



# Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures



http://dream-journal.org



Editor-in-Chief: Eduard S. Gorkunov, RAS Academician (Russia) Deputy Editors-in-Chief: Sergey V. Smirnov, Sergey V. Gladkovsky

Editorial Council

Chairman: Eduard S. Gorkunov, RAS Academician (Russia)

Anatoly A. Burenin (Russia) Robert V. Goldshtein (Russia) Irina G. Goryacheva (Russia) Janez Grum (Slovenia) Mikhail P. Lebedev (Russia) Leopold I. Leontiev (Russia) Evgeny V. Lomakin (Russia) Valery P. Matveenko (Russia) Nikolay A. Makhutov (Russia) Mitko M. Mihovski (Bulgaria) Nikita F. Morozov (Russia) Vladimir V. Moskvichev (Russia) Sergey V. Panin (Russia) Sergey G. Psakhye (Russia) Vasily M. Fomin (Russia) Shao Wen-zhu (China)

Editorial Board

Boris V. Artemyev (Moscow) Vladimir A. Bataev (Novosibirsk) Aleksandr K. Belyaev (St.-Peterburg) Vera V. Berezovskaya (Ekaterinburg) Alexander A. Bogatov (Ekaterinburg) Sergey V. Burov (Ekaterinburg) Vladimir O. Vaskovsky (Ekaterinburg) Dmitry I. Vichuzhanin (Ekaterinburg) Mladen N. Georgiev (Sofia, Bulgaria) Vladimir G. Degtyar (Miass) Igor G. Emelyanov (Ekaterinburg) Sergey M. Zadvorkin (Ekaterinburg) Alexander G. Zalazinsky (Ekaterinburg) Anatoly V. Konovalov (Ekaterinburg) Vladimir N. Kostin (Ekaterinburg) Aleksey V. Makarov (Ekaterinburg) Lev A. Merzhievsky (Novosibirsk) Radik R. Mulyukov (Ufa) Vitaly V. Muravyov (Izhevsk) Aleksandr P. Nichipuruk (Ekaterinburg) Oleg A. Plekhov (Perm) Anna M. Povlotskaya (Ekaterinburg) Nataliya B. Pugacheva (Ekaterinburg) Igor Yu. Pyshmintsev (Chelyabinsk) Anatoly B. Rinkevich (Ekaterinburg) Roman A. Savray (Ekaterinburg) Alexander S. Smirnov (Ekaterinburg) Yury V. Subachev (Ekaterinburg) Alexander I. Ulyanov (Izhevsk) Yulia V. Khudorozhkova (Ekaterinburg)

Eelena E. Verstakova, editor of the English translation Irina M. Tsiklina, editor of Russian texts Ekaterina V. Blashchanevich, associate editor Lyubov N. Lobova, associate editor Galina V. Torlopova, associate editor Raul N. Shakirov, site admin

Postal address: Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 34 Komsomolskaya st., 620049, Ekaterinburg, Russian Federation phone: +7 (343) 375-35-83, fax: +7 (343) 374-53-30 e-mail: dream-journal@mail.ru http://dream-journal.org



#### Главный редактор: Горкунов Эдуард Степанович – академик РАН, д.т.н.

#### Заместители главного редактора: Сергей Витальевич Смирнов, д.т.н.; Сергей Викторович Гладковский, д.т.н.

Редакционный совет:

#### Председатель совета – Горкунов Эдуард Степанович, академик РАН, д.т.н. (Россия)

Буренин Анатолий Александрович, член-корр. РАН, д.ф.-м.н. (Россия) Гольдштейн Роберт Вениаминович, д.ф.-м.н., член-корр. РАН (Россия) Горячева Ирина Георгиевна, академик РАН, д.ф.-м.н. (Россия) Грум Янез, Ph.D, (Республика Словения) Лебедев Михаил Петрович, член-корр. РАН, д.т.н. (Россия) Леонтьев Леопольд Игоревич, академик РАН, д.т.н. (Россия) Ломакин Евгений Викторович, член-корр. РАН, д.ф.-м.н. (Россия) Матвеенко Валерий Павлович, академик РАН, д.т.н. (Россия) Махутов Николай Андреевич, член-корр. РАН, д.т.н. (Россия) Миховски Митко Минков, д.т.н. (Республика Болгария) Морозов Никита Федорович, академик РАН, д.ф.-м.н. (Россия) Москвичев Владимир Викторович, д.т.н. (Россия) Панин Сергей Викторович, д.т.н. (Россия) Псахье Сергей Григорьевич, член-корр. РАН, д.ф.-м.н. (Россия) Фомин Василий Михайлович, академик РАН, д.ф.-м.н. (Россия) Шао Вэнь-чжу, профессор (Китай)

Редакционная коллегия:

Главный редактор – Горкунов Эдуард Степанович, академик РАН, д.т.н. (Екатеринбург)

Зам. главного редактора – Смирнов Сергей Витальевич, д.т.н. (Екатеринбург)

Зам. главного редактора – Гладковский Сергей Викторович, д.т.н. (Екатеринбург)

Артемьев Борис Викторович, д.т.н., (Москва) Батаев Владимир Андреевич, д.т.н. (Новосибирск) Беляев Александр Константинович, д.ф.-м.н., (Санкт-Петербург) Березовская Вера Владимировна, д.т.н., (Екатеринбург) Богатов Александр Александрович, д.т.н. (Екатеринбург) Буров Сергей Владимирович, к.т.н. (Екатеринбург) Васьковский Владимир Олегович, д.ф.-м.н. (Екатеринбург) Вичужанин Дмитрий Иванович, к.т.н. (Екатеринбург) Георгиев Младен Николов, д.т.н. (София, Республика Болгария) Дегтярь Владимир Григорьевич, член-корр. РАН, д.т.н. (Миасс) Емельянов Игорь Георгиевич, д.т.н. (Екатеринбург) Задворкин Сергей Михайлович, к.ф-м.н. (Екатеринбург) Залазинский Александр Георгиевич, д.т.н. (Екатеринбург) Коновалов Анатолий Владимирович, д.т.н. (Екатеринбург) Костин Владимир Николаевич, д.т.н. (Екатеринбург) Макаров Алексей Викторович, д.т.н. (Екатеринбург) Мержиевский Лев Алексеевич, д.т.н. (Новосибирск) Мулюков Радик Рафикович, д.ф.-м.н. (Уфа) Муравьев Виталий Васильевич, д.т.н. (Ижевск) Ничипурук Александр Петрович, д.т.н. (Екатеринбург) Плехов Олег Анатольевич, д.ф.-м.н. (Пермь) Поволоцкая Анна Моисеевна, к.т.н. (Екатеринбург) Пугачева Наталия Борисовна, д.т.н. (Екатеринбург) Пышминцев Игорь Юрьевич, д.т.н. (Челябинск) Ринкевич Анатолий Брониславович, д.ф-м.н. (Екатеринбург) Саврай Роман Анатольевич, к.т.н. (Екатеринбург) Смирнов Александр Сергеевич, к.т.н. (Екатеринбург) Субачев Юрий Владимирович, к.т.н. (Екатеринбург) Ульянов Александр Иванович, д.т.н. (Ижевск) Худорожкова Юлия Викторовна, к.т.н. (Екатеринбург)

Верстакова Елена Евгеньевна – редактор перевода текста на английский язык Циклина Ирина Михайловна – редактор текста Блащаневич Екатерина Владимировна – помощник редактора Лобова Любовь Николаевна – помощник редактора Торлопова Галина Викторовна – помощник редактора Шакиров Рауль Нурович, к.т.н. – администратор сайта журнала

Адрес редакции: Россия, 620049, г. Екатеринбург, ул. Комсомольская, д. 34., ИМАШ УрО РАН телефон: +7 (343) 375 35 83, факс +7 (343) 374-53-30 e-mail: dream-journal@mail.ru http://dream-journal.org



## CONTENTS

| Andreyashchenko V. A., Nikurashina Ye. V., Baisanov A. S. Research of complex silicon-aluminum reductants for smelting vanadium master alloys.   | 6  |
|--|----|
| <b>Bekher S. A., Sych T. V.</b> Research methodology for estimating the amplitude-frequency characteristics of piezoelectric sensors by using a mechanical source of continuous noise. | 14 |
| Bobrov A. L.   |    |
| Using the AE method to increase the lifetime of complex-shaped steel parts.  | 21 |
| Gorshkov A. V., Prosviryakov E. Y. Complex stationary convection with third-kind boundary conditions at the boundaries of a fluid layer.   | 34 |
| Koroleva L. F. Modified nanoparticle oxides for final polishing of metals.   | 48 |



