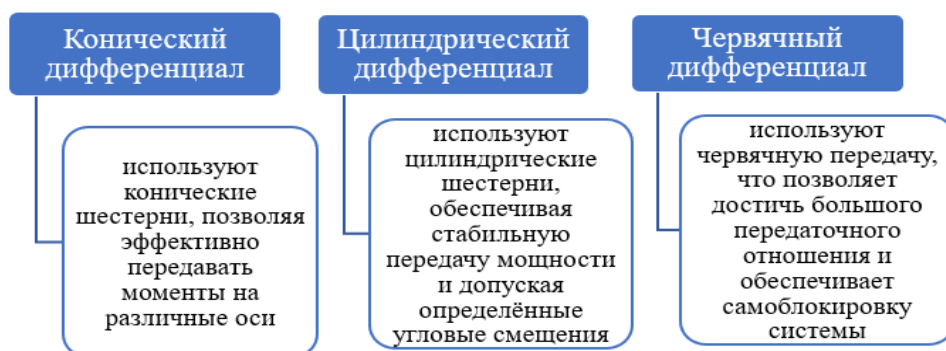


Рис. 1. Типы дифференциалов

Fig. 1. Types of differentials

Состояние дифференциала, как и других агрегатов трансмиссии, должно регулярно оцениваться в рамках технической диагностики автомобиля [13], поскольку исправность этого узла напрямую влияет на реализуемую тягу, динамическую устойчивость и управляемость машины [14], особенно в условиях переменного сцепления и различных режимов движения. При нарушении работоспособности механизма возникает значительная разница угловых скоростей колес. В этом случае сателлиты начинают интенсивно вращаться на своих осях, что увеличивает нагрузку на контактирующие поверхности. Чем выше частота вращения сателлитов, тем быстрее разрушается масляная пленка между элементами пары трения. В результате масло перегревается и частично испаряется, ухудшая условия смазывания, что приводит к переходу от гидродинамического трения к граничному и полусухому. Такие режимы вызывают появление задигов и схватываний на поверхности осей и отверстий сателлитов. Дальнейшая эксплуатация поврежденного узла только увеличивает число дефектов и может привести к заклиниванию сателлитов и разрушению деталей [15].

При перегрузках дифференциал фактически выходит за рамки нормального режима работы. Интенсивное вращение сателлитов наблюдается в моменты, когда полуосевые шестерни имеют различную угловую скорость, например при прохождении поворотов. Рост скоростей приводит к увеличению контактных давлений и последующему нарушению смазывания пары «сателлит – ось». В нормальных

условиях смазка подается за счёт разбрызгивания масла внутри картера, однако при длительных перегрузках образующаяся масляная пленка теряет устойчивость. Это вызывает образование зон микро- и макросхватывания (рис. 2), которые продолжают развиваться даже после восстановления равенства скоростей колес. На последующих этапах эксплуатации дефекты способны привести к внезапному клинью сателлита и разрушению оси или корпуса дифференциала. Таким образом, даже кратковременная пробуксовка может иметь отсроченные последствия, проявляющиеся уже при последующей штатной работе механизма, что подтверждает межмолекулярную природу адгезионного прихвата.

Дополнительной проблемой является рост зазора в сопряжении пары «сателлит – ось», возникающий при значительном износе этих элементов. Это приводит к смещению пятна контакта между зубьями сателлитов и полуосевыми шестернями (рис. 3). При отклонении геометрии контакта нагрузка перераспределяется неравномерно, появляются пластические деформации зубьев, а в дальнейшем возможны их разрушения и выход дифференциала из строя.

Следует учитывать, что разрушения мостов и дифференциалов могут быть вызваны не только естественным износом, но и нарушением эксплуатации, в частности неправильным использованием систем блокировки межколесных и межосевых дифференциалов в движении (рис. 4).



Рис. 2. Износ оси сателлитов переднего моста специального колесного шасси вследствие нарушения скоростей движения

Fig. 2. Wear of the axis of the satellites of the front axle of a special wheeled chassis due to speed violations



Рис. 3. Смещение пятна контакта в зацеплении шестерни и пластическая деформация зубьев шестерни полуоси

Fig. 3. Displacement of the contact spot in the gear engagement and plastic deformation of the teeth of the half-axle gear



Рис. 4. Разрушение корпуса редуктора переднего моста вследствие включения блокировки межколесного дифференциала во время движения

Fig. 4. The destruction of the gearbox housing of the front axle, as a result of the activation of the locking of the inter-wheel differential during movement

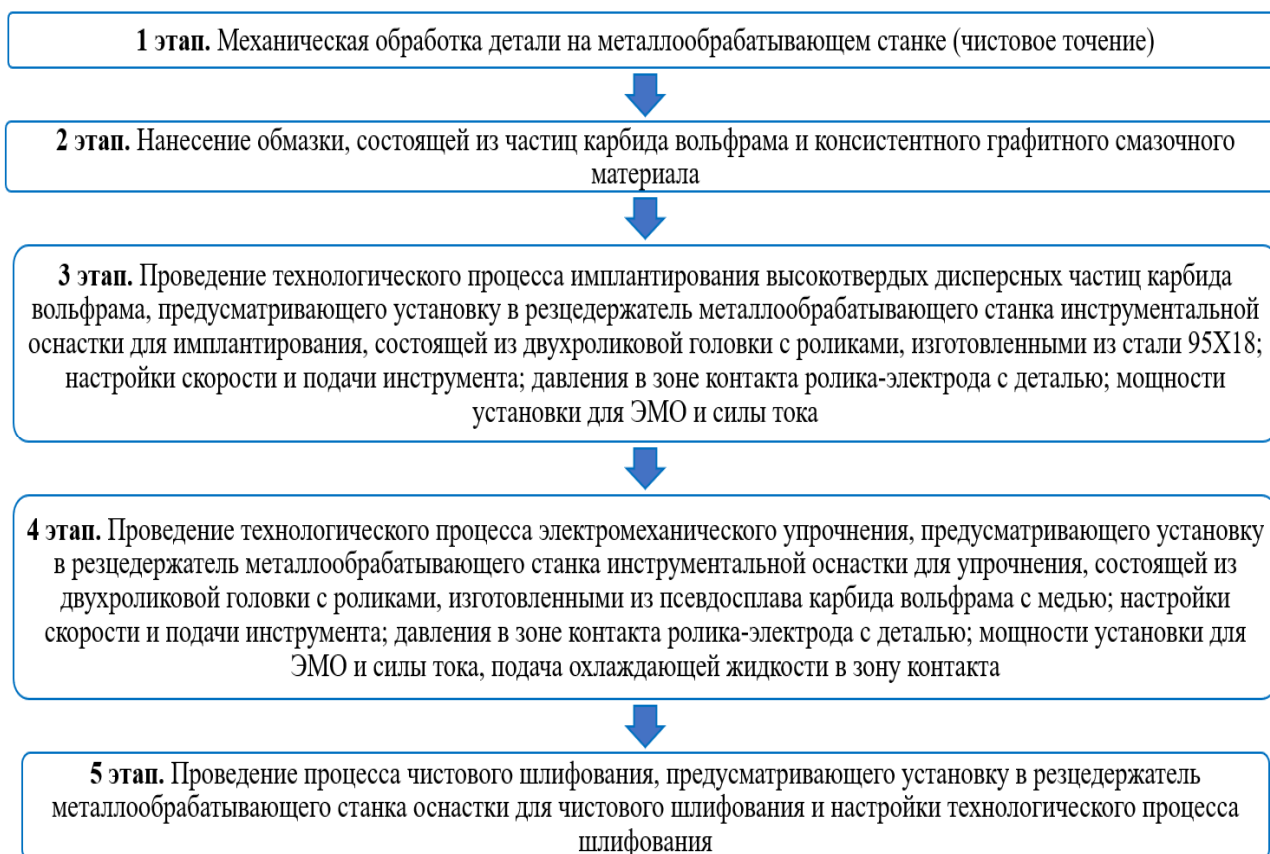
Экспериментальная часть исследования включала испытания как модельных образцов, так и реальной пары трения «сателлит – ось» дифференциала переднего моста специального колесного шасси типа «Тягач». Износостойкость оценивалась с применением АСНИ – автоматизированной системы, созданной на базе серийной машины трения МИ-1М, оснащённой нагружающим устройством собственной разработки. При проведении работы были использованы современные методы определения физико-механических характеристик поверхностного слоя, анализа структуры и химического состава материалов, а также параметры, описывающие интенсивность изнашивания.

Модификация поверхностных слоев деталей, упрочнённых карбидами вольфрама методом имплантации и композиционного насыщения (технология ИКЭМО), осуществлялась на специализированной установке. Для анализа процессов трения и изнашивания был применён подход, учитывающий влияние шероховатости и свойств поверхностного слоя на параметры контактного взаимодействия.

Расчёты сводились к определению критического сближения поверхностей, при котором фактическая площадь контакта способна выдержать приложенную нагрузку. Сопоставление расчетных данных с экспериментальными показало корректность выбранной модели и её применимость для оценки поведения цилиндрических пар трения при различных режимах нагружения.

В реализации технологии ИКЭМО ключевую роль играет специализированный источник питания с фазоимпульсным регулированием, позволяющий вести электромеханическую обработку на переменном токе промышленной частоты. Конструктивно он представляет собой комплексный прибор, включающий силовой трансформатор, тиристорный узел коммутации и программируемый микропроцессорный модуль управления, обеспечивающий точное согласование параметров обработки с режимами работы металлообрабатывающего оборудования.

Процесс комбинированной электро-механической обработки включает в себя 5 этапов:



Весь технологический процесс выполняется в рамках одной операции с деталью, что существенно уменьшает влияние технологической цепочки СПИЗ (станок – приспособление – инструмент – за-

готовка) и обеспечивает более стабильные характеристики качества готовой поверхности. Внешний вид обработанных образцов и схема ЭМО представлены на рисунке 5.



а



б

Рис. 5. Установка для ИКЭМО: а – процесс электромеханического упрочнения; б – образец после обработки

Fig. 5. Installation for IKEMO: а – electromechanical hardening process; б – sample after processing

На итоговые свойства упрочнённых поверхностей главным образом влияет способ распределения и морфология карбидной дисперсной фазы. Композиционный эффект упрочнения связан с перераспределением элементов, возникающим при распаде пересыщенных твёрдых растворов, формирующихся в результате высокоскоростных термических циклов. При электромеханической обработке скорости нагрева и охлаждения оказываются сопоставимы с режимами высокоскоростной закалки, что приводит к существенному измельчению аустенитного зерна и образованию мелкокристаллических структур с повышенными физико-механическими характеристиками.

Сравнительные испытания, выполненные нормализованным методом, позволили оценить износостойкость модифицированной стали 45 в сопоставлении с современными покрытиями, требующими сложных технологических операций и использования дефицитных материалов. Выбор стали 45 обусловлен её технологичностью и экономической оправданностью: применение дорогих легированных сталей для изготовления детали целиком нецелесообразно, тогда как модифицирование поверхностного слоя позволяет существенно улучшить её эксплуатационные характеристики при минимальных затратах.

В рамках первого этапа комбинированного воздействия осуществляется внедрение частиц карбида вольфрама из графитовой обмазки. Поверхность детали последовательно обкатывается роликом из стали 95X18, под действием нагрузки и локальной пластической деформации частицы упрочнителя перемещаются в зону контакта и включаются в формируемый поверхностный слой.

На втором этапе применяется ролик из псевдосплава карбида вольфрама с медью. Такая конструкция позволяет одно-

временно реализовать высокие механические давления и импульсные тепловые воздействия. В момент прохождения электрического импульса происходит локальная аустенизация поверхностного слоя стали, одновременно углерод, содержащийся в графитовой обмазке, диффундирует в поверхностную зону. В результате содержание углерода в аустените увеличивается, а карбиды вольфрама частично растворяются до предела насыщения твёрдого раствора вольфрамом. Это обеспечивает формирование высокостойких структур, существенно повышающих эксплуатационную стойкость детали.

Результаты и их обсуждение

Для достижения поставленной в работе цели решался ряд взаимосвязанных задач, а именно: исправление геометрии шипа крестовины бывшей в эксплуатации путем точения на токарно-винторезном станке; нанесение графитовольфрамовой обмазки на подготовленные к имплантированию поверхности и ее сушка; непосредственно имплантирование на специально разработанной для этого процессу установке; упрочнение имплантированной поверхности путем обкатки двухроликовой головкой; чистовое шлифование упрочненной поверхности шипа крестовины; исследование износостойкости упрочненных поверхностей по стандартной методике; оценка ресурса восстановленных и упрочненных деталей.

На рисунке 6 представлена микроструктура поверхностного слоя, упрочненного карбидом вольфрама.

Из рисунка 6 видно, что упрочненный поверхностный слой имеет ярко выраженную трехслойную микроструктуру:

- слой 1, представляющий собой вкрапления частиц карбида вольфрама WC в стальную основу: толщина порядка 250 мкм, микротвердость порядка 800 HV;

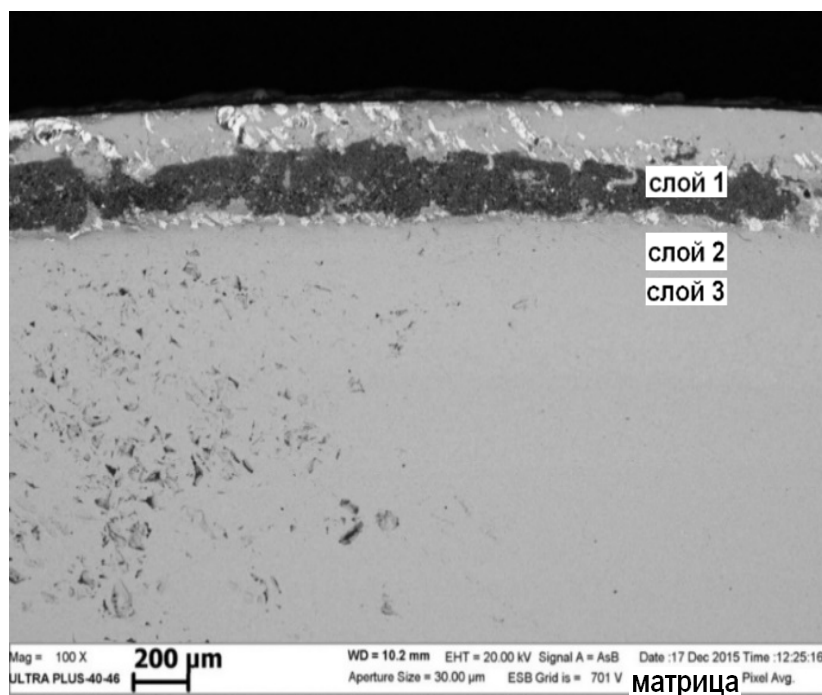


Рис. 6. Микроструктура модифицированного и упрочненного слоя

Fig. 6. Microstructure of the modified and reinforced layer

– слой 2 (рис. 7), представляющий собой слабонасыщенный вольфрамом феррит, по границам зерен которого выделяется сетка карбида вольфрама: толщина порядка 200 мкм, микротвердость порядка 600 HV;

– слой 3 насыщен частицами карбида вольфрама: толщина порядка 40 мкм, микротвердость порядка 500 HV;

– матрица из стали 45, микротвердость 220 HV.

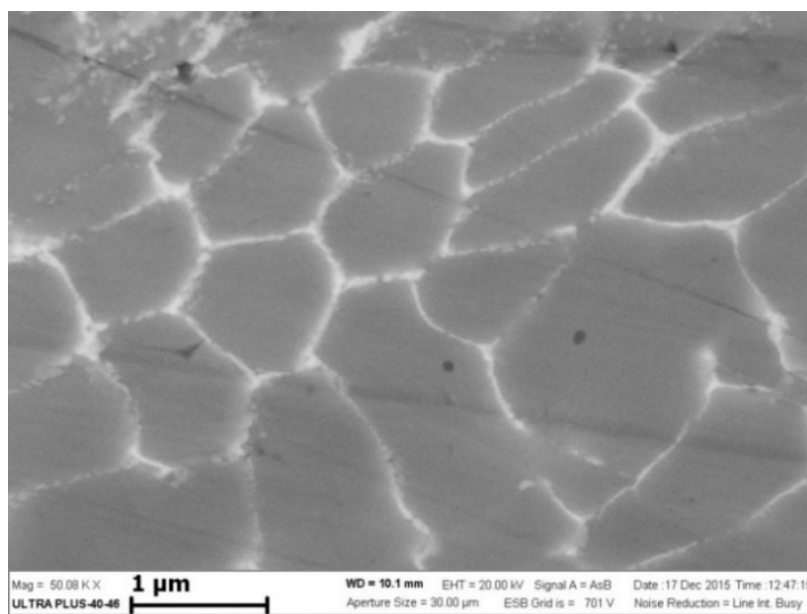


Рис. 7. Микроструктура покрытия в слое 2

Fig. 7. Microstructure of the coating in layer 2

Экспериментально установлено, что применение комбинированной обработки восстановления и упрочнения изношенных деталей целесообразно для цилиндрических поверхностей трения диаметром 20...200 мм, изготовленных из средне- и

высокоуглеродистых сталей, в том числе легированных и инструментальных.

Результаты исследований были применены к паре трения «сателлит – ось сателлита» дифференциала переднего моста специального колесного шасси грузового автомобиля (рис. 8).

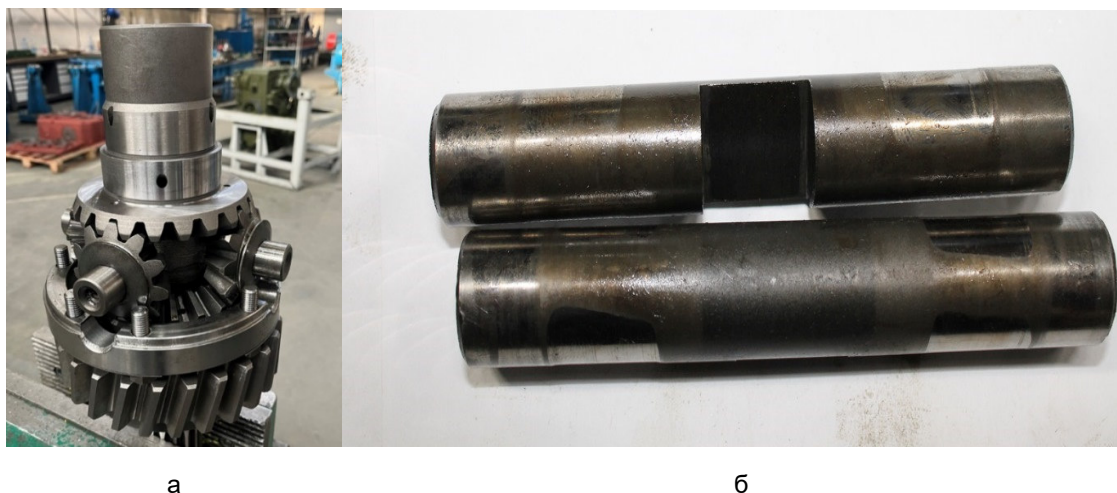


Рис. 8. Детали восстановленного и упрочненного дифференциала: а – в сборе; б – оси сателлитов

Fig. 8. Details of the restored and reinforced differential: а – assembled; б – satellite axles

Сравнительные испытания износостойкости пары трения «сателлит – ось сателлита» (заводская технология и комбинированная) проводились на стенде для испытаний переднего моста, созданном на АО «Брянский автомобильный завод». По результатам испытаний, интенсивность изнашивания пары трения «сателлит – ось сателлита» по заводской технологии составила $J_{h1} = 8,46 \cdot 10^{-10}$, а изготовленной с применением технологии ИКЭМО – $J_{h2} = 4,08 \cdot 10^{-10}$.

На основании проведенных исследований, направленных на повышение износостойкости деталей дифференциала трансмиссии автомобиля, установлено, что свойства восстановленных и упрочненных поверхностей крестовины дифференциала зависят от состава и структуры сформированного поверхностного слоя путем имплантирования вольфрамсодержащих материалов и последующей об-

катки двухроликовой головкой. В частности установлено, что износостойкость рабочих поверхностей деталей, восстановленных и упрочненных по новой комбинированной технологии, увеличивается в 2,07 раза по сравнению с новыми при сопоставимом увеличении ресурса.

Заключение

Поставленная цель достигнута, а именно решена проблема повышения износостойкости деталей дифференциала трансмиссии автомобиля путем их имплантирования с последующей обработкой поверхностно-пластической деформацией. Полученные в данной работе результаты работы могут найти практическое применение при организации ресурсосберегающих и импортозамещающих технологий, которые, в свою очередь, будут способствовать созданию высокотехнологичных производств.

Список литературы

1. Современные тенденции развития машиностроения / М.В. Александров, Ю.М. Зубарев, А.В. Вебер, Н.Н. Солнцев // Судостроение. 2025. № 4(881). С. 3-9. EDN IZXHCX.
2. Горленко А.О., Шевцов М.Ю., Болдырев Д.А. Повышение износостойкости поверхностей трения углеродистых и легированных сталей имплантацией наноразмерных частиц // Сталь. 2022. № 3. С. 28-33. EDN AIQQPQ.
3. Оценка влияния жидкого смазочного композиционного материала с наночастицами геомодификатора на трение в подшипниковом узле / А.Д. Бреки, О.В. Толочко, Н.Е. Стариков, Д.А. Провоторов, Н.Н. Сергеев, Е.В. Агеев // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. 2015. № 3(16). С. 17-23. EDN UZCDRR.
4. Получение износостойких порошков из отходов твердых сплавов / Е.В. Агеев, В.Н. Гадалов, Б.А. Семенихин, Е.В. Агеева, Р.А. Латыпов // Заготовительные производства в машиностроении. 2010. № 12. С. 39-44. EDN NBXQRT.
5. Быстрорежущая сталь, диспергированная в керосине / Е.В. Агеева, Е.В. Агеев, Е.А. Воробьев, М.А. Зубарев // Известия Юго-Западного государственного университета. 2014. № 5(56). С. 21-25. EDN TCUFQH.
6. Агеева Е.В., Агеев Е.В. Повышение качества ремонта и восстановления деталей современных транспортных систем // Известия Тульского государственного университета. Технические науки. 2011. № 3. С. 503-509. EDN PVJTYV.
7. Влияние технологии получения электродного материала из отходов быстрорежущей стали на износостойкость электроискровых покрытий / Е.В. Агеева, Е.В. Агеев, В.Ю. Карпенко, А.Ю. Алтухов // Научные технологии в машиностроении. 2015. № 1(43). С. 36-41. EDN TIJQXT.
8. Триботехнические характеристики композиционных покрытий с матрицей из полигетероарилена ПМ-ДАДФЭ и наполнителями из наночастиц дихалькогенидов вольфрама при трении скольжения в среде жидкого смазочного материала / А.Д. Бреки, А.Л. Диденко, В.В. Кудрявцев, Е.С. Васильева, О.В. Толочко, А.Г. Колмаков // Известия Юго-Западного государственного университета. 2016. № 3(66). С. 17-28. EDN WXFUOF.
9. Триботехнические свойства пластичных смазочных композиционных материалов с наполнителями из дисперсных частиц меди и цинка / В.В. Медведева, А.Д. Бреки, Н.А. Крылов, С.Е. Александров, А.Е. Гвоздев, Н.Е. Стариков // Известия Юго-Западного государственного университета. 2016. № 2(65). С. 109-119. EDN WWRKFD.
10. Исследование противоизносных свойств пластичного смазочного композиционного материала, содержащего дисперсные частицы слоистого модификатора трения / В.В. Медведева, А. Д. Бреки, Н. А. Крылов, М.А. Скотников, Ю.А. Фадин, С.Е. Александров // Известия Юго-Западного государственного университета. 2016. № 1(64). С. 75-82. EDN VXDVQZ.
11. Агеев Е.В., Грашков С.А. Практикум по технологии ремонта машин. Курск: Университетская книга, 2019. 147 с. EDN ZJMANV.
12. Агеев Е.В., Севостьянов А.Л., Родионов Ю.В. Проблемы и перспективы развития технической эксплуатации автомобилей. Пенза: Пенз. гос. ун-т архитектуры и строительства, 2014. 200 с. EDN VTGFUD.
13. Агеев Е.В., Кудрявцев А.Л., Севостьянов А.Л. Алгоритм диагностирования цилиндропоршневой группы с применением технического эндоскопа // Мир транспорта и технологических машин. 2012. № 1(36). С. 116-122. EDN PUNLJB.
14. Агеев Е.В., Кудрявцев А.Л., Севостьянов А.Л. Повышение качества диагностики двигателей автомобилей // Мир транспорта и технологических машин. 2011. № 3(34). С. 24-27. EDN NKYRAJ.
15. Электроконтактная приварка. Теория и практика / Р.А. Латыпов, В.В. Булычев, П.И. Бурак, Е.В. Агеев. Курск: Университетская книга, 2016. 371 с. EDN WGAMTF.

16. Агеева Е.В., Зубарев М.В. Установка для получения порошковых материалов, пригодных для технологических процессов восстановления и упрочнения деталей // Труды ГОСНИТИ. 2017. Т. 129. С. 169-173. EDN ZTMFCB.

References

1. Alexandrov M.V., Zubarev Yu.M., Weber A.V., Solntsev N.N. Modern trends in the development of mechanical engineering. *Sudostroenie = Shipbuilding*. 2025;(4):3-9. (In Russ.) EDN IZXHCX.
2. Gorlenko A.O., Shevtsov M.Y., Boldyrev D.A. Increasing the wear resistance of friction surfaces of carbon and alloy steels by implanting nanoscale particles. *Stal' = Steel*. 2022;(3):28-33. (In Russ.) EDN AIQQPQ.
3. Breki A.D., Tolochko O.V., Starikov N.E., Provotorov D.A., Sergeev N.N., Ageev E.V. Assessment of the effect of a liquid lubricating composite material with geomodifier nanoparticles on friction in a bearing assembly. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Tekhnika i tekhnologii = Proceedings of the Southwest State University. Series: Engineering and Technologies*. 2015;(3):17-23. (In Russ.) EDN UZCDRR.
4. Ageev E.V., Gadalov V.N., Semenikhin B.A., Ageeva E.V., Latypov R.A. Obtaining wear-resistant powders from waste of hard alloys. *Zagotovitel'nye proizvodstva v mashinostroenii = Procurement production in mechanical engineering*. 2010;(12):39-44. (In Russ.) EDN NBXQRT.
5. Ageeva E.V., Ageev E.V., Vorobyov E.A., Zubarev M.A. High-speed steel dispersed in kerosene. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta = Proceedings of Southwest State University*. 2014;(5):21-25. (In Russ.) EDN TCUFQH.
6. Ageeva E.V., Ageev E.V. Improving the quality of repair and restoration of parts of modern transport systems. *Izvestiya Tul'skogo gosudarstvennogo universiteta. Tekhnicheskie nauki = Proceedings of Tula State University. Technical sciences*. 2011;(3):503-509. (In Russ.) EDN PVJTYV.
7. Ageeva E.V., Ageev E.V., Karpenko V.Yu., Altukhov A.Yu. The influence of technology for obtaining electrode material from high-speed steel waste on the wear resistance of electric spark coatings. *Naukoemkie tekhnologii v mashinostroenii = High-tech technologies in mechanical engineering*. 2015;(1):36-41. (In Russ.) EDN TIJQXT.
8. Breki A.D., Didenko A.L., Kudryavtsev V.V., Vasilyeva E.S., Tolochko O.V., Kolmakov A.G. Tribotechnical characteristics of composite coatings with a polyheteroarylene PM-DADFE matrix and fillers made of tungsten dichalcogenide nanoparticles during sliding friction in a liquid lubricant medium. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta = Proceedings of Southwest State University*. 2016;(3):17-28. (In Russ.) EDN WXFUOF.
9. Medvedeva V.V., Breki A.D., Krylov N.A., Alexandrov S.E., Gvozdev A.E., Starikov N.E. Tribotechnical properties of plastic lubricating composite materials with fillers from dispersed particles of copper and zinc. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta = Proceedings of Southwest State University*. 2016;(2):109-119. (In Russ.) EDN WWRKFD.
10. Medvedeva V.V., Breki A.D., Krylov N.A., Skotnikov M.A., Fadin Yu.A., Alexandrov S.E. Investigation of the anti-wear properties of a plastic lubricating composite material containing dispersed particles of a layered friction modifier. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta = Proceedings of Southwest State University*. 2016;(1):75-82. (In Russ.) EDN VXDVQZ.
11. Ageev E.V., Grashkov S.A. Practicum on machine repair technology. Kursk: Universitetskaya kniga; 2019. 147 p. (In Russ.) EDN ZJMANV.
12. Ageev E.V., Sevostyanov A.L., Rodionov Yu.V. Problems and prospects of development of technical operation of cars. Penza: Penz. gos. un-t arkhitektury i stroitel'stva; 2014. 200 p. (In Russ.) EDN VTGFUD.

13. Ageev E.V., Kudryavtsev A.L., Sevostyanov A.L. Algorithm for diagnosing the cylindrical piston group using a technical endoscope. *Mir transporta i tekhnologicheskikh mashin = World of transport and technological machines*. 2012;(1):116-122. (In Russ.) EDN PUNLJB.
14. Ageev E.V., Kudryavtsev A.L., Sevostyanov A.L. Improving the quality of diagnostics of car engines. *Mir transporta i tekhnologicheskikh mashin = The world of transport and technological machines*. 2011;(3):24-27. (In Russ.) EDN NKYRAJ.
15. Latypov R.A., Bulychev V.V., Burak P.I., Ageev E.V. Electrical contact welding. Theory and practice. Kursk: Universitetskaya kniga; 2016. 371 p. (In Russ.) EDN WGAMTF.
16. Ageeva E.V., Zubarev M.V. Installation for obtaining powder materials suitable for technological processes of restoration and hardening of parts. *Trudy GOSNITI = Proceedings of GOSNITI*. 2017;129:169-173. (In Russ.) EDN ZTMFCB.

Информация об авторах / Information about the Authors

Горленко Александр Олегович, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Производство и сервис в транспортном машиностроении», Брянский государственный технический университет, г. Брянск, Российская Федерация,
e-mail: bugi12@bk.ru,
ORCID: 0000-0003-0807-9537

Alexander O. Gorlenko, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, Professor of the Department of "Production and Service in Transport Engineering", Bryansk State Technical University, Bryansk, Russian Federation,
e-mail: bugi12@bk.ru,
ORCID: 0000-0003-0807-9537

Агеева Екатерина Владимировна, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры технологии материалов и транспорта, Юго-Западный государственный университет, г. Курск, Российская Федерация,
e-mail: ageeva-ev@yandex.ru,
ORCID: 0000-0001-8457-6565,
SPIN-код: 2561-0708

Ekaterina V. Ageeva, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, Professor of the Department of Materials Technology and Transport, Southwest State University, Kursk, Russian Federation,
e-mail: ageeva-ev@yandex.ru,
ORCID: 0000-0001-8457-6565,
SPIN-код: 2561-0708

Табольская Наталья Владимировна, студент, Юго-Западный государственный университет, г. Курск, Российская Федерация,
e-mail: N.tabolskaya@mail.ru

Natalia V. Tabolskaya, Student, Southwest State University, Kursk, Russian Federation,
e-mail: N.tabolskaya@mail.ru

Гладских Иван Романович, студент, Юго-Западный государственный университет, г. Курск, Российская Федерация,
e-mail: gladikivan88@gmail.com

Ivan R. Gladskikh, Student, Southwest State University, Kursk, Russian Federation,
e-mail: gladikivan88@gmail.com

Мищенко Виталий Викторович, студент, Юго-Западный государственный университет, г. Курск, Российская Федерация,
e-mail: vvitz0851@gmail.com

Vitaly V. Mishchenko, Student, Southwest State University, Kursk, Russian Federation,
e-mail: vvitz0851@gmail.com

Оригинальная статья / Original article

УДК 621

<https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-4-21-29>

Оптимизация технологии сплавления твердосплавных электроэрозионных порошковых материалов

Е.В. Агеев^{1✉}, Б.Н. Сабельников¹

¹ Юго-Западный государственный университет
ул. 50 лет Октября, д. 94, г. Курск 305040, Российская Федерация

✉ e-mail: ageeva-ev@yandex.ru

Резюме

Цель. Оптимизация технологии спекания шихты, полученной методом электроэрозионного диспергирования отходов безвольфрамовых твердых сплавов в углеродсодержащей рабочей среде.

Методы. В качестве исходного материала для исследований были выбраны отходы безвольфрамового твердого сплава. Процесс диспергирования проводили в углеродсодержащей рабочей жидкости – метаноле. Для осуществления электроэрозионного диспергирования использовалась установка, конструкция которой защищена патентом Российской Федерации №2449859.

Электроэрозионные частицы были консолидированы с использованием установки для искрового плазменного спекания Spark Plasma Sintering system Model 25-10 (SPS 25-10), произведенной компанией Thermal Technology.

Подбор режимов консолидации (температуры, давления и времени выдержки) для нового сплава осуществляли по критерию достижения максимальной микротвердости спеченных образцов с применением метода полного факторного эксперимента типа 2³.

Результаты. Проведенные измерения показали, что микротвердость образцов, спеченных методом SPS из порошка, диспергированного в среде метилового спирта, в среднем равна 1415 HV.

Заключение. Методом полного факторного эксперимента типа 2³ проведена оптимизация параметров процесса синтеза безвольфрамового твердого сплава методом искрового плазменного спекания по критерию микротвердости готовых образцов. Варьируемыми факторами выступали ключевые параметры работы установки SPS: температура, давление и время выдержки. Оптимизация проводилась для материала, полученного путем электроэрозионного диспергирования отходов БВТС в углеродсодержащей среде (метаноле).

По результатам серии экспериментов определены оптимальные режимы спекания, обеспечивающие достижение максимальных значений микротвердости. Максимальная микротвердость композита с электроэрозионными частицами, полученными в среде метанола, достигла 1427 HV, что на 17% выше, чем у базового промышленного сплава. Этот максимум был зафиксирован после спекания при 1200°C под давлением 40 МПа с 5-минутной выдержкой.

Ключевые слова: безвольфрамовые твердые сплавы; электроэрозионное диспергирование; шихта; дисперсность; оптимизация; полный факторный эксперимент.

Финансирование: Работа выполнена в рамках реализации программы развития ФГБОУ ВО «Юго-Западный государственный университет» проекта «Приоритет 2030».

Конфликт интересов: Авторы декларируют отсутствие явных и потенциальных конфликтов интересов, связанных с публикацией настоящей статьи.

Для цитирования: Агеев Е.В., Сабельников Б.Н. Оптимизация технологии сплавления твердосплавных электроэрозионных порошковых материалов / // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. 2025. Т. 15, № 4. С. 21–29. <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-4-21-29>.

Поступила в редакцию 08.10.2025

Подписана в печать 26.11.2025

Опубликована 25.12.2025

© Агеев Е.В., Сабельников Б.Н., 2025

Optimization of the technology for fusing hard-alloy electro-erosion powder materials

Evgeny V. Ageev¹✉, Boris N. Sabelnikov¹

¹ Southwest State University
50 let Oktyabrya Str. 94, Kursk 305040, Russian Federation

✉ e-mail: ageeva-ev@yandex.ru

Abstract

Purpose. Optimization the sintering process of an electroerosion charge obtained by the method of electroerosion dispersion of tungsten-free hard alloy waste in a carbon-containing working fluid.

Methods. Tungsten-free carbide waste was selected as the starting material for the study. The dispersion process was carried out in a carbon-containing working fluid—methanol. A setup whose design is protected by Russian Federation Patent No. 2449859 was used for electrical discharge dispersion.

The electro-erosion particles were consolidated using the Spark Plasma Sintering system Model 25-10 (SPS 25-10) manufactured by Thermal Technology.

The consolidation modes (temperature, pressure, and exposure time) for the new alloy were selected based on the criterion of achieving the maximum microhardness of the sintered samples using the 2³ full factorial experiment method.

Results. The measurements carried out showed that the microhardness of samples sintered by the SPS method from powder dispersed in a methyl alcohol medium is on average 1415 HV.

Conclusion. The determination of optimal parameters of the process of obtaining tungsten-free hard alloy by spark plasma sintering of particles according to the microhardness of sintered samples by conducting a full factor experiment of type 2³ has been carried out. The following parameters of the spark plasma sintering unit have been selected as factors: temperature, pressure and holding time. Optimal parameters of the unit operation have been determined for the electroerosion material previously obtained from TFHA waste in carbon-containing medium - distilled water.

Based on the results of a series of experiments, the optimal sintering conditions were determined to achieve the maximum microhardness values. The maximum microhardness of the composite with electro-eroded particles obtained in a methanol environment reached 1427 HV, which is 17% higher than that of the base industrial alloy. This maximum was achieved after sintering at 1200 °C under a pressure of 40 MPa with a 5-minute exposure.

Keywords: tungsten-free hard alloys; electrical discharge dispersion; charge; dispersion; optimization; full factorial experiment.

Funding: The work was carried out as part of the implementation of the development program of the Southwest State University under the "Priority 2030" project.

Conflict of interest: The Authors declare the absence of obvious and potential conflicts of interest related to the publication of this article.

For citation: Ageev E.V., Sabelnikov B.N. Optimization of the technology for fusing hard-alloy electro-erosion powder materials. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Tekhnika i tekhnologii = Proceedings of the Southwest State University. Series: Engineering and Technologies*. 2025;15(4):21-29. (In Russ.) <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-4-21-29>.

Received 08.10.2025

Accepted 26.11.2025

Published 25.12.2025

Введение

В современных промышленных условиях спеченные твердые сплавы находят широкое применение, в том числе при изготовлении строительной техники и оборудования. Одной из значимых проблем является сокращение расхода дорогостоящего и дефицитного вольфрама. В каче-

стве решения данной задачи разработаны безвольфрамовые твердые сплавы, основу которых составляют карбиды и карбидонитриды переходных металлов, в первую очередь титана [1–3].

Актуальность переработки и повторного использования (рециклинга) таких сплавов обусловлена присутствием в их

составе ценных и дорогостоящих элементов, таких как титан, никель и молибден. Одним из наиболее перспективных методов измельчения электропроводных материалов, не нашедших пока широкого промышленного применения, является метод электроэрозионного диспергирования (ЭЭД), который позволяет эффективно обрабатывать материалы независимо от их твердости, прочности и иных физико-механических характеристик [4–6].

Для достижения высоких показателей физико-механических свойств спеченных изделий, производимых из электроэрозионной шихты (частиц, полученных методом ЭЭД) безвольфрамовых твердых сплавов, необходима оптимизация режимных параметров процесса сплавления. В данной работе для решения этой задачи применяется метод планирования полного факторного эксперимента [7–8].

Целью исследования является оптимизация технологии спекания шихты, по-

лученной методом электроэрозионного диспергирования отходов безвольфрамовых твердых сплавов (БВТС) в углеродсодержащей рабочей среде.

Материалы и методы

В качестве исходного материала для исследований были выбраны отходы безвольфрамового твердого сплава. Процесс диспергирования проводили в углеродсодержащей рабочей жидкости – метаноле. Для осуществления электроэрозионного диспергирования использовалась установка, конструкция которой защищена патентом Российской Федерации № 2449859 [9; 10].

Консолидация полученных электроэрозионных частиц осуществлялась на оборудовании для искрового плазменного сплавления Spark Plasma Sintering system Model 25-10 (SPS 25-10) производства Thermal Technology [11–14] (рис. 1).



Рис. 1. Установка для искрового плазменного сплавления Spark Plasma Sintering system Model 25-10 (SPS 25-10)

Fig. 1. Thermal Technology Spark Plasma Sintering system Model 25-10 (SPS 25-10)

Оптимизация параметров консолидации нового сплава (температура, давление, время выдержки) проводилась по критерию микротвердости спеченных образцов с применением методики полного факторного эксперимента типа 2^3 [15].

Для анализа влияния указанных факторов и построения математической модели процесса синтеза безвольфрамового твердого сплава методом искрового плазменного сплавления использовалась полиномиальная модель первого порядка

$$\hat{y} = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_{12}X_1X_2 + b_{13}X_1X_3 + b_{23}X_2X_3 + b_{123}X_1X_2X_3, \quad (1)$$

где X_1, X_2, X_3 – кодированные значения факторов: температуры (T , °C), давления (P , МПа) и времени выдержки (t , мин) соответственно, а \hat{y} – выходная переменная (микротвердость) [16; 17].

В работе были определены основные и варьируемые уровни факторов (табл. 1) и построена соответствующая матрица планирования эксперимента (рис. 2).

Таблица 1. Уровни и интервалы варьирования

Table 1. Levels and intervals of variation

Уровень варьируемых факторов Level of variable factors	Обозначение кодовое Code designation	T , °C	P , МПа	t , мин
		X_1	X_2	X_3
Основной уровень / Main level	0	625	30	6
Интервал варьирования / Variation interval	Δx_i	400	10	4
Верхний уровень / Top level	+1	1050	40	10
Нижний уровень / Lower level	-1	200	20	2

№	X_0	X_1	X_2	X_3	X_1X_2	X_1X_3	X_2X_3	$X_1X_2X_3$	y_1	y_2	y_3	\bar{y}_i	S_i^2
1	+	–	–	–	+	+	+	–	665	665	668	666	3
2	+	+	–	–	–	–	+	+	1094	1094	1096	1094,67	1,33335
3	+	–	+	–	–	+	–	+	775	773	775	774,33	1,33335
4	+	+	+	–	+	–	–	–	1200	1202	1203	1201,67	2,33335
5	+	–	–	+	+	–	–	+	881	880	883	881,33	2,33335
6	+	+	–	+	–	+	–	–	1307	1309	1309	1308,33	1,33335
7	+	–	+	+	–	–	+	–	987	989	986	987,33	2,33335
8	+	+	+	+	+	+	+	+	1413	1415	1416	1414,67	2,33335

Рис. 1. Матрица планирования эксперимента

Fig. 1. Experiment planning matrix

На основе проведенных расчетов было получено уравнение регрессии, моделирующее полный факторный экспе-

римент для спекания полученной шихты [18].

$$\hat{y} = 1041,04 + 213,79X_1 + 53,46X_2 + 106,87X_3 - 0,12X_1X_2 - 0,21X_1X_3 - 0,37X_2X_3 + 0,21X_1X_2X_3. \quad (2)$$

Статистический анализ значимости коэффициентов регрессии показал, что коэффициенты при парных и тройных взаимодействиях (b_{12} , b_{13} , b_{23} , b_{123}) являются статистически незначимыми. После их исключения уравнение регрессии было упрощено до вида

$$\hat{y} = 1041,04 + 213,79X_1 + 53,46X_2 + 106,87X_3. \quad (3)$$

Полученные модели были использованы для проведения процедуры крутого восхождения по поверхности отклика. Для сплавления шихты исходной точкой восхождения был выбран основной уровень факторов: $X_1 = 625^\circ\text{C}$, $X_2 = 30$ МПа, $X_3 = 6$ мин. Расчет шагов и результаты экспериментов крутого восхождения представлены в таблице 2.

Таблица 2. Результаты крутого восхождения

Table 2. Calculation of steep ascent

Наименование Name	X_1 (T , $^\circ\text{C}$)	X_2 (P , МПа)	X_3 (t , мин)	Y HV
Основной уровень Main level	1050	30	4	—
Коэффициент b_i Coefficient b_i	213,79	53,46	106,87	—
Интервал варьирования ξ_i Variation interval ξ_i	150	10	1	—
$b_i \cdot \xi_i$	32068,5	534,6	106,87	—
Шаг Δ_i Step Δ_i	320,685	5,36	1,0687	—
Округленный шаг Rounded step	321	5	1	—
Реализованный опыт 1 Implemented experiment 1	1200	35	5	1388,43
Реализованный опыт 2 Implemented experiment 2 (max)	1200	40	5	1415,16

В результате серии экспериментов были определены экстремальные значения параметра оптимизации – микротвердости (Y). Для образцов, полученных из частиц, диспергированных в спирте метиловом, максимальное значение микротвердости составило 1415,16 HV при следующих режимах спекания: температура $T = 1200^\circ\text{C}$, давление $P = 40$ МПа, время выдержки $t = 5$ мин.

Измерение микротвердости спеченных образцов проводилось на автоматической системе анализа DM-8 методом Вик-

керса в соответствии с ГОСТ 9450-76. Нагрузка на индентор составляла 50 г, время выдержки под нагрузкой 15 с. Для каждого образца было выполнено по десять измерений в произвольно выбранных точках.

Результаты и их обсуждение

Результаты измерений микротвердости полученных образцов нового безвольфрамового твердого сплава представлены в таблице 3.

Таблица 3. Микротвердость образцов по Виккерсу**Table 3.** Vickers microhardness

Номер эксперимента Experiment No.	Микротвердость по Виккерсу Vickers microhardness
1	1318
2	1505
3	1412
4	1187
5	1474
6	1371
7	1537
8	1443
9	1599
10	1303
Среднее значение (в единицах) HV Average value (units) HV	1415

Экспериментально установлено, что среднее значение микротвердости образцов, полученных методом искрового плазменного сплавления из электроэрозионных частиц, диспергированных в дистиллированной воде, составляет 1415 HV.

Выводы

1. Методом полного факторного эксперимента типа 2^3 проведена оптимизация параметров процесса синтеза безвольфрамового твердого сплава методом искрового плазменного сплавления по критерию микротвердости готовых образцов. Варьируемыми факторами выступали ключевые параметры работы установки SPS: температура, давление и время вы-

держки. Оптимизация проводилась для материала, полученного путем электроэрозионного диспергирования отходов БВТС в углеродсодержащей среде (спирте метиловом).

2. По результатам серии экспериментов определены оптимальные режимы спекания, обеспечивающие достижение максимальных значений микротвердости. Максимальная микротвердость композита с электроэрозионными частицами, полученными в среде метанола, достигла 1427 HV, что на 17% выше, чем у базового промышленного сплава. Этот максимум был зафиксирован после спекания при 1200°C под давлением 40 МПа с 5-минутной выдержкой.

Список литературы

1. Панов В.С. Безвольфрамовые твердые сплавы: аналитический обзор // *Материаловедение*. 2019. № 10. С. 33–39.
2. Панов В.С., Ниткин Н.М. Безвольфрамовые твердые сплавы // *Нанотехнологии: наука и производство*. 2017. № 3. С. 65–70.
3. Патрушев А.Ю., Фарафонов Д.П., Серов М.М. Безвольфрамовые твердые сплавы: методы получения, структура и свойства (обзор) // *Труды ВИАМ*. 2021. № 11 (105). С. 66–81.
4. Наумова О.Г., Сопин К.В., Янющкин А.С. Пути развития и проблемы создания безвольфрамовых твердых сплавов // *Труды Братского государственного университета. Серия: Естественные и инженерные науки – развитию регионов*. 2005. Т. 2. С. 209–212.