# СОДЕРЖАНИЕ

| Андреященко В. А., Никурашина Е. В., Байсанов А. С. Исследование комплексных кремнийалюминиевых восстановителей для выплавки ванадиевых лигатур. | 6  |
|--|----|
| Бехер С. А., Сыч Т. В. Методика исследования характеристик пьезоэлектрических преобразователей с использованием источника шума.                  | 14 |
| <b>Бобров А. Л.</b> Использование АЭ метода при продлении срока службы стальных дета-<br>лей сложной конструкции.                                | 21 |
| <b>Горшков А. В., Просвиряков Е. Ю.</b> Стационарная сложная конвекция при граничных условиях III рода на границах слоя жидкости.                | 34 |
| Королева Л. Ф. Модифицированные нанодисперсные оксиды для финишного полирования металлов.  | 48 |



### RESEARCH OF COMPLEX SILICON-ALUMINUM REDUCTANTS FOR SMELTING VANADIUM MASTER ALLOYS

V. A. Andreyashchenko<sup>1</sup>\*, Ye. V. Nikurashina<sup>1, 2</sup>, A. S. Baisanov<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Karaganda State Technical University, Karaganda, Republic of Kazakhstan <sup>2</sup>Abishev Chemical-Metallurgical Institute, Karaganda, Republic of Kazakhstan

\*Corresponding author. E-mail: vi-ta.z@mail.ru; address for correspondence: 56 Mira blvd, Karaganda, 100027, Kasakhstan. Tel.: +7 7212 564353, fax: +7 7212 564353

One of the most pressing challenges facing modern science and technology is creation and industrial implementation of new promising materials and creation of high-quality products from them.

Today marked an increasing demand of steel mills in the ferroalloys of vanadium that raises the question of the development of new technologies for the production of vanadium-containing materials.

At the initial stage of development of technology was conducted a preliminary calculation of the raw materials, aimed at obtaining ligatures of vanadium alumosilicothermic method.

Reactivity of charge components poorly expressed, so we propose a method of bringing the raw materials to the nanostate.

*Keywords: ferro-silicon-aluminum, complex silicon-aluminum reductant, vanadium master alloy, nanosize materials.* 

#### **DOI:** 10.17804/2410-9908.2016.2.006-013

#### References

1. Moskalyk R.R., Alfantazi A.M. Processing of vanadium: a review. *Minerals Engineering*, 2003, vol. 16, iss. 9, pp. 793–805. DOI: 10.1016/S0892-6875(03)00213-9.

2. Grebnev Yu.V., Dotsenko V.V., Kraeva N.G., Filippenkov A.A., Golub Ye.I., Trop L.A. Reducing the cost of steel castings by alloying of vanadium. *Liteynoe proizvodstvo*, 2006, no 5, pp. 48–51. (In Russian).

3. *Mineral commodity summaries. U.S. Geological Survey*, Reston, Virginia, US, 2013.

4. FAN Jin-ping, TAN Zhao, PENG Ke-wu, ZHENG Xi-juan Technological parameters of smelting high vanadium ferrovanadium with mixture of  $V_2O_5$  and  $V_2O_3$ . *Journal of Iron and Steel Research*, 2013, vol. 25, no. 8, pp. 24–27.

5. Zheng Xi-juan, Peng Ke-wu, Pu Nian-wen, Ma He-li, Shi Hu. Technological parameters of smelting high vanadium ferrovalloy by outside furnace process. *Journal of Iron and Steel Research*, 2012, vol. 24, no. 9, pp. 6–9.

6. Li Long, Ge Wen Sun, Chen Yong, Sun Zhao Hui. Study on Slag Corrosion of the Magnesia Lining During Ferrovanadium Smelting Process. In: CMTEE 2013: 2013 International Conference on Materials, Transportation and Environmental Engineering, Aug 21–23, 2013, Taichung, Taiwan. *Advanced Materials Research*, 2013, vol. 779–780, pp. 96–100. DOI: 10.4028/www.scientific.net/AMR.779-780.96.

7. Li L. Effects of SiO<sub>2</sub> and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Contents of Converter Slag on Metallurgical Properties. In: 2012 International Conference on Chemical Engineering, Metallurgical Engineering and Metallic Materials, CMMM, October 12–13, 2012, KunMing, China. *Advanced Materials Research*, 2012, vol. 581–582, iss. 1, pp. 373–377. DOI: 10.4028/www.scientific.net/AMR.581-582.373.

8. Andreyashchenko V., Nikurashina Ye., Baisanov A. Development of technology of smelting ligatures of vanadium alloys with complex silicon-aluminum reductant. *Uspekhi sovremennogo estestvoznaniya*, 2015, no. 11, pp. 7–10. (In Russian).



9. Ospanov N.I., Baisanov A.S., Makhambetov Ye.N., Musin A.M., Omarov M.Sh. Evaluation of the possibility of obtaining ligatures of vanadium alloys, using as a reducing agent siliconaluminum alloys. In: *Mezhdunarodnaya nauchno-prakticheskaya konferentsiya «Nauchno-tehnicheskiy progress v metallurgii»*, 2015, pp. 216–218. (In Russian).

10. Naizabekov A.B., Andreyashchenko V.A. Metody intensivnoy plasticheskoy deformatsii dlya polucheniya subultrazernistykh i nanostrukturnykh materialov [Techniques of severe plastic deformation for subultragrained and nanostructured materials]. Rudnyy, RII Publ., 2014, 202 p. (In Russian).

11. Andreyashchenko V. Development and research of a method of intensive plastic deformation for subultragrained and nanostructured materials. Ph.D thesis, Temirtau, 2013, 216 p. (In Russian).



Подана в журнал: 22.12.2015 УДК 621.745.55 DOI: 10.17804/2410-9908.2016.2.006-013

#### ИССЛЕДОВАНИЕ КОМПЛЕКСНЫХ КРЕМНИЙАЛЮМИНИЕВЫХ ВОССТАНОВИТЕЛЕЙ ДЛЯ ВЫПЛАВКИ ВАНАДИЕВЫХ ЛИГАТУР

В. А. Андреященко<sup>1\*</sup>, Е. В. Никурашина<sup>1,2</sup>, А. С. Байсанов<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Карагандинский Государственный Технический Университет, Караганда, Казахстан 2 Химико-металлургический институт им. Ж. Абишева, Караганда, Казахстан

\*Ответственный автор. Электронная почта: vi-ta.z@mail.ru; адрес для переписки: 100027, Казахстан, Караганда, Б. Мира 56. Телефон: 8 (7212) 56-43-53, факс: 8 (7212) 56-43-53

Одной из наиболее актуальных задач, стоящих перед современной наукой и техникой, является создание и внедрение в промышленность новых перспективных материалов и создание из них высококачественных изделий.

На сегодняшний день отмечается возрастающая потребность сталелитейных заводов в ванадиевых ферросплавах, что ставит вопрос о разработке новых технологий получения ванадийсодержащих материалов.

На начальном этапе разработки технологии был произведен предварительный расчет шихтовых материалов, ориентированный на алюмосиликотермическое получение ванадиевой лигатуры.

Реакционная способность компонентов шихты слабо выраженная, поэтому предложен метод доведения шихтовых материалов до наносостояния.

Ключевые слова: ферросиликоалюминий, комплексный кремнеалюминиевый восстановитель, ванадиевая лигатура, наноразмерные материалы.

#### 1. Введение

Рост мирового потребления металлов обострил вопрос сырьевого обеспечения металлургической промышленности мира. Возрастающие спрос и цена на ванадий и его сплавы в новых отраслях промышленности и техники требуют все большего количества ванадия и новых технологий его производства. Для обеспечения возрастающей потребности в феррованадии, ведутся исследования по разработке технологий получения различных ванадийсодержаших материалов.

Как известно, в земной коре ванадия намного больше, чем хрома, никеля, свинца, цинка и даже меди. Однако минералы, богатые ванадием, встречаются редко. Соединения ванадия более растворимы, чем природные соединения других металлов, расположенных в правой половине менделеевской таблицы, и перемещаются в горных породах на значительные расстояния. Ванадий накапливается в некоторых рудах других металлов — свинца, меди, цинка, урана, а также в угле, нефти, сланцах.

По распространенности ванадий можно поставить рядом с такими металлами, как никель, медь и цинк. Несмотря на это ванадий до настоящего времени относят к группе редких элементов. Это связано с тем, что может изменять в широком интервале свою валентность. Образуя нерастворимые комплексные соединения с различными металлами, он большей частью находится в железных и полиметаллических рудах. Этим и объясняется его значительная рассеянность в природе [1].