5. Valentov A.V., Konovodov V.V., Agafonova E.V. Forecasting residual and operating stress in soldering cutting tools with tungsten-free hard alloy inserts // *Applied Mechanics and Materials*. 2013. Vol. 379. P. 28–31.
6. Акимов В.В. Исследование микротвердости безвольфрамовых твердых сплавов на основе карбида титана // *Вестник Иркутского государственного технического университета*. 2005. № 3–1 (23). С. 121–124.
7. Верещака А.А., Хожаев О. Повышение эксплуатационных характеристик инструмента из безвольфрамовых твердых сплавов с помощью наноструктурированных многослойно-композиционных покрытий // *Вестник Брянского государственного технического университета*. 2014. № 3 (43). С. 20–25.
8. Акимов В.В., Мишуров А.Ф., Акимова Е.В. Жаростойкость безвольфрамовых твердых сплавов TiC-TiNi в зависимости от объемного состава композиции при нагреве до высоких температур // *Известия высших учебных заведений. Черная металлургия*. 2016. Т. 59, № 10. С. 688–691.
9. Ageev, E.V., Ageeva A.E. Composition, structure and properties of hard-alloy powders obtained by electrodispersion of T5K10 alloy in water // *Metallurgist*. 2022. Vol. 66, no. 1-2. P. 146–154.
10. Ageev E.V., Ageeva E.V., Korolev M.S. Study of the surface state of powders produced under conditions of the electroerosive metallurgy of T5K10 hard-alloy waste // *Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*. 2022. Vol. 16, no. 6. P. 1333–1336.
11. Бурков П.В. Спекание порошков TiC-TiNi пропусканием электрического тока // *Тяжелое машиностроение*. 2008. № 12. С. 21–23.
12. Бурков П.В., Голофинова А.В., Буркова С.П. Исследование структурной наследственности при спекании порошков TiC-TiNi пропусканием электрического тока // *Фундаментальные проблемы современного материаловедения*. 2006. Т. 3, № 4. С. 94–97.
13. Бурков П.В. Спекание порошков TiC-TiNi пропусканием электрического тока // *Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты)*. 2005. № 3 (28). С. 11–13.
14. Изменение микротвердости безвольфрамовых твердых сплавов при их облучении газометаллическим пучком ионов аргона и циркония / В.В. Акимов, А.Ф. Мишуров, Д.А. Негров, Я.А. Сидорова, В.Ю. Путинцев // *Вестник Южно-Уральского государственного университета. Серия: Металлургия*. 2019. Т. 19, № 4. С. 19–26.
15. Агеева Е.В., Агеева А.Е., Андреева Л.П. Аттестация порошковых материалов, полученных электродиспергированием безвольфрамового твердого сплава ТН20 в спирте // *Электрометаллургия*. 2024. № 6. С. 33–40.
16. Математическая оптимизация среднего размера частиц порошков, полученных электроэрозионным диспергированием жаропрочного никелевого сплава ЖС6У / Е.В. Агеев, Е.В. Агеева, А.Е. Гвоздев, Е.А. Протопопов, В.О. Поданов // *Чебышевский сборник*. 2022. Т. 23, № 3. С. 178–193. <https://doi.org/10.22405/2226-8383-2022-23-3-178-193>.
17. Численная оптимизация процесса получения шихты электродиспергированием отходов сплава Т5К10 / Е.В. Агеев, Е.В. Агеева, А.Е. Гвоздев, А.А. Калинин // *Чебышевский сборник*. 2022. Т. 23, № 1. С. 183–195. <https://doi.org/10.22405/2226-8383-2022-23-1-183-196>.
18. Агеев Е.В., Агеева А.Е. Состав, структура и свойства твердосплавных порошков, полученных электродиспергированием сплава Т5К10 в воде // *Металлург*. 2022. № 2. С. 39–43.
19. Агеев Е.В., Поданов В.О., Агеева А.Е. Оптимизация процесса изготовления жаропрочного никелевого сплава путем искрового плазменного спекания порошков, полученных электроэрозионным диспергированием отходов ЖС6У в воде // *Упрочняющие технологии и покрытия*. 2023. № 4. С. 170–174.
20. Оптимизация процесса получения порошковых материалов для производства твердосплавного режущего инструмента электродиспергированием металлоотходов сплава ТН20 в воде / Е.В. Агеева, Н.М. Хорьякова, Б.Н. Сабельников, А.Е. Агеева // *Известия Юго-Западного*

государственного университета. 2024. Т. 28, № 1. С. 27-43. <https://doi.org/10.21869/2223-1560-2024-28-1-27-43>. EDN MCAXVN.

References

1. Panov V.S. Tungsten-free hard alloys: an analytical review. *Materialovedenie = Materials Science*. 2019;(10):33-39. (In Russ.)
2. Panov V.S., Nitkin N.M. Tungsten-free hard alloys. *Nanotekhnologii: nauka i proizvodstvo = Nanotechnology: science and production*. 2017;(3):65-70. (In Russ.)
3. Patrushev A.Yu., Farafonov D.P., Serov M.M. Tungsten-free hard alloys: methods of obtaining, structure and properties (review). *Trudy VIAM = Proceedings of VIAM*. 2021;(11):66-81. (In Russ.)
4. Naumova O.G., Sopin K.V., Yanushkin A.S. Ways of development and problems of creating tungsten-free hard alloys. *Trudy Bratskogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Estestvennye i inzhenernye nauki – razvitiyu regionov = Proceedings of the Bratsk State University. Series: Natural Sciences and Engineering for the development of regions*. 2005;(2):209-212. (In Russ.)
5. Valentov A.V., Konovodov V.V., Agafonova E.V. Forecasting residual and operating stress in soldering cutting tools with tungsten-free hard alloy inserts. *Applied Mechanics and Materials*. 2013. Vol. 379. P. 28-31.
6. Akimov V.V. Investigation of microhardness of tungsten-free hard alloys based on Titanium carbide. *Vestnik Irkutskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta = Bulletin of Irkutsk State Technical University*. 2005;(3-1):121-124. (In Russ.)
7. Vereshchaka A. A., Khozhaev O. Improving the performance characteristics of tools made of tungsten-free hard alloys using nanostructured multilayer composite coatings. *Vestnik Bryanskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta = Bulletin of the Bryansk State Technical University*. 2014;(3):20-25. (In Russ.)
8. Akimov V.V., Mishurov A.F., Akimova E.V. Heat resistance of tungsten-free hard TiC-TiNi alloys depending on the volume composition of the composition when heated to high temperatures. *Izvestiya vuzov. Chernaya metallurgiya = Izvestiya. Ferrous metallurgy*. 2016; 59(10):688-691. (In Russ.)
9. Ageev E.V., Ageeva A.E. Composition, structure and properties of hard-alloy powders obtained by electrodispersion of T5K10 alloy in water. *Metallurgist*. 2022;66(1-2):146-154.
10. Ageev E.V., Ageeva E.V., Korolev M.S. Study of the surface state of powders produced under conditions of the electroerosive metallurgy of T5K10 hard-alloy waste. *Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*. 2022;16(6):1333-1336.
11. Burkov P.V. Sintering of TiC-TiNi powders by passing an electric current. *Tyazheloe mashinostroenie = Heavy engineering*. 2008;(12):21-23. (In Russ.)
12. Burkov P.V., Golofinova A.V., Burkova S.P. Investigation of structural heredity during sintering of TiC-TiNi powders by passing an electric current. *Fundamental'nye problemy sovremenogo materialovedeniya = Fundamental problems of modern materials science*. 2006;3(4):94-97. (In Russ.)
13. Burkov P.V. Sintering of TiC-TiNi powders by passing electric current. *Obrabotka metallov (tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty) = Metalworking (technology, equipment, tools)*. 2005;(3):11-13. (In Russ.)
14. Akimov V.V., Mishurov A.F., Negrov D.A., Sidorova Ya.A., Putintsev V.Yu. Change in microhardness of tungsten-free hard alloys when they are irradiated with a gas-metallic beam of argon and zirconium ions. *Vestnik Yuzhno-Ural'skogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Metallurgiya = Bulletin of the South Ural State University. Series: Metallurgy*. 2019;19(4):19-26. (In Russ.)

15. Ageeva E.V., Ageeva A.E., Andreeva L.P. Certification of powder materials obtained by electrodispersion of tungsten-free hard alloy TN20 in alcohol. *Elektrometallurgiya = Electrometallurgy*. 2024;(6):33-40. (In Russ.)
16. Ageev Ye.V., Ageeva E.V., Gvozdev A.E., Protopopov Ye.A., Podanov V.O. Mathematical optimization of the average particle size of powders obtained by electroerosive dispersion of heat-resistant nickel alloy ZHS6U. *Chebyshevskii sbornik = Chebyshevsky collection*. 2022;23(3):178-193. (In Russ.) <https://doi.org/10.22405/2226-8383-2022-23-3-178-193>.
17. Ageev Ye.V., Ageeva E.V., Gvozdev A.E., Kalinin A.A. Numerical optimization of the charge production process by electrodispersion of T5K10 alloy waste. *Chebyshevskii sbornik = Chebyshevsky collection*. 2022;23(1):183-196. (In Russ.) <https://doi.org/10.22405/2226-8383-2022-23-1-183-196>.
18. Ageev E.V., Ageeva A.E. Composition, structure and properties of carbide powders obtained by electrodispersing T5K10 alloy in water. *Metallurg = Metallurg*. 2022;(2):39-43. (In Russ.)
19. Ageev E.V., Podanov V.O., Ageeva A.E. Optimization of the manufacturing process of heat-resistant nickel alloy by spark plasma sintering of powders, obtained by electroerosion dispersion of ZHS6U waste in water. *Uprochnyayushchie tekhnologii i pokrytiya = Hardening technologies and coatings*. 2023;(4):170-174. (In Russ.)
20. Ageeva E.V., Khoryakova N.M., Sabelnikov B.N., Ageeva A.E. Optimization of the process of obtaining powder materials for the production of carbide cutting tools by electrodispersing metal waste from TN20 alloy in water. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta = Proceedings of Southwest State University*. 2024;28(1):27-43. (In Russ.) <https://doi.org/10.21869/2223-1560-2024-28-1-27-43>. EDN MCAXVN.

Информация об авторах / Information about the Authors

Агеев Евгений Викторович, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры технологии материалов и транспорта, Юго-Западный государственный университет, г. Курск, Российская Федерация, e-mail: ageev_ev@mail.ru, ORCID: 0000-0002-3862-8624, SPIN-код: 7007-6649

Evgeny V. Ageev, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, Professor of the Department of Materials Technology and Transport, Southwest State University, Kursk, Russian Federation, e-mail: ageev_ev@mail.ru, ORCID: 0000-0002-3862-8624, SPIN-код: 7007-6649

Сабельников Борис Николаевич, кандидат технических наук, доцент кафедры промышленного и гражданского строительства, Юго-Западный государственный университет, г. Курск, Российская Федерация, e-mail: sabelnikovborisl@mail.ru, ORCID: 0000-0001-8819-699X

Boris N. Sabelnikov, Candidate of Sciences (Engineering), Associate Professor of the Department Industrial and Civil Engineering, Southwest State University, Kursk, Russian Federation, e-mail: sabelnikovborisl@mail.ru, ORCID: 0000-0001-8819-699X

Оригинальная статья / Original article

УДК 669.1

<https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-4-30-42>

Сравнительный анализ химического состава металлоотходов из быстрорежущей стали и электроэрозионного порошка

Е.В. Агеев¹, М.Ю. Степанов¹✉, И.Р. Гладских¹, В.В. Мищенко¹,
Н.В. Табольская¹

¹ Юго-Западный государственный университет
ул. 50 лет Октября, д. 94, г. Курск 305040, Российская Федерация

✉ e-mail: hard-bass2016@yandex.ru

Резюме

Цель. Данная работа ориентирована на сопоставительный анализ химической структуры двух типов материалов: металлических отходов, образующихся при использовании сверлильного инструмента, и порошкообразного продукта, полученного в результате электроэрозионного разрушения и диспергирования указанных отходов.

Методы. В рамках экспериментальной части исследования в качестве объекта анализа были использованы металлические отходы, образованные при интенсивном износе сверлильного инструмента без установленной маркировки. Количественное содержание химических элементов и их долевое распределение в материале определялось с применением портативного рентгенофлуоресцентного анализатора Niton Goldd производства США. Процедура измерений основывалась на облучении образца рентгеновским пучком с последующей регистрацией спектрального отклика и интерпретацией параметров индуцированного флуоресцентного излучения.

При облучении материала рентгеновскими квантами в его атомной структуре возбуждались электромагнитные колебания, в результате чего возникало вторичное излучение. Спектр этого излучения содержал набор характерных пиков, индивидуальных для атомов каждого химического элемента. Идентификация элементного состава осуществлялась по положению этих спектральных линий, тогда как массовую долю компонентов определяли на основе их интенсивности.

Результаты. Использование портативного спектрометра Niton Goldd позволило установить, что металлоотходы из свёрл принадлежат к сплаву марки Р6М5К5. Полученные результаты дали возможность однозначно идентифицировать исследуемые отходы, предназначенные для последующей переработки с применением электроэрозионного метода, в результате которого формируются порошкообразные частицы преимущественно сферической формы. Полученные материалы обладают высоким прикладным потенциалом и могут эффективно использоваться в технологиях аддитивного изготовления изделий.

Сопоставительное исследование удельного содержания химических компонентов в металлоотходах из свёрл и полученном электроэрозионном порошке выявил небольшие изменения: увеличение содержания железа, кобальта, никеля и олова), а также произошло снижение концентрации вольфрама, молибдена, хрома и ванадия.

Заключение. Переработка металлоотходов, включая отходы из быстрорежущих сталей, имеет важное значение для рационального использования ресурсов, снижения зависимости от импорта, укрепления технологического суверенитета Российской Федерации.

Ключевые слова: металлоотходы; сверла; рентгенофлуоресцентный анализ; элементный анализ.

Конфликт интересов: Авторы декларируют отсутствие явных и потенциальных конфликтов интересов, связанных с публикацией настоящей статьи.

Для цитирования: Сравнительный анализ химического состава металлоотходов из сверл и электроэрозионного порошка / Е.В. Агеев, М.Ю. Степанов, И.Р. Гладских, В.В. Мищенко, Н.В. Таболевская // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. 2025. Т. 15, № 4. С. 30–42. <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-4-30-42>.

Поступила в редакцию 10.11.2025

Подписана в печать 01.12.2025

Опубликована 25.12.2025

Comparative analysis of the chemical composition of metal waste from drills and electro-erosion powder

Evgeny V. Ageev¹, Mikhail Y. Stepanov¹✉, Ivan R. Gladskikh¹,
Vitaly V. Mishchenko¹, Natalia V. Tabolskaya¹

¹ Southwest State University
50 let Oktyabrya Str. 94, Kursk 305040, Russian Federation

✉ e-mail: hard-bass2016@yandex.ru

Abstract

Purpose. This work is focused on a comparative analysis of the chemical structure of two types of materials: metal waste generated when using drilling tools, and a powdered product obtained as a result of electroerosion destruction and dispersion of these wastes.

Methods. As part of the experimental part of the study, metal waste generated during intensive wear of drilling tools without an established marking was used as an object of analysis. The quantitative content of chemical elements and their fractional distribution in the material were determined using a portable Niton Gold X-ray fluorescence analyzer manufactured in the USA. The measurement procedure was based on irradiating the sample with an X-ray beam, followed by recording the spectral response and interpreting the parameters of the induced fluorescent radiation. When the material was irradiated with X-ray quanta, electromagnetic vibrations were excited in its atomic structure, resulting in secondary radiation. The spectrum of this radiation contained a set of characteristic peaks, individual for the atoms of each chemical element. The elemental composition was identified by the position of these spectral lines, while the mass fraction of the components was determined based on their intensity.

Results. The use of a portable Niton Gold spectrometer made it possible to establish that the metal waste from the drills belongs to the alloy grade P6M5K5. The results obtained made it possible to uniquely identify the waste under study, intended for subsequent processing using the electroerosion method, which results in the formation of powdery particles of a predominantly spherical shape. The obtained materials have high application potential and can be effectively used in additive manufacturing technologies.

A comparative study of the specific content of chemical components in metal waste from drills and the resulting electroerosion powder revealed small changes: an increase in the content of Iron, Cobalt, Nickel and Tin, as well as a decrease in the concentration of Tungsten, Molybdenum, Chromium and Vanadium.

Conclusion. Recycling of metal waste, including waste from high-speed steels, is important for: rational use of resources, reducing dependence on imports, and strengthening the technological sovereignty of the Russian Federation.

Keywords: metal waste; drills; X-ray fluorescence analysis; elemental analysis.

Conflict of interest: The Authors declare the absence of obvious and potential conflicts of interest related to the publication of this article.

For citation: Ageev E.V., Stepanov M.Y., Gladskikh I.R., Mishchenko V.V., Tabolskaya N.V. Comparative analysis of the chemical composition of metal waste from drills and electro-erosion powder. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Tekhnika i tekhnologii* = *Proceedings of the Southwest State University. Series: Engineering and Technologies*. 2025;15(4):30-42. (In Russ.) <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-4-30-42>.

Received 10.11.2025

Accepted 01.12.2025

Published 25.12.2025

Введение

В сфере аддитивного производства остро стоит задача организации отечественного выпуска сферических порошков специального класса в малых партиях и с заданной зернистостью [1]. Особое значение имеет изготовление быстрорежущих сплавов методами аддитивных технологий [2], поскольку такие сплавы востребованы во многих отраслях промышленности.

Ценные эксплуатационные характеристики быстрорежущих сплавов обеспечиваются введением легирующих элементов – вольфрама, молибдена и кобальта [3]. В условиях импортных ограничений рециклинг металлоотходов [4], содержащих эти металлы, становится ключевым фактором ресурсосбережения и достижения технологической независимости [5].

Развитие аддитивных технологий в производстве быстрорежущих сплавов способствует укреплению промышленности и экономической устойчивости. Внедрение передовых решений и повышение качества продукции расширяют возможности выхода на международные рынки [6], а подготовка квалифицированных специалистов обеспечивает эффективное решение производственных задач [7].

Одним из наиболее перспективных направлений утилизации металлических отходов является применение электроэрозионной технологии диспергирования (ЭЭД) [8]. Данный процесс в настоящее время успешно конкурирует с альтернативными методами получения металлических порошковых материалов, включая синтез нанодисперсных частиц [9], благодаря ряду существенных преимуществ: высокой экологической безопасности, а также получению частиц с высокой степенью дисперсности – от субмикронных размеров до наноструктурированных фракций.

Преобразование быстрорежущих сплавов в порошкообразное состояние с использованием электроэрозионного диспергирования представляет собой актуальную научно-практическую задачу [10]. Вместе с тем характеристики получаемого порошка главным образом зависят от состава и структуры исходного материала, а их влияние на процесс пока изучено недостаточно.

Основной задачей настоящего исследования является определение и оценка элементного состава металлических отходов, образующихся при эксплуатации сверлильного инструмента, до их переработки с использованием электроэрозионного диспергирования, с целью получения сферических порошковых материалов, пригодных для применения в технологиях аддитивного изготовления изделий.

Материалы и методы

Экспериментальные исследования элементного состава методом рентгенофлуоресцентной спектроскопии выполнялись на образцах металлических отходов, использованных в качестве исследуемого материала, представленных фрагментами свёрл из неизвестного по марке сплава. На рисунке 1 показаны данные фрагменты.

В настоящем исследовании для определения химического состава был использован метод рентгенофлуоресцентной спектроскопии, который выбран благодаря высокой оперативности проведения измерений и сохранности исследуемых образцов [11]. Принцип метода заключается в анализе спектрального распределения вторичного излучения, которое формируется в материале под действием рентгеновского облучения. Уникальные спектральные пики, присущие отдельным элементам, используются для определения качественного состава образца, тогда как величина их интенсивности служит осно-

вой для количественной оценки содержания компонентов [12]. Информация о реальном химическом составе сплава была получена с использованием портативного

рентгенофлуоресцентного анализатора Niton Goldd (производство США), внешний вид которого представлен на рисунке 2.



Рис. 1. Фрагменты металлоотходов из изношенных сверлильных инструментов

Fig. 1. Fragments of metal waste from worn-out drilling tools



Рис. 2. Переносной прибор для рентгенофлуоресцентного анализа Niton Goldd

Fig. 2. Portable X-ray fluorescence analysis device Niton Goldd

Niton Goldd – рентгенофлуоресцентный спектрометр экспертного класса, предназначенный для быстрого и точного определения элементного состава различных материалов в качественном и количественном выражении [13]. Ключевым достоинством прибора является неразруша-

ющий метод анализа на основе энергетической дисперсии, сохраняющий целостность образца [14]. Это свойство критически важно, когда необходимо сохранить первозданные характеристики исследуемого объекта.

Принципиальным преимуществом Niton Goldd выступает его безопасность для образцов. В отличие от химического анализа, который может приводить к изменению структуры материала, рентгенофлуоресцентный анализ обеспечивает сохранность исходных свойств [15].

Спектрометр Niton Goldd отличается высокой скоростью проведения анализа. Получение прецизионных данных занимает считанные секунды, что значительно ускоряет рабочий процесс и повышает производительность. Мобильность и возможность проведения анализа непосредственно на объекте позволяют оперативно принимать решения и сокращают сроки ожидания результатов. Эти факторы определяют эффективность прибора при работе с редкими или деликатными материалами, малейшее изменение которых может критически отразиться на их ценности [16].

Устройство оборудовано встроенной цифровой камерой, обеспечивающей визуализацию зоны анализа непосредственно на дисплее. Наличие режима коллимации Small Spot позволяет оперативно и с высокой точностью проводить идентификацию элементов в диапазоне от Mg до U на участке диаметром около 3 мм без применения дополнительной оптики. Прибор обладает высокой чувствительностью к лёгким элементам (Mg, Al, Si, P, S) и пригоден для исследования металлических сплавов, включая алюминиевые, а также геологических и почвенных образцов, полимерных материалов и других типов сред [17].

Результаты и их обсуждение

Результаты экспериментальных исследований, отражающие как качественную, так и количественную характеристику химического состава образцов анализируемых металлоотходов, приведены в таблице 1.

Таблица 1. Итоги аналитического изучения проб металлических отходов

Table 1. Results of the analytical study of metal waste samples

Химический элемент A chemical element	Процентное содержание, % Percentage content, %	Погрешность измерения, $\pm 2\sigma$ Measurement error, 2σ
Fe	72,0	1,8
W	8,1	1,5
Co	4,78	0,89
Mo	6,08	0,32
Cr	5,03	0,76
V	2,33	0,83
C	0,90	—
Cu	0,49	0,25
Mn	0,41	0,37
Ni	0,38	0,29
Si	0,35	—
Zr	0,306	0,045
Pb	0,177	0,093

Идентификация марки исследуемой стали проводилась на основе методиче-

ского алгоритма, схема которого приведена на рисунке 3.

Область поиска:

<input type="text"/>	<input type="text"/>	Ag	<input type="text"/>	<input type="text"/>	Al	<input type="text"/>	<input type="text"/>	As	<input type="text"/>	<input type="text"/>	B	<input type="text"/>	<input type="text"/>	Be
<input type="text"/>	<input type="text"/>	Bi	<input type="text"/>	<input type="text"/>	C	<input type="text"/>	<input type="text"/>	Ca	<input type="text"/>	<input type="text"/>	Cd	<input type="text"/>	<input type="text"/>	Ce
<input type="text"/>	<input type="text"/>	Cl	<input type="text" value="3"/>	<input type="text" value="8"/>	Co	<input type="text"/>	<input type="text"/>	Cr	<input type="text"/>	<input type="text"/>	Cu	<input type="text" value="60"/>	<input type="text" value="80"/>	Fe
<input type="text"/>	<input type="text"/>	H	<input type="text"/>	<input type="text"/>	La	<input type="text"/>	<input type="text"/>	Li	<input type="text"/>	<input type="text"/>	Mg	<input type="text"/>	<input type="text"/>	Mn
<input type="text" value="3"/>	<input type="text" value="7"/>	Mo	<input type="text"/>	<input type="text"/>	N	<input type="text"/>	<input type="text"/>	Na	<input type="text"/>	<input type="text"/>	Nb	<input type="text"/>	<input type="text"/>	Nd
<input type="text"/>	<input type="text"/>	Ni	<input type="text"/>	<input type="text"/>	O	<input type="text"/>	<input type="text"/>	P	<input type="text"/>	<input type="text"/>	Pb	<input type="text"/>	<input type="text"/>	S
<input type="text"/>	<input type="text"/>	Sb	<input type="text"/>	<input type="text"/>	Si	<input type="text"/>	<input type="text"/>	Sn	<input type="text"/>	<input type="text"/>	Ti	<input type="text" value="1"/>	<input type="text" value="3"/>	V
<input type="text" value="3"/>	<input type="text" value="8"/>	W	<input type="text"/>	<input type="text"/>	Y	<input type="text"/>	<input type="text"/>	Zn	<input type="text"/>	<input type="text"/>	Zr	<input type="text"/>	<input type="text"/>	P3M

Добавлены новые элементы

<input type="text"/>	<input type="text"/>	Au	<input type="text"/>	<input type="text"/>	Ba	<input type="text"/>	<input type="text"/>	F	<input type="text"/>	<input type="text"/>	Ga	<input type="text"/>	<input type="text"/>	Hg
<input type="text"/>	<input type="text"/>	In	<input type="text"/>	<input type="text"/>	Ir	<input type="text"/>	<input type="text"/>	Pd	<input type="text"/>	<input type="text"/>	Pt	<input type="text"/>	<input type="text"/>	Rh
<input type="text"/>	<input type="text"/>	Se	<input type="text"/>	<input type="text"/>	Ta	<input type="text"/>	<input type="text"/>	Te	<input type="text"/>	<input type="text"/>	Tl	<input type="text"/>	<input type="text"/>	Ru
<input type="text" value="Al+Mg"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text" value="Cu+P"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text" value="Ni+Co"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>

Выполнить поиск

Поиск.

Проведен поиск материалов, которые соответствуют ВСЕМ критериям ОДНОВРЕМЕННО:

Область поиска: все материалы.					
Хим. состав в % :	Fe 60-80	Mo 3-7	V 1-3	W 3-8	Co 3-8

Число найденных материалов = 1

Теперь найденные материалы можно не только просматривать по одному, но и сравнивать между собой.

Для сравнения отметьте 2 материала и нажмите кнопку:

Сталь инструментальная (1)	
<input type="checkbox"/>	P6M5K5

Характеристика материала P6M5K5

Марка :	P6M5K5
Классификация :	Сталь инструментальная быстрорежущая
Дополнение:	Сталь имеет повышенную склонность к обезуглероживанию, хорошую вязкость, повышенное сопротивление износу, хорошую шлифуемость
Применение:	для черногового и полунитового инструмента при обработке улучшенных легированных и нержавеющей сталей в условиях повышенного разогрева режущей кромки.
Зарубежные аналоги:	Известны

Химический состав в % материала P6M5K5
[ГОСТ 19265 - 73](#)

C	Si	Mn	Ni	S	P	Cr	Mo	W	V	Co	Cu
0.85 - 0.94	0.2 - 0.5	0.2 - 0.5	до 0.6	до 0.03	до 0.03	3.8 - 4.3	4.8 - 5.3	5.7 - 6.7	1.7 - 2.1	4.7 - 5.2	до 0.25

Рис. 3. Последовательная методика идентификации марки исследуемой стали на основе справочника сталей и сплавов

Fig. 3. A consistent method for identifying the grade of the steel under study based on the directory of steels and alloys.

В соответствии с ранее разработанным и представленным алгоритмом было установлено, что материал режущего инструмента относится к быстрорежущему сплаву марки Р6М5К5. В дальнейшем из металлоотходов указанного сплава осуществляли получение порошкового материала путём последовательной реализации ряда технологических операций.

На начальном этапе проводили комплексную предварительную подготовку металлических отходов, включающую их промывку, термическую сушку, операцию обезжиривания и контрольное взвешивание. Указанный этап технологического процесса представлен на рисунке 4.



Рис 4. Контрольное взвешивание металлоотходов

Fig. 4. Control weighing of metal waste

Реакторный объём заполняли технологической рабочей жидкостью, после чего установленные электроды присоеди-

няли к импульсному генератору. Процесс изготовления электродных элементов представлен на рисунке 5.



Рис. 5. Этап технологического изготовления электродных элементов

Fig. 5. The stage of technological manufacturing of electrode elements

На втором этапе, связанном с электроэрозионным диспергированием металлоотходов сплава Р6М5К5, осуществляли запуск экспериментальной установки, а также подбор и корректировку параметров и режимов работы, обеспечивающих устойчивое протекание процесса диспергирования.

Третий этап, проиллюстрированный на рисунке 6, включал операции по удалению жидкой фазы путём выпаривания, последующую сушку полученной массы, контрольное определение её массы, а также фасовку и герметичную упаковку. После этого порошкообразный продукт подвергался комплексу исследовательских испытаний.



Рис. 6. Операция концентрирования дисперсного материала путём выпаривания

Fig. 6. The operation of concentrating dispersed material by evaporation

Сравнительный анализ массовых долей химических элементов в исследуемом сплаве Р6М5К5 и в порошковом матери-

але, полученном из исходного сырья методом электроэрозионного диспергирования, приведён в таблице 2.

Таблица 2. Сравнительная характеристика массовых долей химических элементов в исходных металлоотходах и порошковом материале, полученном методом электроэрозионного диспергирования

Table 2. Comparative characteristics of the mass fractions of chemical elements in the initial metal waste and powder material obtained by electroerosion dispersion

Химический элемент A chemical element	Процентное содержание, % Percentage content, %	
	исследуемого сплава the alloy under study	электроэрозионного порошка electroerosive powder
Fe	72,0	74,62
W	8,1	7,15
Co	4,78	4,85
Mo	6,08	5,192
Cr	5,03	3,91

Окончание табл. 2.

End of Table 2.

Химический элемент A chemical element	Процентное содержание, % Percentage content, %	
	исследуемого сплава the alloy under study	электроэрозионного порошка electroerosive powder
V	2,33	1,85
C	0,9	0,9
Mn	0,41	0,38
Ni	0,38	0,39
Si	0,35	0,35
Cu	0,49	0,28
Zr	0,306	0,040
Pb	0,177	0,093

Результаты сравнительного анализа массовых долей химических элементов в металлоотходах сплава Р6М5К5 и порошковым материале, полученном методом электроэрозионного диспергирования, показали наличие незначительных расхождений. Установлено увеличение относительного содержания Fe, Co, Ni и Sn в порошке при одновременном снижении долей W, Mo, Cr и V. Вероятно, выявленные изменения обусловлены протеканием фазовых превращений [18], сопровождающихся формированием упорядоченных диссипативных наноструктур в веществе [19].

Полученные экспериментальные данные могут быть использованы при разработке и совершенствовании технологий упрочнения материалов, полученных с применением ресурсосберегающих подходов, с целью повышения уровня их эксплуатационных характеристик [20].

Выводы

1. При исследовании элементного состава металлоотходов из быстрорежущих сплавов, предназначенных для переработки в сферические порошковые материалы методом электроэрозионного диспергирования для целей аддитивного производства, применялся портативный спектрометр Niton Goldd. Полученные аналитические данные свидетельствуют о соответствии исследуемых образцов металлоотходов сплаву марки Р6М5К5.

2. Переработка металлоотходов, включая быстрорежущие сплавы, позволит существенно сэкономить ресурсы, снизить зависимость от импорта и укрепить потенциал страны в сфере высоких технологий.

Список литературы

1. Агеев Е.В., Агеева Е.В., Алтухов А.Ю. Оценка возможности применения электроэрозионных кобальтохромовых порошков для получения изделий методом аддитивного производства // *Металлург*. 2021. № 12. С. 61-64. https://doi.org/10.52351/00260827_2021_12_61. EDN WLWUBF.
2. Кутепов С.Н., Калинин А.А., Гвоздев А.Е. Современные стали для быстрорежущей обработки металлических сплавов // *Известия Тульского государственного университета. Технические науки*. 2018. № 10. С. 597-607. EDN YRBJHN.

3. Агеев Е.В., Карпенко В. Ю. Исследование свойств спеченных заготовок из порошков, полученных электроэрозионным диспергированием отходов быстрорежущей стали // Современные материалы, техника и технологии. 2016. № 4(7). С. 10-16. EDN WXIYTD
4. Ровин С.Л. Перспективы применения ротационных печей. Рециклинг металлоторходов // Металлургия машиностроения. 2018. № 2. С. 2-8. EDN YQNKEF.
5. Тихоновска И.Д. Прогнозирование цен на лом черных металлов как ключевого фактора системы ресурсобеспечения металлургического предприятия // Вестник УрФУ. Серия: Экономика и управление. 2016. Т. 15, № 1. С. 97-116. <https://doi.org/10.15826/vestnik.2016.15.1.006>. EDN VTIKNN.
6. Орехова С.В. Оценка устойчивости экономического роста металлургического комплекса // Вестник НГУЭУ. 2017. № 2. С. 204-220. EDN ZAOWZX.
7. Муратов Н.В. Приоритетные направления обеспечения продовольственной безопасности в условиях негативного внешнеэкономического воздействия // Научное обозрение. Серия 1: Экономика и право. 2015. № 6. С. 42-45. EDN VVCJFL.
8. Дворник М.И., Михайленко Е.А. Изменение состава порошков твердого сплава при электроэрозионном диспергировании в насыпном слое // Упрочняющие технологии и покрытия. 2019. Т. 15, № 10(178). С. 478-480. EDN PRKSML.
9. Булычев Н.А. Получение наноразмерных материалов в плазменных разрядах и ультразвуковой кавитации // Теплофизика высоких температур. 2021. Т. 59, № 4. С. 600-633. <https://doi.org/10.31857/S0040364421040074>. EDN YLBIYT.
10. Режущий инструмент из спеченных легированных порошковых сплавов / М.Ш. Мигранов, А.М. Мигранов, А.С. Гусев, А.Ф. Садыков // Materials. Technologies. Design. 2020. Т. 2, № 1(2). С. 29-38. EDN EMJABN.
11. Агеева Е.В., Локтионова О.Г., Улитин Д.А. Рентгенофлуоресцентный анализ элементного состава металлоотходов вольфрама, никеля и меди // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. 2023. Т. 13, № 4. С. 20-31. <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2023-13-4-20-31>. EDN TADUVD.
12. Рентгенофлуоресцентный анализ твердотельных плёнок и покрытий / Ю. А. Игнатова, А.Н. Еритенко, А.Г. Ревенко, А.Л. Цветянский // Аналитика и контроль. 2011. Т. 15, № 2. С. 126-140. EDN NUCXSN.
13. Булавинов Е.К. Исследование элементного состава наплавленного покрытия лопатки разбрасывателя удобрений // Современные материалы, техника и технологии. 2024. № 5(56). С. 28-32. EDN JGZTTP.
14. Кругляков О.В., Степанов М.Ю., Агеева А.Е. Сравнительный анализ химического состава медьсодержащих металлоотходов и электроэрозионного порошка // Известия Волгоградского государственного технического университета. 2024. № 7(290). С. 11-16. <https://doi.org/10.35211/1990-5297-2024-7-290-11-16>. EDN KASYPG.
15. Исследование элементного состава компонентов резцов дорожной фрезы методом рентгенофлуоресцентного анализа / Л.П. Кузнецова, К.Ю. Кузнецов, В.И. Колмыков, Б.А. Семенихин // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. 2023. Т. 13, № 3. С. 44-60. <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2023-13-3-44-60>. EDN OJONIU.
16. Исследование элементного состава титановых металлоотходов методом рентгенофлуоресцентного анализа / Е.В. Агеев, Е.П. Новиков, В.О. Переверзев, А.Е. Агеева // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. 2024. Т. 14, № 1. С. 8-18. <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2024-14-1-8-18>. EDN ASGQES.
17. Рентгенофлуоресцентный анализ сульфат-иона в водных растворах по методу высушенной капли с использованием портативного спектрометра / Т.Н. Лубкова, О.А. Липатникова, О.Р. Филатова, И.В. Балыкова // Вестник Московского университета. Серия 4: Геология. 2022. № 2. С. 59-67. EDN SNZAGE.

18. Гареев И.С., Собко С.А., Писарев М.С. Прогнозирование зоны разрушения сварного соединения пластин из титанового сплава ОТ4 // Сварочное производство. 2021. № 3. С. 37-42. <https://doi.org/10.34641/SP.2021.1036.3.011>. EDN KGTYNT.

19. Морозов В.В., Гусев В.Г., Морозов А.В. Влияние режима лазерной обработки на упругость титанового сплава ОТ4 // Электрометаллургия. 2022. № 9. С. 2-8. <https://doi.org/10.31044/1684-5781-2022-0-9-2-8>. EDN TRRGSJ.

20. Возможности комбинированного упрочнения металлических материалов волновым деформационным воздействием и последующей термической обработкой / А.В. Киричек, Д.Л. Соловьев, А.В. Яшин, С.А. Силантьев, А.О. Фоница // Транспортное машиностроение. 2022. № 11(11). С. 18-23. <https://doi.org/10.30987/2782-5957-2022-11-18-23>. EDN VYDNVX.

Reference

1. Ageev E.V., Ageeva E.V., Altukhov A.Yu. Evaluation of the possibility of using electroerosive cobalt-chromium powders for the production of products by additive manufacturing. *Metallurg = Metallurg.* 2021;(12):61-64. (In Russ.) https://doi.org/10.52351/00260827_2021_12_61. EDN WLWUBF.

2. Kutepov S.N., Gvozdev A.E. Modern steels for high-speed processing of metal alloys. *Izvestiya Tul'skogo gosudarstvennogo universiteta. Tekhnicheskie nauki = Proceedings of Tula State University. Technical sciences.* 2018;(10):597-607. (In Russ.) EDN YRBJHN.

3. Ageev E.V., Karpenko V.Y. Investigation of the properties of sintered blanks from powders obtained by electroerosion dispersion of high-speed steel waste. *Sovremennyye materialy, tekhnika i tekhnologii = Modern materials, machinery and technologies.* 2016;4(7):10-16. (In Russ.) EDN WXYTDT.

4. Rovin S.L. Prospects for the use of rotary kilns. Recycling of metal waste. *Metallurgiya mashinostroeniya = Metallurgy of mechanical engineering.* 2018;(2):2-8. (In Russ.) EDN YQNKEF.

5. Tikhonovskaya I.D. Forecasting prices for ferrous scrap as a key factor in the resource supply system of a metallurgical enterprise. *Vestnik UrFU. Seriya: Ekonomika i upravlenie = Bulletin of UrFU. Series: Economics and Management.* 2016; 15(1):97-116. (In Russ.) <https://doi.org/10.15826/vestnik.2016.15.1.006>. EDN VTIKNN.

6. Orekhova S.V. Assessment of the sustainability of the economic growth of the metallurgical complex. *Vestnik NGUEU = Bulletin of the NSUEM.* 2017;(2):204-220. (In Russ.) EDN ZAOWZX.

7. Muratov N.V. Priority areas for ensuring food security in the context of negative external economic impact. *Nauchnoe obozrenie. Seriya 1: Ekonomika i pravo = Scientific review. Series 1: Economics and Law.* 2015;(6):42-45. (In Russ.) EDN VVCJFL.

8. Dvornik M.I., Mikhailenko E.A. Change in the composition of hard alloy powders during electroerosion dispersion in a bulk layer. *Uprochnyayushchie tekhnologii i pokrytiya = Hardening technologies and coatings.* 2019;15(10):478-480. (In Russ.) EDN PRKSML.

9. Bulychiev N.A. Production of nanoscale materials in plasma discharges and ultrasonic cavitation. *Teplofizika vysokikh temperature = High temperature thermophysics.* 2021;59(4):600-633. (In Russ.) <https://doi.org/10.31857/S0040364421040074>. EDN YLBIYT.

10. Migranov M.Sh., Migranov A.M., Gusev A.S., Sadykov A.F. Cutting tools made of sintered alloyed powder alloys. *Materials. Technologies. Design = Materials. Technologies. Design.* 2020;2(1):29-38. (In Russ.) EDN EMJABN.

11. Ageeva E.V., Loktionova O.G., Ulitin D.A. X-ray fluorescence analysis of the elemental composition of tungsten, nickel and copper metal waste. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Tekhnika i tekhnologii = Proceedings of Southwest State University. Series: Engineering and Technologies.* 2023;13(4):20-31. (In Russ.) <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2023-13-4-20-31>. EDN TADUVD.

12. Ignatova Yu.A., Yeritenko A.N., Revenko A.G., Tsvetyansky A.L. X-ray fluorescence analysis of solid-state films and coatings. *Analitika i kontrol' = Analytics and control*. 2011;15(2):126-140. (In Russ.) EDN NUCXSN.
13. Bulavinov E.K. Investigation of the elemental composition of the deposited coating of the fertilizer spreader blade. *Sovremennye materialy, tekhnika i tekhnologii = Modern materials, machinery and technologies*. 2024;(5):28-32. (In Russ.) EDN JGZTTP.
14. Kruglyakov O.V., Stepanov M.Yu., Ageeva A.E. Comparative analysis of the chemical composition of copper-containing metal waste and electroerosion powder. *Izvestiya Volgogradskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta = Proceedings of the Volgograd State Technical University*. 2024;(7):11-16. (In Russ.) <https://doi.org/10.35211/1990-5297-2024-7-290-11-16>. EDN KASYPG.
15. Kuznetsova L.P., Kuznetsov K.Y., Kolmykov V.I., Semenikhin B.A. The study of the elemental composition of the components of road milling cutters by X-ray fluorescence analysis. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Tekhnika i tekhnologii = Proceedings of Southwest State University. Series: Engineering and Technologies*. 2023;13(3):44-60. (In Russ.) <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2023-13-3-44-60>. EDN OJOHIU.
16. Ageev E.V., Novikov E.P., Pereverzev V.O., Ageeva A.E. Investigation of the elemental composition of titanium metal waste by X-ray fluorescence analysis. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Tekhnika i tekhnologii = Proceedings of Southwest State University. Series: Engineering and Technologies*. 2024;14(1):8-18. (In Russ.) <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2024-14-1-8-18>. EDN ASGQES.
17. Lubkova T.N., Lipatnikova O.A., Filatova O.R., Balykova I.V. X-ray fluorescence analysis of sulfate ion in aqueous solutions using the dried drop method using a portable spectrometer. *Vestnik Moskovskogo universiteta. Seriya 4: Geologiya = Bulletin of the Moscow University. Series 4: Geology*. 2022;(2):59-67. (In Russ.) EDN SNZAGE.
18. Gareev I.S., Sobko S.A., Pisarev M.S. Forecasting the fracture zone of the welded joint of plates made of titanium alloy OT4. *Svarochnoe proizvodstvo = Welding production*. 2021;(3):37-42. (In Russ.) <https://doi.org/10.34641/SP.2021.1036.3.011>. EDN KGTYNT.
19. Morozov V.V., Gusev V.G., Morozov A.V. Influence of the laser treatment mode on the elasticity of titanium alloy OT4. *Elektrometallurgiya = Electrometallurgy*. 2022;(9):2-8. (In Russ.) <https://doi.org/10.31044/1684-5781-2022-0-9-2-8>. EDN TRRGS1.
20. Kirichek A.V., Solovyov D.L., Yashin A.V., Silantyev S.A., Fonina A.O. Possibilities of combined hardening of metallic materials by wave deformation and subsequent heat treatment. *Transportnoe mashinostroenie = Transport engineering*. 2022;11(11):18-23. (In Russ.) <https://doi.org/10.30987/2782-5957-2022-11-18-23>. EDN VYDNVX.

Информация об авторах / Information about the Authors

Агеев Евгений Викторович, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры технологии материалов и транспорта, Юго-Западный государственный университет, г. Курск, Российская Федерация, e-mail: ageev_ev@mail.ru, ORCID: 0000-0002-3862-8624, SPIN-код: 7007-6649

Evgeny V. Ageev, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, Professor of the Department of Materials Technology and Transport, Southwest State University, Kursk, Russian Federation, email: ageev_ev@mail.ru, ORCID: 0000-0002-3862-8624, SPIN-код: 7007-6649

Степанов Михаил Юрьевич, аспирант кафедры технологии материалов и транспорта, Юго-Западный государственный университет, г. Курск, Российская Федерация, e-mail: hard-bass2016@yandex.ru

Mikhail U. Stepanov, Postgraduate Student of the Department of Materials Technology and Transport, Southwest State University, Kursk, Russian Federation, e-mail: hard-bass2016@yandex.ru

Гладских Иван Романович, студент, Юго-Западный государственный университет, г. Курск, Российская Федерация, e-mail: gladikivan88@gmail.com

Ivan R. Gladskikh, Student, Southwest State University, Kursk, Russian Federation, e-mail: gladikivan88@gmail.com

Мищенко Виталий Викторович, студент, Юго-Западный государственный университет, г. Курск, Российская Федерация, e-mail: vvitz0851@gmail.com

Vitaly V. Mishchenko, Student, Southwest State University, Kursk, Russian Federation, e-mail: vvitz0851@gmail.com

Табольская Наталья Владимировна, студент, Юго-Западный государственный университет, г. Курск, Российская Федерация, e-mail: N.tabolskaya@mail.ru

Natalia V. Tabolskaya, Student, Southwest State University, Kursk, Russian Federation, e-mail: N.tabolskaya@mail.ru

Оригинальная статья / Original article

УДК 621.762

<https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-4-43-54>

Состав, структура и свойства порошкового кобальта, полученного из металлоотходов кобальта марки K1Au в среде авиационного керосина

Е.В. Агеева^{1✉}, О.Г. Локтионова¹, Д.А. Улитин¹, А.Е. Андреева¹

¹ Юго-Западный государственный университет

ул. 50 лет Октября, д. 94, г. Курск 305040, Российская Федерация

✉ e-mail: ageeva-ev@yandex.ru

Резюме

Цель. Определение и изучение состава, структуры и свойств порошкового кобальтового материала, полученного в результате электроэрозионного диспергирования металлических отходов кобальта марки K1Au в рабочей среде авиационного керосина марки ТС-1.

Методы. С целью изучения состава, структурных особенностей и характеристик кобальтовой шихты были получены образцы порошкообразного металлического кобальта. Для этого применяли электроэрозионное диспергирование отходов кобальта марки K1Au в рабочей среде, содержащей углерод. Микроструктуру частиц порошка исследовали посредством растровой электронной микроскопии, а оценка гранулометрического состава шихты выполнялась с использованием анализатора размеров частиц. Элементный состав определялся методом энергодисперсионного рентгеновского анализа, реализованного на базе растрового электронного микроскопа. Фазовый состав шихты определялся дифрактометром методом рентгеновской дифракции.

Результаты. Установлено, что сформированный мелкодисперсный порошок кобальта состоит из частиц преимущественно сферической и эллипсоидной формы, а также их агломератов. Примеси углерода в порошке не обнаружены. Фазовый анализ показал присутствие исключительно кристаллической фазы чистого кобальта без образования карбидных соединений. Согласно гранулометрическому анализу размеры частиц распределены в диапазоне от 0,9 до 63,77 мкм, при этом средний объемный диаметр составляет 12,06 мкм.

Заключение. Полученные экспериментальные данные создают научно-практическую основу для разработки принципиально новых твердых сплавов, в состав которых может входить порошок кобальта, полученный из металлоотходов методом электроэрозионного диспергирования. Представленные результаты открывают перспективу дальнейшего совершенствования состава и регулирования структуры вновь формируемых сплавов.

Ключевые слова: кобальт; металлоотходы; электроэрозионное диспергирование; авиационный керосин; порошок; структура; свойства.

Конфликт интересов: Авторы декларируют отсутствие явных и потенциальных конфликтов интересов, связанных с публикацией настоящей статьи.

Для цитирования: Состав, структура и свойства порошкового кобальта, полученного из металлоотходов кобальта марки K1Au в среде авиационного керосина / Е.В. Агеева, О.Г. Локтионова, Д.А. Улитин, А.Е. Андреева // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. 2025. Т. 15, № 4. С. 43–54. <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-4-43-54>.

Поступила в редакцию 09.11.2025

Подписана в печать 02.12.2025

Опубликована 25.12.2025

© Агеева Е.В., Локтионова О.Г., Улитин Д.А., Андреева А.Е., 2025

Composition, structure, and properties of powdered Cobalt obtained from K1Au cobalt metal waste in an aviation kerosene environment

Ekaterina V. Ageeva^{1✉}, Oksana G. Loktionova¹, Dmitry A. Ulitin¹,
Anna E. Andreeva¹

¹ Southwest State University
50 Let Oktyabrya Str. 94, Kursk 305040, Russian Federation

✉ e-mail: ageeva-ev@yandex.ru

Abstract

Purpose. Determination and study of the composition, structure, and properties of a powdered Cobalt material obtained by electroerosive dispersion of K1Au Cobalt metal waste in a working environment of TS-1 aviation kerosene.

Methods. In order to study the composition, structural features, and characteristics of the cobalt charge, samples of powdered metallic cobalt were obtained. This was achieved through the use of electro-discharge dispersion of K1Au cobalt waste in a carbon-containing working environment. The microstructure of the powder particles was examined using scanning electron microscopy, and the particle size distribution of the charge was assessed using a particle size analyzer. The elemental composition was determined by energy-dispersive X-ray analysis, implemented on the basis of a scanning electron microscope. The phase composition of the charge was determined by a diffractometer using X-ray diffraction.

Results. It has been established that the formed fine-grained cobalt powder consists of predominantly spherical and ellipsoidal particles, as well as their agglomerates. No carbon impurities were detected in the powder. Phase analysis showed the presence of a pure Cobalt crystal phase without the formation of carbide compounds. According to the granulometric analysis, the particle sizes are distributed in the range of 0.9 to 63.77 μm , with an average volume diameter of 12.06 μm .

Conclusion. The obtained experimental data create a scientific and practical basis for the development of fundamentally new hard alloys, which may include cobalt powder obtained from metal waste by the method of electro-erosion dispersion. The presented results open up the prospect of further improvement of the composition and regulation of the structure of newly formed alloys.

Keywords: Cobalt; metal waste; electro-dispersive spraying; aviation kerosene; powder; structure; properties.

Conflict of interest: The Authors declare the absence of obvious and potential conflicts of interest related to the publication of this article.

For citation: Ageeva E.V., Loktionova O.G., Ulitin D.A., Andreeva A.E. Composition, structure, and properties of powdered cobalt obtained from K1Au cobalt metal waste in an aviation kerosene environment. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Tekhnika i tekhnologii* = *Proceedings of the Southwest State University. Series: Engineering and Technologies*. 2025;15(4):43–54. (In Russ.) <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-4-43-54>.

Received 08.11.2025

Accepted 02.12.2025

Published 25.12.2025

Введение

В современной промышленности существует ряд инженерных задач, среди которых можно выделить повышение надежности, срока службы и технического уровня деталей машин и оборудования. Для решения этих задач разрабатываются различные методы и технологии повышения износостойкости и, соответственно, срока службы деталей машин и оборудования: наплавка, химико-термическое упрочнение, легирование, напыление и

т. д. [1] Для повышения эксплуатационных характеристик деталей машин и оборудования постоянно совершенствуется состав материалов и способов их изготовления.

Порошковая металлургия в настоящее время занимает ключевое место в машиностроительном комплексе [2]. Доля изделий, получаемых с использованием технологий порошкового формообразования, особенно когда речь идёт о деталях сложной геометрии, таких как шестерни, подшипники и другие функциональные

элементы, уже превосходит объём продукции, изготавливаемой традиционными методами [3].

Кобальт представляет собой стратегически важный металл, широко применяемый в различных секторах промышленности. Его уникальные физико-химические характеристики обеспечили ему особую роль в производстве инструментальной и буровой техники [4]. Одним из ключевых преимуществ кобальта является его неспособность образовывать карбиды, что делает его идеальным связующим компонентом при создании быстрорежущих и высокожаропрочных сталей [5]. Применение кобальта в роли связующего компонента в составе твёрдых сплавов способствует увеличению их пластичности и устойчивости к динамическим воздействиям. Благодаря этому такие сплавы демонстрируют повышенную долговечность и способны сохранять работоспособность инструмента даже при интенсивных эксплуатационных нагрузках [6]. Сфера использования твёрдых сплавов, в которых кобальт выполняет функцию связки, выходит далеко за рамки производства режущего инструмента [7]. Подобные материалы являются неотъемлемыми элементами высокотехнологичных отраслей – от авиационно-космического сектора и атомной промышленности до электротехнического машиностроения и других направлений, требующих материалов с повышенными эксплуатационными характеристиками [8].

Одним из наиболее перспективных направлений порошковой металлургии является электроэрозионное диспергирование, позволяющее перерабатывать токопроводящие металлоотходы [9], в том числе дорогостоящие отходы кобальта, в порошковое сырьё [10]. Однако применение данной технологии затруднено отсутствием достаточной теоретической базы по электроэрозионной переработке чистого кобальта [11], а также недостатком

научных публикаций, описывающих состав, структуру и свойства диспергированных порошков мелкой фракции [12].

Для создания рациональной и технологически обоснованной методики переработки кобальтовых отходов посредством электроэрозионного диспергирования, а также для получения высокодисперсного порошкового материала и оценки его перспектив для последующего использования требуется проведение комплексных исследований, включающих как теоретические, так и экспериментальные этапы [13].

Целью исследования является всестороннее изучение состава, структурных характеристик и физических свойств мелкодисперсного порошка кобальта, сформированного при электроэрозионном разрушении металлических отходов марки K1Au в среде авиационного керосина ТС-1.

Материалы и методы

Объектом исследования, в рамках которого выполнялась оценка состава, структуры и эксплуатационных характеристик материала, служил образец высокодисперсного порошка металлического кобальта. Данный порошок был получен в результате электроэрозионного разрушения отходов кобальта в рабочей среде авиационного керосина ТС-1. Процесс формирования порошка реализовывался на специализированной установке электроэрозионного диспергирования, защищённой патентом [14].

Производство мелкодисперсного кобальтового порошка требует соблюдения определённых технологических режимов работы оборудования. На ранних этапах исследования подбор рабочих параметров установки осуществлялся в экспериментальном порядке. Схематическое представление параметров процесса электроэрозионного диспергирования приведено на рисунке 1.



Рис. 1. Параметры работы установки электроэрозионного диспергирования

Fig. 1. Operating parameters of the electroerosion dispersion unit

Реализация поставленной цели потребовала выполнения комплекса взаимосвязанных исследовательских задач, для решения которых был задействован ряд спе-

циализированных приборов и установок [15–19]. Схематическое представление применённого исследовательского оборудования приведено на рисунке 2.

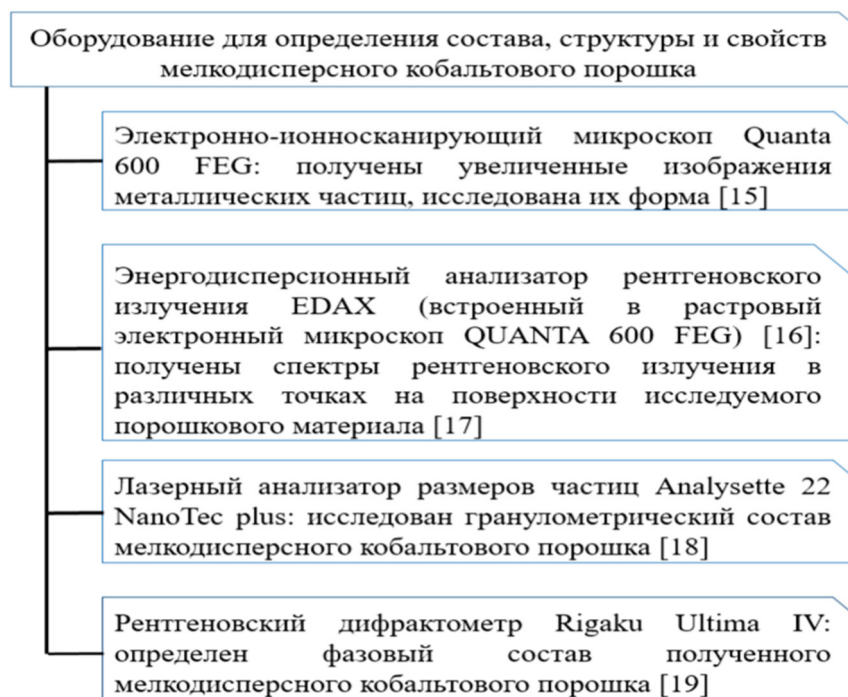


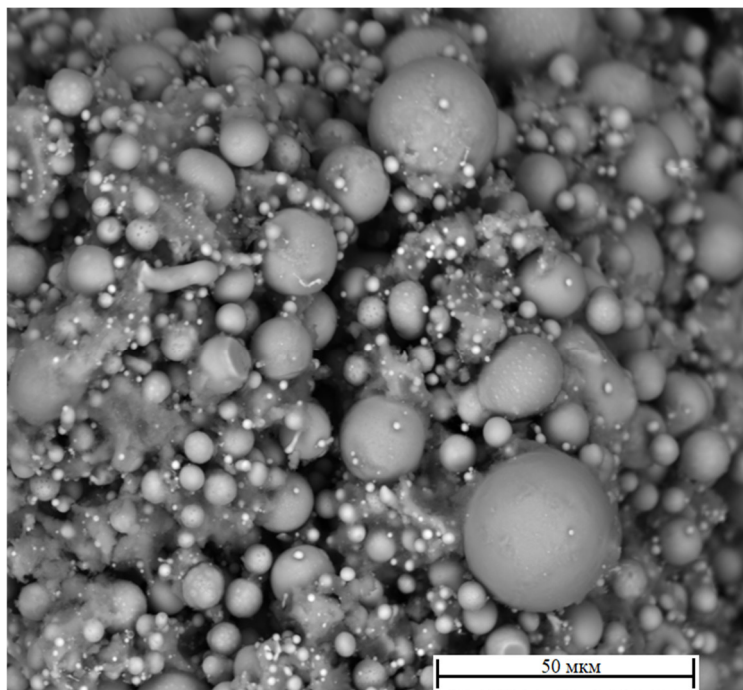
Рис. 2. Аппаратурный комплекс, предназначенный для исследования физических и структурных свойств материала

Fig. 2. An equipment complex designed to study the physical and structural properties of a material

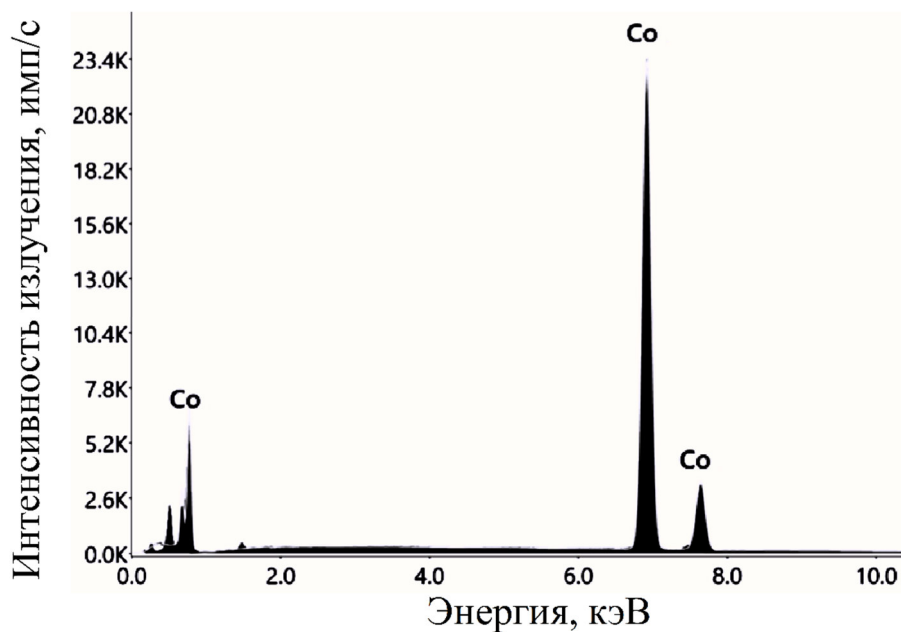
Результаты и их обсуждение

На рисунке 3 приведены результаты комплексного анализа, включающего ис-

следование микроструктуры и выполнение рентгеноспектрального микроанализа (РСМА) кобальтового порошкового материала.



а



б

Рис. 3. Порошковый материал на основе металлического кобальта: а – микроструктурный анализ; б – рентгенограмма

Fig. 3. Powder material based on metallic cobalt: a – microstructural analysis; b – X-ray

Микроскопический анализ морфологии частиц показал, что порошковый материал, полученный методом электроэрозионного диспергирования отходов кобальта марки K1Au, представлен преимущественно частицами сферической и эллипсоидной формы, а также их агломератами.

Результаты рентгеноспектрального микроанализа, выполненные в разных зонах исследуемого образца, подтверждают присутствие исключительно металлического кобальта. Отсутствие посторонних элементов свидетельствует о высокой чистоте материала и подтверждает, что в

условиях обработки в углеродсодержащей среде (авиационном керосине ТС-1) не происходит избыточного насыщения порошка углеродом.

Данные рентгеноструктурного анализа (рис. 4, табл. 1) показывают, что в образце фиксируется только кристаллическая фаза кобальта, без образования карбидных или иных соединений. Экспериментальные результаты подтверждают, что порошок, полученный методом ЭЭД в керосине, представляет собой чистый кобальт без следов взаимодействия с углеродом [20].

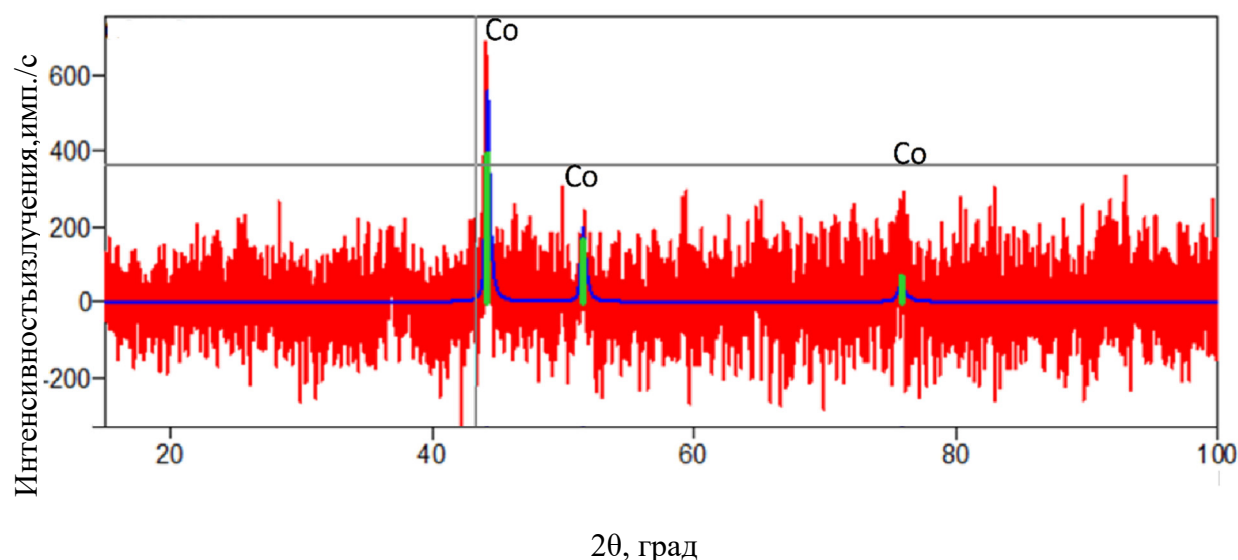


Рис. 4. Результаты рентгенодифракционного исследования образца порошка металлического кобальта

Fig. 4. Results of an X-ray diffraction study of a sample of metallic cobalt powder

Таблица 1. Характеристика фазового состояния образца порошка металлического кобальта

Table 1. Characteristics of the phase state of a sample of metallic cobalt powder

Параметр	Наименование фазы
	Cobalt - α (Co)
Тип кристаллической решетки	225:Fm-3m кубическая кристаллическая решётка
Параметры кристаллической решетки, Å	$a = b = c = 3.545673 \text{ Å}$

Данные, характеризующие распределение частиц по размерам в полученном

кобальтовом порошке, представлены на рисунке 5 и сведены в таблицу 2.

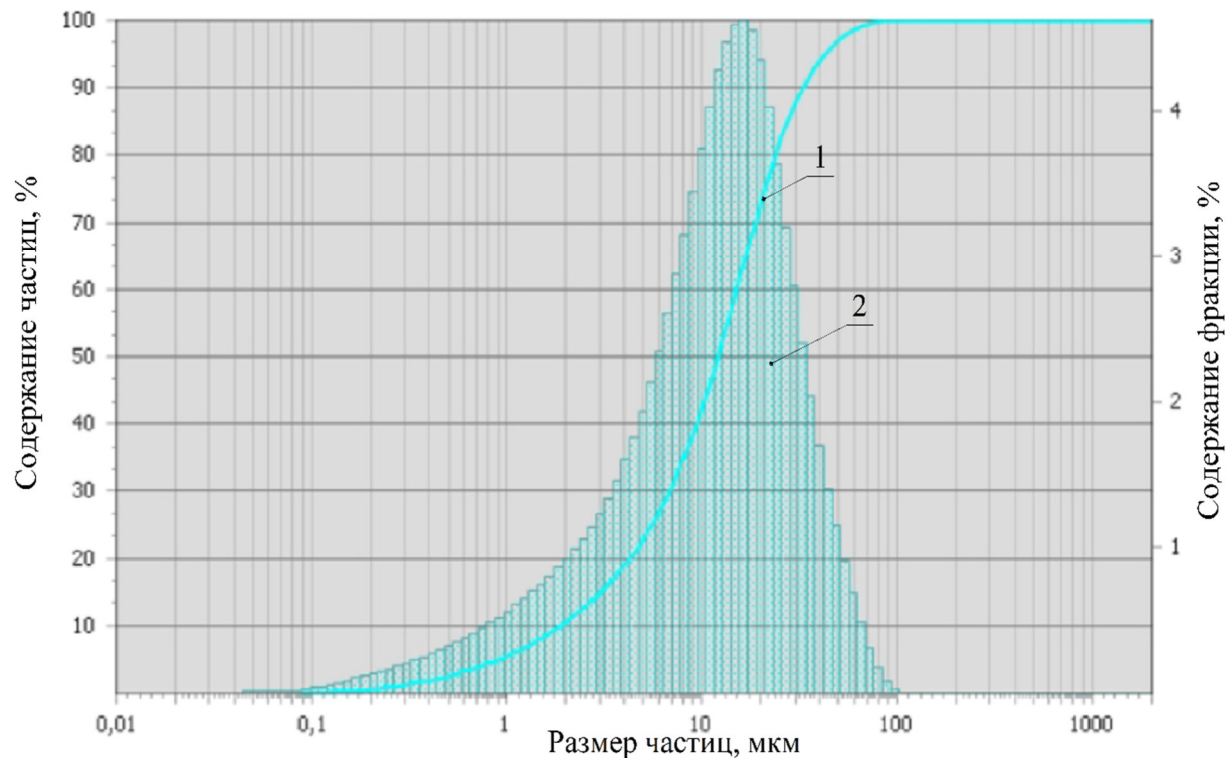


Рис. 5. Анализ распределения частиц кобальтового порошка по размерам: 1 – график гистограммного распределения; 2 – кривая интегрального распределения.

Fig. 5. Analysis of the distribution of cobalt powder particles by size: 1 – histogram distribution graph; 2 – integral distribution curve.

Таблица 2. Размерная структура частиц порошкового материала

Table 2. The particle size structure of the powder material

Параметр	Значение
D5, мкм	0,9
D10, мкм	1,87
D25, мкм	5,54
D50, мкм	12,06
D75, мкм	20,93
D90, мкм	32,95
D95, мкм	42,6
D99, мкм	63,77
Объемный средний диаметр, мкм	15,3
Модальный диаметр, мкм	16,24
Размах (d90-d10)/d50	2,57
Удельная поверхность, см ² /см ³	16485

Проведённый гранулометрический анализ показал, что фракционный состав исследуемого порошка охватывает диапазон от наиболее мелких частиц порядка

0,9 мкм до относительно крупных включений, достигающих 63,77 мкм. Ключевой статистический показатель – медианный диаметр D50 – установлен на уровне

12,06 мкм. Это указывает на то, что по меньшей мере половина совокупного объёма порошка сформирована частицами, чьи размеры не превышают данное значение. Следовательно, указанный параметр одновременно характеризует и средний объёмный размер частиц исследуемого кобальтового порошка.

Выводы

1. Проведённый комплекс исследований, охватывающий анализ фазового состава, морфологии и ключевых физико-технических параметров мелкодисперсного кобальтового порошка, синтезированного посредством электроэрозионного диспергирования металлического сырья, продемонстрировал высокую результативность и стабильность данного способа получения порошковых материалов. Полученные данные подтверждают, что технология ЭЭД обеспечивает формирование порошков с требуемыми эксплуатационными характеристиками, что делает их

перспективными для последующего использования в различных отраслях промышленности.

2. Установлено, что порошок характеризуется частицами преимущественно правильной сферической и эллиптической формы, а также их агломератами. В материале отсутствует избыточное содержание углерода. Фазовый анализ выявил присутствие единственной фазы – металлического кобальта, без образования соединений с углеродом. Размеры частиц изменяются в диапазоне 0,9...63,77 мкм, а средний объёмный диаметр составляет 12,06 мкм.

3. Полученные экспериментальные данные создают основу для последующего внедрения современных материалов и технологических процессов. Применение электроэрозионного диспергирования как экологически чистого, ресурсоэффективного и безотходного метода позволит перерабатывать кобальтовое сырьё в новые высококачественные порошковые материалы.

Список литературы

1. Моисеенко Д.В., Холдаров С.Ш.у., Мансуров А.А. Кобальтовые сплавы типа Stellite, их механические и химические свойства и применение // Евразийское Научное Объединение. 2020. № 6-2(64). С. 138-141. EDN TZАНCH.
2. Псевдосплавы на основе вольфрама для защиты от ионизирующего излучения, полученные с использованием механоактивированных прекурсоров / Т.Ф. Григорьева, Л.Н. Дьячкова, А.Ф. Ильющенко, В.А. Осипов, С.В. Восмерилов, Е.Т. Девяткина // Технологическое обеспечение машиностроительных производств: сборник статей Международной научно-технической конференции. Могилев: Белорусско-Российский ун-т, 2024. С. 6-12. EDN XYKGBK.
3. Структура и свойства мелкодисперсного кобальтового порошка из металлоотходов кобальта марки K1Au / Е.В. Агеева, О.Г. Локтионова, Д.А. Улитин, И.В. Ворначева // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. 2025. Т. 15, № 3. С. 8-18. <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-3-8-18>. EDN QNYCYU.
4. Получение мелкозернистых твердых сплавов системы WC-Co (обзор) / Н.Н. Трофименко, И.Ю. Ефимочкин, Р.М. Дворецков, Р.В. Батиенков // Труды ВИАМ. 2020. № 1(85). С. 92-100. <https://doi.org/10.18577/2307-6046-2020-0-1-92-100>. EDN TVMXDB.
5. Формирование структуры твердых сплавов на основе системы WC-Co с субмикронным зерном в присутствии ингибирующих добавок / Е.Н. Каблов, Е.А. Лукина, А.В. Заводов, И.Ю. Ефимочкин // Труды ВИАМ. 2020. № 4-5(88). С. 89-99. <https://doi.org/10.18577/2307-6046-2020-0-45-89-99>. EDN FUDTAU.

6. Сплав системы Co-Cr-Si-B на основе кобальта для нанесения защитных покрытий / А.Н. Беляков, Р.Ю. Быстров, Д.А. Геращенко, Т.И. Бобкова, А.Ф. Васильев, А.М. Макаров // Вопросы материаловедения. 2019. № 2(98). С. 39-43. <https://doi.org/10.22349/1994-6716-2019-97-1-39-43>. EDN GFODNM.
7. Тарасова Т.В., Назаров А.П. Перспективы изготовления сложнопрофильных деталей из жаропрочных кобальтовых сплавов методом селективного лазерного плавления // Упрочняющие технологии и покрытия. 2015. № 5(125). С. 30-33. EDN TTMTRX.
8. Дворник М.И., Михайленко Е.А. Создание ультрамелкозернистого твердого сплава WC-15Co из порошка, полученного электроэрозионным диспергированием отходов сплава BK15 в воде // Известия высших учебных заведений. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2020. № 3. С. 4-16. <https://doi.org/10.17073/1997-308X-2020-3-4-16>. EDN HUEWDA.
9. Исследование порошковых материалов псевдосплава W-CU / М.Г. Криницын, А.С. Первилов, Н.Е. Торопков, М.И. Лернер // Актуальные проблемы современной механики сплошных сред и небесной механики – 2021: материалы XI Всероссийской научной конференции с международным участием / под ред. М.Ю. Орлова. Томск: Томск. гос. ун-т, 2022. С. 373-377. EDN QLPREX.
10. Жаропрочные сплавы на основе кобальта / П.Б. Мазалов, Д.И. Сухов, Е.А. Сульянова, И.С. Мазалов // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 3(64). С. 3-10. <https://doi.org/10.18577/2713-0193-2021-0-3-3-10>. EDN JWUOZX.
11. Ахметов А.С., Еремеева Ж.В. Изучение характера протекания диффузионного легирования смеси для порошковой быстрорежущей стали // Материаловедение. 2021. № 6. С. 13-16. <https://doi.org/10.31044/1684-579X-2021-0-6-13-16>. EDN HITHLB.
12. Грязнов М., Самохин А., Чувильдеев В. Получение композитного порошка системы W-Ni-Fe со сферической формой частиц и исследование возможности его использования в технологии послойного лазерного сплавления // Физика и химия обработки материалов. 2022. № 3. С. 54-66. EDN UERDWV.
13. Шарипзянова Г.Х., Еремеева Ж.В. Исследование технологии производства твердосплавных материалов // Известия Тульского государственного университета. Науки о Земле. 2023. № 1-1. С. 360-370. <https://doi.org/10.46689/2218-5194-2023-1-1-360-370>. EDN IQPWOB.
14. Агеева Е.В., Зубарев М.В. Установка для получения порошковых материалов, пригодных для технологических процессов восстановления и упрочнения деталей // Труды ГОСНИТИ. 2017. Т. 129. С. 169-173. EDN ZTMFCB.
15. Кузнецова О.Г., Левин А.М., Севостьянов М.А. Модернизация электрохимической переработки тяжелых вольфрамовых сплавов с помощью переменного тока // Новые материалы и перспективные технологии: Шестой междисциплинарный научный форум с международным участием. Т. 2. М.: Центр научно-технических решений, 2020. С. 433-437. EDN CHJJXP.
16. Фетисов Г.В. Рентгеновские дифракционные методы структурной диагностики материалов: прогресс и достижения // Успехи физических наук. 2020. Т. 190, № 1. С. 2-36. EDN RJBIAU.
17. Дворник М.И., Власова Н.М. Сравнительный анализ эксплуатационной стойкости субмикронного твердого сплава WC-10Co, спеченного из порошка, полученного электроэрозионным диспергированием в масле // Известия высших учебных заведений. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2023. Т. 17, № 1. С. 75-84. <https://doi.org/10.17073/1997-308X-2023-1-75-84>. EDN ALELTB.
18. Плесовских А.Ю., Крылова С.Е. Исследование структуры и свойств износостойкого газотермического покрытия с содержанием вольфрама // Frontier Materials & Technologies. 2023. № 2. С. 89-101. EDN UQIPRW.

19. Влияние никеля на состав, структуру и свойства покрытий Ti-Cr-N / А.В. Черногор, И.В. Блинков, Д.С. Белов, В.С. Сергеев, А.П. Демиров // Известия высших учебных заведений. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2023. Т. 17, № 1. С. 63-74. <https://doi.org/10.17073/1997-308X-2023-1-63-74>. EDN PWHHPO.

20. Влияние технологии получения электродного материала из отходов быстрорежущей стали на износостойкость электроискровых покрытий / Е.В. Агеева, Е.В. Агеев, В.Ю. Карпенко, А.Ю. Алтухов // Научно-технические технологии в машиностроении. 2015. № 1(43). С. 36-41. EDN TIJQXT.

Reference

1. Moiseenko D.V., Kholdarov S.Sh.u., Mansurov A.A. Stellite-type cobalt alloys, their mechanical and chemical properties, and applications. *Evrasiiskoe Nauchnoe Ob"edinenie = Eurasian Scientific Association*. 2020;6-2(64):138-141. (In Russ.) EDN TZAHCH.

2. Grigorieva T.F., Dyachkova L.N., Ilyushchenko A.F., Osipov V.A., Vosmerikov S.V., Devyatkina E.T. Pseudo-alloys based on tungsten for protection against ionizing radiation, obtained using mechanically activated precursors. In: *Tekhnologicheskoe obespechenie mashinostroitel'nykh proizvodstv: sbornik statei Mezhdunarodnoi nauchno-tekhnicheskoi konferentsii = Technological Support for Mechanical Engineering Production: collection of Articles from the International Scientific and Technical Conference*. Mogilev: Belorussko-Rossiiskii un-t; 2024. P. 6-12. EDN XYKGBK.

3. Ageeva E.V., Loktionova O.G., Ulitin D.A., Vornacheva I.V. Structure and properties of fine-grained cobalt powder from metal waste of Cobalt grade K1Au. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Tekhnika i tekhnologii = Proceedings of the Southwest State University. Series: Engineering and Technologies*. 2025;15(3):8-18. (In Russ.) <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-3-8-18>. EDN QNYCYU.

4. Trofimenko N.N., Efimochkin I.Yu., Dvoretzky R.M., Batiukov R.V. Production of fine-grained hard alloys of the WC-Co system (review). *Trudy VIAM = VIAM works*. 2020;(1):92-100. (In Russ.) <https://doi.org/10.18577/2307-6046-2020-0-1-92-100>. EDN TVMXDB.

5. Kablov E.N., Lukina E.A., Zavadov A.V., Efimochkin I.Yu. Formation of the structure of hard alloys based on the WC-Co system with submicron grain in the presence of inhibiting additives. *Trudy VIAM = Trudy VIAM*. 2020;(4-5):89-99. (In Russ.) <https://doi.org/10.18577/2307-6046-2020-0-45-89-99>. EDN FUDTAU.

6. Belyakov A.N., Bystrov R.Yu., Gerashchenkov D.A., Bobkova T.I., Vasilyev A.F., Makarov A.M. Alloy of the Co-Cr-Si-B system based on Cobalt for applying protective coatings. *Voprosy materialovedeniya = Materials Science*. 2019;(2):39-43. (In Russ.) <https://doi.org/10.22349/1994-6716-2019-97-1-39-43>. EDN GFODNM.

7. Tarasova T.V., Nazarov A.P. Prospects for manufacturing complex-profile parts from heat-resistant cobalt alloys by selective laser melting. *Uprochnyayushchie tekhnologii i pokrytiya = Strengthening Technologies and Coatings*. 2015;(5):30-33. (In Russ.) EDN TTMTRX.

8. Dvornik M.I., Mikhailenko E.A. Creation of an ultra-fine-grained WC-15Co hard alloy from a powder obtained by electro-erosive dispersion of BK15 alloy waste in water. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedenii. Poroshkovaya metallurgiya i funktsional'nye pokrytiya = Powder Metallurgy and Functional Coatings*. 2020;(3):4-16. <https://doi.org/10.17073/1997-308X-2020-3-4-16>. (In Russ.) EDN HUEWDA.

9. Krinitsyn M.G., Pervikov A.S., Toropkov N.E., Lerner M.I. Investigation of powder materials of W-CU pseudo-alloy. In: Orlov M.Y. (ed.) *Aktual'nye problemy sovremennoi mekhaniki sploshnykh sred i nebesnoi mekhaniki – 2021: materialy XI Vserossiiskoi nauchnoi konferentsii s mezhdunarodnym uchastiem = Actual problems of modern continuum mechanics and celestial mechanics – 2021:*

materials of the XI All-Russian scientific conference with international participation. Tomsk: Tomsk. gos. un-t; 2022. P. 373-377. (In Russ.) EDN QLPREX.

10. Mazalov P.B., Sukhov D.I., Sulyanova E.A., Mazalov I.S. Heat-resistant cobalt-based alloys. *Aviatsionnye materialy i tekhnologii = Aviation materials and Technologies*. 2021;(3):3-10. (In Russ.) <https://doi.org/10.18577/2713-0193-2021-0-3-3-10>. EDN JWUOZX.

11. Akhmetov A.S., Ereemeeva Zh.V. Study of the nature of the diffusion alloying of a mixture for powdered high-speed steel. *Materialovedenie = Materials Science*. 2021;(6):13-16. <https://doi.org/10.31044/1684-579X-2021-0-6-13-16>. (In Russ.) EDN HITHLB.

12. Gryaznov M., Samokhin A., Chuvildeev V. Obtaining a composite sheet of the W-Ni-Fe system with a spherical particle shape and exploring the possibility of its use in layered laser fusion technology. *Fizika i khimiya obrabotki materialov = Physics and Chemistry of Materials Processing*. 2022;(3):54-66. (In Russ.) EDN UERDWV.

13. Sharipzyanova G.H., Ereemeeva J.V. Research of technology of production of hard alloy materials. *Izvestiya Tul'skogo gosudarstvennogo universiteta. Nauki o Zemle = Proceedings of Tula State University. Earth Sciences*. 2023;(1-1):360-370. <https://doi.org/10.46689/2218-5194-2023-1-1-360-370>. (In Russ.) EDN IQPWOB.

14. Ageeva E.V., Zubarev M.V. Installation for obtaining powder materials suitable for technological processes of restoration and hardening of parts. *Trudy GOSNITI = Proceedings of GOSNITI*. 2017;129:169-173. (In Russ.) EDN ZTMFCB.

15. Kuznetsova O.G., Levin A.M., Sevostyanov M.A. Modernization of electrochemical processing of heavy tungsten alloys using alternating current. In: *Novye materialy i perspektivnye tekhnologii: Shestoi mezhdistsiplinarnyi nauchnyi forum s mezhdunarodnym uchastiem = New materials and promising technologies: The Sixth interdisciplinary scientific forum with international participation*. Moscow: Tsentr nauchno-tekhnicheskikh reshenii; 2020. P. 433-437. (In Russ.) EDN CHJXP.

16. Fetisov G.V. X-ray diffraction methods of structural diagnostics of materials: progress and achievements. *Uspekhi fizicheskikh nauk = Physics-Uspekhi*. 2020;190(1):2-36. (In Russ.) EDN RJBIAV.

17. Dvornik M.I., Vlasova N.M. Comparative analysis of the operational resistance of submicron WC-10Co hard alloy sintered from powder obtained by electroerosion dispersion in oil. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedenii. Poroshkovaya metallurgiya i funktsional'nye pokrytiya = Powder Metallurgy and Functional Coatings*. 2023;17(1):75-84. (In Russ.) <https://doi.org/10.17073/1997-308X-2023-1-75-84>. EDN ALELTB.

18. Plesovskikh A.Yu., Krylova S.E. Investigation of the structure and properties of a wear-resistant gas-thermal coating with a tungsten content. *Frontier Materials & Technologies*. 2023;(2):89-101. (In Russ.) EDN UQIPRW.

19. Chernogor A.V., Blinkov I.V., Belov D.S., Sergevnin V.S., Demirov A.P. The influence of nickel on the composition, structure and properties of Ti-Cr-N coatings. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedenii. Poroshkovaya metallurgiya i funktsional'nye pokrytiya = Powder Metallurgy and Functional Coatings*. 2023;17(1):63-74. (In Russ.) <https://doi.org/10.17073/1997-308X-2023-1-63-74>. EDN PWHHPO.

20. Ageev E.V., Ageev E.V., Karpenko V.Yu., Altukhov A.Yu. The influence of technology for obtaining electrode material from high-speed steel waste on the wear resistance of electric spark coatings. *Naukoemkie tekhnologii v mashinostroenii = High-tech technologies in mechanical engineering*. 2015;(1):36-41. (In Russ.) EDN TIJQXT.

Информация об авторах / Information about the Authors

Агеева Екатерина Владимировна, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры технологии материалов и транспорта, Юго-Западный государственный университет, г. Курск, Российская Федерация, e-mail: ageeva-ev@yandex.ru, ORCID: 0000-0001-8457-6565, SPIN-код: 2561-0708

Локтионова Оксана Геннадьевна, доктор технических наук, профессор, Юго-Западный государственный университет, г. Курск, Российская Федерация, e-mail: log7.9@mail.ru

Улитин Дмитрий Алексеевич, аспирант кафедры технологии материалов и транспорта, Юго-Западный государственный университет, г. Курск, Российская Федерация, e-mail: ulitdmitr@gmail.com, SPIN-код: 6575-1033, ORCID: 0009-0000-0444-298X

Андреева Анна Евгеньевна, студент, Юго-Западный государственный университет, г. Курск, Российская Федерация, e-mail: ageevaanna2004@yandex.ru, SPIN-код: 6687-3804

Ekaterina V. Ageeva, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, Professor of the Department of Materials Technology and Transport, Southwest State University, Kursk, Russian Federation, e-mail: ageeva-ev@yandex.ru, ORCID: 0000-0001-8457-6565, SPIN-код: 2561-0708

Oksana G. Loktionova, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, Southwest State University, Kursk, Russian Federation, e-mail: log7.9@mail.ru

Dmitry A. Ulitin, Postgraduate Student of the Department of Technology of Materials and Transport, Southwest State University, Kursk, Russian Federation, e-mail: ulitdmitr@gmail.com, SPIN-код: 6575-1033, ORCID: 0009-0000-0444-298X

Anna E. Andreeva, Student, Southwest State University, Kursk, Russian Federation, e-mail: ageevaanna2004@yandex.ru, SPIN-код: 6687-3804

Оригинальная статья / Original article

УДК 621.762

<https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-4-55-64>

Рентгенофлуоресцентный анализ элементного состава металлоотходов титана

А.С. Великанов¹✉¹ Юго-Западный государственный университет

ул. 50 лет Октября, д. 94, г. Курск 305040, Российская Федерация

✉ e-mail: velikanov_alexander@mail.ru

Резюме

Целью данной работы являлось проведение рентгенофлуоресцентного анализа элементного состава отобранного металлоотхода и определение маркировки сплава, преимущественно состоящего из титана, планируемого к переработке методом электроэрозионного диспергирования для получения порошка, применимого в аддитивных технологиях.

Методы. Для установления элементного состава титансодержащего сплава неизвестной марки был отобран образец в виде металлической пластины длиной 530 мм, шириной 144 мм и толщиной 4 мм. Анализ выполнялся с использованием портативного рентгенофлуоресцентного спектрометра Niton XL3t. Перед измерениями поверхность образца была очищена, а каждая точка анализировалась не менее трёх раз для повышения достоверности. Метод рентгенофлуоресцентного анализа обеспечивает оперативное и неразрушающее определение элементного состава сложных материалов без применения эталонных образцов, позволяя проводить локальный точечный анализ с высокой точностью и скоростью (до 10 с), что особенно важно при исследовании потенциально неоднородных объектов.

Конструктивные особенности прибора Niton XL3t обеспечивают возможность проведения локализованного точечного анализа поверхности исследуемых объектов, что имеет принципиальное значение при работе с материалами, потенциально характеризующимися структурной или химической неоднородностью. Для определения соответствия фактического химического состава нормативным требованиям, указанным в марочнике сталей и ГОСТ 19807–91, проведено сопоставление экспериментально определённых концентраций элементов с теоретическим составом сплава.

Результаты. Проведённый рентгенофлуоресцентный анализ элементного состава титансодержащих металлоотходов с использованием портативного спектрометра Niton XL3t позволил достоверно установить, что исследуемый образец соответствует марке сплава BT1-2.

Заключение. Полученные результаты формируют научно-методическую основу для последующих исследований по переработке данных металлоотходов методом электроэрозионного диспергирования с целью получения сферических порошков, применимых в аддитивных технологиях.

Ключевые слова: металлоотходы; титан; рентгенофлуоресцентный анализ; элементный анализ.

Конфликт интересов: Автор декларирует отсутствие явных и потенциальных конфликтов интересов, связанных с публикацией настоящей статьи.

Для цитирования: Великанов А.С. Рентгенофлуоресцентный анализ элементного состава металлоотходов титана // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. 2025. Т. 15, № 4. С. 55–64. <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-4-55-64>.

Поступила в редакцию 07.11.2025

Подписана в печать 02.12.2025

Опубликована 25.12.2025

X-ray fluorescence analysis of the elemental composition of Titanium metal waste

Aleksandr S. Velikanov¹

¹ Southwest State University
50 Let Oktyabrya Str. 94, Kursk 305040, Russian Federation

✉ e-mail: velikanov_alexander@mail.ru

Abstract

The purpose of this work was to conduct X-ray fluorescence analysis of the elemental composition of a sample of metal waste and determine the alloy grade, primarily titanium, planned for processing by electrical discharge dispersion to produce powder suitable for additive manufacturing.

Methods. To determine the elemental composition of a titanium-containing alloy of unknown grade, a metal plate sample measuring 530 mm in length, 144 mm in width, and 4 mm in thickness was collected. Analysis was performed using a Niton XL3t portable X-ray fluorescence spectrometer. Before measurements, the sample surface was cleaned, and each point was analyzed at least three times to enhance reliability. X-ray fluorescence analysis provides rapid and non-destructive determination of the elemental composition of complex materials without the use of reference samples, enabling localized spot analysis with high accuracy and speed (up to 10 seconds), which is especially important when studying potentially heterogeneous objects.

The design features of the Niton XL3t instrument enable localized spot analysis of the surface of the test objects, which is crucial when working with materials potentially characterized by structural or chemical heterogeneity. To determine whether the actual chemical composition complies with the regulatory requirements specified in the steel grade list and GOST 19807–91, a comparison was made between the experimentally determined concentrations of elements and the theoretical composition of the alloy.

Results. X-ray fluorescence analysis of the elemental composition of titanium-containing metal waste using a Niton XL3t portable spectrometer reliably established that the sample corresponds to the VT1-2 alloy grade.

Conclusion. The obtained results form the scientific and methodological basis for subsequent research on the processing of these metal wastes using electrical discharge dispersion to produce spherical powders applicable in additive manufacturing.

Keywords: titanium; waste; X-ray fluorescence analysis; elemental analysis.

Conflict of interest: The Author declare the absence of obvious and potential conflicts of interest related to the publication of this article.

For citation: Velikanov A.S. X-ray fluorescence analysis of the elemental composition of Titanium waste. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Tekhnika i tekhnologii* = *Proceedings of the Southwest State University. Series: Engineering and Technologies*. 2025;15(4):55–64. (In Russ.) <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-4-55-64>.

Received 07.11.2025

Accepted 02.12.2025

Published 25.12.2025

Введение

Высокая интенсивность развития технологии аддитивного производства формирует комплекс научно-технических задач, решение которых требует своевременной проработки и практической реализации [1].

В условиях усиления внешних санкционных ограничений одним из приоритетных направлений является создание

отечественных технологических процессов по переработке металлоотходов путем выпуска из них малотоннажных партий сферических металлических порошков регламентированных марок и дисперсного состава [2]. К числу металлических отходов, рециклинг которых способствует снижению технологической зависимости и укреплению импортозамещения Российской Федерации, относятся отходы титановых сплавов [3]. Их востребованность

определяется совокупностью эксплуатационных характеристик, обеспечиваемых использованием дорогостоящих легирующих элементов [4]. Титановые сплавы занимают ключевые позиции среди материалов, применяемых в аддитивных технологиях [5], и широко используются в машиностроении, авиационно-космической отрасли, энергетике и других высокотехнологичных сферах [6–8].

Электроэрозионное диспергирование (ЭЭД) титаносодержащих металлоотходов с последующим применением полученных порошков вызывает значительный научный и практический интерес [9]. Метод ЭЭД, несмотря на отсутствие промышленного внедрения, обладает рядом существенных преимуществ. Получаемый порошок обладает высокой дисперсностью. Переработку металлоотходов можно производить малыми партиями с низким потреблением электроэнергии, при этом сохраняя высокий показатель экологичности процесса [10].

Однако свойства целевого порошкового материала и, соответственно, каче-

ство восстановленного сплава в значительной степени зависят от структурного и элементарного состава исходных отходов, которые на сегодняшний день могут быть получены методом рентгенофлуоресцентного анализа образцов [11].

Целью данного исследования являлось проведение рентгенофлуоресцентного анализа элементного состава отобранного металлоотхода и определения маркировки сплава, преимущественно состоящего из титана, планируемого к переработке методом электроэрозионного диспергирования для получения порошка, применимого в аддитивных технологиях.

Материалы и методы

Для установления элементарного химического состава сплава неизвестной марки, преимущественно состоящего из титана, на предприятии, специализирующемся на сборе и рециклинге металлического лома, был отобран образец металлической пластины длиной 530 мм, шириной 144 мм и толщиной 4 мм (рис. 1).



Рис. 1. Образец титановой пластины

Fig. 1. Sample of titanium plate

Определение фактического химического состава металлоотходов выполнялось с использованием портативного рентгенофлуоресцентного спектрометра Niton XL3t (рис. 2, а, б) [12; 13]. Перед проведением измерений поверхность ти-

танового образца была предварительно очищена для исключения влияния следов поверхностных загрязнений. Для повышения достоверности результатов каждая точка анализировалась не менее трёх раз [14].