Содержание всего лишь ~ 0,1 % ванадия может удвоить прочность стали. Это обеспечивает существенную экономию материальных затрат и уменьшение потребления ресурсов горнодобывающего сектора [2-7].



Внимание исследователей всего мира привлекают наноструктурные материалы в связи с тем, что их физико-химические свойства существенно отличаются от свойств крупнозернистых объемных материалов. Уменьшение размера кристаллитов ниже некоторой пороговой величины может приводить к значительному изменению фундаментальных характеристик материала (магнитные, механические свойства, диаграммы равновесных состояний вещества и др.).

Перспективность использования наноматериалов в качестве основы конструкционных материалов, обладающих высокими механическими и теплофизическими свойствами, в настоящее время сомнений не вызывает. Наноматериалы представляют собой ансамбли частиц, размеры которых обычно не превышают 100 нм, причем для них характерно уникальное сочетание механических и физических свойств, которые в ряде случаев существенно превосходят свойства массивного состояния тех же материалов.

В настоящее время наноматериалы находят все более широкое применение в получении твердых сплавов, магнитных, сверхпроводящих, полупроводниковых и композиционных материалов. Высокая удельная поверхность и реакционная способность наноматериалов обусловливает возможность их эффективного использования в качестве фильтров, геттеров, катализаторов, а также в качестве добавок, существенно улучшающих эксплуатационные свойства материалов. Наноматериалы могут служить своеобразными модельными объектами для исследования свойств поверхности твердых тел, что представляет большой интерес как для полупроводникового приборостроения, так и для изучения процессов адсорбции и гетерогенного катализа.

Однако ограниченность знаний о свойствах наноматериалов, которые в ряде случаев не укладываются в рамки традиционных физических представлений, снижает эффективность их использования в научных и промышленных целях.

По существующей технологии производство феррованадия складывается из двух процессов: восстановительного и рафинировочного. Шихтовыми материалами для производства феррованадия являются гранулированная пятиокись ванадия, дробленая до 10–30 мм, ФС75, алюминий в гранулах менее 30 мм, стальная стружка и известь.

Существенными недостатками известных способов получения ванадиевых сплавов являются большие трудозатраты, связанные с перефутеровкой тигля после каждой плавки. Также безвозвратные потери ванадия с отвальными шлаками, большие затраты электроэнергии, повышенный расход дорогостоящего алюминия и снижение производительности процесса ввиду проведения дополнительной операции рафинирования, что значительно ухудшает технико-экономические показатели.

Цель настоящей работы заключается в получении наноразмерного восстановителя для увеличения площади реакционной поверхности данного материала.

#### 2. Материал и методика

В разрабатываемой технологии предлагается при восстановлении оксидов ванадия в производстве ванадиевой лигатуры, вследствие высокой стоимости порошка алюминия и с целью снижения себестоимости выплавки, производить частичную замену кремния ферросилиция (традиционного восстановителя), на более сильный восстановитель, такой как алюминий комплексного кремнеалюминиевого сплава [8].

Схема технологического процесса по предлагаемой технологии:

- загрузка шихты в реакционное пространство блока;
- проплавка;
- остывание с блоком;
- разбор блока;
- отделение шлака от выплавленного металла.



По результатам химического анализа принято решение применения в качестве восстановителя кремнеалюминиевого сплава с более высоким содержанием алюминия, что предположительно должно увеличить и содержание ванадия в полученном металле. Поэтому при выборе из нескольких комплексных восстановителей выбрали ферросиликоалюминий (ФСА). Для выплавки ванадиевой лигатуры в качестве восстановителя использован кремнеалюминиевый сплав с содержанием элементов 53,03 % Si; 25,8 % Al; 0,47 % Ca; 17,88 % Fe; 1,1 % Ti.

На основании результатов, представленных в работе [9], в качестве шихтовых материалов выбраны пентаоксид ванадия ( $V_2O_5$ ), железная стружка, флюсующая добавка в виде оксида извести и ферросиликоалюминий.

Комплексный восстановитель истирали на вибрационной шаровой мельнице типа MM301. Продолжительность истирания ФСА на мельнице, а также температуру, давление и подбор связующего для прессования, подбирали на основе работ [10–11].

#### 3. Результаты и обсуждение

Исследование порошка ферросиликоалюминия после измельчения в течение 30 мин на сканирующем электронном микроскопе TESCAN VEGA // LSU показал, что средний размер частиц составляет 120–150 нм, но при этом также наблюдаются частицы, достигающие размера 70–80 мкм (рис. 1). Наблюдаемый разброс размеров частиц требует проведения дальнейшего измельчения.



Рис. 1. Фотография порошка ферросиликоалюминия после измельчения в течение 30 мин

Увеличение времени измельчения до 60 мин обеспечило получение более однородного по размерному признаку порошка. Анализ частиц показал, что минимальный размер составляет 37 нм, максимальный – 65 нм. Средний размер частиц  $\approx$  50 нм (рис 2).





Рис. 2. Фотография порошка ферросиликоалюминия после измельчения в течение 60 мин

Измельчение восстановителя до нанопорошка обеспечит увеличение площади контакта, способствуя тем самым ускорению протекания реакций. При этом высокая дисперсность порошка вызывает усложнение введения его в реакционное пространство тигля, в связи с чем принято решение выполнить компактирование полученного нанопорошка. Для компактирования нанопорошка использован Hydropresse 50. Учитывая хрупкость частиц порошка, о чем также свидетельствует форма частиц после измельчения, компактирование без использования связующего компонента не позволяет получить компакт. С целью получения компактных образцов, пригодных для использования при плавке, в компактируемый материал были добавлены связующие компоненты.

В качестве связующего выбрали термореактивный полимер для горячей запрессовки типа фенольных порошков в пропорции 1:1. Процесс запрессовки вели в двух вариациях: в течении 10 мин и 40 мин при температуре 190 °С и давлении 270 Бар. Рекомендовано проведение компактирования с выдержкой в течение 40 мин. Однако анализ полученных «таблеток» показал, что после компактирования с выдержкой в течение 10 мин получены качественные компактные образцы. Края компактированных образцов не осыпаются (рис. 3).



Рис. 3. Вид образцов порошка ферросиликоалюминия после компактирования



При нажатии они легко ломаются, что является желательным при использовании в качестве восстановителя. Цвет «таблеток» – черный с характерным блеском пятен фенольной смолы.

Анализ взаимодействия частиц проводили по поверхности излома полученных компактных образцов (рис. 4 и 5). На изломе видно, что частицы имеют осколочную форму, характерную для стекловидных веществ. Это подтверждается химическим составом (содержание кремния  $\approx 60$  % по массе). Частицы материала не укрупняются и не связываются между собой, так как реакционная способность выражена слабо. Взаимодействие частиц также не наблюдается. Следовательно, проведение компактирования не окажет влияния на реакционную способность полученного нанопорошка восстановителя.



Рис. 4. Порошок ферросиликоалюминия, полученный компактированием. Время компактирования 10 мин



Рис. 5. Порошок ферросиликоалюминия, полученный компактированием. Время компактирования 40 мин



#### 4. Заключение

В результате проведенных исследований разработана технологическая схема получения восстановителя для проведения окислительно-восстановительной плавки. Определены параметры процесса получения нанопорошка ферросиликоалюминия. Средний размер частиц порошка ферросиликоалюминия составил ≈50 нм, что соответствует поставленной цели работы. Выявлены параметры компактирования полученных нанопорошков с целью исключения перехода их в улет при плавке. В ходе исследований поверхности компактированных порошков установлено, что взаимодействия частиц, образования новых фаз и укрупнения частиц в результате компактирования не наблюдается.

#### Литература

1. Moskalyk R. R., Alfantazi A. M. Processing of vanadium: a review // Minerals Engineering. – 2003. – Vol. 16, iss. 9. – P. 793–805. – DOI: 10.1016/S0892-6875(03)00213-9.

2. Снижение себестоимости стальных отливок за счет легирования ванадием / Ю. В. Гребнев, В. В. Доценко, Н. Г. Краева, А. А. Филиппенков, Е. И. Голуб, Л. А. Троп // Литейное производство. – 2006. – № 5. – С. 48–51.

3. Mineral commodity summaries. U.S. Geological Survey. – Reston, Virginia, US, 2013.

4. Technological parameters of smelting high vanadium ferrovanadium with mixture of  $V_2O_5$  and  $V_2O_3$  / Jin-ping FAN, Zhao TAN, Ke-wu PENG, Xi-juan ZHENG // Journal of Iron and Steel Research. – 2013. – Vol. 25, no. 8. – P. 24–27.