Рис. 2. Процесс измерения образца: а – используемая модель спектрометра Niton XL3t; б – отображаемые показатели элементарного состава

Fig. 2. Sample measurement process: а – Niton XL3t spectrometer model used; б – elemental composition readings displayed

Применение портативного рентгенофлуоресцентного анализа обосновано его высокой точностью, скоростью и производительностью [15]. Идентификация металлов и сплавов осуществляется в коротком временном диапазоне (до 10 с), при этом исследуемые образцы сохраняют свои физико-химические характеристики, а метод не предполагает использование внешних эталонных образцов [16].

Рентгенофлуоресцентный метод основан на регистрации спектра вторичного излучения, возникающего при воздей-

ствии на материал рентгеновского излучения высокой интенсивности. Конструктивные параметры прибора обеспечивают выполнение локального точечного анализа поверхности исследуемых объектов, что особенно важно при изучении потенциально неоднородных материалов [17; 18].

Результаты и их обсуждение

Данные об элементарном составе образцов исследуемой титановой пластины представлены в таблице 1.

Таблица 1. Результаты исследования образцов металлоотходов

Table 1. Results of the study of metal waste samples

Химический элемент A chemical element	Процентное содержание, % Percentage content, %	Погрешность измерения, $\pm 2\delta$ Measurement error, 2δ
Ti	98,95	0,26
Fe	0,658	0,068
Cu	0,018	0,003
Zn	0,030	0,010
Zr	0,003	0,001
Pb	0,023	0,006
Прочие	0,32	—

С помощью марочника сталей, в который были введены полученные спектрометром данные об химическом составе,

был произведен поиск материалов, соответствующих критериям (рис. 3).

Поиск по химическому составу материала

Внимание!	Значение ДО вводить как НОЛЬ	Пример: поиск Fe ДО 5.3% вводить как	0	5.3	Fe
	Если нет MIN-MAX, число вводить в обе ячейки	Пример: поиск Fe = 5.3% вводить как	5.3	5.3	Fe

Область поиска: все материалы

<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>
Ag	Al	As	B	Be	
Bi	C	Ca	Cd	Ce	
Cl	Co	Cr	Cu	0.4	1
H	La	Li	Mg		Mn
Mo	N	Na	Nb		Nd
Ni	O	P	Pb		S
Sb	Si	Sn	98.95	99.95	V
W	Y	Zn	Ti		
			Zr		P3M

Добавлены новые элементы

<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>	<input type="text"/>
Au	Ba	F	Ga	Hg	
In	Ir	Pd	Pt	Rh	
Se	Ta	Te	Tl	Ru	
Al+Mg	Cu+P	Ni+Co			

Выполнить поиск

а

Поиск.

Произведен поиск материалов, которые соответствуют ВСЕМ критериям ОДНОВРЕМЕННО:

Область поиска: все материалы.		
Хим. состав в % :	Fe 0.4-1	Ti 98.95-99.95

Число найденных материалов = 1

Теперь найденные материалы можно не только просматривать по одному, но и сравнивать между собой.

Для сравнения отметьте 2 материала и нажмите кнопку: Сравнить свойства материалов

Титан, сплав титана (1)
<input checked="" type="checkbox"/> BT1-2

б

Рис. 3. Процесс идентификации марки сплава: а – ввод данных о массовой доле химических элементов; б – результаты поиска с отображением наименования материала и его элементного состава

Fig. 3. The process of identifying the alloy grade: а – entering data on the mass fraction of chemical elements; б – search results displaying the name of the material and its elemental composition

Характеристика материала ВТ1-2

Марка :	ВТ1-2
Классификация :	Титан технический
Применение:	для изготовления полуфабрикатов (листов, лент, фольги, полос, плит, прутков, профилей, труб, поковок и штампованных заготовок) методом деформации, а также слитков
Зарубежные аналоги:	Нет данных

Химический состав в % материала ВТ1-2
ГОСТ 19807 - 91

Fe	C	Si	N	Ti	O	H	Примесей
до 1.5	до 0.1	до 0.15	до 0.15	97.8 - 99.7	до 0.3	до 0.01	прочих 0.3

Примечание: Ti - основа; процентное содержание Ti дано приблизительно

Механические свойства при T=20°C материала ВТ1-2 .

Сортамент	Размер	Напр.	σ_B	σ_T	δ_5	ψ	KCU	Термообр.
-	мм	-	МПа	МПа	%	%	кДж / м ²	-
Пруток отожжен., ГОСТ 26492-85			590-930		8	17	250	

В

Рис. 3. Процесс идентификации марки сплава: в – наименование полученного сплава**Fig. 3.** The process of identifying the alloy grade: в – the name of the resulting alloy

Для оценки соответствия фактического химического состава нормативным требованиям проведено сопоставление экспериментально определённых концентраций элементов с теоретическим (регламентированным) составом сплава, представленным в марочнике. Было установ-

лено, что исследуемый образец изготовлен из титансодержащего сплава марки ВТ1-2. Результаты сравнительного анализа, позволяющие выявить отклонения и оценить точность соответствия фактического состава установленным стандартам, приведены в таблице 2.

Таблица 2. Сравнение химического состава сплава, полученного экспериментально, с теоретически рассчитанными значениями**Table 2.** Comparison of the chemical composition of the alloy obtained experimentally with theoretically calculated values

Химический элемент A chemical element	Процентное содержание, % Percentage content, %	
	исследуемый сплав the alloy under study	сплав ВТ1-2 по ГОСТ 19807-91 alloy VT1-2 according to GOST 19807-91
Ti	98,95	97,8 – 99,7
Fe	0,658	до 1,5
Cu	0,018	до 0,3
Zn	0,030	до 0,3
Zr	0,003	до 0,3
Pb	0,023	до 0,3

Окончание табл. 2**End of Table 2**

Химический элемент A chemical element	Процентное содержание, % Percentage content, %	
	исследуемого сплава the alloy under study	сплава BT1-2 по ГОСТ 19807-91 alloy VT1-2 according to GOST 19807-91
O	–	до 0,2
Si	–	до 0,1
C	–	до 0,07
N	–	до 0,04
H	–	до 0,01
Прочие	0,32	0,3

Сравнительный анализ массового содержания химических элементов в исследуемом металлоотходе относительно нормативного состава титансодержащего сплава BT1-2 показал наличие незначительных расхождений. Так, в образце не были выявлены элементы O, Si, C, N и H. Это может свидетельствовать о том, что их концентрации находятся на пределе обнаружения метода (не превышают 0,1%) либо полностью отсутствуют, что объясняет зарегистрированные отклонения от нормативного состава [19; 20].

Подобные результаты подтверждают высокую степень соответствия исследуемого металлоотхода установленным стандартам и позволяют заключить о его пригодности для последующей переработки.

Выводы

Проведённый рентгенофлуоресцентный анализ элементного состава титан-

содержащих металлоотходов с использованием портативного спектрометра Niton XL3t позволил достоверно установить, что исследуемый образец соответствует марке сплава BT1-2. Полученные результаты формируют научно-методическую основу для последующих исследований по переработке данных металлоотходов методом электроэрозионного диспергирования с целью получения сферических порошков, применимых в аддитивных технологиях. Реализация процессов реновации титансодержащих отходов способствует эффективному использованию ресурсов, поддерживает политику импортозамещения и укрепляет технологический суверенитет Российской Федерации, что подчёркивает актуальность и практическую значимость проведённого исследования.

Список литературы

1. Ловшенко Ф.Г., Федосенко А.С., Марукович Е.И. Теоретические и технологические аспекты получения механически легированных порошков для производства покрытий и изделий аддитивными методами // Литье и металлургия. 2021. № 4. С. 90-105. <https://doi.org/10.21122/1683-6065-2021-4-90-105>. EDN ETYEQU.
2. Ровин С.Л., Калинин А.С., Ровин Л.Е. Возвращение дисперсных металлоотходов в производство // Литье и металлургия. 2019. № 1. С. 45-48.

3. Тенденции и перспективы развития рециклинга металлов / А.И. Татаркин, О.А. Романова, В.Г. Дюбанов, А.В. Душин, О.С. Брянцева // Экология и промышленность России. 2013. № 5. С. 4-10.
4. Исследование условий горячей деформации аддитивно выращенных заготовок из титанового сплава ВТ6 с применением конечно-элементного моделирования / А.Н. Кошмин, А.С. Алещенко, П.В. Патрин, П.Ю. Соколов, А.В. Зиновьев // Metallurg. 2020. № 11. С. 100-106. EDN WEMEVE.
5. Джандиери Г.В. Диагностика эффективности и оптимизация организационно-экономической системы рециклинга черных металлов // Черные металлы. 2020. № 1. С. 56-62.
6. Различные методы повышения износостойкости титановых сплавов и сравнительный анализ их эффективности применительно к титановому сплаву ВТ23М / С.В. Путырский, А.А. Арисланов, Н.И. Артеменко, А.Л. Яковлев // Авиационные материалы и технологии. 2018. № 1(50). С. 19-24. <https://doi.org/10.18577/2071-9240-2018-0-1-19-24>. EDN YNGXOH.
7. Орыщенко А.С., Леонов В.П., Михайлов В.И. Титановые сплавы для глубоководной морской техники // Вопросы материаловедения. 2021. № 3(107). С. 238-246. <https://doi.org/10.22349/1994-6716-2021-107-3-238-246>. EDN YOLEKN.
8. Порошки, полученные электроэрозионным диспергированием отходов твердых сплавов – перспективный материал для восстановления деталей автотракторной техники / Е.В. Агеев, В.Н. Гадалов, Е.В. Агеева, Р.В. Бобрышев // Известия Юго-Западного государственного университета. 2012. № 1-1 (40). С. 182-189.
9. Романов И.В., Задорожний Р.Н. Выделение мелкодисперсной фракции порошков, полученных методом электроэрозионного диспергирования // Технический сервис машин. 2020. № 3(140). С. 119-127. <https://doi.org/10.22314/2618-8287-2020-58-3-119-127>. EDN CRMZLZ.
10. Оценка эффективности применения твердосплавных электроэрозионных порошков в качестве электродного материала / Е.В. Агеев, Г.Р. Латыпова, А.А. Давыдов, Е.В. Агеева // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. 2012. № 1. С. 19-22.
11. Исследование химического состава порошков, полученных электроэрозионным диспергированием твердого сплава / Е.В. Агеев, Б.А. Семенихин, Е.В. Агеева, Р.А. Латыпов // Известия Юго-Западного государственного университета. 2011. № 5-1 (38). С. 138а-144.
12. Проведение рентгеноспектрального микроанализа твердосплавных электроэрозионных порошков / Е.В. Агеев, Г.Р. Латыпова, А.А. Давыдов, Е.В. Агеева // Известия Юго-Западного государственного университета. 2012. № 5-2 (44). С. 99-102.
13. Ревенко А.Г., Пашкова Г.В. Рентгенофлуоресцентный анализ: современное состояние и перспективы развития // Журнал аналитической химии. 2023. Т. 78, № 11. С. 980-1001. <https://doi.org/10.31857/S0044450223110130>. EDN MNFDQX.
14. Нарцев В.М., Аткарская А.Б. Рентгенофлуоресцентный анализ состава тонких покрытий с использованием метода фундаментальных параметров // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2016. 82(3). С. 29-35.
15. Исследование элементного состава компонентов резцов дорожной фрезы методом рентгенофлуоресцентного анализа / Л.П. Кузнецова, К.Ю. Кузнецов, В.И. Колмыков, Б.А. Семенихин // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. 2023. Т. 13, № 3. С. 44-60. <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2023-13-3-44-60>. EDN OJONIU.
16. Рентгенофлуоресцентный анализ как метод определения количественного элементного состава сплавных катализаторов / Э.А. Каралин, Я.О. Желонкин, А.В. Опаркин, В.А. Васильев, Л.Т. Ахметова, Г.Р. Бадикова // Вестник технологического университета. 2016. Т. 19, № 14. С. 63-65.

17. Бахтиаров А.В., Савельев С.К. Методика модифицированного способа стандарта-фона при рентгенофлуоресцентном анализе сложных многокомпонентных объектов // Журнал аналитической химии. 2020. Т. 75, № 1. С. 24-30.
18. Полякова М.А., Босикова Е.Ю. Особенности применения рентгенофлуоресцентного анализа для определения состава материалов // Технологии металлургии, машиностроения и материалобработки. 2017. № 16. С. 92-98.
19. Агеева Е.В., Королев М.С., Воробьев Ю.С. Исследование элементного состава свинцово-сурьмянистых сплавов методом рентгенофлуоресцентного анализа // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. 2020. Т. 10, № 4. С. 8-21. EDN AHKNLQ.
20. Математическое моделирование процесса упрочняющей обработки титановых сплавов BT20 и OT4 / А.В. Филонович, И.В. Ворначева, А.А. Чуйченко, Е.А. Болотников // Упрочняющие технологии и покрытия. 2021. Т. 17, № 10(202). С. 476-480. <https://doi.org/10.36652/1813-1336-2021-17-10-476-480>. EDN KNUDWX.

Reference

1. Lovshenko F.G., Fedosenko A.S., Marukovich E.I. Theoretical and technological aspects of obtaining mechanically alloyed powders for the production of coatings and products by additive methods. *Lit'e i metallurgiya = Casting and metallurgy*. 2021;(4):90-105. (In Russ.) <https://doi.org/10.21122/1683-6065-2021-4-90-105>. EDN ETYEQU.
2. Rovin S.L., Kalinichenko A.S., Rovin L.E. The return of dispersed metal waste to production. *Lit'e i metallurgiya = Casting and metallurgy*. 2019;(1):45-48. (In Russ.)
3. Tatarkin A.I., Romanova O.A., Dyubanov V.G., Dushin A.V., Bryantseva O.S. Trends and prospects of metal recycling development. *Ekologiya i promyshlennost' Rossii = Ecology and industry of Russia*. 2013;(5):4-10. (In Russ.)
4. Koshmin A.N., Aleshchenko A.S., Patrín P.V., Sokolov P.Yu., Zinoviev A.V. Investigation of the conditions of hot deformation of additively grown billets from titanium alloy VT6 using finite element modeling. *Metallurg = Metallurg*. 2020;(11):100-106. (In Russ.) EDN WEMEEV.
5. Jandieri G.V. Diagnostics of efficiency and optimization of the organizational and economic system of recycling of ferrous metals. *Chernye metally = Ferrous metals*. 2020;(1):56-62. (In Russ.)
6. Putyrsky S.V., Arislanov A.A., Artemenko N.I., Yakovlev A.L. Various methods of increasing the wear resistance of titanium alloys and a comparative analysis of their effectiveness in relation to the VT23M Titanium alloy. *Aviatsionnye materialy i tekhnologii = Aviation Materials and Technologies*. 2018;(1):19-24. (In Russ.) <https://doi.org/10.18577/2071-9240-2018-0-1-19-24>. EDN YNGXOH.
7. Oryshchenko A.S., Leonov V.P., Mikhailov V.I. Titanium alloys for deep-sea marine engineering. *Voprosy materialovedeniya = Issues of materials science*. 2021;(3):238-246. (In Russ.) <https://doi.org/10.22349/1994-6716-2021-107-3-238-246>. EDN YOLEKN.
8. Ageev E.V., Gadalov V.N., Ageeva E.V., Bobryshev R.V. Powders obtained by electroerosive dispersion of solid alloy waste - a promising material for the restoration of parts of automotive equipment. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta = Proceedings of Southwest State University*. 2012;(1-1):182-189. (In Russ.)
9. Romanov I.V., Zadorozhny R.N. Isolation of the fine fraction of powders obtained by the method of electroerosive dispersion. *Tekhnicheskii servis mashin = Technical service of machines*. 2020;(3):119-127. (In Russ.) <https://doi.org/10.22314/2618-8287-2020-58-3-119-127>. EDN CRMZLZ.
10. Ageev E.V., Latypova G.R., Davydov A.A., Ageeva E.V. Evaluation of the effectiveness of the use of carbide electroerosion powders as an electrode material. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta = Proceedings of Southwest State University*. 2025;15(4):55-64.

darstvennogo universiteta. Seriya: Tekhnika i tekhnologii = *Proceedings of Southwest State University. Series: Engineering and Technologies*. 2012;(1):19-22. (In Russ.)

11. Ageev E.V., Semenikhin B.A., Ageeva E.V., Latypov R.A. Investigation of the chemical composition of powders obtained by electroerosive dispersion of a hard alloy. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta = Proceedings of Southwest State University*. 2011;(5-1):138a-144. (In Russ.)

12. Ageev E.V., Latypova G.R., Davydov A.A., Ageeva E.V. Conducting X-ray spectral microanalysis of carbide electroerosion powders. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta = Proceedings of Southwest State University*. 2012;(5-2):099-102. (In Russ.)

13. Revenko A.G., Pashkova G.V. X-ray fluorescence analysis: current state and prospects of development. *Zhurnal analiticheskoi khimii = Journal of Analytical Chemistry*. 2023;78(11):980-1001. (In Russ.) <https://doi.org/10.31857/S0044450223110130>. EDN MNFDQX.

14. Nartsev V.M., Atkarskaya A.B. X-ray fluorescence analysis of the composition of thin coatings using the method of fundamental parameters. *Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov = Factory laboratory. Diagnostics of materials*. 2016;82(3):29-35. (In Russ.)

15. Kuznetsova L.P., Kuznetsov K.Yu., Kolmykov V.I., Semenikhin B.A. Investigation of the elemental composition of the components of road milling cutters by X-ray fluorescence analysis. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Tekhnika i tekhnologii = Proceedings of Southwest State University. Series: Engineering and Technologies*. 2023;13(3):44-60. (In Russ.) <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2023-13-3-44-60>. EDN OJOHIU.

16. Karolin E.A., Zhelonkin Ya.O., Oparin A.V., Vasiliev V.A., Akhmetova L.T., Badikova G.R. X-ray fluorescence analysis as a method for determining the quantitative elemental composition of alloy catalysts. *Vestnik tekhnologicheskogo universiteta = Bulletin of the Technological University*. 2016;19(14):63-65 (In Russ.)

17. Bakhtiarov A.V., Saveliev S.K. Methodology of the modified standard-background method for X-ray fluorescence analysis of complex multicomponent objects. *Zhurnal analiticheskoi khimii = Journal of Analytical Chemistry*. 2020;75(1):24-30. (In Russ.)

18. Polyakova M.A., Baskova E.Yu. Features of the use of X-ray fluorescence analysis to determine the composition of materials. *Tekhnologii metallurgii, mashinostroeniya i materialoobrabotki = Technologies of metallurgy, mechanical engineering and material processing*. 2017;16:92-98. (In Russ.)

19. Ageeva E.V., Korolev M.S., Vorobyov Yu.S. Investigation of the elemental composition of lead-antimony alloys by X-ray fluorescence analysis. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Tekhnika i tekhnologii = Proceedings of Southwest State University. Series: Engineering and Technologies*. 2020;10(4):8-21. (In Russ.) EDN AHKNLQ.

20. Filonovich A.V., Vornacheva I.V., Chuichenko A.A., Bolotnikov E.A. Mathematical modeling of the process of hardening treatment of Titanium alloys VT20 and OT4. *Uprochnyayushchie tekhnologii i pokrytiya = Hardening technologies and coatings*. 2021;17(10):476-480. (In Russ.) <https://doi.org/10.36652/1813-1336-2021-17-10-476-480>. EDN KNUDWX.

Информация об авторе / Information about the Author

Великанов Александр Сергеевич, старший преподаватель кафедры архитектуры, градостроительства и графики, Юго-Западный государственный университет, г. Курск, Российская Федерация,
e-mail: velikanov_alexander@mail.ru,
ORCID: 0009-0006-3226-7473

Aleksandr S. Velikanov, Senior Lecturer at the Department of Architecture, Urban Planning and Graphics, Southwest State University, Kursk, Russian Federation,
e-mail: velikanov_alexander@mail.ru,
ORCID: 0009-0006-3226-7473

УДК 538.975

<https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-4-65-81>



Размерные особенности и механизмы роста магнетронных наноплёнок нитрида тантала при высокочастотном реактивном формировании

А.П. Кузьменко^{1✉}, И.С. Кашкин¹, А.И. Колпаков¹, И.С. Сапрыкин^{1✉}

¹ Юго-Западный государственный университет
ул. 50 лет Октября, д. 94, г. Курск 305040, Российская Федерация

✉ e-mail: apk3527@mail.ru

Резюме

Цель исследования. Наноструктурирование в магнетронных наноплёнках нитрида тантала при высокочастотном магнетронном распылении.

Методы. Высокочастотное магнетронное распыление на кремниевую подложку осуществлялось в зависимости от изменения управляющего параметра времени $t = 1800 - 3600$ с. Использовалась мишень из тантала, распыляемая при фиксированных $T = 140^\circ\text{C}$, $P = 300$ Вт, давлении Ar 1,0 Па. Поверхности подложек подвергались ионной чистке в течение 120 с током 60 мА. Рост толщины плёнок достигался изменением управляющего параметра времени t . Наноразмерная характеристика полученных наноплёнок нитрида тантала проводилась с помощью методов атомно-силовой микроскопии, цифровой голографической микроскопии и рентгенофазового анализа. По результатам статистической обработки АСМ-изображений выполнялся анализ автокорреляционных функций и изменений фрактальных размерностей, определенных по методу кубов.

Результаты. Прецизионно методом ступеньки на АСМ и ЦГМ изображениях измерены толщины и рассчитаны скорости роста наноплёнок, доказано их линейное увеличение в зависимости от времени t . По данным РФА установлено формирование гексагональной $\text{hex-Ta}_2\text{N}$ фазы в тонких слоях и переход к доминированию кубической fcc-TaN с ростом толщины. Наблюдались эволюционные процессы морфологии поверхности с переходом от изотропной мелкозернистой структуры к выраженной столбчатой, что подтверждено снижением фрактальной размерности и увеличением длин автокорреляционной функции.

Заключение. В магнетронных наноплёнках из нитрида тантала, осажденных высокочастотным методом, обнаружен фазовый переход от гексагональной фазы $\text{hex-Ta}_2\text{N}$ в тонких слоях к кубической фазе fcc-TaN , начиная с критической толщины. Снижение фрактальной размерности и увеличение длин автокорреляционной функции указывали на эволюцию морфологии поверхности от изотропно мелкозернистой к выраженной столбчатой.

Ключевые слова: высокочастотное магнетронное распыление; нитрид тантала; автокорреляционная функция; конкурентный рост зерен; фрактальная размерность; шероховатость.

Финансирование: Статья подготовлена в рамках государственного заказа на 2025 г. № 075-03-3025-526.

Конфликт интересов: Авторы декларируют отсутствие явных и потенциальных конфликтов интересов, связанных с публикацией настоящей статьи.

Для цитирования: Размерные особенности и механизмы роста магнетронных наноплёнок нитрида тантала при высокочастотном реактивном формировании / А.П. Кузьменко, И.С. Кашкин, А.И. Колпаков, И.С. Сапрыкин // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. 2025. Т. 15, № 4. С. 65–81. <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-4-65-81>.

Поступила в редакцию 14.11.2025

Подписана в печать 02.12.2025

Опубликована 25.12.2025

Dimensional features and mechanisms of growth of magnetron nanofilms of Tantalum nitride during high-frequency reactive formation

Aleksander P. Kuzmenko¹✉, Igor S. Kashkin¹, Artem I. Kolpakov¹,
Ivan S. Saprykin¹

¹ Southwest State University
50 let Oktyabrya Str. 94, Kursk 305040, Russian Federation

✉ e-mail: apk3527@mail.ru

Abstract

Purpose of research. Nanostructuring in magnetron nanofilms of Tantalum nitride by high-frequency magnetron sputtering.

Methods. High-frequency magnetron sputtering on a silicon substrate was carried out depending on the change in the time control parameter $t = 1800 - 3600$ C. A Tantalum target sprayed at a fixed $T = 140^\circ\text{C}$, $P = 300$ W, pressure Ar 1.0 Pa was used. The surfaces of the substrates were ion-cleaned for 120 s with a current of 60 mA. The increase in film thickness was achieved by changing the time control parameter t . Nanoscale characterization of the obtained tantalum nitride nanofilms was carried out using atomic force microscopy, digital holographic microscopy, and X-ray phase analysis. Based on the results of statistical AFM image processing, the analysis of autocorrelation functions and changes in fractal dimensions determined by the cube method was performed.

Results. The nanofilm thicknesses were measured and the growth rates of nanofilms were calculated using the precision step method on AFM and CGM images, and their linear increase as a function of time t was proved. According to the XRD data, the formation of the hexagonal hex-Ta₂N phase in thin layers and the transition to the dominance of cubic fcc-TaN with increasing thickness have been established. Evolutionary processes of surface morphology were observed with the transition from an isotropic fine-grained structure to a pronounced columnar one, which was confirmed by a decrease in fractal dimension and an increase in the lengths of the autocorrelation function.

Conclusion. In magnetron nanofilms of tantalum nitride deposited by the high-frequency method, a phase transition from the hexagonal hex-Ta₂N phase in thin layers to the cubic fcc-TaN phase, starting from a critical thickness, was detected. A decrease in the fractal dimension and an increase in the lengths of the autocorrelation function indicated the evolution of the surface morphology from isotropically fine-grained to pronounced columnar.

Keywords: high-frequency magnetron sputtering; Tantalum nitride; autocorrelation function; competitive grain growth; fractal dimension; roughness.

Funding: The article was prepared within the framework of the state order for 2025 No. 075-03-3025-526.

Conflict of interest: The Authors declare no apparent or potential conflicts of interest related to the publication of this article.

For citation: Kuzmenko A.P., Kashkin I.S., Kolpakov A.I., Saprykin I.S. Dimensional features and mechanisms of growth of magnetron nanofilms of Tantalum nitride during high-frequency reactive formation. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Tekhnika i tekhnologii = Proceedings of the Southwest State University. Series: Engineering and Technologies*. 2025;15(4):65-81. (In Russ.) <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-4-65-81>.

Received 14.11.2025

Accepted 02.12.2025

Published 25.12.2025

Введение

Нанопленки из нитрида тантала (TaN) широко используются в микро- и наноэлектронике в качестве диффузионных барьеров [1] и тонкопленочных резисторов из-за своих высоких показателей химической инертности [2], твердости и коррозионной стойкости [3].

Наиболее часто нанопленки TaN синтезируются методом высокочастотного магнетронного распыления (ВЧ МР) металлической мишени Ta в смеси газов Ar и N₂ [4]. При использовании метода МР важно учитывать то, что синтезированные таким методом магнетронные нанопленки (МНП) приобретают множество аллотропных кристаллических структур в зависимости от стехиометрического состава: гексагональную – TaN, Ta₂N, Ta₅N₆, гексагональную плотноупакованную – Ta₂N, тетрагональную – Ta₄N₅, орторомбическую – Ta₄N и Ta₃N₅, объемно-центрированную кубическую – TaN_{0.05}, гранцентрированную кубическую – TaN [1]. Стехиометрия и кристаллическая структура МНП соединений нитридов тантала сильно зависят от режима МР (постоянный ток (ПТ) [5] или ВЧ [6]) и ключевых параметров: мощности напыления [7], чистоты состава газовой смеси N₂/Ar [8], температуры подложки [9], давления N₂ [10], парциального давления в камере [6] и т. д. Одним из главных достоинств ВЧ МР является получение более однородных и менее дефектных МНП по сравнению с другими традиционными методами формирования тонких пленок.

В настоящее время недостаточно работ, в которых используется ВЧ-режим, по исследованию влияния расхода N₂, давления в камере, мощности и времени распыления на свойства и структуру получаемых МНП. В работе [8] установлено, что при увеличении содержания N₂ в рабочей смеси происходил рост удельного сопротивления и твердости в МНП TaN. В работе [4] было обнаружено, что при увеличении мощности напыления отмечалось снижение шероховатости за счет уменьшения размера зерен и формирование плотной и регулярной столбчатой структуры, что сопровождалось повышением твердости и износостойкости. При увеличениях парциального давления N₂, давления в камере наблюдался рост удельного сопротивления [6]. При этом с увеличением мощности распыления удельное сопротивление снижалось, на мощности выше 250 Вт наблюдалось появление столбчатых структур и рост их размеров.

Механизм конкурентного роста зерен competitive grain growth (CGG) предложен и детально описан в [11], согласно которому более крупные кристаллиты вытесняют мелкие. В условиях ПТ МР это сопровождается ростом шероховатости [12], изменением ориентации кристаллитов и фазовым сдвигом в сторону hex-Ta₂N [5]. Однако предложенный механизм CGG [11] при ВЧ МР оставался все еще недостаточно изученным. В частности, не определена критическая толщина МНП TaN, при которой в условиях ВЧ МР на кремниевую подложку Si (100) он доминирует.

нирует, отсутствует детальное определение фазовых и морфологических изменений, связанных с ним.

Целью настоящего исследования является определение критической толщины перехода к механизму CGG и режимов его проявления, в нанопленках TaN на подложке Si (100) при напылении методом ВЧ МР. Подавляющее число работ по МР нанопленок TaN связывают изменение морфологии с ростом мощности, которая повышает энергию адатомов и их диффузию в формирующемся поверхностном слое МНП. В отличие от большинства работ, где на морфологию МНП изучено влияние энергии адатомов, существенно зависящей от мощности распыления танталовой мишени, в настоящей работе мощность оставалась неизменной. Управляющим параметром роста толщины МНП выступала продолжительность времени осаждения, т. е. доза адатомов, что и позволило изучить ее влияние на включение механизма CGG [11].

Материалы и методы

В качестве подложек для нанесения МНП были использованы подложки размерами $10 \times 15 \text{ мм}^2$ из монокристаллического кремния (100), с окисленной пленкой SiO_2 толщиной $\sim 1 \text{ мкм}$. Размеры подложек диктовались требованиями используемого при исследованиях аналитического оборудования: атомно-силовой микроскопии (АСМ) и рентгенофазового анализа (РФА). Предварительно перед процессом ВЧ МР поверхности подложек обрабатывались в хромовой смеси ($\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_4$). Нанесение МНП осуществлялось на малогабаритной вакуумной установке MVU TM MAGNA-T (про-

изводитель АО «НИИТМ», г. Зеленоград) типовым магнетроном с частотой 13,56 МГц. Формирование всех образцов МНП производилось при следующих параметрах: давление в рабочей камере – $5 \times 10^{-4} \text{ Па}$, ионная чистка поверхности подложки – 120 с, давление атмосферы реактивного газа N_2 – 1,0 Па, расход рабочего газа – 0,3 л/час, инфракрасный нагрев (ИК-нагрев) – до 400 К. Мощность ВЧ МР оставалась неизменной – 300 Вт. Управляющим параметром ВЧ МР выступало время распыления $t_{\text{МР}}$: 1800, 2700 и 3600 с.

Для характеристики МНП использовались методы: АСМ (AistNT SmartSPM с пространственным разрешением по Z-координате 30 пм); РФА (GBC EMMA, 60 кВ, 80 мА, $\text{Cu K}\alpha$, 2θ от 20 до 60° с шагом $0,02^\circ$); цифровой голографический микроскоп (ЦГМ) (Lyncee Tec R2203 с разрешением по z-координате 30 пм). Толщина формируемых МНП измерялась методом «ступеньки» с помощью АСМ и ЦГМ.

Результаты и их обсуждение

С помощью АСМ в бесконтактном режиме и на ЦГМ по методу «ступеньки» [13] измерены толщины МНП из TaN на подложку из Si (100), которые проиллюстрированы рисунком 1 с соответствующими вставками. Представлены АСМ-изображения всех поверхностей МНП из TaN в области $5 \times 5 \text{ мкм}^2$, содержащие специально созданные «ступеньки». Здесь же на вставках показаны профили ступенек с соответствующими им перепадами по высоте как по АСМ-изображениям (Ia, Ib и Ic), так и по цифровым голографическим изображениям на ЦГМ (IIa, IIb и IIc).

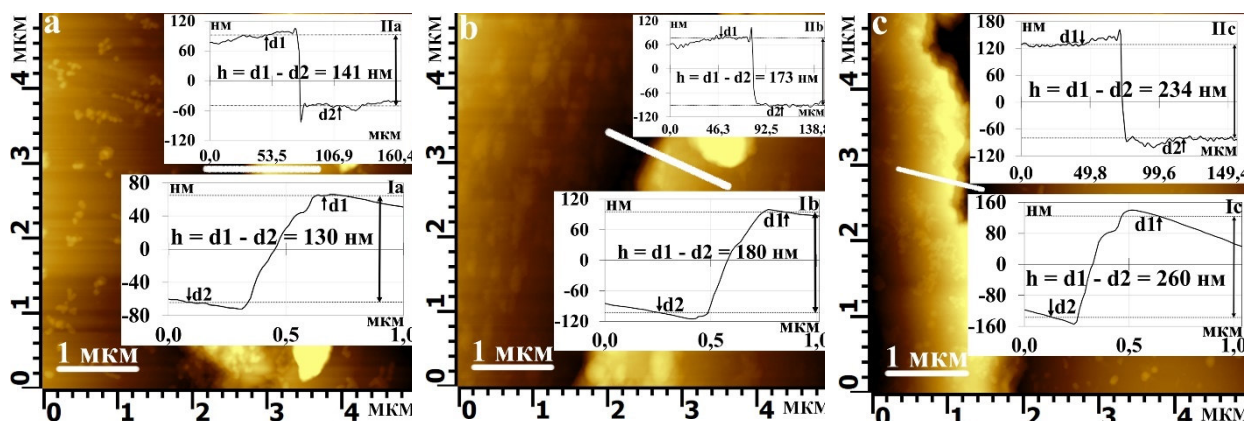


Рис. 1. АСМ-изображение «ступеньки» МНП из TaN при IIa, IIb и IIc различных параметрах t_{MP} : а – 1800 с; б – 2700 с; в – 3600 с. На вставках Ia, Ib и Ic, IIa, IIb и IIc приведены результаты измерений перепада высот в «ступеньке» по данным АСМ и ЦГМ

Fig. 1. AFM image of a "step" of TaN MNPs at IIa, IIb and IIc different t_{MS} parameters: а – 1800 s; б – 2700 s; в – 3600 s. The insets Ia, Ib and Ic; IIa, IIb and IIc show the results of height difference measurements in the "step" according to AFM and DGM data

Результаты прямых измерений с помощью АСМ и ЦГМ толщин МНП (h) достаточно хорошо согласовывались как по величине, так и по их погрешности определения ($\sim 10\%$) и имели линейную зависимость $h(t_{MP})$, как это следует из рисун-

ка 2 и из сравнения данных с измеренными толщинами h в таблице 2. Таким образом, расхождение между результатами измерений h этими методами незначительно и позволяет получать сопоставимые значения.

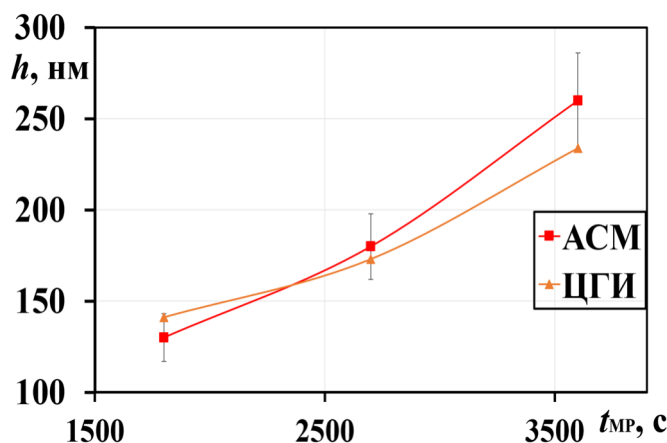


Рис. 2. Рост толщины МНП из TaN для $t_{MP} = 1800, 2700$ и 3600 с по измерениям методом «ступеньки» с помощью АСМ и ЦГМ

Fig. 2. Thickness growth of TaN MNFs for $t_{MS} = 1800, 2700$ and 3600 s as measured by the "step" method using AFM and DGM

Линейная зависимость от $h(t_{MP})$ позволила рассчитать скорость роста МНП $V_{TaN} = h/t_{MP}$ при ВЧ МР. Величины V_{TaN} по измерениям АСМ и ЦГМ были близкими и составили $\approx 0,07$ нм/с (рис. 2). Следует

отметить, что скорость формирования МНП из TaN в режиме ПТ МР [13] в реактивной азотной среде оказалась в 14 раз выше, достигая $V_{TaN} \approx 1$ нм/с.

На рисунке 3 приведены РФА дифрактограмм исследуемых МНП, сформированных в течение отмеченных $t_{MP} = 1800, 2700, 3600$ с. Измерения РФА по составу формируемых МНП TaN были выполнены с учетом полученных ранее нами данных при ПТ МР [13] в диапазоне $2\theta = 30 - 65^\circ$. Обнаруженные изменения фазового состава были идентифицированы с использованием программного обеспечения Match!3. Наблюдаемая относительная интенсивность регистрируемых

рефлексов во всех случаях существенно превышала фон и занимала диапазон от десятков до сотен единиц, т. е. была вполне достаточной для установления текстурированности МНП. На дифрактограммах (рис. 3) при соответствующих t_{MP} были измерены как изменения интенсивностей всех рефлексов (I_{1800}, I_{2700} и I_{3600}) и их ширины по уровню 0,5 от максимума ($\text{FWHM} - \beta_{1/2}$), так и возникновение новых фаз.

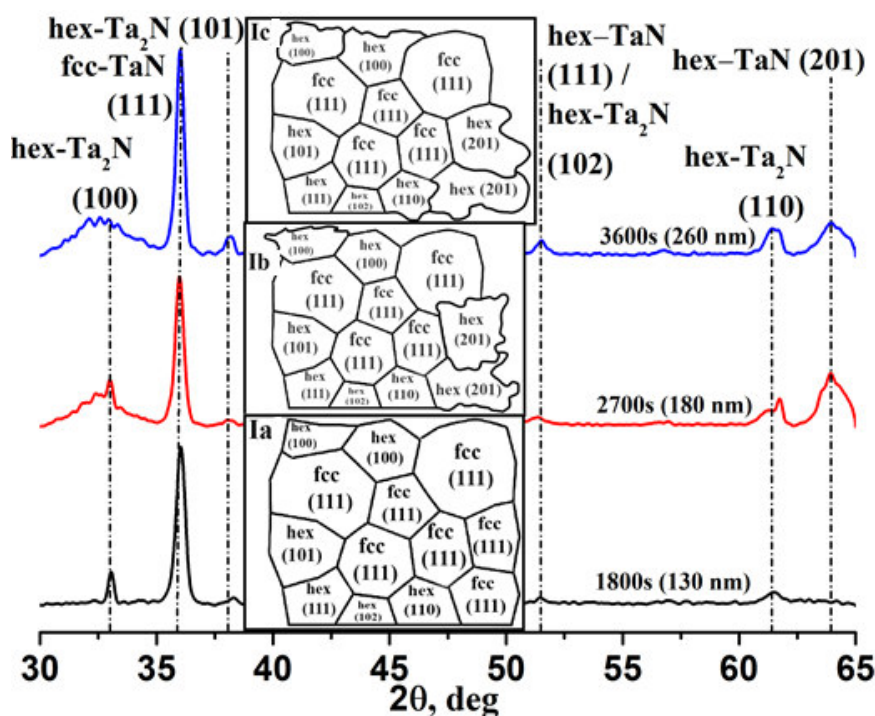


Рис. 3. Дифрактограммы МНП из TaN с толщинами: Ia – 130, Ib – 180, Ic – 260 нм, осажденные ВЧ МР в реактивной среде смеси Ar + N₂ (в центре схематично показаны изменения площадей и фазовых составов кристаллитных структур МНП)

Fig. 3. X-rays patterns of TaN MNPs with thicknesses: Ia – 130, Ib – 180, Ic – 260 nm deposited by RF MR in a reactive Ar + N₂ mixture (the center schematically shows changes of the areas and phase compositions of the MNP crystallite structures)

К примеру, пик hex-Ta₂N (100) при $2\theta = 33,46^\circ$ (JCPDS No. 26-0985) [5] проявляется на пленках толщиной 130 нм ($t_{MP} = 1800$ с), 180 нм ($t_{MP} = 2700$ с) и 260 нм ($t_{MP} = 3600$ с) со следующими интенсивностями (о.е.): $I_{1800} = 64$, $I_{2700} = 85$ и $I_{3600} = 64$. Уменьшение $\beta_{1/2}$ от 0,26 до 0,14 в нанопленках при $t_{MP} = 2700$ с и $t_{MP} = 3600$ с указывало на увеличение рас-

четных средних размеров кристаллитов и соответствовало областям когерентности в по формуле Дебая – Шеррера – Селякова

$$L = k\lambda/(\beta_{1/2}\cos\theta), \quad (1)$$

с $L_{2700} = 36$ нм до $L_{3600} = 59$ нм, согласовываясь с данными [2]. Здесь (и далее) форм-фактор $k = 0,9$; $\lambda = 0,15406$ нм – длина волны X-гау для катода из Cu на линии K α ;

$\beta_{1/2}$ – FWHM (рад) для основной линии гексагональной плоскости $\text{hex-Ta}_2\text{N}$ на $\theta_{(100)} = 33,46^\circ$. Интенсивность данно-
 $t_{\text{MP}} = 2700$ с, тогда как при $t_{\text{MP}} = 3600$ с снижалась, свидетельствуя о структурном переходе от доминирования $\text{hex-Ta}_2\text{N}$ фазы в тонких слоях к кубической фазе fcc-TaN в МНП с ростом их толщины. Такая эволюция отвечала механизму CGG [11]. На начальной стадии формирования МНП энергетически был выгоден рост структур с $\text{hex-Ta}_2\text{N}$ фазой. Однако согласно вставке, приведенной на рисунке 3, Ib, начиная с толщины $h \sim 180$ нм доминировала наиболее стабильная кубическая фаза fcc-TaN . Наблюдаемые расходы рабочего Ar и реактивного N_2 в смеси газов в процессе ВЧ МР оказались связанными с ростом интенсивности фазы fcc-TaN . Наблюдаемая эволюция фазового состава МНП отражена на вставке к рисунку 3 в виде соответствующих данным РФА площадей кристаллитов с размерами и числом, которая согласовывалась с выводами [5].

Перестройка фазового состава МНП с ростом толщины МНП заметна по изменениям линий fcc-TaN (111) с самыми высокими интенсивностями (300, 282 и 390 о.е.) при $2\theta = 35,37^\circ$ (JCPDS 49-1283) [5] и сохранением $\beta_{1/2} = 0,44$. Структуре fcc-TaN (111), видимо, отвечала наименьшая поверхностная энергия. По мере наблюдаемого (см. рис. 2) увеличения толщины $h(t)$ в условиях ВЧ МР это вызывало доминирующий рост зерен со столбчатой структурой за счет механизма CGG [11]. Некоторое снижение интенсивности линий fcc-TaN (111) в интервале толщин h от 130 до 180 нм обусловлено конкуренцией вкладов гексагональной фазы $\text{hex-Ta}_2\text{N}$ и fcc-TaN на ранних стадиях роста, как это показано в [12]. Начиная с $h = 180$ нм (при $t_{\text{MP}} = 2700$ с) отмечена стабилизация кубической фазы fcc-TaN [9] и значительный рост кристаллитов [14]

(см. рис. 3, вставка Ic). Неизменность ширины $\beta_{1/2} = 0,44$ в соответствии с (1) давала близкие средние диаметры кристаллитов ($L \approx 16\text{--}18$ нм) и подтверждала преимущественный рост столбчатых структур по аналогии и со структурированием МНП в HfN [15].

Возникновение фазы $\text{hex-Ta}_2\text{N}$ (101) при $2\theta = 38,2^\circ$ (JCPDS 26-0985) [5] и увеличение ее интенсивности (15, 12 и 37 о.е.), видимо, обусловлено ростом толщины МНП до 260 нм. При толщине МНП $h = 260$ нм (см. рис. 3, вставка Ic) кристаллиты (101) укрупняются. В то же время фаза $\text{hex-Ta}_2\text{N}$ (100), начиная с толщины $h = 180$ нм (см. рис. 3, вставка Ib), частично, а затем полностью аморфизировалась. В начальной стадии роста МНП (при 130 нм) фаза $\text{hex-Ta}_2\text{N}$ (100) формировалась в условиях интенсивного зарождения мелких зерен. На вставках в центре рисунка 3 представлена возможная эволюция структуры от мелкозернистой со смешанной ориентацией плоскостей ($\text{hex-Ta}_2\text{N}$ (100) и $\text{hex-Ta}_2\text{N}$ (101)) в интервале h от 130 до 180 нм к формированию доминирующих столбчатых кристаллитов с преобладанием структур fcc-TaN (111) и hex-TaN (111) с частичным дополнением $\text{hex-Ta}_2\text{N}$ (101) и $\text{hex-Ta}_2\text{N}$ (102) на $h = 260$ нм. Механизм CGG [11] качественно указывал, что по мере роста h МНП в результате укрупнения зерен происходило перераспределение относительных вкладов мелких, неупорядоченных кристаллитов $\text{hex-Ta}_2\text{N}$ (100), тогда как кристаллиты $\text{hex-Ta}_2\text{N}$ (101) укрупнялись, имея интенсивный и узкий рефлекс (см. рис. 3, вставки Ia, Ib, Ic), согласуясь с выводами [7]. Наблюдаемая смена изменения фазовых составляющих отражает последовательность процессов от начальной аморфизации и до развития ориентированных столбчатых структур $\text{hex-Ta}_2\text{N}$ (101), что согласуется с полученными АСМ-изображениями (рис. 4) при всех t_{MP} , вплоть до формирования выраженной

столбчатой структуры (рис. 4, с) с увеличенными в 5 раз латеральными размерами по результатам гранулометрического анализа. Действие механизма CGG [11] и связанных с ним эволюционных перестро-

ний кристаллитов с многочисленными фазовыми соединениями [1], формируемыми в составе МНП, схематично проиллюстрировано на рисунке 3 вставками Па, Пб, Пс.

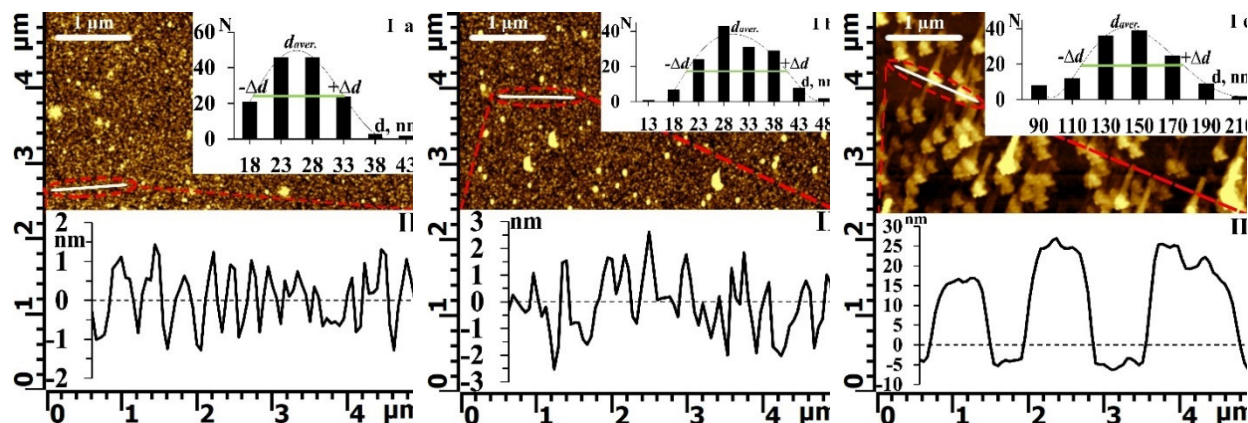


Рис. 4. АСМ-изображения поверхностей МНП из TaN в среде Ar+N₂ при $t_{\text{МР}}$: а – 1800 с; б – 2700 с; в – 3600 с. На вставках ко всем АСМ-изображениям МНП показаны гранулометрические распределения I и профили шероховатости (вдоль отмеченного направления) II

Fig. 4. AFM images of MNF surfaces from TaN in the Ar+N₂ medium at t_{MS} : a – 1800 s; b – 2700 s; c – 3600 s. The inserts to all AFM MNF images show granulometric distributions I and roughness profiles (along the marked direction)

Отмечен рост на всех МНП интенсивности (15, 17 и 30 о.е.) фазы hex-TaN (111) при $2\theta = 51,7^\circ$ (JCPDS, record 01-089-5198) [3]. По аналогии с фазой hex-Ta₂N (101) наблюдалось изменение параметра $\beta_{1/2}$ с гиперболической на параболическую зависимость. При толщине пленки 130 нм hex-TaN (111) слабо выражена, а ее последующее усиление коррелировало с накоплением азота. Увеличение ширины пика FWHM до $\beta_{1/2} = 0,34$ при толщине 180 нм с последующим его сужением при толщине $h = 260$ нм говорило (согласно (1)) об укрупнении кристаллитов [5]. Рост интенсивности рефлекса hex-TaN (111) при этой толщине h подтверждал локальное перенасыщение атомами N₂ [7] за счет действия механизма CGG [11]. Появление при $t_{\text{МР}} = 3600$ (см. рис. 3, с) рефлекса hex-Ta₂N (102) при $2\theta = 51,6^\circ$ (PDF record 26-0985) [16], фактически совпадающего с линией hex-TaN (111), разделяемого

только после конволюции, указывало на развитие гексагональной Ta₂N (102) фазы внутри столбчатой структуры пленки [5]. Линия hex-Ta₂N (110) [17] при $2\theta = 61,65^\circ$ (PDF#26-0985) [18] наблюдалась на всех исследуемых МНП, характеризовалась ростом интенсивности (26, 52 и 52 о.е.), начиная с $h = 180$ нм МНП обладала уже отмеченной зависимостью по $\beta_{1/2}$. Ее уширение для толщины $h = 260$ нм свидетельствовало о дроблении зерен на этой стадии роста МНП [12]. Линия hex-TaN (201) при $2\theta = 63,81^\circ$ (JCPDS, record 01-089-5198) [3] регистрировалась в МНП с параболическим изменением зависимости по интенсивности (6, 100 и 62 о.е.). Сужение $\beta_{1/2}$ при увеличении толщины МНП от $h = 180$ нм до $h = 260$ нм приводило к укрупнению кристаллитов, уменьшению микронапряжений, определяемых по формуле (2), и переходу от стадии формиро-

вания из мелких зерен и укрупнения кристаллитов с формированием гексагональной структуры [7] опять же за счет механизма CGG [11].

По полученным дифрактограммам были рассчитаны микродеформации (ε) в исследуемых МНП (табл. 1):

$$\varepsilon = \beta_{hkl} / (4\lg\theta_{hkl}), \quad (2)$$

где $\beta_{hkl} - \beta_{1/2}$ и $\theta_{hkl} - \theta$ для рефлексов, наблюдаемых на рисунке 3, а hkl – индексы Миллера соответствующих плоскостей в кристаллитных структурах в МНП.

С учетом интенсивностей наблюдаемых рефлексов были рассчитаны коэффициенты текстурирования МНП:

$$T = I_{hkl} / \Sigma I_i(hkl). \quad (3)$$

При суммировании $\Sigma I_i(hkl)$ учтены все возникающие рефлексы, а в числителе бе-

рется I_{hkl} – интенсивность линии вдоль главной оси. Рассчитанные по (3) коэффициенты текстурирования МНП приведены в таблице 1.

По наблюдаемым отклонениям рефлексов от эталонных значений a_{0hkl} , взятых из базы данных ICDD, были оценены величины и знаки возникающих в МНП деформаций. Расчеты межплоскостных расстояний a_{hkl} по данным РФА-анализа для МНП проведены по формуле Вульфа – Брегга: $2a\sin\theta = \lambda$. Возникающие относительные изменения a_{hkl} определялись в процентах:

$$\Delta a = ((a_{hkl} - a_{0hkl}) / a_{0hkl}) \cdot 100\%. \quad (4)$$

Результаты расчетов Δa и ε МНП TaN представлены в таблице 1.

Таблица 1. Результаты расчетов для кристаллитов fcc-TaN (111) в МНП при t_{MP} 1800 с, 2700 с и 3600 с коэффициентов текстурированности (T), микродеформаций (ε), изменений межплоскостных расстояний (Δa) и областей когерентности (L_{hkl})

Table 1. The results for fcc-TaN (111) crystallites in MNP at t_{MS} 1800 s, 2700 s and 3600 s of the texture coefficients (T), microdeformations (ε), changes in interplanar distances (Δa) and coherence regions (L_{hkl}) are calculated

t_{MP} , с	T , о.е.	$\varepsilon(10^{-3})$ о.е.	Δa , %	L_{hkl} , нм
1800	76,02	0,38	$-1 \cdot 10^{-3}$	20,87
2700	53,91	0,32	$-4 \cdot 10^{-4}$	24,84
3600	67,34	0,30	$-1 \cdot 10^{-3}$	26,08

АСМ-изображения поверхностей МНП, полученных при времени напыления 1800 с, 2700 с и 3600 с площади 5×5 мкм², приведены на рисунке 4. Показаны морфологии этих пленок, гранулометрические распределения латеральных размеров (d) – $N(d)$ (вставка I) и линейные высотные профили вдоль выбранной линии (вставка II). Для количественного структурного анализа МНП нитрида тантала использовалась программа Digital по аналогии с [13], с помощью которой были рассчитаны параметры шероховатости R_a (средняя) и R_q (среднеквадратич-

ная). Зависимость $N(d)$ имела нормальное гауссово распределение. На уровне FWHM были определены средние латеральные размеры наноструктур d_{aver} и интервалы изменений $\pm \Delta d$: $d = d_{aver} \pm \Delta d$ (см. рис. 3, а-с, вставки I): $d_{1800} = (25 \pm 7)$ нм, $d_{2700} = (28 \pm 10)$ нм, $d_{3600} = (140 \pm 30)$ нм. Все измеренные h , R_a , R_q , $d_{aver} \pm \Delta d$ приведены в таблице 2. На рисунках 4, б и с за пределами указанных интервалов присутствовали наноструктуры с малыми размерами d , что соответствовало мелким кристаллитам.

Таблица 2. Рассчитанные значения h , R_a , R_q , $d_{aver\pm\Delta d}$ и D_{fr} **Table 2.** Calculated values of h , R_a , R_q , $d_{aver\pm\Delta d}$ and D_{fr}

t_{MP} , с	h , нм	R_a , нм	R_q , нм ²	$d_{aver\pm\Delta d}$, нм	D_{fr}
1800	130	0,92±0,2	1,09±0,2	25±7	2,59
2700	180	1,14±0,2	1,42±0,2	28±10	2,60
3600	260	8,48±0,2	9,76±0,2	140±30	2,33

Обобщенный анализ результатов РФА и АСМ показал, что с увеличением времени осаждения t_{MP} отмечались как укрупнение областей когерентности для линии fcc-TaN (111), так и рост их интенсивностей, а также латеральных размеров d , которые начиная с $t_{MP} = 2700$ с возрастали более чем в 5 раз. Такое изменение в d с учетом вида профилей на АСМ-изображениях (вставка II) подтверждало их вертикальную ориентацию в виде столбчатых кристаллитов [5]. Полученные значения T (см. табл. 1) отвечали наблюдаемым эволюционным морфологическим изменениям на поверхности МНП. Начиная с $t_{MP} = 1800$ с поверхность МНП приобретала однородную структуру (см. рис. 4, а, вставки I, II). Далее при $t_{MP} = 2700$ с структура эволюционировала из-за конкуренции фаз и / или ориентаций [5], что заметно по изменениям T и Δa (см. табл. 1). При $t_{MP} = 3600$ с наблюдался доминирующий рост столбчатых кристаллитов, на что указывали профиль и $N(d)$, а также морфология поверхности МНП (см. рис. 4, с). Эволюционные перестройки морфологии поверхности МНП подтверждены наблюдаемыми уменьшениями T , ε согласно данным таблицы 1. Их характер свидетельствовал о частичной релаксации внутренних напряжений при укрупнении зерен, а отрицательные значения относительных изменений межплоскостных расстояний Δa отражали преобладающие сжимающие упругие деформации ре-

шетки при всех t_{MP} [5]. По нашему мнению, абсолютная величина сжатия временно уменьшалась при $t_{MP} = 2700$ с вследствие перераспределения объема и кратковременной релаксации напряжений в период перестройки зерен. При $t_{MP} = 3600$ с сжатие усилилось, что, по нашему мнению, вызвано ограничением релаксации со стороны крупных столбчатых структур. Совокупность полученных закономерностей (рост L_{hkl} [12], изменения T , ε и Δa [5]) соответствовала механизму CGG [11]. Часть фазовых областей укрупнились и коагулировали в столбчатые колонны, тогда как другие уменьшались в объеме и частично релаксировали, как это схематично проиллюстрировано на рисунке 3 вставками IIa, IIb, IIc.

Расчет фрактальной размерности для каждой МНП из TaN проводился с помощью метода подсчета кубов [19] в программе Gwyddion v2.64 [13]. Значения фрактальных размерностей D_{fr} были определены для каждой исследуемой МНП из TaN и представлены в таблице 2. Фрактальные размерности D_{fr} многофазной поверхности МНП из аллотропных фаз нитрида тантала [1] имели нелинейную зависимость $D_{fr}(t)$. При $t_{MP} = 1800$ с значение $D_{fr} = 2,59$ отвечало мелкозернистой структуре, которая развивается по островковому механизму роста Вольмера – Вебера: дискретные зерна формируют трёхмерные «островки» без образования предварительного двухмерного равномерного слоя, как и для $t_{MP} = 2700$ с, когда значение

$D_{\text{fr}} = 2,60$ практически не меняется, отражая сохранение микроструктуры на поверхности МНП без формирования устойчивой столбчатой структуры [7]. Для $t_{\text{MP}} = 3600$ с значение D_{fr} снижается до 2,33, что свидетельствует о росте столбчатых структур [20]. Такое поведение D_{fr} находилось в соответствии с механизмом CGG [11].

Статистическая обработка с построением фрактальной размерности поверхности была дополнена двумерным анализом [21] и построением автокорреляционных функций (АКФ) [22], результаты которого показаны на вставках к рисунку 5 с демонстрацией анализа АСМ-изображений (см. рис. 4) на отдельных этапах. По поверхностям МНП при каждом t_{MP} рассчитаны двумерные изображения 2D АКФ – $C(r)$ в области $5 \times 5 \text{ мкм}^2$ вдоль горизонтальной (x) и вертикальной (y) осей (рис. 5, вставки Ia-Ic). При обработке АСМ-изображений (см. рис. 4) вычиталось среднее, корректировалась глобальная плоскость (plane fit), построчно выравнивалась (line leveling) и удалялись одиночные выбросы малошумящей медианной фильтрацией. АКФ получали по методу Винера – Хинчина, результат смещали (fftshift) и нормировали на значение в нулевой точке $C(0)$. По двумерным картам 2D АКФ (fftshift) определялись продольные или кольцевые структуры по осевым срезам АКФ – $C(r)$ (рис. 5, Па-Пс) вдоль x (горизонтальная АКФ) и y (вертикальная АКФ). Радиальная усреднённая и секторная $C(r)$ давали скалярную оценку корреляционной длины и вклад отдельных направлений для количественного определения анизотропии (рис. 5, вставки IIIa-IIIc). Радиально усреднённая функция $C(r)$ строилась разби-

ением области на 100 кольцевых бинов вокруг центра с радиусом в пикселях $dx = XSize / Npixels$ (в наших данных $dx = 12,5 \text{ нм}$).

Оценка корреляционных длин ξ выполнялась двумя независимыми методами:

1) метод интерполяции по уровню $1/e$ давал радиальное расстояние r (нм), на котором радиально-усреднённая автокорреляция $C(r)$ снижалась до $1/e \approx 0,37$ от $C(0)$;

2) метод экспоненциальной аппроксимации из $C(r) \approx A \cdot \exp(-r/\xi)$, где A – амплитуда корреляции при r , стремящемся к 0, с нормировкой по $C(0)$. Аппроксимация выполнялась на интервале $r \leq f \cdot L_{\text{scan}}$, где L_{scan} – линейный размер скана, а $f = 0,33$ – граница, исключающая нестабильности. Секторные кривые сравнивали между собой и с радиальной $C(r)$ для проверки согласованности. Выбор угла для секторного усреднения выполнялся как с учетом углов с локально максимальной амплитудой секторной АКФ в интервале малых и средних r , так и ее устойчивости относительно небольших изменений ширины сектора и шага скана, а также его совпадения с видимыми продольными структурами на 2D АКФ и с особенностями осевых срезов и радиальной $C(r)$. По этим критериям для МНП (см. рис. 4) при $t_{\text{MP}} = 1800$ с и $t_{\text{MP}} = 2700$ с угол составил 315° . Для $t_{\text{MP}} = 3600$ с был выбран угол 110° . Результаты проведенных вычислений представлены на рисунке 5: двумерная АКФ – на вставках Ia-Ic, осевые срезы АКФ по центру по осям X и Y – на вставках Па-Пс, а также радиальная и секторная АКФ $C(r)$ с отмеченными аппроксимациями $1/e$ и Exp .

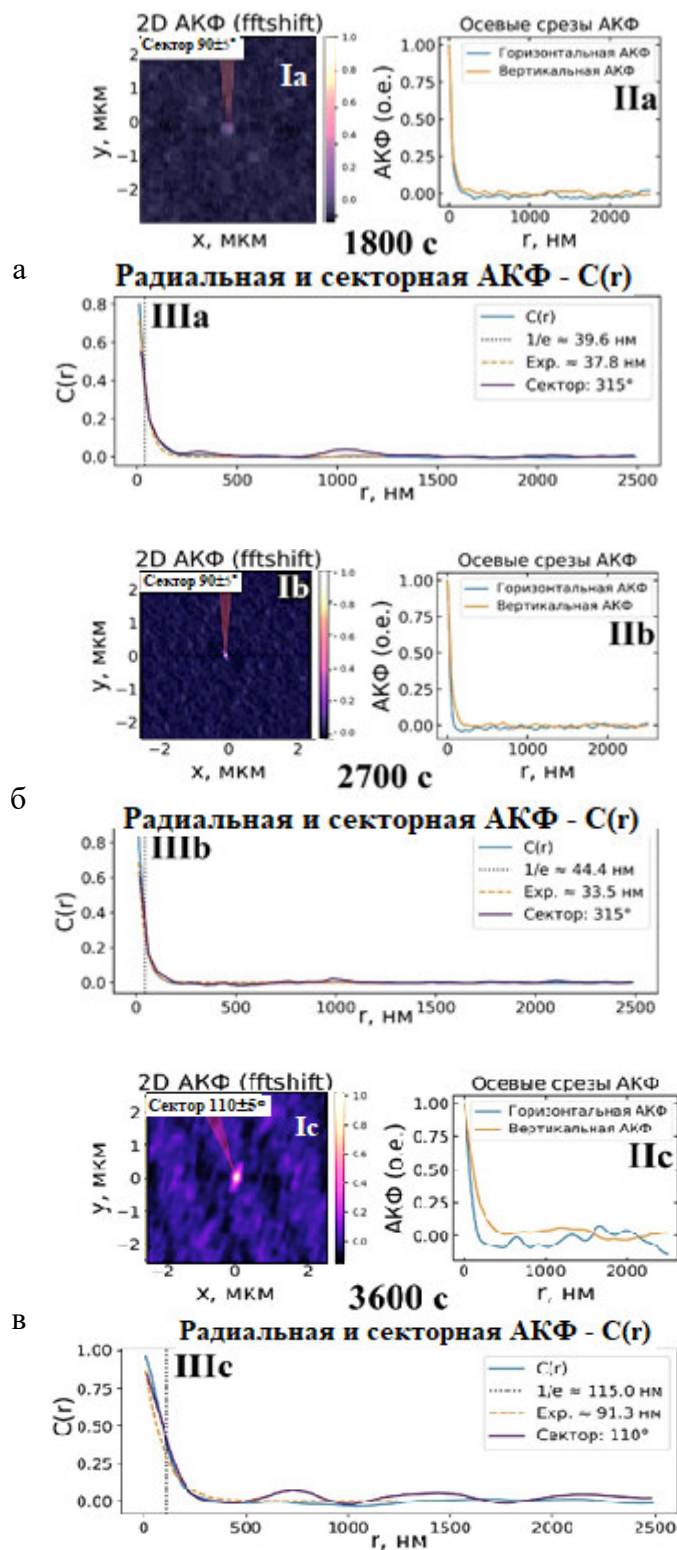


Рис. 5. Графики АКФ вдоль горизонтальной и вертикальной осей для МНП из TaN при t_{MR} : а – 1800 с; б – 2700 с; в – 3600 с. На вставках показаны: Ia-Ic – 2D АКФ; IIa-IIc – горизонтальная и вертикальная АКФ на осевых срезах от центра; IIIa-IIIc – радиальная и секторная АКФ – $C(r)$

Fig. 5. Autocorrelation function graphs plotted along the horizontal and vertical axes for TaN MNPs deposited at t_{MR} : а – 1800 s; б – 2700 s; в – 3600 s. The insets for all MNPs show: Ia-Ic – 2D ACF; IIa-IIc – horizontal and vertical ACF on axial slices from the center; IIIa-IIIc – radial and sector ACF – $C(r)$

При $t_{MP} = 1800$ с наблюдалась монотонно убывающая $C(r)$ без выраженных осцилляций. По осевым срезам АКФ $C(r)$ значения $\xi_h (1/e) = (34,19 \pm 0,98)$ нм и $\xi_v (1/e) = (40,96 \pm 0,82)$ нм, т. е. были близкими, отвечая мелкозернистой структуре без регулярного шага зерен [22]. Секторная АКФ имела слабый локальный пик на расстоянии ~ 1 мкм, который не проявлялся в радиальной АКФ и без осцилляций в осевых срезах. Вероятнее всего, он возникал из-за локальной направленной флуктуации. С ростом t_{MP} преобладала вертикальная корреляционная длина (ср. $\xi_h (1/e) = (30,80 \pm 2,54)$ нм и $\xi_v (1/e) = (44,94 \pm 0,76)$ нм) по сравнению с горизонтальной осью, что свидетельствовало о начале структурной перестройки. При $t_{MP} = 3600$ с отмечен рост $\xi_h (1/e) = (76,11 \pm 4,82)$ нм и $\xi_v (1/e) = (134,85 \pm 2,31)$ нм с выраженной анизотропией ($\xi_v \gg \xi_h$). Возникали осцилляции $C(r)$ порядка 1,5–2 мкм, что подтверждено и осевыми срезами АКФ (см. рис. 5, вставка Пс). Все это соответствовало росту столбчатой морфологии [5] в соответствии с механизмом CGG [11].

Выводы

Проведённым комплексным анализом МНП TaN, полученных методом ВЧ МР при $t_{MP} = 1800$ с, 2700 с и 3600 с, прецизионно методом «ступеньки» и измеренные толщины составили 130, 180 и 260 нм, формируемые со средней скоростью роста $\sim 0,07$ нм/с.

РФА-анализ позволил установить изменения в аллотропных фазах: рост доли

hex-Ta₂N (100) на ранних стадиях роста и стабилизацию кубической фазы fcc-TaN (111) при толщине 260 нм, интенсивность рефлексов hex-Ta₂N (100) и hex-Ta₂N (101) подчиняется параболической зависимости, тогда как интенсивность fcc-TaN (111) постоянно растёт, согласуясь с механизмом CGG [11], сопровождаясь формированием столбчатой структуры. Отмечено устойчивое отрицательное смещение межплоскостного расстояния Δa в fcc-TaN (111), т. е. сжатие решётки при росте; временное уменьшение абсолютной величины Δa при $t_{MP} = 2700$ с ответственно за частичную релаксацию напряжений и перераспределение ориентаций, тогда как сжатие при $t_{MP} = 3600$ с вызвано остаточными напряжениями в столбчатых структурах.

Гранулометрическое распределение в АСМ-изображениях характеризовалось увеличением среднего размера зерен с ростом толщины МНП, тогда как их фрактальная размерность D_f уменьшается. Двумерный автокорреляционный анализ выявил рост корреляционных длин ξ_h (от $\sim 30,8$ до $\sim 76,11$ мкм) и ξ_v (от $\sim 40,96$ до $\sim 134,85$ мкм) с возникновением осцилляций АКФ $C(r)$ при $t_{MP} = 3600$ с, что подтверждало формирование упорядоченных столбчатых структур, в соответствии с механизмом конкурентного роста зерен competitive grain growth (CGG).

Изученное с ростом толщины эволюционное развитие поверхностной структуры МНП TaN и их фазового состава перспективно для практического применения в микроэлектронике и машиностроении.

Список литературы

1. Synthesis and high temperature XRD studies of Tantalum nitride thin films prepared by reactive pulsed dc magnetron sputtering / T. Elangovan, S. Murugesan, D. Mangalaraj, P. Kuppusami, S. Khan, C. Sudha [et al.] // Journal of Alloys and Compounds. 2011. Vol. 509, is. 22. P. 6400-6407. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.03.067>.
2. Magnetron sputter deposited Tantalum and Tantalum nitride thin films: An analysis of phase, hardness and composition / D. Bernoulli, U. Müller, M. Schwarzenberger, R. Hauert, R. Spolenak // Thin Solid Films. 2013. Vol. 548. P. 157-161. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2013.09.055>.

3. Effect of nitrogen flow ratio on nano-mechanical properties of Tantalum nitride thin film / S.S. Firouzabadi, M. Naderi, K. Dehghani, F. Mahboubi // *Journal of Alloys and Compounds*. 2017. Vol. 719. P. 63-70. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.05.159>.
4. Yang Y.H., Chen D.J., Wu F.B. Microstructure, hardness, and wear resistance of sputtering TaN coating by controlling RF input power // *Surface and Coatings Technology*. 2016. Vol. 303, pt. A. P. 32–40. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.03.034>.
5. Zaman A., Meletis E.I. Microstructure and mechanical properties of TaN thin films prepared by reactive magnetron sputtering // *Coatings*. 2017. Vol. 7, is. 12. P. 209. <https://doi.org/10.3390/coatings7120209>.
6. Properties of TaN films for ULSIs prepared by reactive sputter deposition / H. Tajima, N. Shiobara, H. Katsumata, S. Uekusa // *Journal of Surface Analysis*. 2011. Vol. 17, no. 3. P. 247-251. <https://doi.org/jsa.17.247>.
7. Growth mechanisms of TaN thin films produced by DC magnetron sputtering on 304 steel substrates and their influence on the corrosion resistance / M.D. Serna-Manrique, D. Escobar-Rincón, S. Ospina-Arroyave, D.A. Pineda-Hernández, Yu. P. García-Gallego, E. Restrepo-Parra // *Coatings*. 2022. Vol. 12, no. 7. P. 979. <https://doi.org/10.3390/coatings12070979>.
8. Structural and electrical properties of Tantalum nitride thin films fabricated by using reactive radio-frequency magnetron sputtering / H.B. Nie, S.Y. Xu, S.J. Wang, L.P. You, Z. Yang, C.K. Ong [et al.] // *Appl. Phys. A*. 2001. Vol. 73. P. 229–236. <https://doi.org/10.1007/s003390000691>.
9. Baik S.I., Kim Y.W. Microstructural evolution of Tantalum nitride thin films synthesized by inductively coupled plasma sputtering // *Applied Microscopy*. 2020. Vol. 50, no. 7. <https://doi.org/10.1186/s42649-020-00026-7>.
10. Growth and characterization of single-phase metastable Tantalum nitride nanocrystals by Dc arc discharge / W. Lei, D. Liu, L. Shen, J. Zhang, P. Zhu, Q. Cui [et al.] // *Journal of Crystal Growth*. 2007. Vol. 306, no. 2. P. 413–417. <https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2007.05.010>.
11. Zhou Y.Z., Volek A., Green N.R. Mechanism of CGG in directional solidification of a Nickel-base superalloy // *Acta Materialia*. 2008. Vol. 56, no. 11. P. 2631-2637. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2008.02.022>.
12. Nieto R., Fernández J., Martínez A. Synthesis of superconductive TaN thin films by reactive DC sputtering // *J. Electron. Mater.* 2022. Vol. 51. 4649–4658. <https://doi.org/10.1007/s11664-022-09721-5>.
13. Структурные и морфологические особенности магнетронных наноплёнок TaN с разной толщиной / А.П. Кузьменко, И.С. Кашкин, А.И. Колпаков, А.И. Жакин, В.М. Емельянов // *Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии*. 2024. Т.14, № 3. С. 147-164. <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2024-14-3-147-164>.
14. Study on the electrical, structural, chemical and optical properties of PVD Ta(N) films deposited with different N₂ flow rates / X.-Y. Hu, D.-W. Li, L. Zhang, Md. Rasadujjaman, Ya. Wang, J. Zhang [et al.] // *Coatings*. 2021. Vol. 11, no. 8. P. 937. <https://doi.org/10.3390/coatings11080937>.
15. Структурные и морфологические особенности магнетронных наноплёнок HfN с разной толщиной / А.П. Кузьменко, Е.О. Гусев, В.В. Родионов, А.С. Сизов, Ю.А. Миргород, Мью Мин Тан // *Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии*. 2022. Т. 12, № 4. С. 110–123. <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2022-12-4-110-123>.
16. Zaman A., Shen Y., Meletis E.I. Microstructure and mechanical property investigation of TaSiN thin films deposited by reactive magnetron sputtering // *Coatings*. 2019. Vol. 9, no. 5. P. 338. <https://doi.org/10.3390/coatings9050338>.
17. Structural properties and corrosion resistance of Tantalum nitride coatings produced by reactive DC magnetron sputtering / M. Alishahi, F. Mahboubi, S.M. Mousavi Khoiea, M. Apariciob,

E. Lopez-Elvirac, J. Méndez [et al.] // RSC Advances. 2016. Vol. 6, no. 92. P. 89061-89072. <https://doi.org/10.1039/C6RA17869C>.

18. LaCl₃ flux mediated Ta₃N₅ planar photoanode for solar water oxidation / Z. Lou, Y. Yang, Y. Wang, C. Qin, R. Liang, Y. Wang [et al.] // Chemical Engineering Journal. 2020. Vol. 396. P. 125161. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2020.125161>.

19. Ataie S.A., Keshtmand R., Zamani-Meymian M.R. Nano-mechanical properties of Cr-Zr-Nb-N medium entropy alloy films produced by reactive sputtering // International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. 2023. Vol. 110. P. 106006. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2022.106006>.

20. Structure, morphology and selected mechanical properties of magnetron sputtered (Mo, Ta, Nb) thin films on NiTi shape memory alloys / F. Seifried, H. Leiste, R. Schwaiger, S. Ulrich, H.J. Seifert, M. Stueber // Surface and Coatings Technology. 2018. Vol. 347. P. 379–389. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.05.014>.

21. Беляев Б.А., Изотов А.В., Соловьев П.Н. Исследование процесса роста и анализ структуры тонких, наклонно осаждаемых пленок // Известия вузов. Физика. 2016. Т. 59, № 2. С. 120-125.

22. Analyzing the surface dynamics of Titanium thin films using fractal and multifractal geometry / A. Das, R.P. Yadav, V. Chawla, S. Kumar, S. Talu, E.P. Pinto [et al.] // Materials Today Communications. 2021. Vol. 27. P. 102385. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2021.102385>.

23. Necas D., Klapetek P. One-dimensional autocorrelation and power spectrum density functions of irregular regions // Ultramicroscopy. 2013. Vol. 124. P. 13-19. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2012.08.002>.

References

1. Elangovan T., Murugesan S., Mangalaraj D., Kuppusami P., Khan Shabhana, Sudha C., et al. Synthesis and high temperature XRD studies of tantalum nitride thin films prepared by reactive pulsed dc magnetron sputtering. *Journal of Alloys and Compounds*. 2011;509(22):6400-6407. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.03.067>.

2. Bernoulli D., Müller U., Schwarzenberger M., Hauert R., Spolenak R. Magnetron sputter deposited Tantalum and Tantalum nitride thin films: An analysis of phase, hardness and composition. *Thin Solid Films*. 2013;548:157-161. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2013.09.055>.

3. Firouzaabadi S.S., Naderi M., Dehghani K., Mahboubi F. Effect of nitrogen flow ratio on nano-mechanical properties of Tantalum nitride thin film. *Journal of Alloys and Compounds*. 2017;719:63-70. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.05.159>.

4. Yang Y.H., Chen D.J., Wu F.B.. Microstructure, hardness, and wear resistance of sputtering TaN coating by controlling RF input power. *Surface and Coatings Technology*. 2016;303(A):32-40. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.03.034>.

5. Zaman A., Meletis E.I. Microstructure and mechanical properties of TaN thin films prepared by reactive magnetron sputtering. *Coatings*. 2017;7(12):209. <https://doi.org/10.3390/coatings7120209>.

6. Tajima H., Shiobara N., Katsumata H., Uekusa S. Properties of TaN films for ULSIs prepared by reactive sputter deposition. *Journal of Surface Analysis*. 2011;17(3):247-251. <https://doi.org/jsa.17.247>.

7. Serna-Manrique M.D., Escobar-Rincón D., Ospina-Arroyave S., Pineda-Hernández D.A., García-Galleg Yu.P., Restrepo-Parra E. Growth mechanisms of TaN thin films produced by DC magnetron sputtering on 304 steel substrates and their influence on the corrosion resistance. *Coatings*. 2022;12(7):979. <https://doi.org/10.3390/coatings12070979>.

8. Nie H.B., Xu S.Y., Wang S.J., You L.P., Yang Z., Ong C.K., et al. Structural and electrical properties of Tantalum nitride thin films fabricated by using reactive radio-frequency magnetron sputtering. *Appl. Phys. A* 73. 2001;73:229-236. <https://doi.org/10.1007/s003390000691>.

9. Baik S.I., Kim Y.W. Microstructural evolution of Tantalum nitride thin films synthesized by inductively coupled plasma sputtering. *Applied Microscopy*. 2020;50(7). <https://doi.org/10.1186/s42649-020-00026-7>.

10. Lei W., Liu D., Shen L., Zhang J., Zhu P., Cui Q., et al. Growth and characterization of single-phase metastable Tantalum nitride nanocrystals by dc arc discharge. *Journal of Crystal Growth*. 2007;306(2):413-417. <https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2007.05.010>.

11. Zhou Y.Z., Volek A., Green N.R. Mechanism of competitive grain growth in directional solidification of a Nickel-base superalloy. *Acta Materialia*. 2008;56(11):2631-2637. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2008.02.022>.

12. Nieto R., Fernández J., Martínez A. Synthesis of superconductive TaN thin films by reactive DC sputtering. *J. Electron. Mater.* 2022;51:4649-4658. <https://doi.org/10.1007/s11664-022-09721-5>.

13. Kuzmenko A.P., Kashkin I.S., Kolpakov A.I., Zhakin A.I., Yemelyanov V.M. Structural and morphological features of magnetron nanofilms of TaN with different thicknesses. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Tekhnika i tekhnologii = Proceedings of the Southwest State University. Series: Engineering and Technology*. 2024;14(3):147-164. (In Russ.) <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2024-14-3-147-164>.

14. Hu X.-Y., Li D.-W., Zhang L. X.-Y., Rasadujjaman Md., Wang Ya., Zhang J., Yan J., Baklanov M.R. Study on the electrical, structural, chemical and optical properties of PVD Ta(N) films deposited with different N₂ Flow Rates. *Coatings*. 2021;11(8):937. <https://doi.org/10.3390/coatings11080937>.

15. Kuzmenko A.P., Gusev E.O., Rodionov V.V., Sizov A.S., Mirgorod Yu.A., Tan Myo Ming. Structural and morphological features of magnetron HfN nanofilms with different thicknesses. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Tekhnika i tekhnologii = Proceedings of the Southwest State University. Series: Engineering and Technology*. 2022;12(4):110-123. (In Russ.) <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2022-12-4-110-123>.

16. Zaman A., Shen Y., Meletis E.I. Microstructure and mechanical property investigation of TaSiN thin films deposited by reactive magnetron sputtering. *Coatings*. 2019;9(5):338. <https://doi.org/10.3390/coatings9050338>.

17. Alishahi M., Mahboubi F., Mousavi Khoiea S.M., Apariciob M., Lopez-Elvirac E., Méndezc J., et al. Structural properties and corrosion resistance of Tantalum nitride coatings produced by reactive DC magnetron sputtering. *RSC Advances*. 2016;6(92):89061-89072. <https://doi.org/10.1039/C6RA17869C>.

18. Lou Z., Yang Y., Wang Y., Qin C., Liang R., Wang Y., et al. LaCl₃ flux mediated Ta₃N₅ planar photoanode for solar water oxidation. *Chemical Engineering Journal*. 2020;396:125161. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2020.125161>.

19. Ataie S.A., Keshtmand R., Zamani-Meymian M. R. Nano-mechanical properties of Cr-Zr-Nb-N medium entropy alloy films produced by reactive sputtering. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2023;110:106006. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2022.106006>.

20. Seifried F., Leiste H., Schwaiger R., Ulrich S., Seifert H.J., Stueber M. Structure, morphology and selected mechanical properties of magnetron sputtered (Mo, Ta, Nb) thin films on NiTi shape memory alloys. *Surface and Coatings Technology*. 2018;347:379-389. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.05.014>.

21. Belyaev B.A., Izotov A.V., Solovyov P.N. Investigation of the growth process and analysis of the structure of thin, obliquely deposited films. *Izvestiya Vuzov. Fizika = Izvestiya. Physics*. 2016;59(2):120-125. (In Russ.)

22. Das A., Yadav R.P., Chawla V., Kumar S., Talu S., Pinto E.P., et al. Analyzing the surface dynamics of Titanium thin films using fractal and multifractal geometry. *Materials Today Communications*. 2021;27:102385. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2021.102385>.

23. Necas D., Klapetek P. One-dimensional autocorrelation and power spectrum density functions of irregular regions. *Ultramicroscopy*. 2013;124:13-19. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2012.08.002>.

Информация об авторах / Information about the Authors

Кузьменко Александр Павлович, доктор физико-математических наук, профессор, главный научный сотрудник Регионального центра нанотехнологий, Юго-Западный государственный университет, г. Курск, Российская Федерация, e-mail: apk3527@mail.ru, ORCID: 0000-0001-7089-0692

Aleksander P. Kuzmenko, Doctor of Science (Physics and Mathematics), Professor, Chief Researcher of the Regional Center of Nanotechnology, Southwest State University, Kursk, Russian Federation, e-mail: apk3527@mail.ru, ORCID: 0000-0001-7089-0692

Кашкин Игорь Сергеевич, аспирант, Юго-Западный государственный университет, г. Курск, Российская Федерация, e-mail: igor.kashkin2016@yandex.ru, ORCID: 0009-0009-7513-6352

Igor S. Kashkin, Postgraduate Student, Southwest State University, Kursk, Russian Federation, e-mail: igor.kashkin2016@yandex.ru, ORCID: 0009-0009-7513-6352

Колпаков Артём Игоревич, аспирант, Юго-Западный государственный университет, г. Курск, Российская Федерация, e-mail: artem.kolpakov.96@mail.ru, ORCID: 0009-0004-8571-8544

Artem I. Kolpakov, Postgraduate Student, Southwest State University, Kursk, Russian Federation, e-mail: artem.kolpakov.96@mail.ru, ORCID: 0009-0004-8571-8544

Сапрыкин Иван Сергеевич, студент кафедры нанотехнологий, микроэлектроники, общей и прикладной физики, Юго-Западный государственный университет, г. Курск, Российская Федерация, e-mail: ivan.saprykin.04@mail.ru

Ivan S. Saprykin, Student of the Department of Nanotechnology, Microelectronics, General and Applied Physics, Southwest State University, Kursk, Russian Federation, e-mail: ivan.saprykin.04@mail.ru

Оригинальная статья / Original article

УДК 537.634:538.955

<https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-4-82-94>

Генерация продольных акустических волн возбужденной акустической подсистемой при движении доменной границы в ортоферрите иттрия

Е.А. Жуков¹, В.И. Жукова², А.П. Кузьменко^{3✉}¹ Тихоокеанский государственный университет

ул. Тихоокеанская, д. 136, г. Хабаровск 680035, Российская Федерация

² Дальневосточный государственный университет путей сообщения

ул. Серышева, д. 47, г. Хабаровск 680021, Российская Федерация

³ Юго-Западный государственный университет

ул. 50 лет Октября, д. 94, г. Курск 305040, Российская Федерация

✉ e-mail: apk3527@mail.ru

Резюме

Целью настоящей работы является определение прямого вклада магнитных волновых колебаний намагниченности в движении доменной границы в генерацию продольных акустических волн и их обратного влияния на процессы перемагничивания в ортоферрите иттрия.

Методы. Объектом исследования в работе является решение системы динамических уравнений, описывающих взаимодействие магнитной и акустических подсистем, возбуждаемых движущейся доменной границей в ортоферрите иттрия. Уравнения решаются методами теории возмущений, медленно меняющихся амплитуд и Лагранжа.

Результаты. Впервые получено явное решение смещения продольной акустической волны, генерируемой магнитной подсистемой, сопровождающей движущуюся доменную границу в ортоферрите иттрия с учетом обратного влияния акустической волны. С использованием известных значений параметров, входящих в систему динамических уравнений, описывающих взаимодействия при движении доменной границы в ортоферрите иттрия продольной акустической волны и магнитной подсистемы, выполнены численные расчеты на основании полученного решения. Показано, что максимальный вклад на движущуюся доменную границу в ортоферрите иттрия из-за обратного влияния продольной акустической волны достигает порядка 10^{-12} м вдали от волновой скорости и увеличивается в 10^4 раз (до порядка 10^{-8} м) при скорости доменной границы, близкой к волновой скорости, т.е. становится сопоставимым с ее теоретической толщиной по Ландау $\approx 10^{-8}$ м.

Заключение. Получено явное решение, учитывающее взаимное влияние на механизмы взаимодействия магнитной и акустических подсистем квазичастичных возбуждений, сопровождающих околосвуковые движения доменной границы в ортоферрите иттрия, позволяющее учесть современные требования к запоминающим и логическим устройствам по качеству и скорости обработки информации. Получены практически значимые оценки вкладов взаимодействий для совершенствования элементной базы таких устройств.

Ключевые слова: доменная граница; акустические волны; магнитная подсистема; волновые колебания; намагниченность; ортоферрит иттрия.

Конфликт интересов: Авторы декларируют отсутствие явных и потенциальных конфликтов интересов, связанных с публикацией настоящей статьи.

© Жуков Е.А., Жукова В.И., Кузьменко А.П., 2025

Для цитирования: Жуков Е.А., Жукова В.И., Кузьменко А.П. Генерация продольных акустических волн возбужденной акустической подсистемой при движении доменной границы в ортоферрите иттрия // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. 2025. Т. 15, № 4. С. 82–94. <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-4-82-94>.

Поступила в редакцию 10.11.2025

Подписана в печать 02.12.2025

Опубликована 25.12.2025

Generation of longitudinal acoustic waves by an excited acoustic subsystem during the movement of a domain wall in Yttrium orthoferrite

Evgeny A. Zhukov¹, Valentina I. Zhukova², Aleksander P. Kuzmenko^{3✉}

¹ Pacific National University
136 Tikhookeanskaya Str., Khabarovsk 680035, Russian Federation

² Far Eastern State Transport University
47 Serysheva Str., Khabarovsk 680021, Russian Federation

³ Southwest State University
50 let Oktyabrya Str. 94, Kursk 305040, Russian Federation

✉ e-mail: apk3527@mail.ru

Abstract

The purpose of this study is to determine the direct contribution of magnetic wave oscillations of magnetization during domain wall motion to the generation of longitudinal acoustic waves and their feedback effect on magnetization reversal processes in yttrium orthoferrite.

Methods. The object of this study is the solution of a system of dynamic equations describing the interaction of magnetic and acoustic subsystems excited by a moving domain wall in yttrium orthoferrite. The equations are solved using perturbation theory, slowly varying amplitude theory, and Lagrangian methods.

Results. For the first time, an explicit solution was obtained for the displacement of a longitudinal acoustic wave generated by a magnetic subsystem accompanying a moving domain wall in yttrium orthoferrite, taking into account the feedback effect of the acoustic wave. Using known values of the parameters included in the system of dynamic equations describing the interactions between the longitudinal acoustic wave and the magnetic subsystem during domain wall motion in yttrium orthoferrite, numerical calculations were performed based on the obtained solution. It is shown that the maximum contribution to a moving domain wall in yttrium orthoferrite due to the feedback effect of a longitudinal acoustic wave reaches about 10^{-12} m far from the wave velocity and increases by a factor of 10^4 (to about 10^{-8} m) at a domain wall velocity close to the wave velocity, i.e., it becomes comparable to its theoretical Landau thickness of $\approx 10^{-8}$ m.

Conclusion. An explicit solution is obtained that takes into account the mutual influence of quasiparticle excitations accompanying transonic domain wall motion in yttrium orthoferrite on the interaction mechanisms of the magnetic and acoustic subsystems. This solution allows for meeting modern requirements for memory and logic devices in terms of quality and speed of information processing. Practically significant estimates of the contributions of such interactions are obtained for improving the component base of such devices.

Keywords: domain boundary; acoustic waves; magnetic subsystem; wave oscillations; magnetization; yttrium orthoferrite.

Conflict of interest: The Authors declare no apparent or potential conflicts of interest related to the publication of this article.

For citation: Zhukov E.A., Zhukova V.I., Kuzmenko A.P. Generation of longitudinal acoustic waves by an excited acoustic subsystem during the movement of a domain wall in Yttrium orthoferrite. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Tekhnika i tekhnologii* = *Proceedings of the Southwest State University. Series: Engineering and Technologies*. 2025;15(4):82-94. (In Russ.) <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-4-82-94>.

Received 10.11.2025

Accepted 02.12.2025

Published 25.12.2025

Введение

Актуальной задачей дальнейшего развития важного научного направления в области информационных технологий является повышение скорости обработки информации. Для записи информации в настоящее время применяют магнитные материалы с локально задаваемой ориентацией намагниченности [1]. Существует ряд материалов (со слабоферромагнитным упорядочением – СФМ) с особенностью перемагничивания, основанном преимущественно на движении доменных границ (ДГ) [2], одним из которых является ортоферрит иттрия YFeO_3 . Он обладает большими полями обменного взаимодействия, анизотропии, малыми полями размагничивания и коэрцитивности, а также уникальным сочетанием магнитооптических свойств [3]. Совокупность таких свойств YFeO_3 предопределила аномально высокую скорость движения ДГ вплоть до $2 \cdot 10^4$ м/с, что в несколько раз выше характерных скоростей поперечного и даже продольного звука. Ударно-волновые взаимодействия в момент преодоления ДГ звуковых барьеров сопровождаются возникновением явления упругоиндуцированного перемагничивания с быстродействием до 70 фс, что было положено в основу создания акустооптических устройств (патент РФ № 2266552). Большие перспективы дальнейшего изучения процессов перемагничивания в YFeO_3 связаны с открытием в них метастабильных гексагональных модификаций h-RFeO_3 , объединяемых в многослойные тригональные пирамиды [5]. Указанные свойства ортоферритов востребованы при создании устройств спинтроники [6]. Применение новых методов [6], разработка новых методик исследования процессов перемагничивания [7] будет способствовать созданию быстродействующих устройств обработки информации.

Взаимодействие магнитных (спиновых) и упругих (акустических) подсистем при движении ДГ в ортоферритах системно заложено в работах Е.А. Турова и В.Г. Шаврова [8]. Дальнейшие исследования магнитоакустических эффектов продолжены в работе А.К. Звездина и А.А. Мухина [9], где описаны магнитоупругие уединенные волны, вызванные сверхзвуковой динамикой ДГ. Магнитоупругие волны [10] и колебания ДГ в высокочастотных полях [11], дополненные расчетами торможений ДГ в YFeO_3 [12] и распространения в самой ДГ [13] спиновых волн [14], позволили получить оценки амплитуды акустических смещений при скоростях движения ДГ, близких к звуковым [15]. Исследование взаимодействия при возрастании магнитоупругой связи, вызванного торможением ДГ и магнито-волновыми колебаниями намагниченности и акустических волн, было проведено в [16]. Механизмы генерации волн Лэмба в пластинчатых образцах YFeO_3 установлены и описаны в [17]. Расчеты смещения продольных акустических волн в движущейся ДГ в пластинах ортоферритов были проведены экспериментально в [18]. Теоретические исследования и расчеты взаимодействия магнитных и акустических подсистем в движущейся в YFeO_3 ДГ со скоростью, далекой от звуковых скоростей, были выполнены в [19], а в работе [20] такие расчеты проводились и для скоростей, близких к звуковым.

В данной статье исследован вклад магнитной подсистемы, возбуждаемой движущейся ДГ в YFeO_3 с учетом обратного влияния на нее акустических волн, в генерацию продольной акустической волны. Получены оценки амплитуды смещения продольной акустической волны для скоростей движения ДГ в YFeO_3 , далеких и близких к звуковым скоростям.

Материалы и методы

Для исследования вклада магнитной подсистемы, возбуждаемой движущейся ДГ с учетом обратного влияния акустических волн, в генерацию продольной акустической волны выбран YFeO_3 . Решение системы уравнений, описывающих взаимодействие магнитных волновых колебаний намагниченности и продольных акустических волн, строилось на методе теории возмущений, медленно меняющихся амплитуд и Лагранжа.