5. Technological parameters of smelting high vanadium ferrovalloy by outside furnace process / Xi-juan Zheng, Ke-wu Peng, Nian-wen Pu, He-li Ma, Hu Shi // Journal of Iron and Steel Research. – 2012. – Vol. 24, no. 9. – P. 6–9.

6. Study on Slag Corrosion of the Magnesia Lining During Ferrovanadium Smelting Process / Long Li, Wen Sun Ge, Yong Chen, Zhao Hui Sun // CMTEE 2013: 2013 International Conference on Materials, Transportation and Environmental Engineering, Aug 21–23, 2013, Taichung, Taiwan / Advanced Materials Research. – 2013. – Vol. 779–780. – P. 96–100. – DOI: 10.4028/www.scientific.net/AMR.779-780.96.

7. Li L. Effects of SiO<sub>2</sub> and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Contents of Converter Slag on Metallurgical Properties // 2012 International Conference on Chemical Engineering, Metallurgical Engineering and Metallic Materials, CMMM, October 12–13, 2012, KunMing, China / Advanced Materials Research. – 2012. – Vol. 581–582, iss. 1. – P. 373–377. – DOI: 10.4028/www.scientific.net/AMR.581-582.373.

8. Андреященко В. А., Никурашина Е. В., Байсанов А. С. Разработка технологии выплавки ванадиевой лигатуры с использованием в качестве восстановителя комплексного кремнеалюминиевого ферросплава // Успехи современного естествознания. – 2015. – № 11. – С. 7–10.

9. Оценка возможности получения ванадиевой лигатуры с использованием в качестве восстановителя кремнийалюминиевых сплавов / Н. И. Оспанов, А. С. Байсанов, Е. Н. Махамбетов, А. М. Мусин, М. Ш. Омаров // Материалы VIII Международной научно-практической конференции «Научно-технический прогресс в металлургии». – 2015. – С. 216–218.

10. Найзабеков А. Б., Андреященко В. А. Методы интенсивной пластической деформации для получения субультразернистых и наноструктурных материалов. – Рудный : РИИ, 2014. – 202 с.

11. Андреященко В. А. Разработка и исследование способа интенсивной пластической деформации для получения субультразернистых и наноструктурных материалов: дис. ... Ph.D. – Темиртау, 2013. – 216 с.



#### RESEARCH METHODOLOGY FOR ESTIMATING THE AMPLITUDE-FREQUENCY CHARACTERISTICS OF PIEZOELECTRIC SENSORS BY USING A MECHANICAL SOURCE OF CONTINUOUS NOISE

S. A. Bekher, T. V. Sych\*

Siberian transport university, 191 D. Kovalchuk st., 630049, Novosibirsk, Russian Federation

\*Corresponding author. E-mail: tatyna979@mail.ru; address for correspondence: ul. D. Kovalchuk 191, 630049, Novosibirsk, Russian Federation. Tel.:+7 383 3280346; fax: +7 383 3280346

Experimental results of amplitude-frequency response for acoustic emission sensors are obtained by using a mechanical source of continuous noise. The amplitude-frequency characteristics of a calibrated transducer are analyzed during the registration of longitudinal, surface and Lamb waves. Experimental characteristics of different-type bandpass sensors installed on the object are discussed.

*Keywords: acoustic emission test, acoustic emission sensor, calibration, amplitude-frequency characteristic, sensibility.* 

**DOI:** 10.17804/2410-9908.2016.2.014-020

#### References

1. GOST R 52727-2007. Technical Diagnostics. Acoustic-Emission Diagnostics. General Requirements. M., Standartinform Publ., 2007, 18 p. (In Russian).

2. *PB* 03-593-03. *Rules for Organization and Implementation of Acoustic-Emission Testing of Vessels, Apparatuses, Boilers and Process Piping*, 2003. (In Russian).

3. Requirements for Acoustic-Emission Transducers Used to Test Hazardous Production Facilities. RD 03-300-99, 01.10.1999, 1999. (In Russian).

4. Stepanova L.N., Grossman S.A., Kabanov S.I., Bobrov A.L., Bekher S.A., Bolchanov A.A. Acoustic-emission testing of solebars with boxlike cross sections. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, vol. 47, no. 3, pp. 158–163. DOI: 10.1134/S1061830911030090.

5. Sych T.V., Gerasimov S.I., Bekher S.A. *Acoustic head*, RF Patent 152495, 2015. (In Russian).

6. Sych T.V., Bekher S.A., Bobrov A.L. *A method for relative calibration of acoustic emission transducers.* RF Patent 2554320, 2015, 7 p. (In Russian).



Подана в журнал: 24.12.2015 УДК 620.179.17 DOI: 10.17804/2410-9908.2016.2.014-020

#### МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ ХАРАКТЕРИСТИК ПЬЕЗОЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ПРЕОБРАЗОВАТЕЛЕЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ИСТОЧНИКА ШУМА

С. А. Бехер, Т. В. Сыч\*

Сибирский государственный университет путей сообщения, 630049, г. Новосибирск, ул. Дуси Ковальчук, 191

\*Ответственный автор. Электронная почта: tatyna979@mail.ru; адрес для переписки: 630049, г. Новосибирск, ул. Дуси Ковальчук, 191. Телефон: +73833280346; Факс: +73833280346

Приведены результаты экспериментальных исследований амплитудно-частотных характеристик преобразователей акустической эмиссии с использованием механического источника непрерывного шума. Проанализированы амплитудно-частотные характеристики калиброванного преобразователя в условиях регистрации продольных, поверхностных и нормальных волн Лэмба. Получены экспериментальные характеристики полосовых преобразователей разных типов, установленных на объекте контроля.

Ключевые слова: акустико-эмиссионный контроль, преобразователь акустической эмиссии, калибровка, амплитудно-частотная характеристика, чувствительность.

#### 1. Введение

Свойства преобразователей акустической эмиссии определяют основные параметры акустико-эмиссионного контроля: чувствительность, рабочий диапазон частот, помехоустойчивость. В соответствии с требованиями [1] применяемые акустико-эмиссионные системы должны быть калиброваны или поверены в установленном порядке. Проверка работоспособности аппаратуры выполняется непосредственно перед каждым испытанием и после него с использованием импульсного источника Су-Нильсена.

Руководящие документы в области акустико-эмиссионного контроля опасных производственных объектов [2, 3] предъявляют требования к метрологическому обеспечению преобразователей акустической эмиссии. Преобразователи подлежат калибровке не реже одного раза в год и проверке основных параметров перед каждым контролем с использованием эталонных преобразователей. Методика проверки основных параметров подробно описана в [3], при этом процедура определения амплитудно-частотной характеристики (АЧХ) преобразователей не предусмотрена.

На практике спектральный состав регистрируемых импульсов акустической эмиссии определяется АЧХ системы *преобразователь* – объект контроля. Место расположения преобразователя на поверхности объекта контроля, применяемые волноводы, способ крепления и контактная среда оказывают влияние на АЧХ регистрируемых сигналов акустической эмиссии. В отдельных случаях это влияние может негативно сказываться на достоверности результатов контроля.

В процессе эксплуатации внешние воздействия способны изменять АЧХ преобразователя. В акустико-эмиссионном контроле, а особенно с использованием полосовых и широкополосных преобразователей, процессы проверки работоспособности аппаратуры и определения основных параметров с помощью импульсного источника Су-Нильсена или электронного имитатора не позволяют с высокой точностью оценивать спектральные характеристики системы *преобразователь* – *объект* контроля. Цель исследования – разработка методики оценки амплитудно-частотной характеристики преобразователя акустической эмиссии в реальных условиях эксплуатации с использованием источника акустического шума.

#### 2. Материал и методика эксперимента

В стандартных методиках [2, 3] параметры преобразователя оцениваются по характеристике. Предлагаемая методика основана импульсной на регистрации широкополосного акустического сигнала. АЧХ преобразователя оценивалась по спектру регистрируемых сигналов и сравнивалась с паспортными данными эталонного преобразователя. Для сравнения использовали преобразователь GT-300, зарегистрированный в Государственном реестре средств измерений, имеющий действующее свидетельство о поверке. Коэффициент электроакустического преобразования на среднегеометрической частоте 283 кГц при воздействии продольных волн составлял 54 дБ относительно 1 В/(м/с), предельная допускаемая неравномерность АЧХ – не более ±5 дБ в диапазоне рабочих частот от 100 до 800 кГц.

Экспериментальные исследования проводили на листе из стали Ст3пс толщиной 8 мм (рис. 1 *а*). Места установки преобразователей акустической эмиссии зачищали шлифовальной машинкой до шероховатости Rz < 40 мкм. Для крепления преобразователей использовали специализированные магнитные держатели [5]. Электрические сигналы регистрировали системой цифровой акустико-эмиссионной диагностической СЦАД-16-03 [4], зарегистрированной в Реестре средств измерений за №39729, с частотой дискретизации 2 МГц. Анализ зарегистрированных сигналов проводили в штатном программном обеспечении диагностической системы и универсальном программном обеспечении MathCad.

В процессе экспериментов исследовали характеристики преобразователей акустической эмиссии типа: ПП 0,1-0,7; ПП-001; GT-300. Акустические сигналы возбуждались трением шлифовального инструмента по поверхности объекта контроля. Насадка из шлифовального материала приводилась во вращение электродрелью с частотой от 10 до 50 Гц. В предварительных экспериментах форма, размер насадки и зернистость поверхности по ГОСТ 3647-80 варьировали в экспериментах с целью получения широкополосного акустического сигнала с равномерным во времени амплитудным распределением. В дальнейшем использовали цилиндрическую насадку диаметром 10 мм с мелкозернистым напылением F80 по ГОСТ P 52381-2005.

Перед проведением испытаний проводили проверку чувствительности акустикоэмиссионных каналов с помощью имитатора Су-Нильсена по ГОСТ 52727-2007 (рис. 1 *a*). Наибольшая амплитуда акустико-эмиссионных сигналов (рис. 1 б) зарегистрирована для преобразователя ПП-001 323 мкВ, наименьшая – 69 мкВ для ПП 0,1-0,7. Все преобразователи были подключены к акустико-эмиссионной системе СЦАД-16-03 и находились на равном расстоянии от источника. Сигналы были зарегистрированы практически одновременно, с задержкой по времени прихода не более 2 мкс. Несмотря на одинаковые условия форма сигналов на преобразователях существенно отличалась.





Рис. 1. Схема установки преобразователей на листе (*a*) и форма зарегистрированных сигналов (*б*): ПАЭ №4 – GT300; ПАЭ №5 – ПП-001; ПАЭ №6 – ПП 0,1-0,7

#### 3. Результаты и обсуждение

В потоке зарегистрированных непрерывных сигналов акустической эмиссии трения отбирали сигналы с постоянной амплитудой, изменение которой на временном интервале 512 мкс не превышало 5 % (рис. 2). АЧХ сигналов (кривая *1*, рис. 3) рассчитывалась с использованием алгоритмов быстрого преобразования Фурье и усреднялась по абсолютному значению по 20 сигналам.



Рис. 2. Сигналы непрерывной акустической эмиссии трения

Для сравнения на рис. 3 приведены две АЧХ (кривые 2 и 3) из паспорта эталонного преобразователя GT-300. Равномерная по уровню 5 дБ АЧХ (кривая 3) получена в условиях регистрации продольных волн, колебания частиц которых перпендикулярны поверхности преобразователя. Неравномерная АЧХ с выраженными экстремумами (кривая 2) на частотах 136, 320, 480, 630 кГц построена по результатам регистрации поверхностных волн. Локальные минимумы на графике АЧХ (кривая 2) связаны с целым числом длин волн, которые укладываются на размере преобразователя. Суммарные деформации пьезопластины и, следовательно, выходной сигнал преобразователя при этом близки к нулю.



При контроле реальных объектов, изготовленных из листовой стали, акустические сигналы распространяются в виде волн Лэмба, для которых характерно наличие нескольких мод, каждая из которых описывается собственной дисперсионной кривой. Сигналы акустической эмиссии трения вызваны значительным количеством некоррелированных источников акустической эмиссии, что уменьшает эффект от суммирования деформаций на размере пластины. АЧХ зарегистрированных сигналов от механического источника приведен на рис. 3 кривая *1*. Локальные минимумы менее выражены и не превышают 10 дБ. В области частот от 600 до 700 кГц наблюдается локальный максимум амплитуд, который также может быть выделен на АЧХ для поверхностных волн из паспорта. В диапазоне частот от 190 до 700 кГц средняя амплитуда АЧХ убывает для поверхностных волн с наклоном 0,073 дБ/кГц, для нормальных волн в пластинах с наклоном 0,062 дБ/кГц. Уменьшение связано с эффектом суммирования деформаций пьезопластиной, так как при увеличении частоты уменьшается длина волны и, следовательно, только часть площади пьезопластины участвует в преобразовании колебаний в электрический сигнал.



Рис. 3. Амплитудно-частотная характеристика преобразователя GT-300: *1* – экспериментальная; *2* – паспортная для поверхностных волн; *3* – паспортная для продольных волн

На основе предложенного метода оценки АЧХ преобразователей выполнены экспериментальные сравнительные испытания полосовых преобразователей ПП-001 и ПП 0,1-0,7. Для преобразователя ПП-001 амплитудно-частотная характеристика имеет максимум на частотах 120 кГц и 180 кГц, перепад АЧХ для этого преобразователя составляет ±15 дБ.

Для преобразователя ПП 0,1-0,7 наблюдаются два пика АЧХ (рис. 4 б) на частотах соответственно 150 кГц и 260 кГц. При этом преобразователь ПП 0,1-0,7 заявлен производителем как полосовой, полученные экспериментальные результаты по предлагаемому способу оценки АЧХ подтверждают эти данные. Перепад амплитудной характеристики для него не превышает ±10 дБ.





Рис. 4. Амплитудно-частотные характеристики преобразователей

#### 4. Заключение

Разработанный способ исключает влияние на результаты калибровки преобразователя нестабильности характеристик источника акустического сигнала, исключает влияние на результаты относительной калибровки амплитудно-частотных характеристик образцового преобразователя. Предлагаемая методика проведения калибровки позволяет проводить экспериментальное определение амплитудно-частотной характеристики калибруемого преобразователя за счет получения необходимых экспериментальных данных амплитудного распределения сигналов в широком диапазоне частот. Кроме того, существенным преимуществом является отсутствие жестких требований к геометрии и характеристикам калибровочного блока, что позволит делать калибровку преобразователей в рабочих условиях «на местах», в том числе проводить калибровку преобразователей акустической эмиссии на литых деталях тележки грузового вагона.



#### Литература

1. ГОСТ Р 52727-2007. Техническая диагностика. Акустико-эмиссионная диагностика. Общие требования. Введ. 2007-10-01. – М. : Стандартинформ, 2007. – 18 с.

2. ПБ 03-593-03. Правила организации и проведения акустико-эмиссионного контроля сосудов, аппаратов, котлов и технологических трубопроводов. Утв. 09.06.2003.

3. Требования к преобразователям акустической эмиссии, применяемым для контроля опасных производственных объектов. РД 03-300-99. 01.10.1999. – 1999.

4. Acoustic-emission testing of solebars with boxlike cross sections / L. N. Stepanova, S. A. Grossman, S. I. Kabanov, A. L. Bobrov, S. A. Bekher, A. A. Bolchanov // Russian Journal of Non-destructive Testing. – Vol. 47, no. 3. – P. 158–163. – DOI: 10.1134/S1061830911030090.

5. Акустическая головка : пат. 152495 Рос. Федерация / Сыч Т. В., Герасимов С. И., Бехер С. А., ФГБОУ ВПО Сибирск. гос. универ. путей сообщения. – № 2014150113/28 ; заявл. 10.12.2014 ; опубл. 10.06.2015, Бюл. № 16. – 1 с.: ил.

6. Способ относительной калибровки преобразователей акустической эмиссии: пат. 2 554 320 Рос. Федерация / Сыч Т. В., Бехер С. А., Бобров А. Л., ФГБОУ ВПО Сибирск. гос. универ. путей сообщения. – № 2014101589/28 ; заявл. 20.01.2014 ; опубл. 27.06.2015, Бюл. № 18. – 7 с.: ил.



#### USING THE AE METHOD TO INCREASE THE LIFETIME OF COMPLEX-SHAPED STEEL PARTS

#### A. L. Bobrov

Siberian transport university, 191 D. Kovalchuk st., 630049, Novosibirsk, Russian Federation

\*Corresponding author. E-mail: beaver@stu.ru; address for correspondence: ul. D. Kovalchuk 191, 630049, Novosibirsk, Russian Federation; Tel.:+73833280346; Fax: +73833280346

The author has developed way to extend the life of cast components of freight car bogies using acoustic emission method. The proposed modified integral method of the determination state of the cast parts truck freight wagons in the parameters of acoustic emission signals the most loaded sections. Present a study at developing criteria for assessing the state of the cast parts and the results of the application on real details.