Взаимодействие магнитной и акустической подсистем описывается системой динамических уравнений [21]:

$$\begin{aligned} & \left(\frac{1}{c^2} \frac{\partial^2}{\partial t^2} - \frac{\partial^2}{\partial x^2} \right) Y + \frac{b_3}{2A} \sin 2Y = \\ & = -\frac{\delta_l}{A} \frac{\partial u_l}{\partial x} \cdot \sin 2Y + \frac{\delta_t}{A} \frac{\partial u_t}{\partial x} \cdot \cos 2Y + \\ & + \frac{mH}{A} \cdot \sin Y + \frac{\alpha M}{gA} \frac{\partial Y}{\partial t}; \end{aligned} \quad (1)$$

$$\left(\frac{1}{s_l^2} \frac{\partial^2}{\partial t^2} - \frac{\partial^2}{\partial x^2} \right) u_l = -\frac{\delta_l}{\rho s_l^2} \frac{\partial Y}{\partial x} \cdot \sin 2Y; \quad (2)$$

$$\left(\frac{1}{s_t^2} \frac{\partial^2}{\partial t^2} - \frac{\partial^2}{\partial x^2} \right) u_t = -\frac{\delta_t}{\rho s_t^2} \frac{\partial Y}{\partial x} \cdot \cos 2Y, \quad (3)$$

где $Y = Y(x, t)$ – пространственно-временное задание угла антиферромагнитного вектора или вектора магнитных волновых колебаний намагниченности, изменяемое от $-\pi/2$ до $+\pi/2$ относительно нормали плоскости ДГ; $u_l = u_l(x, t)$, $u_t = u_t(x, t)$ – акустические смещения (относительно оси x , от координаты y переменные не зависят) для продольной и поперечной волн.

Параметры в уравнениях (1)–(3) подробно описаны в [22]. По данным [23] использовали параметры, входящие в систему уравнений (1)–(3): $H = 60$ Э; $m = 10^{-2}$ г; $\rho = 5 \cdot 10^6$ г/м³; $c = 2 \cdot 10^4$ м/с; $s_l = 4,2 \cdot 10^3$ м/с; $s_t = 7 \cdot 10^3$ м/с; $v = 1,46 \cdot 10^4$ м/с; $A = 8,8 \cdot 10^{-1}$ Э/м³; $\delta_l = \delta_t = 5 \cdot 10^{12}$ эрг/м³; $D_3 = 10^{-8}$ м; $k = 2 \cdot 10^8$ м⁻¹; $b_3 = 1,08 \cdot 10^{12}$ Э/м³; $\omega_a = 7 \cdot 10^{11}$ с⁻¹; $\omega_s = 2,22 \cdot 10^{12}$ с⁻¹;

$$\omega_s = 2,92 \cdot 10^{12} \text{ с}^{-1}; k_s = k_a = 10^8 \text{ м}^{-1}; \alpha = 2,92 \cdot 10^7 \text{ в}^{-1}; g = 1,76 \cdot 10^{12} (\text{с} \cdot \text{Тл})^{-1}.$$

Результаты и их обсуждение

Уравнение (1) задает угол антиферромагнитного вектора. В правой части этого уравнения учитывается поглощение излучения магнитной подсистемы, внешнее магнитное поле и влияние акустических волн. Уравнения (2), (3) задают смещения поперечной и продольной акустических волн соответственно. В правой части этих уравнений учитывается магнитоакустическое взаимодействие.

В работе [15] было изучено взаимодействие Y, u_l и Y, u_t при условии $mH \neq 0, \alpha M \neq 0$ и

$$-\frac{\delta_l}{A} \frac{\partial u_l}{\partial x} \cdot \sin 2Y + \frac{\delta_t}{A} \frac{\partial u_t}{\partial x} \cdot \cos 2Y = 0. \quad (4)$$

Рассмотрим влияние магнитной подсистемы Y на продольную акустическую волну u_l при условии $mH \neq 0, \alpha M \neq 0$ с учетом обратного взаимодействия волн u_l, u_t с Y :

$$-\frac{\delta_l}{A} \frac{\partial u_l}{\partial x} \cdot \sin 2Y + \frac{\delta_t}{A} \frac{\partial u_t}{\partial x} \cdot \cos 2Y \neq 0. \quad (5)$$

Для этого решалась система двух уравнений (1)–(2) при условии (5). Как и в работе [15], положим, что

$$Y = Y_0 + Y_1, \quad (6)$$

где Y_0 – угол антиферромагнитного вектора без возмущений являлся решением уравнения

$$\begin{aligned} & \left(\frac{1}{c^2} \frac{\partial^2}{\partial t^2} - \frac{\partial^2}{\partial x^2} \right) Y_0 + \frac{b_3}{2A} \cdot \sin 2Y_0 = 0, \\ & Y_0 = -2 \arctg e^{\frac{x-vt}{D_3}}. \end{aligned} \quad (7)$$

Второе слагаемое в (6) Y_1 – угол антиферромагнитного вектора возбуждаемой магнитной подсистемы, т. е. при условиях $mH \neq 0, \alpha M \neq 0$ и (5). При этом в (6) $Y_1 \ll Y_0$, т. к. правая часть уравнения (1) мала. Это позволило свести систему (1) – (3) к системе линейных уравнений [15] и

уравнения (1)–(2) в этом случае приняли вид

$$\begin{aligned} & \left(\frac{1}{c^2} \frac{\partial^2}{\partial t^2} - \frac{\partial^2}{\partial x^2} \right) Y_1 = \\ & = \frac{\delta_t}{A} \frac{\partial u_t}{\partial x} \cdot \cos 2Y_0 - \frac{\delta_l}{A} \frac{\partial u_l}{\partial x} \cdot \sin 2Y_0 + \\ & + \frac{mH}{A} \cdot \sin Y_0 + \frac{\alpha M}{gA} \frac{\partial Y_0}{\partial t} + \frac{\alpha M}{gA} \frac{\partial Y_1}{\partial t}; \quad (8) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} & \left(\frac{1}{s_l^2} \frac{\partial^2}{\partial t^2} - \frac{\partial^2}{\partial x^2} \right) u_l = \\ & = -\frac{\delta_l}{\rho s_l^2} \left(\frac{\partial Y_0}{\partial x} + \frac{\partial Y_1}{\partial x} \right) \cdot \sin 2Y_0. \quad (9) \end{aligned}$$

Из (7) были определены параметры уравнений (8), (9) и ДГ [22]:

$$\begin{aligned} & \frac{\partial Y_0}{\partial t} = \frac{v}{D_3 \operatorname{ch} \left(\frac{x-vt}{D_3} \right)}; \quad \sin 2Y_0 = \\ & = \frac{2 \operatorname{sh} \left(\frac{x-vt}{D_3} \right)}{\operatorname{ch}^2 \left(\frac{x-vt}{D_3} \right)}; \quad \frac{\partial Y_0}{\partial x} = \frac{-1}{D_3 \operatorname{ch} \left(\frac{x-vt}{D_3} \right)}; \\ & \cos 2Y_0 = 1 - \frac{2}{\operatorname{ch}^2 \left(\frac{x-vt}{D_3} \right)}; \\ & \sin Y_0 = \frac{1}{\operatorname{ch} \left(\frac{x-vt}{D_3} \right)}; \\ & D_3 = \sqrt{\frac{A}{b_3} \frac{(c^2 - v^2)}{c^2}}, \quad (10) \end{aligned}$$

где D_3 – параметр ширины ДГ; v – скорость ДГ ($v \leq 2 \cdot 10^4$ м/с; $D_3 \approx 10^{-8}$ м).

Для линейных уравнений (8), (9) для удобства решения были представлены в виде суммы составляющих:

$$\begin{aligned} Y_1 &= Y_1^{(1)} + Y_1^{(2)}; \\ u_l &= u_l^{(0)} + u_{l(1)}^{(1)} + u_{l(1)}^{(2)}; \\ u_t &= u_t^{(0)} + u_{t(1)}^{(1)} + u_{t(1)}^{(2)}. \quad (11) \end{aligned}$$

Нулевые слагаемые продольных и поперечных волн в (11) есть решения уравнений (2), (3) с нулевой правой частью [16]:

$$\begin{aligned} u_l^{(0)} &= e^{i\omega_a t - ik_a x} + e^{-i\omega_a t + ik_a x}; \\ u_t^{(0)} &= e^{i\omega_a t - ik_a x} + e^{-i\omega_a t + ik_a x}. \quad (12) \end{aligned}$$

Параметры в (12) подчинялись законам дисперсии для магнитной, акустической подсистем и спектральных компонент магнитоакустических напряжений ДГ [21]:

$$\begin{aligned} \omega_s &= \sqrt{\frac{b_3 c^2}{A} + c^2 k_s^2}, \quad k = k_s + k_a, \\ \omega_a &= s_{l,t} k_a, \quad \omega = kv, \quad \omega = \omega_s + \omega_a. \quad (13) \end{aligned}$$

Влияние составляющей $Y_1^{(1)}$ магнитной подсистемы в (11) при условии $mH \neq 0$, $\alpha M \neq 0$ и (4) на продольную акустическую волну было ранее изучено в [15]. В этой работе получено явное решение смещения продольной акустической волны $u_{l(1)}^{(1)}$, генерируемой $Y_1^{(1)}$, из решения системы уравнений

$$\begin{aligned} & \left(\frac{1}{c^2} \frac{\partial^2}{\partial t^2} - \frac{\partial^2}{\partial x^2} \right) Y_1^{(1)} = \frac{mH}{A} \cdot \sin Y_0 + \\ & + \frac{\alpha M}{gA} \frac{\partial Y_0}{\partial t} + \frac{\alpha M}{gA} \frac{\partial Y_1^{(1)}}{\partial t}; \quad (14) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} & \left(\frac{1}{s_l^2} \frac{\partial^2}{\partial t^2} - \frac{\partial^2}{\partial x^2} \right) u_{l(1)}^{(1)} = \\ & = -\frac{\delta_l}{\rho s_l^2} \left(\frac{\partial Y_0}{\partial x} + \frac{\partial Y_1^{(1)}}{\partial x} \right) \cdot \sin 2Y_0. \quad (15) \end{aligned}$$

Тогда, с учетом (5) и (11) – (15), в системе линейных уравнений (8)–(9) остались неопределенными составляющие решения (11) $Y_1^{(2)}$ и $u_{l(1)}^{(2)}$, которые должны удовлетворять системе уравнений:

$$\begin{aligned} & \left(\frac{1}{c^2} \frac{\partial^2}{\partial t^2} - \frac{\partial^2}{\partial x^2} \right) Y_1^{(2)} = \\ & = -\frac{\delta_l}{A} \frac{\partial u_l}{\partial x} \cdot \sin 2Y_0 + \frac{\delta_t}{A} \frac{\partial u_t}{\partial x} \cdot \cos 2Y_0; \quad (16) \\ & \left(\frac{1}{s_l^2} \frac{\partial^2}{\partial t^2} - \frac{\partial^2}{\partial x^2} \right) u_{l(1)}^{(2)} = \\ & = -\frac{\delta_l}{\rho s_l^2} \left(\frac{\partial Y_1^{(2)}}{\partial x} \right) \cdot \sin 2Y_0. \quad (17) \end{aligned}$$

Таким образом, система (16), (17) определяет смещение продольной акустической волны под влиянием магнитной подсистемы, возбужденной акустическими волнами в движущейся ДГ в ортоферрите иттрия без поглощения и внешнего магнитного поля. В уравнениях (16) – (17) $Y_1^{(2)}$ – угол антиферромагнитного вектора, возбужденного акустическими волнами, $u_{l(1)}^{(2)}$ – смещение продольной акустической волны под влиянием $Y_1^{(2)}$.

Без потери общности и во избежание громоздких вычислений в линейном уравнении (16) рассмотрен только случай с нулевой составляющей продольных и поперечных акустических волн (11) $u_l = u_l^{(0)}$, $u_t = u_t^{(0)}$. В этом случае условие (5) для уравнения (16) выглядело так:

$$\frac{\delta_l}{A} \frac{\partial u_l^{(0)}}{\partial x} \cdot \sin 2Y_0 + \frac{\delta_t}{A} \frac{\partial u_t^{(0)}}{\partial x} \cdot \cos 2Y_0 \neq 0. \quad (18)$$

Решение уравнения (16), с учетом (18) и (12), определено в работе [20] в виде

$$Y_1^{(2)}(x - vt) = F(x - vt) \times e^{i\omega_s t - ik_s x} + F^*(x - vt) e^{-i\omega_s t + ik_s x}; \quad (19)$$

$$\xi = x - vt;$$

$$\begin{aligned} F(\xi) &= \frac{i\delta_l k_a D_3}{A(R_1 - R_2)} \frac{(e^{R_1 \xi} - e^{R_2 \xi})}{\operatorname{ch}\left(\frac{\xi}{D_3}\right)} - \\ &- \frac{i\delta_t k_a e^{ik\xi}}{A(R_1 - R_2)} \left(\frac{1}{ik - R_1} - \frac{1}{ik - R_2} \right) - \\ &- \frac{i2\delta_t k_a D_3}{A(R_1 - R_2)} \cdot \operatorname{th}\left(\frac{\xi}{D_3}\right) (e^{R_1 \xi} - e^{R_2 \xi}); \\ F^*(\xi) &= - \frac{i\delta_l k_a D_3}{A(R_3 - R_4)} \frac{(e^{R_3 \xi} - e^{R_4 \xi})}{\operatorname{ch}\left(\frac{\xi}{D_3}\right)} + \\ &+ \frac{i\delta_t k_a e^{ik\xi}}{A(R_3 - R_4)} \left(\frac{1}{ik + R_4} - \frac{1}{ik + R_3} \right) + \\ &+ \frac{i2\delta_t k_a D_3}{A(R_3 - R_4)} \cdot \operatorname{th}\left(\frac{\xi}{D_3}\right) (e^{R_3 \xi} - e^{R_4 \xi}); \quad (20) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \theta &= \left(2k_s - \frac{2\omega_s v}{c^2} \right) \frac{c^2}{v^2 - c^2}; \\ \gamma &= \left(-\frac{\omega_s^2}{c^2} + k_s^2 \right) \frac{c^2}{v^2 - c^2}; \\ R_1 &= \frac{-i\theta}{2} + \frac{\sqrt{(i\theta)^2 - 4\gamma}}{2}; \\ R_2 &= \frac{-i\theta}{2} - \frac{\sqrt{(i\theta)^2 - 4\gamma}}{2}, \quad (21) \end{aligned}$$

где R_3, R_4 – комплексно-сопряженные R_1, R_2 соответственно.

Таким образом, в уравнениях (17) с учетом (19)–(21) описан вклад магнитной подсистемы $Y_1^{(2)}$ в генерацию продольной акустической волны $u_{l(1)}^{(2)}$.

Расчет вклада магнитной подсистемы, возбужденной акустическими волнами, в генерацию продольных акустических волн

Определим вклад магнитной подсистемы с учетом обратного влияния акустических волн (18) в генерацию продольной акустической волны. Для этого решим уравнение (17) при условии (10), (19):

$$\begin{aligned} &\left(\frac{1}{s_l^2} \frac{\partial^2}{\partial t^2} - \frac{\partial^2}{\partial x^2} \right) u_{l(1)}^{(2)} = \\ &= - \frac{\delta_l}{\rho s_l^2} \frac{2 \operatorname{sh}\left(\frac{x - vt}{D_3}\right)}{\operatorname{ch}^2\left(\frac{x - vt}{D_3}\right)} \times \\ &\times \left(\left(\frac{\partial F(x - vt)}{\partial x} - ik_s F(x - vt) \right) \times \right. \\ &\quad \left. e^{i\omega_s t - ik_s x} + e^{-i\omega_s t + ik_s x} \times \right. \\ &\quad \left. \times \left(\frac{\partial F^*(x - vt)}{\partial x} + ik_s F^*(x - vt) \right) \right). \quad (22) \end{aligned}$$

Во взаимодействии акустических и магнитных подсистем участвует спектральная составляющая ДГ, пропорциональная $\sim e^{i\omega t - ikx}$, поэтому решение (22) определено методом медленно меняющихся амплитуд [15]:

$$\begin{aligned} u_{l(1)}^{(2)}(x, t) &= B(x - vt) e^{i\omega_a t - ik_a x} + \\ &+ B^*(x - vt) e^{-i\omega_a t + ik_a x}. \quad (23) \end{aligned}$$

Преобразуем (23) с учетом (13) к удобному для дальнейших вычислений выражению:

$$u_{l(1)}^{(2)}(x, t) = B(x - vt)e^{-ik(x-vt)}e^{-i\omega_s t + ik_s x} + B^*(x - vt)e^{ik(x-vt)}e^{i\omega_s t - ik_s x}. \quad (24)$$

Подставим функцию (24) в уравнение (22) и приравняем выражения при равных экспонентах $e^{i\omega_s t - ik_s x}$ и $e^{-i\omega_s t + ik_s x}$. Получим систему двух уравнений для неизвестных амплитуд $B(x - vt)$ и $B^*(x - vt)$. С учетом комплексно-сопряженности функции $B(x - vt)$ и $B^*(x - vt)$ была определена только $B(x - vt)$ из уравнения:

$$\begin{aligned} & \frac{1}{s_l^2} \frac{\partial^2 B(x - vt)}{\partial t^2} + i \frac{2\omega_a}{s_l^2} \frac{\partial B(x - vt)}{\partial t} - \\ & - \frac{\omega_a^2}{s_l^2} B(x - vt) - \frac{\partial^2 B(x - vt)}{\partial x^2} + \\ & + 2ik_a \frac{\partial B(x - vt)}{\partial x} + k_a^2 B(x - vt) = \\ & = -\frac{\delta_l}{\rho s_l^2} \frac{2\text{sh}\left(\frac{x - vt}{D_3}\right)}{\text{ch}^2\left(\frac{x - vt}{D_3}\right)} e^{ik(x-vt)} \times \\ & \times \left(\frac{\partial F^*(x - vt)}{\partial x} + ik_s F^*(x - vt) \right). \quad (25) \end{aligned}$$

Все функции в уравнении (25) зависят от $x - vt$, введем обозначение $\xi = x - vt$:

$$\begin{aligned} & \left(\frac{v^2}{s_l^2} - 1 \right) \frac{d^2 B(\xi)}{d\xi^2} - 2i\omega_a \left(\frac{v - s_l}{s_l^2} \right) \times \\ & \times \frac{dB(\xi)}{d\xi} = -\frac{\delta_l}{\rho s_l^2} \frac{2\text{sh}\left(\frac{\xi}{D_3}\right)}{\text{ch}^2\left(\frac{\xi}{D_3}\right)} e^{ik\xi} \times \\ & \times \left(\frac{\partial F^*(\xi)}{\partial \xi} + ik_s F^*(\xi) \right). \quad (26) \end{aligned}$$

В (26) учтены законы дисперсии ДГ (13), из которых следует $-\frac{\omega_a^2}{s_l^2} + k_a^2 = 0$.

Из (20) найдем

$$\begin{aligned} & \frac{dF^*(\xi)}{d\xi} = (e^{R_3 \xi} - e^{R_4 \xi}) \times \\ & \times \left(H_1 \frac{\text{sh}\left(\frac{\xi}{D_3}\right)}{\text{ch}^2\left(\frac{\xi}{D_3}\right)} + H_2 \frac{1}{\text{ch}^2\left(\frac{\xi}{D_3}\right)} \right) + \\ & + H_3 i k e^{ik\xi} + D_3 (R_3 e^{R_3 \xi} - R_4 e^{R_4 \xi}) \times \\ & \times \left(H_2 \text{th}\left(\frac{\xi}{D_3}\right) - H_1 \frac{1}{\text{ch}\left(\frac{\xi}{D_3}\right)} \right); \\ & H_1 = \frac{i\delta_l k_a}{A(R_3 - R_4)}; H_2 = \frac{i\delta_t k_a}{A(R_3 - R_4)}; \\ & H_3 = \frac{i\delta_t k_a}{A(R_3 - R_4)} \times \\ & \times \left(\frac{1}{ik + R_4} - \frac{1}{ik + R_3} \right). \quad (27) \end{aligned}$$

Подставим (20), (27) в уравнение (26), получим

$$\begin{aligned} & \left(\frac{v^2}{s_l^2} - 1 \right) \frac{d^2 B(\xi)}{d\xi^2} - 2i\omega_a \left(\frac{v - s_l}{s_l^2} \right) \times \\ & \times \frac{dB(\xi)}{d\xi} = -\frac{\delta_l}{\rho s_l^2} \frac{2\text{sh}\left(\frac{x - vt}{D_3}\right)}{\text{ch}^2\left(\frac{x - vt}{D_3}\right)} e^{ik\xi} \times \\ & \times \left[(e^{R_3 \xi} - e^{R_4 \xi}) \left(H_1 \frac{\text{sh}\left(\frac{\xi}{D_3}\right)}{\text{ch}^2\left(\frac{\xi}{D_3}\right)} + \right. \right. \\ & + H_2 \frac{1}{\text{ch}^2\left(\frac{\xi}{D_3}\right)} - H_1 D_3 i k_s \frac{1}{\text{ch}\left(\frac{\xi}{D_3}\right)} + \\ & + H_2 D_3 i k_s \text{th}\left(\frac{\xi}{D_3}\right) \left. \right) + i H_3 (k + k_s) \times \\ & \times e^{ik\xi} + D_3 (R_3 e^{R_3 \xi} - R_4 e^{R_4 \xi}) \times \\ & \times \left(H_2 \text{th}\left(\frac{\xi}{D_3}\right) - H_1 \frac{1}{\text{ch}\left(\frac{\xi}{D_3}\right)} \right) \left. \right]. \quad (28) \end{aligned}$$

Решим уравнение (28) методом Лагранжа [22]:

$$B(\xi) = f_1(\xi)Z_1(\xi) + f_2(\xi)Z_2(\xi), \quad (29)$$

где $Z_1(\xi) = 1$; $Z_2(\xi) = e^{\frac{2i\omega_a\xi}{v+s_l}}$ – фундаментальная система решений однородного дифференциального уравнения, соответствующего (28), а неизвестные функции $f_1(\xi), f_2(\xi)$ в (29) удовлетворяют системе уравнений

$$\begin{aligned} f_1'(\xi) + f_2'(\xi)e^{\frac{2i\omega_a\xi}{v+s_l}} &= 0; \quad (30) \\ f_2'(\xi)\frac{2i\omega_a}{v+s_l}e^{\frac{2i\omega_a\xi}{v+s_l}} &= -\frac{1}{v^2-s_l^2}\frac{\delta_l}{\rho}e^{ik\xi} \times \\ &\times \frac{2\text{sh}\left(\frac{x-vt}{D_3}\right)}{\text{ch}^2\left(\frac{x-vt}{D_3}\right)} \left((e^{R_3\xi} - e^{R_4\xi}) \times \right. \\ &\times \left(H_1 \frac{\text{sh}\left(\frac{\xi}{D_3}\right)}{\text{ch}^2\left(\frac{\xi}{D_3}\right)} + H_2 \frac{1}{\text{ch}^2\left(\frac{\xi}{D_3}\right)} - \right. \\ &\left. \left. - \frac{iH_1D_3k_s}{\text{ch}\left(\frac{\xi}{D_3}\right)} + iH_2D_3k_s\text{th}\left(\frac{\xi}{D_3}\right) \right) + \right. \\ &\left. + iH_3(k+k_s)e^{ik\xi} + D_3 \left(H_2\text{th}\left(\frac{\xi}{D_3}\right) - \right. \right. \\ &\left. \left. - H_1 \frac{1}{\text{ch}\left(\frac{\xi}{D_3}\right)} \right) (R_3e^{R_3\xi} - R_4e^{R_4\xi}) \right). \quad (31) \end{aligned}$$

При определении решения системы уравнений (30)–(31) воспользовались таблицей интегралов [24]:

$$\begin{aligned} f_1(\xi) &= \frac{\delta_l(v+s_l)}{4\rho\omega_a^2(v-s_l)} [(R_3 - R_4) \times \\ &\times D_3^2 \left(H_2\text{arctge}^{\frac{\xi}{D_3}} - H_2 \frac{\text{sh}\left(\frac{\xi}{D_3}\right)}{2\text{ch}^2\left(\frac{\xi}{D_3}\right)} + \right. \\ &\left. + H_1 \frac{1}{2\text{ch}^2\left(\frac{\xi}{D_3}\right)} \right) + H_3 \frac{k+k_s}{2k} e^{i2k\xi}]; \quad (32) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} f_2(\xi) &= \frac{\delta_l(v+s_l)}{4\rho\omega_a^2(v-s_l)} [D_3^2(R_3 - R_4) \times \\ &\times \left(H_2\text{arctge}^{\frac{\xi}{D_3}} - H_2 \frac{\text{sh}\left(\frac{\xi}{D_3}\right)}{2\text{ch}^2\left(\frac{\xi}{D_3}\right)} + \right. \\ &\left. + H_1 \frac{1}{2\text{ch}^2\left(\frac{\xi}{D_3}\right)} \right) + e^{(2ik - \frac{2i\omega_a}{v+s_l})\xi} \times \\ &\times H_3 D_3 \frac{ik + ik_s}{2ik - \frac{2i\omega_a}{v+s_l}}]. \quad (33) \end{aligned}$$

С учетом (21), (27) в (32), (33) введем переобозначения:

$$\begin{aligned} Q_1 &= \frac{4\delta_l^2(v+s_l)k_a D_3^2}{\rho A \omega_a^2(v-s_l)}; \\ Q_2 &= \frac{4\delta_l \delta_t(v+s_l)k_a D_3^2}{\rho A \omega_a^2(v-s_l)}; \quad Q_3 = \\ &= \frac{2\delta_l \delta_t(v+s_l)(k+k_s)k_a(v^2-c^2)D_3}{\rho A \omega_a(v-s_l)(\omega_s+k_s)(\omega_a^2-k_a^2c^2)}. \quad (34) \end{aligned}$$

Подставим (32)–(34) в (29), получим амплитуду смещения продольной волны (23):

$$\begin{aligned} B(\xi) &= \left[Q_1 \frac{1}{2\text{ch}^2\left(\frac{\xi}{D_3}\right)} + \right. \\ &+ Q_2 \left(2\text{arctge}^{\frac{\xi}{D_3}} - \frac{\text{sh}\left(\frac{\xi}{D_3}\right)}{\text{ch}^2\left(\frac{\xi}{D_3}\right)} \right) \left. \right] \times \\ &\times i \left(e^{\frac{2i\omega_a\xi}{v+s_l}} - 1 \right) + Q_3 i e^{i2k\xi}. \quad (35) \end{aligned}$$

Из (34), (35) легко определить комплексно-сопряженную к $B(\xi)$ функцию $B^*(\xi)$. Следовательно, определено искомого решение $u_{l(1)}^{(2)}(x, t)$ (23).

Проведем расчет вклада магнитной подсистемы в генерацию продольной акустической волны с учетом обратного влияния акустических волн при отсутствии

поглощения и без внешнего магнитного поля ($\alpha M = 0$, $mH = 0$).

Вклад магнитной подсистемы в генерацию продольной акустической волны $u_{l(1)}^{(2)}(x, t)$ (23) определяется ее амплитудой $B_1(\xi)$ (35). Используя данные значений параметров к (1)–(3) и формулы (21), (27), (34), выполним расчет параметров амплитуды смещения продольной акустической волны согласно (35):

$$B(\xi) = 1,6 \cdot 10^{-12} \left[\left(\frac{\text{sh}(10^8 \xi)}{2\text{ch}^2(10^8 \xi)} - \text{arctge}^{10^8 \xi} - \frac{1}{4\text{ch}^2(10^8 \xi)} \right) \times \right. \\ \left. \times \sin(0,7 \cdot 10^8 \xi) - 0,37 \sin(4 \cdot 10^8 \xi) \right) + \\ + 1,6 \cdot 10^{-12} i \left[\left(\frac{\text{sh}(10^8 \xi)}{2\text{ch}^2(10^8 \xi)} - \text{arctge}^{10^8 \xi} - \frac{1}{4\text{ch}^2(10^8 \xi)} \right) \times \right. \\ \left. \times (\cos(0,7 \cdot 10^8 \xi) - 1) + 0,37 \cos(4 \cdot 10^8 \xi) \right]. \quad (36)$$

Функции, входящие в формулу (36), абсолютно ограничены числом и не больше π . Тогда из (36) следует, что максимальное, абсолютное смещение амплитуды продольной волны может достигать порядка 10^{-12} м.

Аналогичные результаты были получены в [25] при исследовании вклада магнитной подсистемы, возбужденной движущейся ДГ в ортоферрите иттрия в присутствии поглощения и внешнего магнитного поля ($mH \neq 0$, $\alpha M \neq 0$), но без учета обратного влияния акустической подсистемы на магнитную. В этом случае влияние магнитной подсистемы на смещение продольной акустической волны уменьшается до порядка 10^{-14} м при скоростях движения ДГ, далеких от звуко-

вых. Но при скорости движения ДГ, близкой к звуковой в пределах $1,3 \leq |v - s_l| \leq 12,8$, вклад возрастает вплоть до максимального порядка 10^{-8} м.

Выводы

В настоящей работе получено явное решение смещения продольной акустической волны, генерируемой магнитной подсистемой, возбужденной акустическими волнами в YFeO_3 внутри движущейся ДГ без учета поглощения и внешнего магнитного поля (23), (34), (35). Используя явное решение, установлено (36), что магнитная подсистема при условии ($mH = 0$, $\alpha M = 0$), на которую оказывают обратное влияние акустические волны, генерирует продольные акустические волны, максимальный размер амплитуды смещения которых может достигать порядка 10^{-12} м при движении ДГ со скоростью v (порядок 10^4 м/с), далекой от продольной звуковой скорости s_l (порядок 10^3 м/с) (см. значения параметров к (1)–(3)). Из формул (34), (35) следует, что если скорость движения ДГ в ортоферрите иттрия близка к звуковой скорости (лежит в пределах $0,08 \leq |v - s_l| \leq 0,7$), то наибольшее смещение продольной волны составит порядка 10^{-8} м. Это становится соизмеримо с толщиной ДГ (10^{-8} м).

Таким образом, от скорости движения ДГ в YFeO_3 зависит как величина вклада магнитной подсистемы в генерацию акустических волн, так и обратное влияние акустической подсистемы на магнитную за счет поглощения и внешнего магнитного поля. Это явление можно использовать для измерений параметров гиперзвуковых волн (до 10^{12} Гц) оптическими методами.

Список литературы

1. You C.Y. Concept of the field-driven domain wall motion memory // Journal of magnetism and magnetic materials. 2009. Vol. 321, no. 7. P. 888-890.

2. Magnetic domain-wall logic / D.A. Allwood, G. Xiong, C.C. Faulkner, D. Atkinson, D. Petit, R.P. Cowburn // *Science*. 2005. Vol. 309, no. 5741. P. 1688-1692.
3. Study of the structural and dimensional features of the magnetization reversal in transparent weak ferromagnets / A.P. Kuz'menko, E.A. Zhukov, V.I. Zhukova, Tsz. Li, A.V. Kaminskii // *The Physics of Metals and Metallography*. 2008. Vol. 106, no. 2. P. 164-172.
4. Complex structural-ferroelectric domain walls in thin films of hexagonal orthoferrites $RFeO_3$ ($R=Lu, Er$) / V.V. Roddatis, A.R. Akbashev, S. Lopatin, A.R. Kaul // *Applied Physics Letters*. 2013. Vol. 103, no. 11. P. 112907.
5. Гареева З.В., Филиппова В.В., Звездин А.К. Мультиферроидальные материалы для устройств спинтроники // *Физика твердого тела*. 2024. Т. 66, вып. 8. С. 1251-1257.
6. Shapaeva T.B. Investigation of domain wall dynamics in transparent ferromagnets using high-speed photography // *Moscow University Physics Bulletin*. 2024. Vol. 79, no. 6. P. 813-838.
7. Magneto-optical diffraction of visible light as probe of nanoscale displacement of domain walls at femtosecond timescales / A. Dolgikh, T.B. Shapaeva, K.T. Yamada, M.V. Loginov, T.H. Rasing, A.V. Kimel // *Review Scientific Instruments*. 2023. Vol. 94, no. 10. P. 103001(7).
8. Туров Е.А., Шавров В.Г. Нарушенная симметрия и магнитоакустические эффекты в ферро- и антиферромагнетиках // *Успехи физических наук*. 1983. Т. 140, вып. 3. С. 429–462.
9. Звездин А.К., Мухин А.А. Магнитоупругие уединенные волны и сверхзвуковая динамика доменных границ // *Журнал Экспериментальной и Теоретической Физики*. 1992. Т. 102, вып. 2. С. 577–599.
10. Dynamics of topological magnetic solitons. Experiment and theory / ed. by V.G. Bar'yakhtar, M.V. Chetkin, B.A. Ivanov, S.N. Gadetskii. Berlin: Springer, 1994. Vol. 129. 181 p.
11. Ким П.Д., Хван Д.Ч. Вынужденные колебания доменной стенки на высоких частотах // *Физика твердого тела*. 1982. Т. 24, вып. 8. С. 2300–2304.
12. Барьяхтар И.В., Иванов Б.А. Динамическое торможение доменной границы в слабом ферромагнетике. Киев: ИТФ АН УССР, 1983. 28 с.
13. Звездин А.К., Попков А.Ф. Распространение спиновых волн в движущейся доменной границе // *Письма в Журнал экспериментальной и теоретической физики*. 1984. Т. 39, вып. 8. С. 348–351.
14. Magneto-elastic resonant phenomena at the motion of the domain wall in weak ferromagnets / A.P. Kuz'menko, E.A. Zhukov, M.B. Dobromyslov, A.V. Kaminsky // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2007. Vol. 310, no. 2, pt. 2. P. 1610-1612.
15. Жуков Е.А., Жукова В.И., Кузьменко А.П. Вклад магнитной подсистемы в генерацию продольных акустических волн при движении доменной границы в ортоферрите иттрия // *Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии*. 2023. Т. 13, № 4. С. 54-65.
16. Жуков Е.А., Кузьменко А.П., Щербаков Ю.И. Торможение движущейся доменной границы в слабых ферромагнетиках // *Физика твердого тела*. 2008. Т. 50, вып. 6. С. 1033-1036.
17. Кузьменко А.П., Жуков Е.А., Ли Ц. Резонансное возбуждение магнитоупругих колебаний в ортоферритах одиночной доменной границей // *Вестник Тихоокеанского государственного университета*. 2005. № 1. С. 9-24.
18. Механизмы генерации волн Лэмба доменной границей в пластине слабого ферромагнетика / Е.А. Жуков, М.Е. Адамова, В.И. Жукова, А.П. Кузьменко // *Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии*. 2021. Т. 11, № 4. С. 123-136.
19. Жуков Е.А., Жукова В.И. Расчеты взаимодействия магнитных и продольных акустических волн с участием доменной границы в ортоферритах // *Вестник Тихоокеанского государственного университета*. 2021. № 4 (63). С. 55-64.

20. Жуков Е.А., Жукова В.И. Вклад акустической подсистемы в генерацию магнитных волн при движении доменной границы в ортоферрите иттрия // Вестник Тихоокеанского государственного университета. 2023. № 3 (70). С. 31-40.
21. Жуков Е.А. Возбуждение магнитоупругих волн одиночной доменной границей в пластинах ортоферритов // Вестник Тихоокеанского государственного университета. 2007. № 4 (7). С. 61-72.
22. Филиппов А.Ф. Введение в теорию дифференциальных уравнений. Изд. 2-е, испр. М.: КомКнига, 2007. 240 с.
23. Метод генерации, усиления и измерения параметров гиперзвуковых волн в магнитных кристаллах / Е.А. Жуков, В.И. Жукова, А.В. Каминский, В.В. Корчевский, В.И. Римлянд // Вестник ТОГУ. 2012. № 3 (26). С. 17-27.
24. Двайт Г.Б. Таблицы интегралов и другие математические формулы. М.: Наука, 1978. 224 с.
25. Влияние магнитных волновых колебаний намагниченности в движущейся доменной границе в ортоферрите иттрия на генерацию поперечных акустических волн / Е.А. Жуков, В.И. Жукова, А.П. Кузьменко, А.С. Сизов // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. 2025. Т. 15, № 2. С. 89-101.

References

1. You C.Y. Concept of the field-driven domain wall motion memory. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2009;321(7):888-890.
2. Allwood D.A., Xiong G., Faulkner C.C., Atkinson D., Petit D., Cowburn R.P. Magnetic domain-wall logic. *Science*. 2005;309(5741):1688-1692.
3. Kuz'menko A.P., Zhukov E.A., Zhukova V.I., Li Tsz., Kaminskii A.V. Study of the structural and dimensional features of the magnetization reversal in transparent weak ferromagnets. *The Physics of Metals and Metallography*. 2008;106(2):164-172.
4. Roddatis V.V., Akbashev A.R., Lopatin S., Kaul A.R. Complex structural-ferroelectric domain walls in thin films of hexagonal orthoferrites RFeO₃ (R=Lu, Er). *Applied Physics Letters*. 2013;103(11):112907.
5. Gareeva Z.V., Filippova V.V., Zvezdin A.K. Mul'tiferroidal'nye materialy dlya ustroystv spintroniki. *Fizika tverdogo tela = Physics of the Solid State*. 2024;66(8):1251-1257.
6. Shapaeva T.B. Investigation of domain wall dynamics in transparent ferromagnets using high-speed photography. *Moscow University Physics Bulletin*. 2024;79(6):813-838. (In Russ.)
7. Dolgikh A., Shapaeva T.B., Yamada K.T., Loginov M.V., Rasing T. H., Kimel A.V. Magneto-optical diffraction of visible light as probe of nanoscale displacement of domain walls at femtosecond timescales. *Review Scientific Instruments*. 2023;94(10):103001(7).
8. Turov E.A., Shavrov V.G. Broken symmetry and magnetoacoustic effects in ferro- and antiferromagnets. *Uspekhi fizicheskikh nauk = Physics-Uspekhi*. 1983;140(3):429-462. (In Russ.)
9. Zvezdin A.K., Mukhin A.A. Magnetoelastic solitary waves and supersonic dynamics of domain walls. *Zhurnal Eksperimental'noi i Teoreticheskoi Fiziki = Journal of Experimental and Theoretical Physics*. 1992;102(2):577-599. (In Russ.)
10. Bar'yakhtar V.G., Chetkin M.V., Ivanov B.A., Gadetskii S.N., eds. Dynamics of topological magnetic solitons. Experiment and theory. Berlin: Springer; 1994. 181 p.
11. Kim P.D., Khvan D.Ch. Forced oscillations of the domain wall at high frequencies. *Fizika tverdogo tela = Physics of the Solid State*. 1982;24(8):2300-2304. (In Russ.)

12. Bar'yakhtar I.V., Ivanov B.A. Dynamic braking of the domain boundary in a weak ferromagnet. Kiev: ITF AN USSR, 1983. 28 p. (In Russ.)
13. Zvezdin A.K., Popkov A.F. Propagation of spin waves in a moving domain boundary. *Pis'ma v Zhurnal eksperimental'noi i teoreticheskoi fiziki = Journal of Experimental and Theoretical Physics Letters*. 1984;39(8):348-351. (In Russ.)
14. Zhukov E.A., Zhukova V.I., Kuzmenko A.P. Contribution of the magnetic subsystem to the generation of longitudinal acoustic waves during domain wall motion in Yttrium orthoferrite. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Tekhnika i tekhnologii = Proceedings of the Southwest State University. Series: Engineering and Technology*. 2023;13(4):54-65. (In Russ.) <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2023-13-4-54-65>.
15. Zhukov E.A., Zhukova V.I., Kuz'menko A.P. Contribution of the magnetic subsystem to the generation of longitudinal acoustic waves during domain wall motion in yttrium orthoferrite. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Tekhnika i tekhnologii = Proceedings of the Southwest State University. Series: Engineering and Technology*. 2023;13(4):54-65. (In Russ.)
16. Zhukov E.A., Kuz'menko A.P., Shcherbakov Yu.I. Braking of a moving. *Fizika tverdogo tela = Physics of the Solid State*. 2008;50(6):1033-1036. (In Russ.)
17. Kuz'menko A.P., Zhukov E.A., Li Ts. Resonant excitation of magnetoelastic oscillations in orthoferrites by a single domain boundary. *Vestnik Tikhookeanskogo gosudarstvennogo universiteta = Bulletin of the Pacific State University*. 2005;(1):9-24. (In Russ.)
18. Zhukov E.A., Adamova M.E., Zhukova V.I., Kuz'menko A.P. Mechanisms of lamb wave generation by domain wall in a plate of weak ferromagnetic. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Tekhnika i tekhnologii = Proceedings of the Southwest State University. Series: Engineering and Technology*. 2021;11(4):123-136. (In Russ.)
19. Zhukov E.A., Zhukova V.I. Calculations of the Interaction of magnetic and longitudinal acoustic waves with the participation of a domain wall in yttrium orthoferrites. *Vestnik Tikhookeanskogo gosudarstvennogo universiteta = Bulletin of the Pacific State University*. 2021;(4):55-64. (In Russ.)
20. Zhukov E.A., Zhukova V.I. Contribution of the acoustic subsystem to the generation of magnetic waves during domain wall motion in yttrium orthoferrite. *Vestnik Tikhookeanskogo gosudarstvennogo universiteta = Bulletin of the Pacific State University* 2023;(3):31-40. (In Russ.)
21. Zhukov E.A. Excitation of magnetoelastic waves by a single domain boundary in orthoferrite plates. *Vestnik Tikhookeanskogo gosudarstvennogo universiteta = Bulletin of the Pacific State University*. 2007;(4):61-72. (In Russ.)
22. Filippov A.F. Introduction to the Theory of Differential Equations. Ed. 2nd. Moscow: KomKniga, 2007. 240 p. (In Russ.)
23. Zhukov E.A., Zhukova V.I., Kaminskiy A.V., Korchevskiy V.V., Rimlyand V.I. Method of generation, amplification and measurement of hypersonic waves in magnetic crystals. *Vestnik Tikhookeanskogo gosudarstvennogo universiteta = Bulletin of the Pacific State University*. 2012;(3):17-27. (In Russ.)
24. Dvayt G.B. Tables of integrals and other mathematical formulas. Moscow: Nauka; 1978. 224 p. (In Russ.)
25. Zhukov E.A., Zhukova V.I., Kuzmenko A.P., Sizov A.S. Influence of magnetic wave oscillations of magnetization in a moving domain wall in yttrium orthoferrite on the generation of transverse acoustic waves. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Tekhnika i tekhnologii = Proceedings of the Southwest State University. Series: Engineering and Technology*. 2025;15(2):89-101. (In Russ.) <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-2-89-101>.

Информация об авторах / Information about the Authors

Жуков Евгений Александрович, доктор физико-математических наук, доцент, профессор кафедры автоматизации и системотехники, Тихоокеанский государственный университет, г. Хабаровск, Российская Федерация, e-mail: e_a_zhukov@mail.ru, ORCID: 0000-0002-5196-565X

Evgeny A. Zhukov, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Associate Professor, Professor of the Department of Automation and Systems Engineering, Pacific State University, Khabarovsk, Russian Federation, e-mail: e_a_zhukov@mail.ru, ORCID: 0000-0002-5196-565X

Жукова Валентина Ивановна, кандидат физико-математических наук, доцент кафедры высшей математики, Дальневосточный государственный университет путей сообщения, г. Хабаровск, Российская Федерация, e-mail: v-i-zhukova@yandex.ru, ORCID: 0009-0001-9224-9123

Valentina I. Zhukova, Candidate of Sciences (Physics and Mathematics), Associate Professor of the Department of Higher Mathematics, Far Eastern State University of Railway Engineering, Khabarovsk, Russian Federation, e-mail: v-i-zhukova@yandex.ru, ORCID: 0009-0001-9224-9123

Кузьменко Александр Павлович, доктор физико-математических наук, профессор, главный научный сотрудник Регионального центра нанотехнологий, Юго-Западный государственный университет, г. Курск, Российская Федерация, e-mail: apk3527@mail.ru, ORCID: 0000-0001-7089-0692

Aleksander P. Kuzmenko, Doctor of Science (Physics and Mathematics), Professor, Chief Researcher of the Regional Center of Nanotechnology, Southwest State University, Kursk, Russian Federation, e-mail: apk3527@mail.ru, ORCID: 0000-0001-7089-0692

Оригинальная статья / Original article

УДК 621.59:621.643

<https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-4-95-108>

Исследование процесса захлаживания криогенных трубопроводов жидким водородом для оптимизации огневых испытаний ракетных двигателей

О.В. Калядин^{1✉}, А.В. Сергеев¹, А.А. Гребенников¹, К.Г. Королев¹,
М.А. Авдеев¹, А.Ю. Лопатин¹

¹ Воронежский государственный технический университет
ул. 20-летия Октября, д. 84, г. Воронеж 394006, Российская Федерация

✉ e-mail: kaljadin@gmail.com

Резюме

Цель. Разработка математической модели, адекватно описывающей нестационарный процесс захлаживания длинных криогенных магистралей жидким водородом и позволяющей определять оптимальные режимные параметры, обеспечивающие минимальный расход хладагента при подготовке к огневым испытаниям жидкостных ракетных двигателей.

Методы. В качестве объекта моделирования использовался трубопровод в экранно-вакуумной изоляции, выполненный из стали 12Х18Н10Т, общей протяженностью 272,5 м, с диаметром проходного сечения 96 мм и толщиной стенки 2 мм. Суммарная масса запорного оборудования, размещенного на магистрали, составляет 246 кг. В трубопровод под избыточным давлением 0,2 МПа подается жидкий переохлажденный водород, имеющий температуру на входе 19 К. Температура окружающей среды составляет 293 К.

Результаты. В данной работе предложена модель охлаждения длинных изолированных трубопроводов при протекании по ним жидкого водорода, позволяющая определять параметры потока в различные моменты времени и оценивать время выхода магистрали в рабочий режим. На основе предложенной модели был разработан автоматизированный алгоритм расчета процесса охлаждения длинного трубопровода криогенными компонентами, позволяющий получать данные для построения температурных полей стенок трубопровода и потока транспортируемого криопродукта в различные моменты времени, а также определять время выхода магистрали в рабочий режим и момент наступления стационарного течения однофазного потока. Результаты проведенного расчета хорошо согласуются с экспериментальными данными.

Заключение. Используя данную модель при различных начальных и граничных условиях, можно отработать оптимальный режим протекания реальных физических процессов и добиться минимальных потерь криогенных компонент при минимальных временных затратах при подготовке стендовых систем к огневым испытаниям как одного из этапов производственного цикла ЖРД в машиностроении.

Ключевые слова: жидкий водород; математическая модель; длинный трубопровод.

Конфликт интересов: Авторы декларируют отсутствие явных и потенциальных конфликтов интересов, связанных с публикацией настоящей статьи.

Для цитирования: Исследование процесса захлаживания криогенных трубопроводов жидким водородом для оптимизации огневых испытаний ракетных двигателей / О.В. Калядин, А.В. Сергеев, А.А. Гребенников, К.Г. Королев, М.А. Авдеев, А.Ю. Лопатин // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. 2025. Т. 15, № 4. С. 95–108. <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-4-95-108>.