Keywords: acoustical emission, criteria for evaluation, cast details, parameter, lifetime.

**DOI:** 10.17804/2410-9908.2016.2.021-033

#### References

1. Smirnov A.N., Gerike B.L., Muraviev V.V. *Diagnostirovanie tekhnicheskikh ustroistv opasnykh proizvodstvennykh obiektov* [Diagnostics of Hazardous Industrial Facilities]. Novosibirsk, Nauka Publ., 2003, 244 p. (In Russian).

2. Kollakot R. *Diagnostika povrezhdeniy* [Diagnostics of Damages]. M., Mir Publ., 1989, 516 p. (In Russian).

3. Ivanov V.I. Estimation of Extra Useful Life of Objects by Monitoring Acoustic-Emission Evaluation of additional time operation of using acoustic emission monitoring. *Soviet Journal of Nondestructive Testing-USSR*, 1982, vol. 18, iss. 11, pp. 891–894.

4. Bobrov A.L. A method of predicting residual life of metal products, RF Patent 2361199.

5. Bobrov A.L., Stepanova L.N., Kabanov S.I., Lebedev E.Yu. *Method of forecasting the re*sidual resource of metal products and device for its implementation, RF Patent 2448343.

6. Abramov O.V., Gradov O.M. Identification of some processes of evolution of imperfect material structure with sources of spontaneous acoustic signals. *Kontrol. Diagnostika*, 2000, no. 6, pp. 15–21. (In Russian).

7. Berman A.V., Berman D.V., Artemenko A.I., Shakhmeister Yu.L., Vorontsova I.A., Berman O.A., Shteintsaig R.M., Khaspekov P.R. A method for predicting the residual life of steel-works, RF Patent 2193772. (In Russian).

8. Robsman V.A. Nonlinear transformation of acoustic emission probability distributions with the evolution of the defect ensemble in a solid. *Acoustical Physics*, 1996, vol. 42, no. 6, pp. 749–754.

9. Stepanova L.N., Bobrov A.L., Kanifadin K.V., Chernova V.V. Studying the principal parameters of acoustic emission signals in the static and cyclic testing of 20GL steel specimen. *Deformatsiya i razrushenie*, 2014, no. 6, pp. 41–47. (In Russian).

10. Nedoseka A.Ya., Nedoseka S.A. Acoustic emission and the lifetime of structures. *Tekhnicheskaya diagnostika i nerazrushayushchiy kontrol*, 2008, no. 2, pp. 5–19. (In Russian).

11. Grassmann S.A., Bolchanov A.A., Stepanova L.N., Bekher S.A., Bobrov A.L., Kabanov S.I. Acoustic Emission Testing of a freight bogie solebar. *Zheleznodorozhnyy transport*, 2011, no. 12, pp. 45–47. (In Russian).

12. Stepanova L.N., Grassmann S.A., Bobrov A.L., Bekher S.A., Bolchanov A.A. Acoustic emission testing of solebars with boxlike cross section. *Russian Journal of Nondestructive testing*, 2011, vol. 47, iss. 3, pp. 158–163. DOI: 10.1134/S1061830911030090.



13. *PB 03-593-03. Pravila organizatsii i provedeniya akustiko-emissionnogo kontrolya sosudov, apparatov, kotlov i tekhnichnologicheskikh truboprovodov* [Rules for Organizing and Performing Acoustic Emission Testing of Vessels, Apparatuses, Boilers and Industrial Pipelines], M., GUP Nauchno-tekhnicheskiy tsentr po bezopasnosti i promyshlennosti. Gostekhnadzor Rossii, 2003, 56 p. (In Russian).

14. Bobrov A.L. Analysys of Variations of the Dynamic Characteristics of Acoustic Emission Sources under Static Loading of Metal Speciemens. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2009, vol. 45, iss. 5, pp. 304–309. DOI: 10.1134/S1061830909050027.



Подана в журнал: 24.12.2015 УДК 620.179 DOI: 10.17804/2410-9908.2016.2.021-033

#### ИСПОЛЬЗОВАНИЕ АЭ МЕТОДА ПРИ ПРОДЛЕНИИ СРОКА СЛУЖБЫ СТАЛЬНЫХ ДЕТАЛЕЙ СЛОЖНОЙ КОНСТРУКЦИИ

А. Л. Бобров

Сибирский государственный университет путей сообщения, 630049, г. Новосибирск, ул. Дуси Ковальчук, 191, СГУПС

\*Ответственный автор. Электронная почта: beaver@stu.ru; адрес для переписки: 630049, г. Новосибирск, ул. Дуси Ковальчук, 191. Телефон: +73833280346; факс: +73833280346

В статье рассмотрен способ продления срока службы литых деталей тележек грузовых вагонов методом акустической эмиссии. Предлагается модифицированный интегральный метод оценки состояния деталей на основании параметров сигналов акустической эмиссии наиболее нагруженных участков. Приводятся исследования, направленные на выработку критериев оценки состояния литых деталей и результаты применения на реальных изделиях.

Ключевые слова: акустическая эмиссия, критерий оценки, литые детали, параметры, срок службы.

#### 1. Введение

Современные методы НК позволяют решать диагностические задачи с высокой надежностью для объектов достаточно простой формы, имеющих однородную структуру и свойства. Вместе с тем существует ряд объектов, конструктивно сложных, неоднородных по структуре и имеющих внутренние допустимые дефекты, – литые металлические изделия для транспорта и тяжелого машиностроения. Наличие сложной формы и, как следствие, сильной неравномерности напряженного состояния в процессе эксплуатации, большой спектр литейных дефектов для большинства методов НК не позволяют с необходимой достоверностью оценивать текущее состояние и тем более остаточный ресурс таких объектов. Кроме того, подобного рода объекты (сложная форма, неоднородность структуры, неравномерное по времени изменение напряженно-деформированного состояния в разных локальных участках объекта, изменение геометрических размеров в процессе эксплуатации вследствие износов) являются наиболее обобщенным случаем в практике НК и оценки ресурса.

Достоверное определение ресурса технических объектов одна из важнейших задач, успешное решение которой позволяет существенно экономить капитальные вложения производственных и транспортных предприятий. Как правило, эта задача решается комплексом методов [1, 2], в том числе с применением метода АЭ [2–5].

Последнее десятилетие исследования, связанные с определением долговечности материалов АЭ методом, ведутся в трех основных направлениях:

– определение связей структурного состояния различных материалов с параметрами АЭ и их физическое обоснование;

 анализ акустических волн, излучаемых развивающимися усталостными дефектами (прежде всего трещинами);

– модели практического применения метода АЭ для определения ресурса реальных объектов.

При исследованиях АЭ, генерируемой структурными изменениями материала, интересный подход зависимости скорости работы источника дислокаций и частоты столкновений движущихся дислокаций, скорости их отрыва и неподвижными барьерами (участками

накопления и развития макродефектов) от характеристик неискаженных сигналов АЭ приводится в работе [6]. При этом метод имеет ряд существенных ограничений, связанных с решением задачи восстановления первичного (в момент генерирования) сигнала АЭ. Если решение такой задачи для изотропных объектов простой формы принципиально возможно, то существенные случайные искажения акустического тракта в объекте сложной формы учесть нельзя, и это существенно усложняет задачу.

Другой подход к решению проблемы приводит в качестве критерия оценки структурного состояния, прогнозирования прочностных свойств и долговечности квазихрупкого материала параметр, связанный с отношением энергии АЭ за определенный промежуток времени механических испытаний к суммарной энергии диссипации за этот же период [7]. Этот критерий слабо зависит от временного интервала испытаний, но жестко связан с относительным напряжением разрушения. Несмотря на то, что исследования касались керамических материалов, несомненно, что для металлов хотя бы частично действуют те же механизмы генерации АЭ при механическом статическом нагружении. Основными трудностями в этом подходе являются точное определение энергии диссипации и то, что нагружение следует проводить в неупругой области. Это всегда существенно сказывается на надежности ОК при последующем использовании.

Обобщая исследования в области определения структурно-напряженного состояния металлов методом АЭ, можно сделать следующие выводы:

– метод может определять характерные структурные состояния (например, переход от упругого деформирования к пластическому, состояние предразрушения), соответствующие точкам бифуркации в процессе эволюции напряженного состояния [8];

 при испытаниях в областях напряжений, соответствующих рабочим, т. е. существенно ниже напряжения упругопластического перехода, наиболее полную картину структурно-напряженного состояния дает циклическое нагружение, и чем больше число циклов, тем более объективные результаты получаются [9];

– в условиях производства уровень характеристик потока будет существенно зависеть от уровня шумов, не связанных с АЭ материала, и как следствие, искажать результаты диагностики [10].