Поступила в редакцию 10.11.2025

Подписана в печать 02.12.2025

Опубликована 25.12.2025

Investigation of the process of cooling cryogenic pipelines with liquid hydrogen to optimize firing tests of rocket engines

Oleg V. Kalyadin¹✉, Alexander V. Sergeev¹, Anton A. Grebennikov¹,
Konstantin G. Korolev¹, Mikhail A. Avdeev¹, Artem Yu. Lopatin¹

¹ Voronezh State Technical University
20-letiya Oktyabrya Str. 84, Voronezh 394006, Russian Federation

✉ e-mail: ms.chuhaeva@mail.ru

Abstract

Purpose. Development of a mathematical model that adequately describes the non-stationary process of cooling long cryogenic pipelines with liquid hydrogen and makes it possible to determine optimal operating parameters that ensure minimal refrigerant consumption in preparation for firing tests of liquid rocket engines.

Methods. A vacuum-insulated pipe made of cryogenic steel with a total length of 272.5 m, with a bore diameter of 96 mm and a wall thickness of 2 mm was used as the modeling object. The total weight of the shut-off equipment located on the main line is 246 kg. Liquid supercooled hydrogen with an inlet temperature of 19 K is supplied to the pipeline under an excess pressure of 0.2 MPa. The ambient temperature is 293 K.

Results. In this paper, we propose a model for cooling long insulated pipelines when liquid water flows through them, which makes it possible to determine the flow parameters at various points in time and estimate the time when the main line enters operating mode. Based on the proposed model, an automated algorithm was developed for calculating the cooling process of a long pipeline with cryogenic components, which makes it possible to obtain data for constructing the temperature fields of the pipeline walls and the flow of transported cryoproductions at various time points, as well as to determine the time when the main line enters operation and the moment of the onset of a stationary single-phase flow. The results of the calculation are in good agreement with the experimental data.

Conclusion. Using this model under various initial and boundary conditions, it is possible to work out the optimal mode of real physical processes and achieve minimal losses of cryogenic components with minimal time spent in preparing bench systems for fire tests, as one of the stages of the production cycle of liquid propellants in mechanical engineering.

Keywords: liquid hydrogen; mathematical model; long pipeline.

Conflict of interest: The Authors declare no apparent or potential conflicts of interest related to the publication of this article.

For citation: Kalyadin O.V., Sergeev A.V., Grebennikov A.A., Korolev K.G., Avdeev M.A., Lopatin A.Yu. Investigation of the process of cooling cryogenic pipelines with liquid hydrogen to optimize firing tests of rocket engines. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Tekhnika i tekhnologii* = *Proceedings of the Southwest State University. Series: Engineering and Technologies*. 2025;15(4):95-108. (In Russ.) <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-4-95-108>.

Received 10.11.2025

Accepted 02.12.2025

Published 25.12.2025

Введение

Современное производство жидкостных ракетных двигателей (ЖРД) характеризуется исключительно высокими требованиями к надежности и, как следствие, к тщательности их экспериментальной отработки.

Одними из этапов машиностроительного цикла являются различные виды испытаний изделия, которые позволяют оценить прочностные характеристики, тепло

физические процессы, гидравлику и герметичность, надежность и ресурс. Испытания – это сложный измерительный, технологический процесс, интегрированный в производство. Проведение огневых испытаний является обязательным и наиболее ресурсоемким этапом в цикле производства ЖРД. Согласно экспертным оценкам, подтвержденным практикой ведущих предприятий двигателестроения, доля затрат на проведение огневых испытаний

может достигать 20–35% от общей стоимости производства двигателя. В общей структуре этих затрат можно выделить прямые (капитальные 40–60% и операционные 30–50%) и косвенные (накладные 10–20%) расходы¹. При этом величина операционных затрат на криогенное топливо определяется в том числе длительностью проведения испытаний и может составлять до 5% от общих расходов на огневые испытания, что в абсолютных значениях измеряется сотнями миллионов рублей [1].

Значительную часть этих затрат составляют расходы на криогенные компоненты топлива, подготовку и проведение испытаний. Ключевой операцией в цикле подготовки водородосодержащих ЖРД к огневым испытаниям является процесс захолаживания протяженных криогенных трубопроводов и магистралей подачи жидкого водорода. Данный процесс необходим для приведения элементов системы в термодинамически стабильное состояние, исключающее вскипание компонента при запуске двигателя. Также непредсказуемые флуктуации потока при охлаждении трубопроводов жидким водородом создают экстремальные нагрузки на сам трубопровод и требуют эффективных методов управления процессом охлаждения². Однако существующие, зачастую консервативные, регламенты захолаживания приводят к значительным и неоптимизированным потерям дорогостоящего жидкого водорода, который сбрасывается в атмосферу через системы слива и сброса давления [2]. Как показали исследования NASA³, эмпирические зависимости для

кипения при охлаждении трубопроводов жидкими криоагентами требуют серьезного уточнения [3]. В международной практике (в частности, в работах NASA) в последние годы активно развиваются полумпирические корреляции и численные модели процессов захолаживания криогенных линий, включая случаи двухфазного течения и нестационарного теплообмена. В отечественной школе накоплен фундаментальный задел по гидродинамике газожидкостных систем и криогенным системам, используемый как базис для инженерных расчётов протяжённых магистралей. Настоящая работа развивает прикладной инженерный подход к оценке интегральных характеристик процесса (время захолаживания, температурные поля) для задач оптимизации режимов подготовки испытательных стендов. В связи с этим за последние годы активно разрабатываются новые модели и корреляции.

Таким образом, задача разработки математической модели, адекватно описывающей нестационарный процесс захолаживания длинных криогенных трубопроводов, является не только научно-технической, но и прямой экономической задачей. Эффективное управление этим процессом позволит существенно снизить материальные затраты на каждом цикле испытаний.

В представленной работе предложена математическая модель, описывающая процесс захолаживания длинных криогенных трубопроводов жидким водородом. Практическая значимость работы заключается в возможности использования разработанной модели для:

¹ NASA's Management of the Artemis Missions (IG-22-003) // NASA OIG: [site]. 2022. URL: <https://oig.nasa.gov/office-of-inspector-general-oig-22-003/> (дата обращения: 07.11.2025).

² Cryogenic heat transfer by a nanoporous surface: patent US 10209017B2. Appl. 29.07.2014; publ. 19.02.2019.

³ Universal two-phase convection heat transfer correlations for cryogenic pipe chilldown / S.R. Darr, M.E. Taliaferro, J.W. Hartwig, H. Wang, B.H. Huang, J.N. Chung // NASA Technical Reports Server. 2023.

- разработки оптимальных технологических регламентов захлаживания испытательных стендов и систем;
- снижения прямых материальных затрат на приобретение жидкого водорода;
- сокращения времени подготовки к проведению огневых испытаний.

В результате это способствует снижению совокупной стоимости огневых испытаний и производства ЖРД в целом.

Материалы и методы

Перед достижением криогенными продуктами заданных расходных и температурных параметров осуществляется стадия охлаждения магистралей. Данный процесс может проводиться с использованием как жидкой, так и газообразной фазы хладагента. Критериями выбора фазового состояния служат: функциональное назначение системы, требования к длительности и динамике переходных режимов, а также допустимые уровни термических напряжений в конструктивных элементах. В системах, работающих с жидкими криогенными компонентами, охлаждение, как правило, выполняется непосредственно этими продуктами [4]. На стадии охлаждения стенок трубопроводов наблюдается активное парообразование, что объясняется значительным превышением начальной температуры стенок (близкой к температуре окружающей среды) не только над температурой насыщения T_s , но и над предельной температурой перегрева $T_{пп}$, определяющей верхнюю границу существования жидкости. Таким образом, при высокой температуре стенок криогенная жидкость в пристеночной области не может находиться в стабильном жидком состоянии и практически мгновенно испаряется.

Особенности тепловых и гидродинамических процессов в период охлаждения, а также невозможность обеспечения на выходе требуемых параметров продукта позволяют выделить эту стадию в

отдельный этап в общем цикле эксплуатации криогенных трубопроводов [5]. На структуру потока в трубах влияет целый ряд факторов [6]: скорость потока, расходное и истинное паросодержание, относительная плотность фаз, вязкость жидкости, диаметр трубы, смачиваемость стенок жидкостью, пространственная ориентация трубы и др. [7]

При подаче криогенных жидкостей в теплые магистрали их стенки устойчиво блокируются паровой пленкой, т. е. реализуется пленочное кипение. С понижением температуры стенок ниже температуры предельного перегрева $T_{пп}$ создаются предпосылки для кризиса пленочного кипения, т. е. так называемого второго кризиса, а также для замены его сначала переходным, а затем пузырьковым кипением, которое, в свою очередь, вырождается в конвективный теплообмен при приближении температуры стенки трубы к температуре насыщения. В процессе охлаждения трубопроводов кипение криогенных жидкостей происходит при различных режимах течения парожидкостной смеси [8]. В случае пленочного кипения в пристеночной зоне формируется паровая пленка, а соответствующие режимы движения двухфазного потока называют обращёнными. Наиболее типичными для условий охлаждения являются обращённые стержневой, снарядный и дисперсный режимы. Когда температура стенки снижается до уровня, обеспечивающего её смачивание жидкостью, обращённые режимы сменяются обычными, для которых характерно присутствие жидкой фазы у стенки. Охлаждение и заполнение протяжённых криогенных магистралей сопровождается колебаниями расхода и давления, вызванными активным парообразованием.

Экспериментальные исследования [9] показывают, что при течении недогретой жидкости паровая пленка имеет столь малую толщину, что практически не оказы-

вает значительного сопротивления движению жидкой струи. Более того, наличие паровой прослойки способствует снижению касательных напряжений благодаря тому, что вязкость пара на порядок ниже вязкости жидкости. По мере продвижения по трубопроводу жидкость нагревается, что приводит к росту давления и снижению скорости заполнения. При достаточной протяжённости магистрали головная часть жидкости на определённом участке достигает температуры насыщения, соответствующей давлению в резервуаре, и поступление жидкости в трубопровод прекращается. Одновременно нагрев жидкости и увеличение паросодержания приводят к разрушению стержневой структуры потока.

При достижении жидкостью состояния насыщения (когда температура жидкости достигает температуры кипения T_s при данном давлении) практически весь тепловой поток от стенок расходуется на испарение. Скорость генерации пара и, как следствие, давление в трубопроводе продолжают возрастать, даже после прекращения подачи новой порции жидкости. Давление в магистрали может в 1,5–2 раза и более превышать давление на входе. В дальнейшем по мере испарения оставшейся жидкости, отвода пара и частичного возврата жидкости в сосуд интенсивность парообразования снижается, и через некоторое время создаются условия для поступления следующей порции хладагента. Это поступление вызывает менее значительный рост давления, поскольку в трубопроводе сохраняется повышенное давление и остаётся часть жидкости. В течение всего периода охлаждения и заполнения протяжённых магистралей наблюдаются колебания расхода и давления, ам-

плитуда которых существенно меньше, чем в первом цикле¹.

Анализ экспериментальных данных показывает, что стационарный расход жидкости наступает практически одновременно с охлаждением стенки. Жидкость на выходе из трубопровода появляется несколько раньше, чем труба полностью охладится, и некоторое время из трубопровода выходит парожидкостная смесь.

Весь период охлаждения τ можно условно разделить на два этапа: первый этап τ_1 – от начала подачи жидкости до появления парожидкостной смеси на выходе и второй этап τ_2 – от момента появления парожидкостной смеси на выходе до полной реализации теплового ресурса стенки и установления стационарного расхода. Соотношение между продолжительностью отдельных этапов и общим временем охлаждения (как и между длиной зоны испарения и общей длиной трубопровода) может быть самое разное. В соответствии с соотношением длительности отдельных стадий охлаждения трубопроводы можно классифицировать на три типа: длинные, средние и короткие. Для длинных трубопроводов характерно, что момент появления жидкости на выходе практически совпадает с временем полного охлаждения, а их протяжённость существенно превышает длину зоны испарения, т. е. $\tau \approx \tau_1, l_{\text{и}} \ll l$. В средних трубопроводах продолжительность отдельных этапов соизмерима. Зона испарения в таких магистралях в начальный период охлаждения несколько меньше общей длины, но по мере снижения температуры стенок увеличивается и через некоторое время может превзойти длину трубопровода, т. е.

1. Способ объемного тушения пожара и устройство для его реализации: патент 2253492 / Каришин В.В., Зарецкий Р.Ю.

№ 20041013641/12; заявл. 21.01.2004; опубл. 10.06.2005, Бюл. № 16.

$\tau \approx \tau_1 + \tau_2$, $l_{\text{и}} \approx l$. В коротких трубопроводах время появления жидкости на выходе пренебрежимо мало по сравнению с полным временем охлаждения $\tau \approx \tau_2$ и $l_{\text{и}} > l$; длина таких трубопроводов с самого начала недостаточна для полного испарения жидкости [1].

Ключевым параметром, влияющим на соотношение длительности этапов охлаждения и общего времени процесса, является относительная длина трубопровода l/D . Согласно анализу экспериментальных данных, полученных для азота и кислорода, к длинным трубопроводам относятся магистрали длиной более $(1,5-2) \cdot 10^3$ калибров, а к коротким – менее $0,5 \cdot 10^3$ калибров [1].

В практике создания крупных криогенных систем длина основных магистралей превышает несколько тысяч калибров и охлаждение длинных трубопроводов представляет наибольший практический интерес.

В начальный момент транспортировки стенки трубопровода имеют температуру, существенно превышающую температуру насыщения криогенных жидкостей, что приводит к частичному или полному их испарению на выходе из магистрали. Особенности теплового и гидродинамического режимов в период охлаждения, а также невозможность поддержания требуемых выходных параметров продукта обособливают эту стадию от общего цикла эксплуатации криогенных трубопроводов.

При подаче криогенных жидкостей по нагретым магистралям, сопровождающейся испарением, распределение температуры в стенке и характеристики потока находятся решением системы уравнений, описывающих изменение параметров на участках с однофазным и двухфазным течением. Получение точного решения сопряжено со значительными трудностями,

поскольку характер взаимодействия и взаимного движения жидкой и газовой фаз значительно сложнее и разнообразнее по сравнению с гомогенными потоками. Дискретные объемы каждой из фаз – пузыри и капли – содержат достаточно большое число молекул, и внутри любого объема движение среды может быть определено обычными дифференциальными уравнениями: сплошности, движения и энергии. Однако в двухфазных потоках, помимо внешних границ, обусловленных стенками канала, имеются внутренние поверхности раздела фаз, которые переменны во времени и пространстве. На поверхности раздела возникают силовые и тепловые взаимодействия, и поэтому совместное рассмотрение уравнений гидродинамики каждой из фаз необходимо дополнить уравнениями, отражающими механическое и тепловое взаимодействие фаз на границах раздела. Одна из особенностей двухфазных течений заключается в многообразии и сложности характера форм движения двухфазных потоков. С практической точки зрения, помимо определения потерь жидкости, не менее интересной задачей является оценка времени полного охлаждения криогенных магистралей и установление стационарного расхода продукта.

Для расчета времени охлаждения магистралей необходимо решить систему дифференциальных уравнений неразрывности, движения и энергии потока, а также теплопроводности для стенок с различными граничными условиями на внутренней и наружной поверхностях трубы. В том случае, когда охлаждение трубопровода осуществляется однофазным потоком, в качестве исходных уравнений используются следующие выражения:

– уравнение неразрывности потока

$$\frac{\partial \rho}{\partial \tau} + \frac{\partial (\rho W)}{\partial z} = 0; \quad (1)$$

– уравнение движения

$$-\frac{\partial R}{\partial z} - \frac{4\sigma}{d_{\text{вн}}} = \rho \frac{\partial W}{\partial \tau} + \rho W \frac{\partial W}{\partial z}; \quad (2)$$

– уравнение энергии

$$\rho \frac{\partial i}{\partial \tau} + \rho W \frac{\partial i}{\partial z} = \frac{4q}{d_{\text{вн}}}; \quad (3)$$

– уравнения теплопроводности для стенок трубы:

$$\frac{\partial T_w}{\partial \tau} = a \left(\frac{\partial^2 T_w}{\partial R^2} + \frac{1}{R} \frac{\partial T_w}{\partial R} \frac{\partial^2 T_w}{\partial z^2} \right); \quad (4)$$

$$\lambda_w \frac{\partial T_w(R_{\text{вн}} \tau)}{\partial R} = q_{\text{вн}} = a(T_w(R_{\text{вн}} \tau) - T); \quad (5)$$

$$-\lambda_w \frac{\partial T_w(R_{\text{внеш}} \tau)}{\partial R} = q_{\text{внеш}}, \quad (6)$$

где $q_{\text{вн}}$ и $q_{\text{внеш}}$ – плотности тепловых потоков на внутренней и наружной поверхностях трубы; $R_{\text{вн}}$ и $R_{\text{внеш}}$ – внутренний и наружный радиусы трубы; T_w и T – температура стенки и потока.

При описании процесса охлаждения тонкостенных изолированных магистралей потоком криогенной жидкости с частичным или полным испарением сохраняется форма записи уравнения теплопроводности для стенок трубы (4) – (6), но изменяются уравнения неразрывности (7), движения (8) и энергии для потока (9) в связи с образованием парожидкостной смеси:

$$\begin{aligned} & \frac{\partial}{\partial \tau} ((1-\varphi)\rho_{\text{ж}} + \varphi\rho_{\text{г}}) + \frac{\partial}{\partial z} + \\ & + ((1-\varphi)\rho_{\text{ж}}W_{\text{ж}} + \varphi\rho_{\text{г}}W_{\text{г}}) = 0; \quad (7) \\ & g((1-\varphi)\rho_{\text{ж}} + \varphi\rho_{\text{г}}) - \frac{\partial p}{\partial z} - \frac{4\sigma}{D} = \\ & = (1-\varphi)\rho_{\text{ж}} \frac{\partial W_{\text{ж}}}{\partial \tau} + \varphi\rho_{\text{г}} \frac{\partial W_{\text{г}}}{\partial \tau} + \\ & + (1-\varphi)\rho_{\text{ж}}W_{\text{ж}} \frac{\partial W_{\text{ж}}}{\partial \tau} + \varphi\rho_{\text{г}}W_{\text{г}} \frac{\partial W_{\text{г}}}{\partial \tau} + \\ & + (W_{\text{г}} - W_{\text{ж}}) \left(\frac{\partial}{\partial \tau} (\varphi\rho_{\text{г}}) + \frac{\partial}{\partial z} (\varphi\rho_{\text{г}})W_{\text{г}} \right); \quad (8) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} & \frac{\partial}{\partial \tau} ((1-\varphi)\rho_{\text{ж}}i_{\text{ж}} + \varphi\rho_{\text{г}}i_{\text{г}}) + \\ & + \frac{\partial}{\partial z} ((1-\varphi)\rho_{\text{ж}}i_{\text{ж}}W_{\text{ж}} - \varphi\rho_{\text{г}}i_{\text{г}}W_{\text{г}}) = \frac{4q}{d_{\text{вн}}}, \quad (9) \end{aligned}$$

где φ – объемное паросодержание потока (на участке испарения $0 < \varphi < 1$, на участке газового течения $\varphi = 1$); q – плотность теплового потока на внутренней поверхности трубы; σ – касательное напряжение на стенке.

Однако система уравнений остается незамкнутой, и для ее решения необходимы дополнительные экспериментальные зависимости, отражающие взаимосвязь объемного паросодержания, скоростей каждой из фаз, касательных напряжений на стенке, температуры паровой фазы и стенок, интенсивности теплоотдачи от стенок к продукту. Такие зависимости получены только для некоторых частных случаев и не имеют универсального характера из-за сложной природы двухфазных потоков. Отсутствие замыкающих закономерностей достаточно общего характера делает невозможным решение системы исходных уравнений. Например, расчёты охлаждения магистралей в программном комплексе GFSSP (NASA) качественно воспроизводят динамику изменения температуры стенки, но могут заметно расходиться с измеренной температурой потока без специальной калибровки модели [10]. В связи с этим методы определения характеристик процесса охлаждения трубопроводов при подаче в них криогенных жидкостей основаны на экспериментальных исследованиях и получении на их основе полуэмпирических и эмпирических соотношений.

В рамках настоящего исследования для приближённого решения поставленной задачи была использована гомогенная модель [11]. Основные ее допущения состоят в предположении равенства линейных скоростей пара и жидкости, термодинамического равновесия фаз, применимости к двухфазному течению зависимостей,

полученных для определения коэффициента трения однофазного потока [12]. Это позволяет представить двухфазный поток в виде квазигомогенной среды, удельный объём в каждом сечении которой определяется массовым паросодержанием и удельными объёмами каждой из фаз, т. е.

$$\bar{V}_{\text{см}} = \bar{V}_{\text{ж}}(1 - \varphi) + \bar{V}_{\text{г}}\varphi. \quad (10)$$

В этом случае в качестве расчетной может быть использована система уравнений (1)–(6).

Также принимается, что массовая скорость потока известна, теплопроводность стенки равна нулю в направлении движения и бесконечно велика в направлении нормали. Кроме того, рассматривается идеальная теплоизоляция внешней поверхности, исключая приток тепла из окружающей среды. Данные упрощения (имеющие обоснование с инженерной точки зрения) позволяют значительно упростить исходную систему уравнений и её решение.

С учетом вышесказанного и принимая во внимание, что $di = c_p dT$, преобразуем систему (1)–(6) к виду

$$\frac{\partial T}{\partial \tau} + W \frac{\partial T}{\partial z} = \frac{4\alpha(T_w - T)}{\rho_{\text{г}} c_{\text{пг}} d_{\text{вн}}}; \quad (11)$$

$$\frac{\partial T_w}{\partial \tau} + \frac{\alpha(T_w - T)}{\rho_w c_{\text{pw}} \delta} = 0. \quad (12)$$

В качестве граничных условий задается распределение температуры в газе и стенке в начальный момент времени и температура газа на входе: $T(0, z) = f(z)$; $T_w(0, z) = \varphi(z)$; $T(\tau, 0) = \psi(\tau)$.

Входящий в систему коэффициент теплоотдачи рассчитывается по формуле

$$\alpha = \frac{\lambda_{\delta_{\text{г}}}}{d_{\text{вн}}} \text{Nu}, \quad (13)$$

где число Нуссельта с учетом гомогенной модели потока [13]:

$$\text{Nu} = 0,0065 Re^{0,8} \left(\frac{c_{\text{пг}} \cdot (T_0 - T_{\text{вх}})}{r} \right)^{-1/6}. \quad (14)$$

Система дифференциальных уравнений первого порядка в частных производных при произвольных граничных и начальных условиях может быть решена численными или аналитическими методами. Применение последних возможно, когда система уравнений и граничные условия являются линейными или хотя бы допускают линеаризацию.

Полученные в результате решения системы функциональные зависимости характеризуют распределение температур стенки и потока для любого момента времени в каждом сечении трубопровода. Используя их, можно оценивать время захлаживания как произвольного участка магистрали, так и всего трубопровода в целом. Кроме того, полученные зависимости, построенные для различных моментов времени, могут быть использованы для вычисления текущего значения средней температуры стенки

$$T_{\text{ws}} = \frac{1}{L_{\text{зх}}} \int_0^{L_{\text{зх}}} T_w(z) dz, \quad (15)$$

и построения кривых изменения средней температуры $T_{\text{ws}}(\tau)$ и теплового ресурса стенок $Q_w(\tau)$ в любом сечении при различных начальных условиях

$$Q_w(\tau) = (T_{\text{ws}}(\tau) - T) c_{\text{pw}} (T_{\text{ws}}) \rho_w \delta. \quad (16)$$

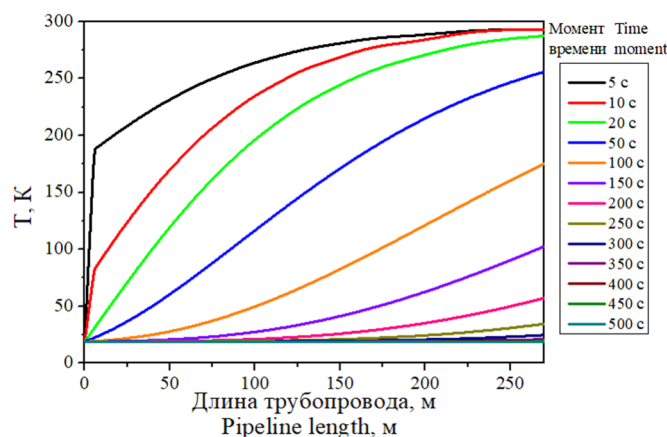
Предложенная модель ориентирована на расчёт теплообмена на прямых участках магистралей. Влияние местных гидравлических сопротивлений (изгибы, запорная арматура) в явном виде не моделируется. Для практического применения модели к конкретным трубопроводам сложной конфигурации влияние таких элементов может быть учтено через корректировку (калибровку) эквивалентного коэффициента гидравлического сопротивления на основе натурных или эталонных данных.

Результаты и их обсуждение

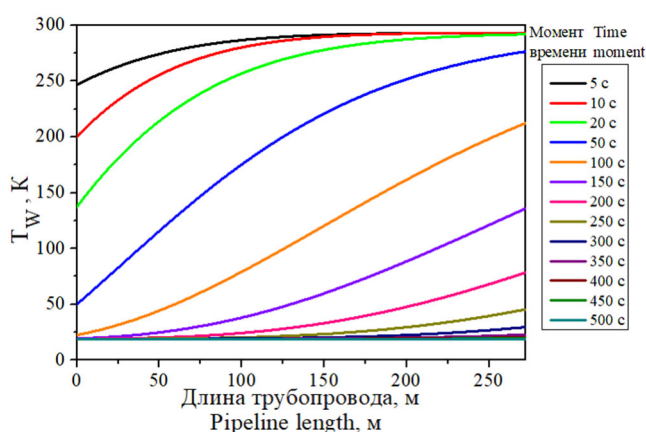
На основе предложенной модели был разработан автоматизированный алгоритм расчета процесса охлаждения длинного трубопровода криогенными компонентами при подготовке стендовых систем к огневым испытаниям [14]. В качестве объекта моделирования был взят трубопровод в экранно-вакуумной изоляции, выполненный из стали 12X18Н10Т общей протяженностью 272,5 м, с диаметром проходного сечения 96 мм и толщиной стенки 2 мм. Суммарная масса запорного оборудования, размещенного на магистрали, составляет 246 кг. В трубопровод под избыточным давлением 0,2 МПа пода-

ется жидкий переохлажденный водород [15], имеющий температуру на входе 19 К. Температура окружающей среды составляет 293 К.

В ходе расчётов установлены закономерности изменения температуры как жидкого водорода, так и стенки трубопровода вдоль его длины в различные моменты времени. Эти зависимости для ряда характерных сечений и временных точек представлены на рисунках 1–2. Визуализация результатов обеспечивает наглядный анализ динамики захлаживания и позволяет оценить время, требуемое для достижения трубопроводом полностью охлаждённого состояния.



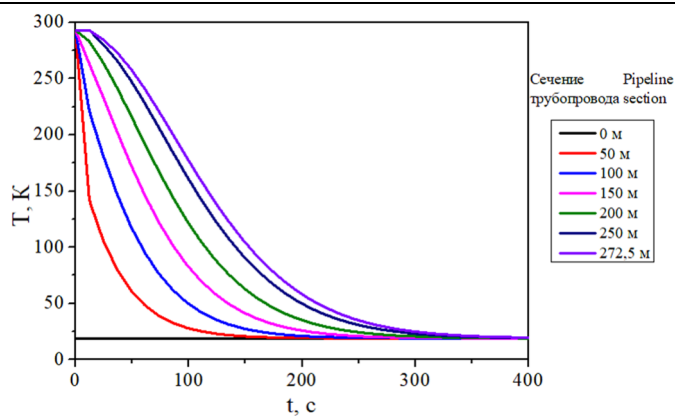
а



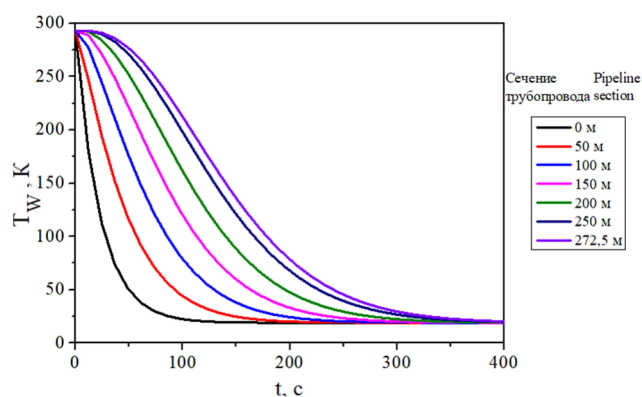
б

Рис. 1. Распределение температуры потока (а) и стенки (б) по длине трубопровода в различные моменты времени

Fig. 1. Temperature distribution of the flow (a) and the wall (б) along the pipeline length at different times



а



б

Рис. 2. Временная зависимость температуры потока (а) и стенки (б) в различных сечениях трубопровода

Fig. 2. Time dependence of the flow (a) and wall (б) temperature at different pipeline cross-sections

Используя построенные для различных моментов времени температурные поля по длине охлаждаемых труб (см. рис. 2)

$T_w = T_w(z)$, можно вычислить текущее значение средней температуры стенки по

формуле (15). На рисунке 3 представлена временная зависимость средней температуры стенки по длине трубы $T_{ws}(\tau)$. Она наглядно иллюстрирует процесс захлаживания трубопровода в целом.

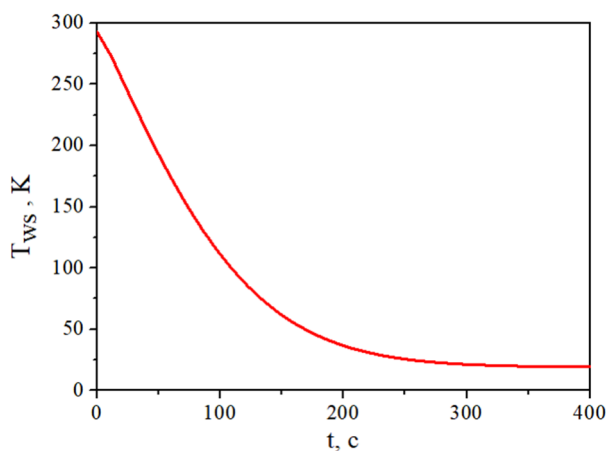


Рис. 3. Временная зависимость средней температуры стенки

Fig. 3. Time dependence of the average wall temperature

На основе полученных данных по формуле (16) были рассчитаны временные зависимости изменения теплового ресурса

стенки для всей магистрали и отдельных ее участков от входного сечения (5, 50, 150 м) (рис. 4).

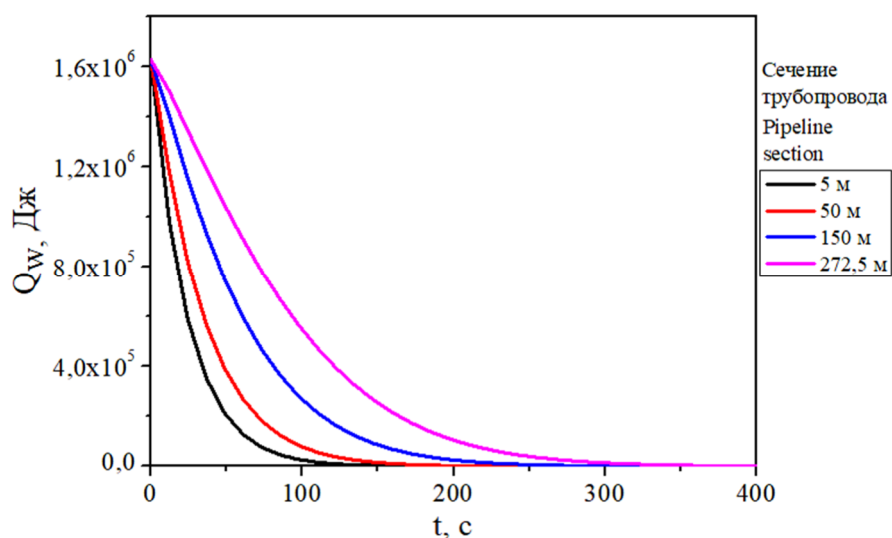


Рис. 4. Временная зависимость теплового ресурса стенки для различных участков трубопровода

Fig. 4. Time dependence of the wall thermal resource for different sections of the pipeline

Из приведенных рисунков видно, что расчетное время захлаживания магистрали составляет ~400 с, что хорошо согласуется с данными, полученными в результате экспериментов на действующих стендах испытательных комплексов.

Заключение

Таким образом, была предложена математическая модель захлаживания длинных трубопроводов криогенными компонентами при подготовке стендовых систем к огневым испытаниям. На основе этой модели был создан автоматизированный алгоритм расчета, позволяющий получать данные для построения температурных полей стенок трубопровода и потока транспортируемого криопродукта в различные моменты времени, а также определять время выхода магистрали в ра-

бочий режим и момент наступления стационарного течения однофазного потока. Поэтому разработанный алгоритм может быть интегрирован в систему управления испытательного стенда для автоматизации процесса захлаживания. Отметим, что современные стендовые комплексы уже внедряют автоматические системы, которые в реальном времени контролируют температуру и расход криогенного компонента. Используя данную модель при различных начальных и граничных условиях, можно отработать оптимальный режим протекания реальных физических процессов и добиться минимальных потерь криогенных компонент при минимальных временных затратах при подготовке стендовых систем к огневым испытаниям, как одного из этапов производственного цикла ЖРД в машиностроении.

Список литературы

1. Архаров А.М., Кунис И.Д. Криогенные заправочные системы стартовых ракетно-космических комплексов. М.: МГТУ им. Н.Э. Баумана; 2006. 251 с.

2. Darr S.R., Hartwig J.W. Development of universal two-phase heat transfer correlations for cryogenic transfer line chilldown // *Proceedings of the 2018 AIAA Aerospace Sciences Meeting*. Kissimmee: AIAA; 2017. <https://doi.org/10.2514/6.2017-0904>.
3. Hartwig J. W., Hu H., Styborski J., Chung J.N. Comparison of cryogenic flow boiling in liquid nitrogen and liquid hydrogen chilldown experiments // *International Journal of Heat and Mass Transfer*. 2015. Vol. 88. P. 662-673.
4. Юранев О.А. Исследование различных способов захлаживания криогенных топливных баков изделий ракетно-космической техники // *Вестник Московского государственного технического университета им. Н.Э. Баумана. Серия: Машиностроение*. 2018. № 3. С. 50-57.
5. Федюшин В.А. Разработка системы минимизации эксплуатационных потерь аргона в условиях кислородного цеха // *Энергетика. Проблемы и перспективы развития: тезисы докладов 3-й Всероссийской студенческой научной конференции*. Тамбов: ТГТУ, 2017. С. 137-138.
6. Кутателадзе С.С., Стыркович М.А. Гидродинамика газожидкостных систем. 2-е изд., перераб. и доп. М.: Энергия, 1976. 296 с.
7. Гинзбург И.П. Прикладная гидрогазодинамика. Л.: Изд-во ЛГУ, 1958. 338 с.
8. Антюхов И.В. Исследование процессов теплообмена в криогенных магистралях ракетных двигателей // *Материалы XIII Международной конференции по прикладной математике и механике в аэрокосмической отрасли (АММАИ'2020)*. М.: МАИ; 2020. С. 118-121.
9. Нестационарный теплообмен / В.К. Кошкин, Э.К. Калинин, Г.А. Дрейцер, С.А. Ярхо. М.: Машиностроение, 1973. 327 с.
10. Hartwig J., Vera J. Numerical modeling of the transient chilldown process of a cryogenic propellant transfer line // *Journal of Thermophysics and Heat Transfer*. 2016. Vol. 30, no. 2. P. 1-7.
11. Филин Н.В., Буланов А.Б. Жидкостные криогенные системы. Л.: Машиностроение, Ленингр. отд-ние, 1985. 246 с.
12. Беляков В.П. Криогенная техника и технология. М.: Энергоиздат, 1982. 272 с.
13. Вальциферов Ю.В., Полежаев В.И. Конвективный теплообмен в замкнутом осесимметричном сосуде с криволинейной образующей при наличии поверхности раздела фаз и фазовых переходов // *Известия Академии наук СССР. Механика жидкости и газа*. 1975. № 6. С. 126-134.
14. Калядин О.В., Сергеев А.В. Разработка математической модели процесса захлаживания длинных трубопроводов для транспортировки жидкого водорода // *Альтернативная и интеллектуальная энергетика: материалы II Международной научно-практической конференции*. Воронеж: Воронеж. гос. техн. ун-т, 2020. С. 208-209.
15. Моделирование технологических процессов переохлаждения криогенных жидкостей / А.А. Гребенников, О.В. Калядин, А.В. Сергеев, О.П. Свиридов, И.М. Голев, С.А. Курьянов // *Вестник Воронежского государственного технического университета*. 2016. Т. 12, № 4. С. 85-91.

References

1. Arkharov A.M., Kunis I.D. Cryogenic refueling systems of launch rocket and space complexes. Moscow: MGTU im. N.E. Bauman; 2006. 251 p. (In Russ.)
2. Darr S.R., Hartwig J.W. Development of universal two-phase heat transfer correlations for cryogenic transfer line chilldown. *Proceedings of the 2018 AIAA Aerospace Sciences Meeting*. Kissimmee: AIAA; 2017. <https://doi.org/10.2514/6.2017-0904>.
3. Hartwig J.W., Hu H., Styborski J., Chung J.N. Comparison of cryogenic flow boiling in liquid nitrogen and liquid hydrogen chilldown experiments. *International Journal of Heat and Mass Transfer*. 2015;88;662-673.

4. Yuranev O.A. Research of various methods of cooling cryogenic fuel tanks of rocket and space technology products. *Vestnik Moskovskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta im. N.E. Baumana. Seriya: Mashinostroenie = Bulletin of the Bauman Moscow State Technical University. Series: Mechanical Engineering*. 2018;(3):50-57. (In Russ.)
5. Fedyushin V.A. Development of a system for minimizing operational losses of argon in an oxygen shop. In: *Energetika. Problemy i perspektivy razvitiya: tezisy dokladov 3-i Vserossiiskoi studencheskoi nauchnoi konferentsii = Energy. Problems and development prospects: abstracts of the 3rd All-Russian Student Scientific Conference*. Tambov: TGTU; 2017. P. 137-138. (In Russ.)
6. Kutateladze S.S., Styrikovich M.A. Hydrodynamics of gas-liquid systems. 2nd ed., revised and supplemented. Moscow: Energiya; 1976. 296 p. (In Russ.)
7. Ginzburg I.P. Applied hydro-gas dynamics. Leningrad: Izd-vo LGU; 1958. 338 p. (In Russ.)
8. Antyukhov I.V. Investigation of heat exchange processes in cryogenic mains of rocket engines. In: *Materialy XIII Mezhdunarodnoi konferentsii po prikladnoi matematike i mekhanike v aerokosmicheskoi otrasli (AMMAI'2020) = Proceedings of the XIII International Conference on Applied Mathematics and Mechanics in the Aerospace Industry (AMMAI'2020)*. Moscow: MAI; 2020. P. 118-121. (In Russ.)
9. Koshkin V.K., Kalinin E.K., Dreitser G.A., Yarkho S.A. Unsteady heat transfer. Moscow: Mashinostroenie; 1973. 327 p. (In Russ.)
10. Hartwig J., Vera J. Numerical modeling of the transient chilldown process of a cryogenic propellant transfer line. *Journal of Thermophysics and Heat Transfer*. 2016;30(2):1-7.
11. Filin N.V., Bulanov A.B. Liquid cryogenic systems. Leningrad: Mashinostroenie, Leningr. otd-nie; 1985. 246 p. (In Russ.)
12. Belyakov V.P. Cryogenic equipment and technology. Moscow: Energoizdat; 1982. 272 p. (In Russ.)
13. Val'tsiferov Yu.V., Polezhaev V.I. Convective heat transfer in a closed axisymmetric vessel with a curved generatrix in the presence of a phase interface and phase transitions. *Izvestiya Akademii nauk SSSR. Mekhanika zhidkosti i gaza = Proceedings of the USSR Academy of Sciences. Fluid and Gas Mechanics*. 1975;(6):126-134. (In Russ.)
14. Kalyadin O.V., Sergeev A.V. Development of a mathematical model of the process of cooling long pipelines for transportation of liquid hydrogen. In: *Al'ternativnaya i intellektual'naya energetika: materialy II Mezhdunarodnoi nauchno-prakticheskoi konferentsii = AIE: materials of the 2nd International scientific and practical conference*. Voronezh: Voronezh. gos. tekhn. un-t; 2020. P. 208-209. (In Russ.)
15. Grebennikov A.A., Kalyadin O.V., Sergeev A.V., Sviridov O.P., Golev I.M., Kuryanov S.A. Modeling of technological processes of supercooling of cryogenic liquids. *Vestnik Voronezhskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta = Bulletin of the Voronezh State Technical University*. 2016;12(4):85-91. (In Russ.)

Информация об авторах / Information about the Authors

Калядин Олег Витальевич, кандидат физико-математических наук, доцент, Воронежский государственный технический университет, г. Воронеж, Российская Федерация, e-mail: kaljadin@gmail.com, ORCID: 0000-0002-0770-5025

Oleg V. Kalyadin, Candidate of Sciences (Physics and Mathematics), Associate Professor, Voronezh State Technical University, Voronezh, Russian Federation, e-mail: kalyadin@gmail.com, ORCID: 0000-0002-0770-5025

Сергеев Александр Викторович, кандидат физико-математических наук, доцент, Воронежский государственный технический университет, г. Воронеж, Российская Федерация, e-mail: sergeev-av@bk.ru, ORCID: 0000-0002-4417-1480

Alexander V. Sergeev, Candidate of Sciences (Physics and Mathematics), Associate Professor, Voronezh State Technical University, Voronezh, Russian Federation, e-mail: sergeev-av@bk.ru, ORCID: 0000-0002-4417-1480

Гребенников Антон Александрович, кандидат физико-математических наук, Воронежский государственный технический университет, г. Воронеж, Российская Федерация, e-mail: anton18885@yandex.ru, ORCID: 0000-0002-9783-0718

Anton A. Grebennikov, Candidate of Sciences (Physics and Mathematics), Voronezh State Technical University, Voronezh, Russian Federation, e-mail: anton18885@yandex.ru, ORCID: 0000-0002-9783-0718

Королев Константин Геннадьевич, кандидат физико-математических наук, доцент, Воронежский государственный технический университет, г. Воронеж, Российская Федерация, e-mail: korolev.kg@mail.ru, ORCID: 0000-0003-0611-7296

Konstantin G. Korolev, Candidate of Sciences (Physics and Mathematics), Associate Professor, Voronezh State Technical University, Voronezh, Russian Federation, e-mail: korolev.kg@mail.ru, ORCID: 0000-0003-0611-7296

Авдеев Михаил Александрович, кандидат физико-математических наук, доцент, Воронежский государственный технический университет, г. Воронеж, Российская Федерация, e-mail: miguel14@mail.ru, ORCID: 0009-0002-5493-6122

Mikhail A. Avdeev, Candidate of Sciences (Physics and Mathematics), Associate Professor, Voronezh State Technical University, Voronezh, Russian Federation, e-mail: miguel14@mail.ru, ORCID: 0009-0002-5493-6122

Лопатин Артем Юрьевич, аспирант, Воронежский государственный технический университет, г. Воронеж, Российская Федерация, e-mail: lopatin-ayu@mail.ru, ORCID: 0009-0009-0844-6473

Artem Yu. Lopatin, Postgraduate Student, Voronezh State Technical University, Voronezh, Russian Federation, e-mail: lopatin-ayu@mail.ru, ORCID: 0009-0009-0844-6473

УДК 543.544.5

<https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-4-109-122>

Оценка возможности индивидуального и совместного хроматографического определения моно- и дисахаридов

Е.В. Мелихова¹✉, В.С. Котельникова¹, Д.А. Сырых¹, Г.А. Егоров¹

¹ Липецкий государственный технический университет
ул. Московская, д. 30, г. Липецк 398055, Российская Федерация

✉ e-mail: mev80@yandex.ru

Резюме

Цель работы – изучение условий разделения и определения моно- и дисахаридов в биологических пробах и образцах пищевых продуктов методом обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии с УФ-детектированием.

Методы. Исследования проводились на жидкостном хроматографе LC-20AD (Shimadzu, Япония) со спектрофотометрическим детектором, колонкой Supelco LC-18-T (4,6×250 мм, 5 мкм) и программным обеспечением LC solution. Альтернативный анализ проводили на спектрофотометре КФК-3 (Россия).

Результаты. Экспериментально для индивидуального и совместного определения глюкозы, лактозы, сахарозы и фруктозы методом высокоэффективной хроматографии установлен состав подвижной фазы ацетонитрил:вода – 80:20 и скорость ее потока – 0,6 мл/мин, при которых достигается наибольшая чувствительность определения аналитов. Построены градуировочные функции индивидуального определения углеводов и в смеси, при индивидуальном определении глюкозы, лактозы, сахарозы и фруктозы линейные диапазоны и пределы обнаружения (c_{min}) составляют 0,5–30,0 мг/мл, $c_{min} = 0,15$ мг/мл; 25–45 мкг/мл, $c_{min} = 9$ мкг/мл; 4–16 мг/мл, $c_{min} = 1,03$ мг/мл; 5–40 мг/мл, $c_{min} = 2,35$ мг/мл соответственно. При совместном определении: 0,5–15,0 мг/мл, $c_{min} = 0,18$ мг/мл для глюкозы; 30–45 мкг/мл, $c_{min} = 2$ мкг/мл для лактозы; 4–32 мг/мл, $c_{min} = 2,18$ мг/мл для сахарозы; 5–30 мг/мл, $c_{min} = 3,34$ мг/мл для фруктозы. Наибольшая чувствительность зафиксирована при определении лактозы. Результаты хроматографического анализа сравнены с данными спектрофотометрического определения углеводов, значимых расхождений не найдено.

Заключение. Анализ образцов урины и пищевых продуктов (молоко, сироп и печенье для диабетиков) показал соответствие заявленного производителем содержания аналитов и подтвердил диагноз больного, предоставившего биологическую жидкость. Это позволяет рекомендовать предложенные методики для контроля за содержанием моно- и дисахаридов в образцах со сложными по составу матрицами.

Ключевые слова: высокоэффективная жидкостная хроматография; углеводы; образцы пищевых продуктов; биологические жидкости.

Конфликт интересов: Авторы декларируют отсутствие явных и потенциальных конфликтов интересов, связанных с публикацией настоящей статьи.

Для цитирования: Оценка возможности индивидуального и совместного хроматографического определения моно- и дисахаридов / Е.В. Мелихова, В.С. Котельникова, Д.А. Сырых, Г.А. Егоров // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. 2025. Т. 15, № 4. С. 109–122. <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-4-109-122>.