#### 2. Постановка задачи

Основные задачи системы оценки безотказной работы для детали сложной формы с неравномерно распределенным напряженным состоянием:

1) поиск потенциально опасных локальных участков;

2) ранжирование обнаруженных потенциально опасных участков по степени развития дефектов на них;

3) оценка срока безотказной эксплуатации на основании полученных сведений об объекте.

Высокой достоверности диагностики можно достичь при наличии информации о дефектности деталей. Поэтому в случае ответственных деталей подвижного состава применена комплексная методика, которая определяет наличие макроскопических дефектов и величину нагрузки на диагностируемый участок, а также степень их активности при приложении нагрузки, превышающей рабочую динамическую на 25 %.

Методика АЭ диагностирования на конкретный срок эксплуатации была предложена в работе [4]. Параметры нагружения, аппаратура и настраиваемые характеристики изложены в работе [11]. Приемные преобразователи были установлены в соответсвии с рис. 1.

Суть методики заключается в том, что исходя из статистических данных, вся деталь разбивается на участки различной степени потенциальной опасности. В нашем случае мы опирались на исследования, приведенные во второй главе, и исходили из двух параметров: доли данного участка, бракуемой по наличию усталостной трещины, и оценки скорости ро-



ста трещины. Боковая рама и надрессорная балка были разбиты на участки, приведенные на рис. 2. Они подразделяются на четыре категории: самым темным цветом (1) обозначены наиболее опасные, для которых критерии оценки самые жесткие, это внутренние углы буксового проема боковой рамы, бурты наклонных плоскостей и средняя часть нижнего пояса надрессорной балки. Остальные по мере убывания опасности окрашены в более светлосерый цвет (2, 3). Основной объем металла цветом не выделен и к нему наименьшие требования.

При контроле деталь подвергается нагрузке, на 20–25 % превышающей динамическую, возникающую в литых деталях в процессе эксплуатации. При этом приемные преобразователи фиксируют сигналы и аналитическим способом диагностическая система определяет координаты источников. Затем из общего массива сигналов выделяются источники в виде локальных участков, в которых сосредоточены акты АЭ с расстоянием между местоположением актов меньше погрешности измерений. Для каждого источника определяется число сигналов  $N_x$  и дополнительные энергетические параметры. Оценка проводится по принципу, заложенному в интегральном методе оценки [12].



Рис. 1. Схема установки приемных преобразователей на боковой раме (*a*) и надрессорной балке (б)





Рис. 2. Участки контроля на боковой раме (a) и надрессорной балке ( $\delta$ )

#### 3. Результаты и обсуждение

При определении критериев оценки использовали исследования образцов и результаты контроля деталей с развивающимися трещинами. Как показали результаты, наиболее надежным параметром может служить суммарная энергия сигналов АЭ из локального источника, а также коэффициент корреляции между сигналами источника. Для диагностирования деталей с целью продления срока эксплуатации использовали среднее значение коэффициента корреляции. Кроме того, при нагружении контролируемых деталей нагрузкой, превышающей на 20–25 % рабочую, необходимо измерять напряжения или нагрузку для определения весового коэффициента для энергии сигналов. Таким образом, добиваемся слабого влияния энергии сигналов АЭ, принятых при малых нагрузках.

Для определения энергетического параметра воспользуемся исследованиями образцов с учетом затухания ультразвуковых волн в материале. Для этого применены данные исследования АЭ при статических испытаниях образцов с трещинами различных размеров. Анализировали данные образца, который не имел внутренних дефектов литья на пути трещины. При обработке результатов нагружения образцов с концентраторами получаем зависимость, приведенную на рис. 3.





Рис. 3. График зависимости суммарной энергии сигналов АЭ с учетом коэффициента нагрузки от площади развития трещины

Такое взвешенное значение суммарной энергии *Е*<sub>Σ*k*</sub> определяется формулой:

$$E_{\Sigma k} = \sum_{i=1}^{n} E_i \cdot \frac{P_i}{P_{\text{max}}},\tag{1}$$

где  $E_i$  – энергия *i*-го сигнала  $P_i$  и  $P_{\text{max}}$  – соответственно нагрузка при приеме *i*-го сигнала и максимальная в испытаниях; n – число сигналов акустической эмиссии в источнике.

А связь такой суммарной энергии  $E_{\Sigma k}$  с площадью развивающейся трещины выражается экспериментально определенной степенной зависимостью:

$$E_{\Sigma k} = 0.03 \cdot S_{\rm rp}^{1.73}.$$
 (2)

Используя формулу (2), можно определить, что при развитии трещины даже на 1 мм<sup>2</sup> возможна регистрация сигнала от источника с амплитудой, превышающей порог срабатывания системы на 15...17 дБ, если чувствительность соответствует той, которая была при исследовании образцов, и расстояние до источника будет аналогичным. Эти значения достижимы и вполне реализуемы, в том числе в деповских условиях, поэтому в дальнейшем будем считать чувствительность аналогичной или приводить ее к этому значению.

Однако штатными методами контроля выявляются плоские дефекты типа трещин площадью не менее 5 мм<sup>2</sup>, к тому же ими невозможно определить развивается дефект или нет. Как показывают результаты внеплановых отцепок вагонов, такой чувствительности для наиболее опасных зон *1* недостаточно, так как в этих зонах трещины могут развиться до разрушения в полноценный межремонтный период, поэтому в зонах *1* энергетический параметр должен быть минимально возможным (рис. 3). В связи с этим для зон *1* энергетический параметр ваметр примем равным 0,1 В<sup>2</sup>. В зонах 2 и *3* значение энергетического параметра будет соответственно 0,3 и 0,5 В<sup>2</sup>. В остальных частях детали энергетический параметр принимаем равным 1, что соответствует площади развивающейся трещины 7,2 мм<sup>2</sup>. Однако это предельное состояние  $E_{min}$ , которое рассчитано на максимальный срок эксплуатации деталей. Если же срок эксплуатации детали будет сокращен, то для энергетического критерия возможно повышение значения.



Для повышения надежности идентификации источника используем корреляционный параметр, который позволяет определять стадию развития источника и минимизировать ложные источники, не связанные с развитием дефекта [13]. Корреляционный критерий применим в привязке к энергии тех сигналов, коэффициент взаимной корреляции для которых будем определять, кроме того, дополнительно следует учитывать и весовой коэффициент нагрузки. Таким образом, корреляционный параметр определим по формуле:

$$Q_{ij} = \sum_{\substack{i=1\\j=2\\j\neq j}} \left\{ \left( \begin{array}{c} \frac{E_i + E_j}{2} \end{array} \right) \cdot \frac{P_j}{P_{max}} \cdot k_{ij} \right\},$$
(3)

где  $Q_{ij}$  – интегральная характеристика корреляции *x*-го источника сигнала акустической эмиссии в *y*-й зоне детали для двух соседних по времени прихода сигналов;  $k_{ij}$  – коэффициент корреляции между сигналами акустической эмиссии *i* и *j*;  $P_j$  – нагрузка во время регистрации сигнала при большей нагрузке из пары.

В процессе ресурсных испытаний интегральные критерии определяются для всех зафиксированных источников АЭ, а о степени поврежденности объекта и, следовательно, о возможности и времени его дальнейшей эксплуатации судят по дефекту, имеющему наибольшие интегральные характеристики (табл. 1).

| Таблица 1 – Категории опасности источников АЭ в зависимости от полученных | значений |
|---|----------|
| интегральных характеристик  |          |

| Е <sub>Σk</sub> , Дж           | $E_{\Sigma k} < E_{\min}$ | $E_{\min} < E_{\Sigma k} < E_{\max}$ | $E_{\Sigma k} > E_{\max}$ |
|--------------------------------|---------------------------|--------------------------------------|---------------------------|
| $Q_{ij} < Q_{\min}$            | Незначительный            | Незначительный                       | Малозначительный          |
| $Q_{\min} < Q_{ij} < Q_{\max}$ | Малозначительный          | Значительный                         | Значительный              |
| $Q_{ij} > Q_{\max}$            | Значительный              | Критический                          | Критический               |

Для повышения надежности этот способ рекомендуется использовать с измерением напряженно-деформированного состояния деталей с помощью тензометрирования, но, как показала дальнейшая практика, он вполне работоспособен и при использовании других подтверждающих наличие дефектов методов НК, например магнитных методов дефектоскопии локальных участков, на которых обнаружен источник.

Для такого подхода к определению срока эксплуатации деталей следует определить не только максимальное недопустимое значение энергетического параметра, но и значение  $E_{\rm max}$  – максимальное пороговое, а также аналогичные значения для корреляционного критерия и смысл качественных определений источников (табл. 1).