Поступила в редакцию 02.10.2025

Подписана в печать 05.11.2025

Опубликована 25.12.2025

Evaluation of the possibility of individual and joint chromatographic determination of mono- and disaccharides

Elena V. Melikhova¹, Veronika S. Kotelnikova¹, Dmitry A. Syrykh¹,
Gennady A. Egorov¹

¹ Lipetsk State Technical University,
30 Moskovskaya Str., Lipetsk 398055, Russian Federation

✉ e-mail: mev80@yandex.ru

Abstract

Purpose of research. To study the conditions of separation and determination of mono- and disaccharides in biological samples and food samples by reverse-phase high-performance liquid chromatography with UV detection.

Methods. The studies were carried out using an LC-20AD liquid chromatograph (Shimadzu, Japan) with a spectrophotometric detector, a Supelco LC-18-T column (4.6×250 mm, 5 microns) and LC solution software. An alternative analysis was performed on a KFK-3 spectrophotometer (Russia).

Results. The composition of the mobile phase acetonitrile has been experimentally determined for individual and joint determination of glucose, lactose, sucrose and fructose by high-performance chromatography: water is 80:20 and its flow rate is 0.6 ml/min, at which the highest sensitivity of analyte detection is achieved. Calibration functions for the individual determination of carbohydrates and mixtures are constructed, with the individual determination of glucose, lactose, sucrose and fructose, the linear ranges and detection limits (c_{min}) are 0.5–30.0 mg/ml, $c_{min} = 0.15$ mg/ml; 25–45 mcg/ml, $c_{min} = 9$ mcg/ml; 4–16 mg/ml, $c_{min} = 1.03$ mg/ml; 5–40 mg/ml, $c_{min} = 2.35$ mg/ml, respectively. When combined: 0.5–15.0 mg/ml, $c_{min} = 0.18$ mg/ml for glucose; 30–45 mcg/ml, $c_{min} = 2$ mcg/ml for lactose; 4–32 mg/ml, $c_{min} = 2.18$ mg/ml for sucrose; 5–30 mg/ml, $c_{min} = 3.34$ mg/ml for fructose. The greatest sensitivity was recorded in the determination of lactose. The results of the chromatographic analysis were compared with the data of the spectrophotometric determination of carbohydrates, no significant discrepancies were found.

Conclusion. Analysis of urine and food samples (milk, syrup, and cookies for diabetics) showed compliance with the analyte content stated by the manufacturer and confirmed the diagnosis of the patient who provided the biological fluid. This allows us to recommend the proposed methods for monitoring the content of mono- and disaccharides in samples with complex matrices.

Keywords: high-performance liquid chromatography; carbohydrates; food products; biological fluids.

Conflict of interest: The Authors declares the absence of obvious and potential conflicts of interest related to the publication of this article.

For citation: Melikhova E.V., Kotelnikova V.S., Syrykh D.A., Egorov G.A. Evaluation of the possibility of individual and joint chromatographic determination of mono- and disaccharides. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Tekhnika i tekhnologii = Proceedings of the Southwest State University. Series: Engineering and Technologies*. 2025;15(4):109-122. (In Russ.) <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2025-15-4-109-122>.

Received 02.10.2025

Accepted 05.11.2025

Published 25.12.2025

Введение

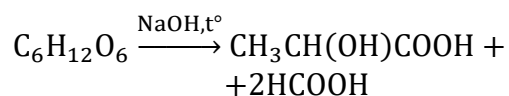
Состав и концентрация углеводов в пищевых продуктах является одним из показателей их качества [1], а в биологических жидкостях – маркером заболеваний поджелудочной и щитовидной желез, в том числе сахарного диабета [2]. Для определения углеводов применяют следующие методы анализа: титриметрические [3], спектрофотометрические [4], рефрактометрический [5], поляриметрический [6], капиллярный электрофорез [7], а также хроматографические методы анализа [8]. Достоинствами последних являются: экспрессность [9], высокая чувствительность и селективность, объединение этапов разделения и определения многокомпонентных проб [10], надежное качественное и количественное определение широкого спектра веществ [11] в образцах молока и детского питания [12], вин [13] и вытяжках плодово-ягодных культур [14], в образцах коровьего молока, белой фасоли [15] и напитках [16]. Несмотря на то, что многие существующие хроматографические методики имеют маркировку государственных стандартов, ограничением их внедрения в лабораторный практикум предприятий зачастую является применение прекурсора – метанола в составе элюента [17]. В то же время развитие современного аналитического приборостроения [18], синтез новых сорбентов [19] требуют проведения дополнительных исследований, позволяющих улучшить метрологические характеристики хроматографических способов определения различных соединений, в том числе разделения и определения смеси углеводов.

Материалы и методы

Исследования проводились на жидкостном хроматографе LC-20AD (Shimadzu, Япония) со спектрофотометрическим детектором, колонкой Supelco LC-18-T (4,6×250 мм, 5 мкм) и программным обеспечением LC solution. Концентрации стандартных растворов аналитов для хроматографического анализа подбирали опытным путем, ориентируясь на значения ПДК и их содержание в пищевых продуктах¹. Приготовление серий стандартных водных растворов моно- и дисахаридов осуществляли путем растворения точной навески и методом последовательного разбавления до следующих диапазонов: 2,5–30,0 мг/мл для глюкозы; 0,025–0,05 мг/мл для лактозы; 4–32 мг/мл для сахарозы и 5,0–40,0 мг/мл для фруктозы.

Альтернативный анализ проводили на спектрофотометре КФК-3 (Россия).

Способ спектрофотометрического определения глюкозы. К 4 мл исследуемого раствора приливали 1 мл 10%-ного едкого натра и нагревали на водяной бане 3 мин. Взаимодействие протекало в соответствии с реакцией образования молочной и муравьиной кислот:

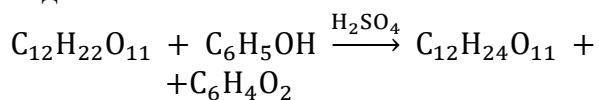


Через 10 мин окрашенный в красно-коричневый цвет раствор фотометрировали при длине волны 510 нм в кювете толщиной 5 мм. Раствор сравнения – дистиллированная вода. Количество сахара в исследуемом растворе находили по градуировочному графику, экспериментально полученному в диапазоне концентраций 1–5% раствора глюкозы.

¹ ГОСТ 31669-2012. Продукция соковая. Определение сахарозы, глюкозы, фруктозы и сорбита методом высокоэффективной жид-

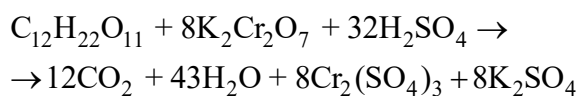
костной хроматографии. М.: Стандартинформ, 2019. 12 с.

Способ спектрофотометрического определения лактозы. К 2 мл исследуемого стандартного раствора прибавляли 6 капель 89%-ного раствора фенола и приливали 5 мл концентрированной серной кислоты. В ходе реакции образуется лактид:



Спустя 15 мин определяли оптическую плотность желто-коричневых растворов при 490 нм. Содержание лактозы определяли по градуировочному графику, линейному в диапазоне 10–100 мкг/мл. Раствор сравнения содержал все компоненты пробы, кроме аналита.

Способ спектрофотометрического определения сахарозы. К 25 мл 1%-ного раствора дихромата калия последовательно добавляли 0, 2, 4, 6, 8 и 20 мл стандартного раствора сахарозы (4 мг/мл) и дистиллированной водой доводили объем до 100 мл. В соответствии с реакцией



получали окрашенный в зеленый цвет раствор, который фотометрировали при 580 нм относительно раствора сравнения с нулевой концентрацией сахарозы. По градуировочному графику, линейному в диапазоне 0,08–0,5 мг/мл, находили содержание сахарозы в пробе.

Способ спектрофотометрического определения фруктозы. К аликвоте пробы (1 мл) добавляли 6 мл 0,05%-ного резорцина, приготовленного в концентрированной соляной кислоте с добавлением железозамонийных квасцов. Полученную смесь нагревали в течение 1 мин при температуре 80°C. Охлажденный раствор дистиллированной водой доводили до 25 мл. В ходе реакции образуется ксантеновый краситель, окрашивающий раствор в вишневый цвет с максимумом светопоглощения при 510 нм ($l = 1$ см). Концентрацию

фруктозы определяли по градуировочному графику в диапазоне 0,5–5%.

В качестве реальных объектов выбраны образцы пищевых продуктов с нормированным содержанием углеводов, а именно: для определения лактозы – молоко пастеризованное 3,5%-ное («Чаплыгин Молоко», Россия); для определения сахарозы – диабетическое печенье («Спартак», Беларусь); для определения фруктозы – диабетический сироп на фруктозе «Черника» (ООО «Биоинвентика», Россия). Определение глюкозы осуществляли в образце урины человека с сахарным диабетом.

Пробоподготовка молока для определения лактозы: пробу (15 г) нагревали до температуры 40°C, аккуратно перемешивали и охлаждали до 20°C. В полученный раствор вводили 5,5 мл 0,5 М раствора ацетата цинка и доводили объем до 50 мл дистиллированной водой. Смесь выдерживали 1 час при комнатной температуре и фильтровали.

Пробоподготовка печенья для определения сахарозы: навеску измельченного продукта (2 г) обрабатывали теплой водой (50 мл) и нагревали на водяной бане в течение 15 мин при 60°C. Затем для осаждения мешающих компонентов добавляли по 10 мл 0,5 М растворов сульфата цинка и 1 М гидроксида натрия, перемешивали, фильтровали и объем раствора доводили дистиллированной водой до 100 мл.

Пробоподготовка сиропа для определения фруктозы: аликвоту продукта (5 мл) переносили в мерную колбу (100 мл), доводили дистиллированной водой до метки, перемешивали и фильтровали.

Пробоподготовка урины для определения глюкозы: к аликвоте (50 мл) биожидкости добавляли 10 мл 0,5%-ного раствора сульфата цинка и 5 мл 0,1 М раствора гидроксида натрия, перемешивали, фильтровали и доводили объем до 100 мл дистиллированной водой.

Результаты и их обсуждение

Эффективность хроматографирования в первую очередь зависит от природы и ионной силы элюента. Выбор подвижной фазы осуществляли с учетом полярности определяемых веществ и снижения объема органического элюента.

При фиксированных условиях (температура колонки 30°C, скорость потока

подвижной фазы 0,6 мл/мин) изучены три варианта подвижной фазы ацетонитрил : вода в соотношениях 40 : 60; 60 : 40; 80 : 20. На основании полученных хроматограмм рассчитаны значения асимметрии хроматографического пика (A_s), число теоретических тарелок (N) и высота эквивалентной теоретической тарелки ($VЭТТ = H$) (табл. 1).

Таблица 1. Влияние состава подвижной фазы на хроматографические характеристики индивидуального определения моно- и дисахаридов

Table 1. Effect of mobile phase composition on chromatographic characteristics of individual determination of mono- and disaccharides

Соотношение ацетонитрил : вода	I , моль/л	P	t_R , мин	A_s	N	H , мм
<i>Глюкоза</i>						
40 : 60	10,87	8,44	3,2	1,43	935	0,27
60 : 40	7,96	7,56	4,5	1,5	1296	0,19
80 : 20	5	6,68	6,5	1,25	2704	0,09
<i>Лактоза</i>						
40 : 60	10,87	8,44	8,5	1,27	1171	0,21
60 : 40	7,96	7,56	9	1,48	2025	0,12
80 : 20	5	6,68	11,2	1,5	5575	0,04
<i>Сахароза</i>						
40 : 60	10,87	8,44	6,2	1,5	1836	0,14
60 : 40	7,96	7,56	7,5	1,25	2460	0,1
80 : 20	5	6,68	8,7	1,16	4844	0,05
<i>Фруктоза</i>						
40 : 60	10,87	8,44	11,7	1,75	3422	0,07
60 : 40	7,96	7,56	12,5	1,37	5102	0,05
80 : 20	5	6,68	14	1,23	8711	0,03

Из приведенных данных выявлена закономерность: при уменьшении ионной силы (I) и полярности элюента (P) времена удерживания углеводов (t_R) увеличиваются, что, вероятно, связано с замедлением процессов сорбции / десорбции. С уменьшением I и P происходит уменьшение коэффициента асимметрии и повышение эффективности колонки. Также высокие значения ионной силы элюента вызывали повышение шумов базовой линии (рис. 1). Исходя из вышесказанного, все дальнейшие исследования проводили при

соотношении подвижной фазы ацетонитрил : вода 80 : 20.

Также для успешного разделения и определения веществ важен выбор и поддержание оптимальной температуры колонки (T_K). Для исследования влияния T_K на характеристики колонки на модельных растворах углеводов проведена серия экспериментов при значениях термостата колонки от 30 до 60°C с шагом повышения температуры 5°C. Верхний предел выбирался исходя из стабильности аналитов, а нижний – по рабочему диапазону ко-

лонки. Все эксперименты проводили с выбранной ионной силой подвижной жидкой фазы 5 моль/л и фиксированным значением скорости потока 0,6 мл/мин. Температуру изменяли линейно и ступенчато.

Установлено, что с увеличением T_K наблюдается незначительное уменьшение времени удерживания углеводов (табл. 2) наряду со значительным падением параметров эффективности колонки.

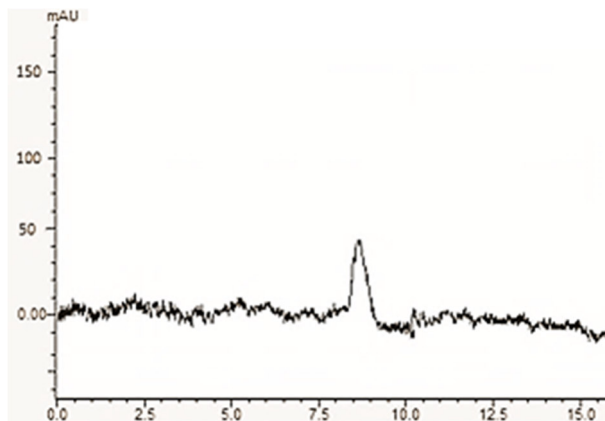


Рис. 1. Флуктуация шума при определении стандартного раствора лактозы (элюент ацетонитрил : вода 40 : 60)

Fig. 1. Noise fluctuation in the determination of a standard lactose solution (acetonitrile eluent : water 40 : 60)

Таблица 2. Влияние температуры колонки на параметры хроматографирования стандартных растворов углеводов

Table 2. Influence of column temperature on chromatography parameters of standard carbohydrate solutions

Параметры	Температурные колонки, °C						
	30	35	40	45	50	55	60
<i>Глюкоза</i>							
t_R , мин	6,7	6	5,5	5,2	4,8	4,6	4,3
H	0,22	0,2	0,2	0,21	0,19	0,2	0,18
N	4225	3600	1936	1730	1474	2116	1183
<i>Лактоза</i>							
t_R , мин	11,5	11	10,5	9,7	9,3	9	8,7
H	0,15	0,14	0,14	0,12	0,13	0,12	0,12
N	8464	5378	7056	6022	3844	5184	4844
<i>Сахароза</i>							
t_R , мин	8,5	8	7,8	7,5	6,9	6,6	6,3
H	0,11	0,11	0,1	0,08	0,08	0,1	0,07
N	4624	2844	3894	2500	3047	2788	1764
<i>Фруктоза</i>							
t_R , мин	14,3	14,1	13,5	13,2	12,8	12,4	12
H	0,44	0,4	0,4	0,38	0,35	0,3	0,3
N	9088	8836	5951	7744	7282	5020	6400

Выбор скорости подачи элюента осуществляли в диапазоне от 0,5 до 0,7 мл/мин с шагом 0,05 мл/мин (рис. 2). Минимальные значения высоты эффек-

тивной теоретической тарелки определяют максимальную скорость потока элюента, которая составила для каждого из анализов 0,6 мл/мин, что позволяет про-

гнозировать успешное разделение и определение смеси аналитов. Правильность выбора оптимальной скорости элюента ($v_{\text{опт}}$) подтверждена теоретическими расчетами по уравнению Ван-Деемтера. Для глюкозы

значение $v_{\text{опт}}$ составило 0,58 мл/мин; для лактозы – $v_{\text{опт}} = 0,61$ мл/мин; для сахарозы – $v_{\text{опт}} = 0,60$ мл/мин; для фруктозы – $v_{\text{опт}} = 0,59$ мл/мин.

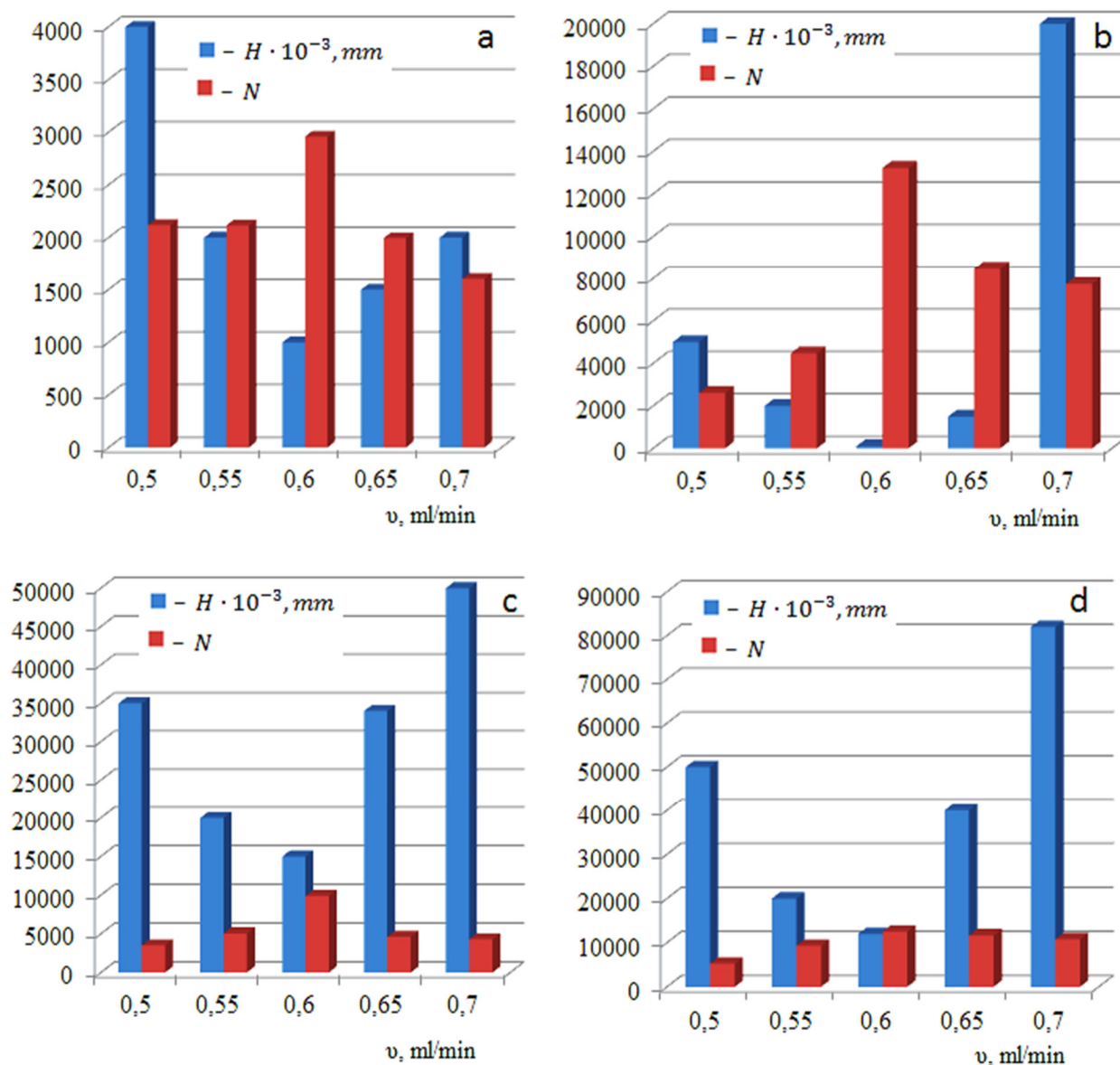


Рис. 2. Зависимости ВЭТТ и числа теоретических тарелок глюкозы (а), лактозы (б), сахарозы (с), фруктозы (д) от скорости подачи элюента

Fig. 2. The dependences of the VETT and the number of theoretical plates of glucose (a), lactose (b), sucrose (c), and fructose (d) on the eluent feed rate

В дальнейшей работе при выбранных условиях хроматографирования ($I = 5$ моль/л; $T_{\text{к}} = 30^{\circ}\text{C}$; $v_{\text{потока}} = 0,6$ мл/мин) получены градуировочные функции индивидуального определения аналитов и рассчитаны

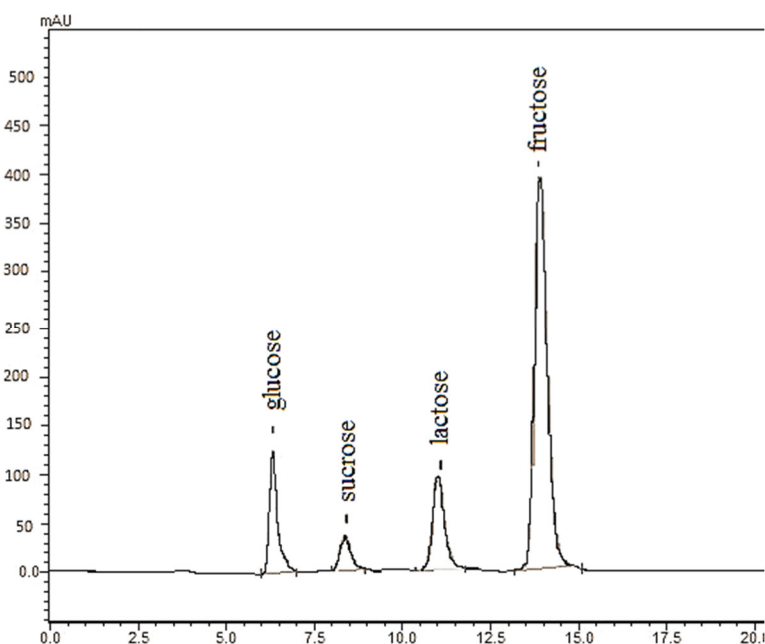
их метрологические характеристики (табл. 3). Методики характеризуются хорошей воспроизводимостью, наибольшая чувствительность зафиксирована при определении лактозы.

Таблица 3. Метрологические характеристики индивидуального определения глюкозы, лактозы, сахарозы и фруктозы ($n = 3$, $P = 0,95$)**Table 3.** Metrological characteristics of individual determination of glucose, lactose, sucrose and fructose ($n = 3$, $P = 0,95$)

Аналит	Уравнение градуировочной функции	R^2	C_{\min} , мг/мл	Линейный диапазон, мг/мл	s_r
Глюкоза	$y = 0,01x + 0,02$	0,942	0,15	0,5–30,0	0,09
Лактоза	$y = 3,86x - 0,01$	0,923	0,009	0,025–0,045	0,03
Сахароза	$y = 0,004x + 0,001$	0,937	1,03	4–16	0,02
Фруктоза	$y = 0,01x - 0,07$	0,943	2,35	5–40	0,03

При хроматографировании смеси углеводов при аналогичных параметрах (рис. 3) установлено, что время удерживания компонентов меняется незначительно и сродство аналитов к неподвижной жидкой фазе по рассчитанным значениям се-

лективности (α) одинаково. Коэффициенты разрешения пиков (R_s) значительно больше минимума (1,5) для всех веществ (табл. 4), что позволяет легко идентифицировать определяемые углеводы по времени удерживания.

**Рис. 3.** Хроматограмма стандартной смеси глюкозы, лактозы, сахарозы и фруктозы**Fig. 3.** Chromatogram of a standard mixture of glucose, lactose, sucrose and fructose**Таблица 4.** Параметры разделения смеси глюкозы, лактозы, сахарозы и фруктозы**Table 4.** Separation parameters of a mixture of glucose, lactose, sucrose and fructose

Аналиты	α	R_s
Глюкоза / сахароза	1,34	4,4
Сахароза / лактоза	1,28	4,5
Лактоза / фруктоза	1,25	4,7

Построены градуировочные функции совместного определения аналитов и рас- считаны метрологические характери- стики, представленные в таблице 5.

Таблица 5. Метрологические характеристики совместного определения глюкозы, лактозы, сахарозы и фруктозы методом ВЭЖХ ($n = 3$; $P = 0,95$)

Table 5. Metrological characteristics of the combined determination of glucose, lactose, sucrose and fructose by HPLC ($n = 3$; $P = 0.95$)

Аналит	t_R , мин	A_S	Уравнение градуировочной функции	R^2	C_{min} , мг/мл	Линейный диапазон, мг/мл	s_r
Глюкоза	6,32	1,05	$y = 0,01x + 0,02$	0,983	0,18	0,5–15,0	0,02
Лактоза	11,21	1,25	$y = 4,12x - 0,1$	0,986	0,02	0,030–0,045	0,04
Сахароза	8,38	1,23	$y = 0,004x + 0,002$	0,967	2,18	4–32	0,07
Фруктоза	13,96	1,08	$y = 0,01x - 0,06$	0,978	3,34	5–30	0,06

Метрологические характеристики альтернативного метода анализа – спектрофотометрического определения углеводов представлены в таблице 6. Проверка правильности результатов предложенной методики осуществлена методом «введено-найденно» и при сравнении результатов с данными спектрофотометрических

методик определения глюкозы, лактозы, сахарозы и фруктозы (табл. 7). Статистический анализ результатов, полученных двумя методами, показал, что они равно- точны. Сопоставление результатов по критерию Фишера не выявило значимых расхождений.

Таблица 6. Метрологические характеристики спектрофотометрического определения углеводов ($n = 3$; $P = 0,95$)

Table 6. Metrological characteristics of spectrophotometric determination of carbohydrates ($n = 3$; $P = 0.95$)

Аналит	λ_{max} , нм	Уравнение градуировочной функции	R^2	C_{min} , мг/мл	Линейный диапазон, мг/мл	s_r
Глюкоза	510	$y = 0,04x + 0,03$	0,996	0,1	0,5–30,0	0,2
Лактоза	490	$y = 0,01x + 0,04$	0,978	0,01	0,02–0,05	0,2
Сахароза	580	$y = 0,02x + 0,01$	0,991	0,9	4–16	0,1
Фруктоза	510	$y = 0,01x + 0,02$	0,983	1,1	10–40	0,1

Таблица 7. Проверка правильности способов определения углеводов методом «введено-найденно» ($n = 3$; $P = 0,95$; $F_{крит} = 19,2$)

Table 7. Checking the correctness of methods for determining carbohydrates using the "entered-found" method ($n = 3$; $P = 0.95$; $F_{cr} = 19.2$)

ВЭЖХ			Спектрофотометрический метод			$F_{\text{экс}}$
введено, мг/мл	найдено, мг/мл	s_r	введено, мг/мл	найдено, мг/мл	s_r	
Глюкоза						
10,00	9,98±0,03	0,02	10,00	9,95±0,05	0,03	2,9
Лактоза						
0,04	0,04±0,02	0,04	0,040	0,030±0,008	0,07	2,1

Окончание табл. 7

End of Table 7

ВЭЖХ			Спектрофотометрический метод			$F_{\text{экс}}$
введено, мг/мл	найденно, мг/мл	s_r	введено, мг/мл	найденно, мг/мл	s_r	
<i>Сахароза</i>						
6,00	5,99±0,05	0,07	6,00	5,96±0,05	0,04	3
<i>Фруктоза</i>						
30,00	29,98±0,3	0,06	30,00	29,93±0,08	0,01	1,7

Предложенный способ хроматографического определения и разделения смеси углеводов апробирован при анализе реальных объектов. Метрологические характеристики результатов анализа реальных объектов (молоко пастеризованное 3,5%-ное («ЧаплыгинМолоко», Россия) –

образец 1, диабетическое печенье («Спартак», Беларусь) – образец 2, диабетический сироп на фруктозе «Черника» (ООО «Биоинвентика», Россия) – образец 3) предложенным и альтернативным способами представлены в таблице 8.

Таблица 8. Результаты определения глюкозы, лактозы, сахарозы и фруктозы в образцах реальных объектов ($n = 3$; $P = 0,95$)

Table 8. Results of determination of glucose, lactose, sucrose and fructose in samples of real objects ($n = 3$; $P = 0.95$)

Показатели	Аналит			
	Глюкоза	Лактоза	Сахароза	Фруктоза
Проба	Урина	Образец 1	Образец 2	Образец 3
Норма*/ содержание, указанное на упаковке на 100 г	0,80–1,20 г/л*	5,00 г	0,60 мг	62,00 г
Содержание, установленное методом ВЭЖХ	3,56±0,01	4,98±0,01	0,59±0,01	61,97±0,02
Содержание, установленное спектрофотометрическим методом	3,34±0,08	4,85±0,02	0,56±0,03	59,99±0,08

Установленное содержание глюкозы в образце урины пациента с сахарным диабетом подтверждает его заболевание. В образцах пищевых продуктов нарушений по содержанию углеводов согласно ТУ не выявлено.

Выводы

Таким образом, в работе предложена методика индивидуального и совместного определения углеводов методом ОФ ВЭЖХ со спектрофотометрическим детектированием: при индивидуальном определении глюкозы, лактозы, сахарозы и фруктозы линейные диапазоны и пре-

делы обнаружения (c_{\min}) составляют: 0,5–30,0 мг/мл, $c_{\min} = 0,15$ мг/мл; 25–45 мкг/мл, $c_{\min} = 9$ мкг/мл; 4–16 мг/мл, $c_{\min} = 1,03$ мг/мл; 5–40 мг/мл, $c_{\min} = 2,35$ мг/мл соответственно. При совместном определении: 0,5–15,0 мг/мл, $c_{\min} = 0,18$ мг/мл для глюкозы; 30–45 мкг/мл, $c_{\min} = 2$ мкг/мл для лактозы; 4–32 мг/мл, $c_{\min} = 2,18$ мг/мл для сахарозы; 5–30 мг/мл, $c_{\min} = 3,34$ мг/мл для фруктозы. Методика апробирована при анализе реальных объектов. Полученные данные сопоставлены с результатами спектрофотометрического метода анализа, значимых расхождений не выявлено.

Список литературы

1. Терещук Л.В., Старовойтова К.В. Пищевая химия. Кемерово: Кемеров. гос. ун-т, 2020. 126 с.
2. Дедов И.И., Шестакова М.В., Викулова О.К. Эпидемиология сахарного диабета в Российской Федерации: клинико-статистический анализ по данным Федерального регистра сахарного диабета // Сахарный диабет. 2017. Т. 20, № 1. С. 13-41. <https://doi.org/10.14341/DM8664>.
3. Арбатский А.П., Трактина Е.П., Смирнова Л.А. Исследование химических свойств хитозана титриметрическим методом // Журнал прикладной химии. 2006. Т. 79, № 2. С. 272-274.
4. Bavykina T.Yu. Study of desorption of easily digestible carbohydrates from the oral cavity // Actual problems of medicine. 2023. Vol. 46, no. 1. P. 73-78. <https://doi.org/10.52575/2687-0940-2023-46-1-73-78>.
5. Turdalieva P.K. Углеводы // Universum: химия и биология. 2024. № 2-1(116). P. 58-60. <https://doi.org/10.32743/UniChem.2024.116.2.16718>.
6. Kropacheva T.N. Electrochemical determination of carbohydrates in wines using copper electrodes // Vestnik of Technological University. 2023. Vol. 26, no. 7. P. 32-36. https://doi.org/10.55421/1998-7072_2023_26_7_32.
7. Kartsova L.A. Capillary electrophoresis method: biomedical applications // Laboratory and Production. 2023. Vol. 2, no. 24. P. 32-46. <https://doi.org/10.32757/2619-0923.2023.2.24.32.46>.
8. Карцова Л.А., Бессонова Е.А., Сомова В.Д. Гидрофильная хроматография // Журнал аналитической химии. 2019. Т. 74, № 5. С. 323-334. <https://doi.org/10.1134/S0044450219050050>.
9. Методы непрерывного хроматографического разделения веществ / Л.Н. Москвин, А.Е. Костанян, А.Л. Москвин, О.В. Родионов, Н.М. Якимова // Журнал аналитической химии. 2023. Т. 78, № 6. С. 483-495. <https://doi.org/10.31857/S0044450223040126>.
10. Жидкостная экстракция органических соединений в каплю экстрагента. Обзор обзоров / С.Г. Дмитриенко, В.В. Апяри, В.В. Толмачева, М.В. Горбунова // Журнал аналитической химии. 2021. Т. 76, № 8. С. 675-690. <https://doi.org/10.31857/S0044450221080041>.
11. Рыбальченко И.В., Байгильдиев Т.М., Родин И.А. Хромато-масс-спектрометрические методы определения маркеров и биомаркеров отравляющих веществ // Журнал аналитической химии. 2021. Т. 76, № 1. С. 32-50. <https://doi.org/10.31857/S0044450221010114>.
12. Optimization of sample preparation procedure for determination of fat-soluble vitamins in milk and infant food by HPLC technique / J. Bošnjir, M. Bevardi, I. Hećimović, M. Budeč, I. Juranović Cindrić [et al.] // Processes. 2024. Vol. 12, no. 7. P. 1530. <https://doi.org/10.20944/preprints202403.0889.v1>.
13. Хроматографические методы в идентификации и определении компонентного состава и качества вин / З.А. Темердашев, А.Г. Абакумов, О.Н. Шелудько, Ю.Ф. Якуба, Т.Г. Цюпко // Журнал аналитической химии. 2024. Т. 79, № 10. С. 1049-1077. <https://doi.org/10.31857/S0044450224100014>.
14. Замена ацетонитрила на этанол при определении антоцианов методом обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии / В.И. Дейнека, Е.Ю. Олейниц, И.П. Блинова, Л.А. Дейнека // Журнал аналитической химии. 2023. Т. 78, № 1. С. 43-47. <https://doi.org/10.31857/S0044450222110056>.
15. Оптимизация условий определения фолиевой кислоты спектрофотометрическим, флуориметрическими хроматографическими методами анализа / Е.В. Мелихова, Г.А. Егоров, Е.И. Лазуткина, А.В. Елфимова // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. 2022. Т. 12, № 3. С. 184-200. <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2022-12-3-184-200>.

16. Коренман Я.И., Мокшина Н.Я., Бычкова А.А. Физико-химическое определение углеводов в пищевых продуктах и напитках // Вестник Воронежского государственного университета инженерных технологий. 2014. № 1 (59). С. 146-152.

17. Зенкевич И.Г., Деруиш А. Аналитические аспекты зависимости индексов удерживания органических соединений в обращенно-фазовой ВЭЖХ от содержания метанола в составе элюента // Аналитика и контроль. 2022. Т. 26, № 1. С. 41-48. <https://doi.org/10.15826/analitika.2022.26.1.00>.

18. Non-derivatization strategy for the comprehensive characterization of neutral monosaccharide isomers and neutral disaccharide isomers using hydrophilic interaction liquid chromatography coupled to quadrupole/time-of-flight mass spectrometry / J. Liu, J. Li, D. Yi, Y. Liu, R. Liu, Y. Xue [et al.] // *Journal Chromatography B: Analytical Technologies in the Biomedical Life Sciences*. 2021. Vol. 1185. P. 122972. <https://doi.org/10.1016/j.jchromb.2021.122972>.

19. Карцова Л.А., Малюшевская А.В., Колобова Е.А. Аналитические возможности определения углеводов хроматографическими и электрофоретическими методами // Журнал аналитической химии. 2023. Т. 78, № 2. С. 108-128. <https://doi.org/10.31857/S0044450223020044>. EDN CDPKAN.

References

1. Tereshchuk L.V., Starovoitova K.V. Food chemistry. Kemerovo: Kemerov. gos. un-t; 2020. 126 p. (In Russ.)

2. Dedov I.I., Shestakova M.V., Vikulova O.K. Epidemiology of diabetes mellitus in the Russian Federation: clinical and statistical analysis according to the Federal register of diabetes mellitus. *Sakharnyi diabet = Diabetes mellitus*. 2017;20(1):13-41. (In Russ.) <https://doi.org/10.14341/DM8664>

3. Arbatsky A.P., Traktina E.P., Smirnova L.A. Investigation of chemical properties of chitosan by titrimetric method. *Zhurnal prikladnoi khimii = Journal of Applied Chemistry*. 2006;79(2):272-274. (In Russ.)

4. Bavykina T.Yu. Study of desorption of easily digestible carbohydrates from the oral cavity. *Actual problems of medicine*. 2023;46(1):73-78. <https://doi.org/10.52575/2687-0940-2023-46-1-73-78>.

5. Turdalieva P.K. Tribulus terrestrisl. Carbohydrates. *Universum: khimiya i biologiya = Universum: Chemistry and Biology*. 2024;2-1(116):58-60. <https://doi.org/10.32743/UniChem.2024.116.2.16718>.

6. Kropacheva T.N. Electrochemical determination of carbohydrates in wines using copper electrodes. *Vestnik of Technological University = Vestnik of Technological University*. 2023;26(7):32-36. https://doi.org/10.55421/1998-7072_2023_26_7_32.

7. Kartsova L.A. Capillary electrophoresis method: biomedical applications. *Laboratory and Production*. 2023;2(24):32-46. <https://doi.org/10.32757/2619-0923.2023.2.24.32.46>.

8. Kartsova L.A., Bessonova E.A., Somova V.D. Hydrophilic interaction chromatography. *Zhurnal analiticheskoi khimii = Journal of Analytical Chemistry*. 2019;74(5):415-424. <https://doi.org/10.1134/S1061934819050058>. (In Russ.)

9. Moskvina L.N., Kostanyan A.E., Moskvina A.L., Rodionov O.V., Yakimova N.M. Methods for the continuous chromatographic separation of substances. *Zhurnal analiticheskoi khimii = Journal of Analytical Chemistry*. 2023;78(6):671-680. (In Russ.) <https://doi.org/10.1134/s1061934823040111>.

10. Dmitrienko S.G., Apyari V.V., Tolmacheva V.V., Gorbunova M.V. Liquid-liquid extraction of organic compounds into a single drop of the extractant: overview of reviews. *Zhurnal analiticheskoi khimii = Journal of Analytical Chemistry*. 2021;76(8):907-919. (In Russ.) <https://doi.org/10.1134/S1061934821080049>.

11. Rybal'chenko I.V., Baigil'diev T.M., Rodin I.A. Chromatography–mass spectrometry analysis for the determination of the markers and biomarkers of chemical warfare agents. *Zhurnal analiticheskoi khimii* = *Journal of Analytical Chemistry*. 2021;76(1):26-40. (In Russ.) <https://doi.org/10.1134/S1061934821010111>.
12. Bošnir J., Bevardi M., Hećimović I., Budeč M., Juranović Cindrić I., et al. Optimization of sample preparation procedure for determination of fat-soluble vitamins in milk and infant food by HPLC technique. *Processes*. 2024;12(7):1530. <https://doi.org/10.20944/preprints202403.0889.v1>.
13. Temerdashev Z.A., Abakumov A.G., Shelud'ko O.N., Yakuba Yu.F., Tsypko T.G. Chromatographic methods in the identification and determination of the component composition and quality of wines. *Journal of Analytical Chemistry*. 2024;79(10):1364-1386. (In Russ.) <https://doi.org/10.1134/S1061934824700734>.
14. Deineka V.I., Oleinits E.Yu., Blinova I.P., Deineka L.A. Replacement of acetonitrile with ethanol in the determination of anthocyanins by reversed-phase high-performance liquid chromatography. *Journal of Analytical Chemistry*. 2023;78(1):63-67. (In Russ.) <https://doi.org/10.1134/s1061934822110053>.
15. Melikhova E.V., Egorov G.A., Lazutkina E.I., Elfimova A.V. Optimization of conditions for the determination of folic acid by spectrophotometric, fluorimetric chromatographic analysis. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Tekhnika i tekhnologii* = *Proceedings of the Southwest State University. Series: Engineering and Technology*. 2022;12(3):184-200. (In Russ.) <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2022-12-3-184-200>.
16. Korenman Ya.I., Mokshina N.Ya., Bychkova A.A. Physico-chemical determination of carbohydrates in food and beverages. *Vestnik Voronezhskogo gosudarstvennogo universiteta inzhenernykh tekhnologii* = *Bulletin of the Voronezh State University of Engineering Technologies*. 2014;(1):146-152. (In Russ.)
17. Zenkevich I.G., Deruish A. Analytical aspects of the dependence of the retention indices of organic compounds in reversed-phase HPLC on the content of methanol in the eluent. *Analitika i kontrol'* = *Analytics and Control*. 2022;26(1):41-48. (In Russ.) <https://doi.org/10.15826/analitika.2022.26.1.00>.
18. Liu J., Li J., Yi D., Liu Y., Liu R., Xue Y., et al. Non-derivatization strategy for the comprehensive characterization of neutral monosaccharide isomers and neutral disaccharide isomers using hydrophilic interaction liquid chromatography coupled to quadrupole/time-of-flight mass spectrometry. *Journal Chromatography B: Analytical Technologies in the Biomedical Life Sciences*. 2021;1185:122972. <https://doi.org/10.1016/j.jchromb.2021.122972>
19. Kartsova L.A., Malyushevskaya A.V., Kolobova E.A. Analytical capabilities of the determination of carbohydrates determination by chromatographic and electrophoretic methods. *Journal of Analytical Chemistry*. 2023;78(2):144-161. (In Russ.) <https://doi.org/10.31857/S1061934823020041>.

Информация об авторах / Information about the Authors

Мелихова Елена Владимировна, кандидат химических наук, доцент, доцент кафедры химии, Липецкий государственный технический университет, г. Липецк, Российская Федерация, e-mail: mev80@yandex.ru, ORCID: 0000-0002-6256-2848

Elena V. Melikhova, Candidate of Sciences (Chemistry), Associate Professor, Associate Professor of the Department of Chemistry, Lipetsk State Technical University, Lipetsk, Russian Federation e-mail: mev80@yandex.ru, ORCID: 0000-0002-6256-2848

Котельникова Вероника Сергеевна, студент,
Липецкий государственный технический
университет, г. Липецк,
Российская Федерация,
e-mail: kotelnikova86rus@mail.ru,
ORCID: 0009-0007-2493-9388

Veronika S. Kotelnikova, Student, Lipetsk State
Technical University, Lipetsk, Russian
Federation,
e-mail: kotelnikova86rus@mail.ru,
ORCID: 0009-0007-2493-9388

Сырых Дмитрий Алексеевич, студент,
Липецкий государственный технический уни-
верситет, г. Липецк, Российская Федерация,
e-mail: sirih.dima2015@yandex.ru,
ORCID: 0009-0003-0993-4627

Dmitry A. Syrykh, Student, Lipetsk State Tech-
nical University, Lipetsk, Russian Federation,
e-mail: sirih.dima2015@yandex.ru,
ORCID: 0009-0003-0993-4627

Егоров Геннадий Александрович, инженер
1 категории, Липецкий государственный тех-
нический университет, г. Липецк,
Российская Федерация,
e-mail: egorov_ga53@mail.ru,
ORCID: 0000-0002-8724-4408

Gennady A. Egorov, Engineer, Lipetsk State
Technical University, Lipetsk, Russian
Federation,
e-mail: egorov_ga53@mail.ru,
ORCID: 0000-0002-8724-4408

К СВЕДЕНИЮ АВТОРОВ

1. К публикации в журнале «Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии» принимаются актуальные материалы, содержащие новые результаты научных и практических исследований, соответствующие профилю журнала, не опубликованные ранее и не переданные в редакции других журналов.

2. Авторы статей должны представить в редакцию журнала:

- статью, оформленную в соответствии с правилами оформления статей, представляемых для публикации в журнале;

- разрешение на опубликование в открытой печати статьи от учреждения, в котором выполнена работа.

- сведения об авторах (фамилия, имя отчество, место работы, должность, ученая степень, звание, почтовый адрес, телефон, e-mail);

- лицензионный договор.

3. Бумажный вариант статьи подписывается всеми авторами.

4. Редакция не принимает к рассмотрению рукописи, оформленные не по правилам.

5. **Публикация бесплатная.**

6. Основной текст рукописи статьи (кроме аннотации и ключевых слов) набирают в текстовом редакторе MSWORD шрифтом «TimesNewRoman» размером 14 пт с одинарным интервалом, выравнивание по ширине. Поля с левой стороны листа, сверху и снизу – 2,5 см, с правой стороны – 2 см. Абзацный отступ – 1,5 см.

7. Схема построения публикации: УДК (индекс по универсальной десятичной классификации), фамилия и инициалы автора(ов), места работы (полностью), почтового адреса места работы, электронного адреса (телефона), название (полужирный), аннотация и ключевые слова, текст с рисунками и таблицами, список литературы. Авторы, название, аннотация и ключевые слова, названия рисунков и таблиц, список литературы приводятся на русском и английском языках.

Перед основным текстом печатается аннотация (200–250 слов), отражающая краткое содержание статьи. Аннотация должна быть рубрицирована (цель, методы, результаты, заключение). Текст статьи должен иметь следующую структуру: введение, материалы и методы, результаты и их обсуждение, выводы (рекомендации). Например:

УДК 004.9:519.8

**Построение модели прогнозирования обеспеченности кадрами
градообразующего предприятия**

А. Л. Иванов¹ ✉

¹ ФГБОУВО «Юго-Западный государственный университет»
ул. 50 лет Октября, 94, г. Курск, 305040, Российская Федерация

✉ e-mail: ivanov@gmail.com

Резюме

Цель. В статье рассматривается агентная модель прогнозирования обеспеченности кадрами градообразующего предприятия, основанная на структуризации поведения агента и определения влияния его внутреннего представления об окружающем мире на его деятельность. ...

Ключевые слова: агентное моделирование; градообразующее предприятие; событие.

В конце статьи приводятся сведения об авторе(ах) на русском и английском языках: фамилия, имя, отчество полностью, ученое звание, ученая степень, должность, организация, город, страна, e-mail.

8. При формировании текста не допускается применение стилей, а также внесение изменения в шаблон или создание собственного шаблона. Слова внутри абзаца следует разделять одним пробелом; набирать текст без принудительных переносов; не допускаются разрядки слов.

12. **Список литературы к статье обязателен** и должен содержать все цитируемые и упоминаемые в тексте работы (не менее 20). Пристатейные библиографические списки оформляются в соответствии с ГОСТ Р 7.0.5-2008. «Библиографическая ссылка. Общие требования и правила составления». Ссылки на работы, находящиеся в печати, не допускаются. При ссылке на литературный источник в тексте приводится порядковый номер работы в квадратных скобках.

13. В материале для публикации следует использовать только общепринятые сокращения.

Все материалы направлять по адресу: 305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94. ЮЗГУ, редакционно-издательский отдел. Тел.(4712) 22-25-26, тел/факс (4712) 50-48-00.

E-mail: rio_kursk@mail.ru

Изменения и дополнения к правилам оформления статей и информацию об опубликованных номерах можно посмотреть на официальном сайте журнала: <https://swsu.ru/izvestiya/seriestechniq/>.