С учетом классификации дефектов будем исходить из того, что чем опаснее дефект, тем короче срок эксплуатации объекта. Статистические исследования подтверждают, что трещины малых размеров не всегда являются развивающимися и АЭ контроль при обеспечении должного уровня чувствительности способен адекватно разделить развивающиеся и неразвивающиеся трещины. Кроме того, если активный дефект, зарегистрированный АЭ методом, имеет параметры менее максимальных, значит, он развивается медленнее в силу отсутствия на пути литейных дефектов структуры или пониженном напряженном состоянии в силу, например, большей толщины стенок в конкретной контролируемой детали. Как показывают статистические исследования разрушений деталей в наиболее опасных участках, все они развивались в течение достаточно длительного времени эксплуатации. На рис. 4 пред-



ставлена гистограмма распределения частоты изломов по километражу *w*, который был пройден вагоном с разрушенной деталью от последнего освидетельствования, когда дефекта еще не было. Следует отметить, что нормативный километраж между деповскими ремонтами составляет 160 тыс. км, за исключением дополнительных условий.



Рис. 4. Распределение частоты разрушения боковой рамы по развивающейся трещине во внутреннем углу буксового проема в зависимости от пробега вагона от последней диагностики

Полученные данные показывают, что скрытые дефекты малых размеров развиваются в среднем дольше, чем половина времени межремонтного пробега, при котором осуществляется НК деталей. Из этого следует, что повысив пороговые значения критериев оценки литых деталей до значений, эквивалентных обнаруживаемым магнитными методами, можно снизить срок гарантированной эксплуатации в два раза. При этом количество разрушений может быть снижено минимум на 70 %. Приведенные на рис. 4 распределения показывают, что возможно принципиальное разбиение межремонтного срока эксплуатации при продлении ресурса детали на доли, что в ряде случаев экономически удобно для собственников деталей, при этом вероятность разрушения будет низкой. В нашем случае АЭ диагностирования состояния литых деталей тележек грузовых вагонов разобьем межремонтный пробег вагонов на доли 0,25; 0,5 и 0,75, соответствующие значительным, малозначительным и незначительным источникам сигналов АЭ.

Далее установим пороговые значения критериев оценки  $E_{\min}$ ;  $E_{\max}$ ;  $Q_{\min}$ ;  $Q_{\max}$  на основании тех же экспериментальных данных, которые использовали для предельного энергетического критерия. Дополнительно проведены испытания деталей с различной толщиной опорной поверхности буксового проема, изнашиваемой в процессе эксплуатации. Эти испытания позволили разделить детали по степени напряженно-деформированного состояния и динамике изменения значимых параметров сигналов для различных источников АЭ. В результате исследований были выбраны значения пороговых параметров для всех типов зон контроля (табл. 2).

Способ был опробован на нескольких десятках боковых рам и надрессорных балок грузовых вагонов. Каждую деталь нагружали двумя видами нагрузки: продольное растяжение и трехточечный изгиб для боковых рам и трехточечный изгиб в направлении вверх и вниз для надрессорных балок. При диагностировании деталей о их состоянии судили по источнику с наибольшим определенным значением энергетического критерия.

| Габлица 2 – Критерии оценки состояния боковых рам и надрессорных балок дл | я дискретного |
|---|---------------|
| способа оценки устанавливаемого продленного пробега                       |               |

| Зона | $E_{\min},$ Дж | $E_{\max}$ , Дж | $Q_{\min}$ , Дж | $Q_{ m max,}$ Дж |
|------|----------------|-----------------|-----------------|------------------|
| 1    | 0,01           | 0,03            | 0,01            | 0,02             |
| 2    | 0,03           | 0,1             | 0,02            | 0,04             |
| 3    | 0,05           | 0,15            | 0,03            | 0,06             |
| 4    | 0,1            | 0,3             | 0,05            | 0,1              |

При испытаниях такого способа продления ресурса деталей использовали детали с различными дефектными состояниями. Были отобраны детали четырех категорий:

1) имеющие трещины различной длины и происхождения (например усталостные, горячие);

2) имеющие литейные объемные дефекты (раковины, выходящие на поверхность, пористости, неслитины, утяжины);

3) имеющие износы в ответственных узлах, увеличивающие напряжения на этих участках;

4) бездефектные детали (в которых визуальным и магнитными методами дефекты не были обнаружены).

В табл. 3 приведены обобщенные результаты диагностирования некоторых литых деталей, общее количество которых 50. В табл. 4 и 5 данные соответственно боковых рам и надрессорных балок, в которых присутствуют значимые локализованные источники, имеющие более одного сигнала из области нахождения дефекта.

Таблица 3 – Общие результаты представленных к диагностированию литых деталей тележки грузовых вагонов

|         | Боковь     | Надрессорные балки |            |              |
|---------|------------|--------------------|------------|--------------|
| Группы  |            | Идентифици-        |            | Идентифици-  |
| деталей | Всего, шт. | рованные дефек-    | Всего, шт. | рованные де- |
|         |            | ты, шт.            |            | фекты, шт.   |
| a       | 8          | 7                  | 3          | 3            |
| б       | 5          | 3                  | 2          | 0            |
| в       | 16         | 2                  | 3          | 1            |
| г       | 11         | 0                  | 12         | 2            |

Как видно из общих данных, почти все трещины были активными источниками. Только одна трещина не являлась развивающейся и не излучала АЭ. Дальнейшее ее исследование с вырезкой и доломом образца, содержащего эту трещину, показало, что она была горячей и не развивалась вообще. В остальных случаях ( $\delta$ ,  $\epsilon$  и  $\epsilon$ ) только некоторые детали имели активные источники АЭ, которые можно было классифицировать по данной методике. Из годных по результатам других методов контроля деталей только одна надрессорная балка была забракована.

После испытаний детали, допущенные к дальнейшей эксплуатации, были использованы в течение назначенного по результатам прогнозирования срока в замкнутом маршруте.

После опытной эксплуатации была проведена дополнительная АЭ диагностика, которая показала, что незначительные и малозначительные источники в дальнейшем не были проявлены в результатах АЭ и детали были вновь отданы в эксплуатацию.

У боковой рамы № 846, имеющей единственный значительный дефект (панель локализации источника системой АЭ представлена на рис. 5), при повторной диагностике источник вновь излучал сигналы АЭ и деталь была выведена из дальнейшей эксплуатации.



|             |                              |       | -                           |                                |                |  |
|-------------|------------------------------|-------|-----------------------------|--------------------------------|----------------|--|
| №<br>детали | Участок<br>детали            | $N_x$ | <i>Е</i> <sub>Σk</sub> , Дж | <i>Q</i> <sub>ij</sub> ,<br>Дж | Вид<br>дефекта | Назначенный<br>ресурс от мак-<br>симального, % |
| 25425       | Бок. плоскость техн. окна    | 10    | 1,674                       | 0,714                          | Критический    | 0  |
| 2670        | Верхн. угол техн.<br>окна    | 5     | 0,583                       | 0,014                          | Незначительный | 75   |
| 16422       | Нижний угол<br>техн. окна    | 4     | 2,913                       | 0,761                          | Критический    | 0  |
| 62997       | Внутр. угол букс.<br>проема  | 8     | 0,899                       | 0,379                          | _ " _          | 0  |
| 15534       | Верхн. угол техн.<br>окна    | 5     | 1,799                       | 0,745                          | _ " _          | 0  |
| 21347       | Верхн. плоск.<br>техн. окна  | 2     | 0,430                       | 0,012                          | Незначительный | 75   |
| 15885       | Боковая плоск.<br>техн. окна | 8     | 0,697                       | 0,299                          | Критический    | 0  |
| 62884       | Внутр. угол букс.<br>проема  | 4     | 0,006                       | 0,004                          | Незначительный | 75   |
| 10088       | Наружн. угол<br>букс. проема | 5     | 0,779                       | 0,278                          | Критический    | 0  |
| 12979       | Внутр. угол букс.<br>проема  | 2     | 0,001                       | 0,001                          | Незначительный | 75   |
| 846         | Внутр. угол букс.<br>проема  | 6     | 0,050                       | 0,014                          | _ " _          | 75   |

# Таблица 4 – Результаты ресурсных АЭ испытаний боковых рам с локализованными активными источниками

Таблица 5 – Результаты ресурсных АЭ испытаний надрессорных балок с локализованными активными источниками

| №<br>детали | Участок<br>детали                      | $N_x$ | <i>Е</i> <sub>Σk</sub> , Дж | <i>Q<sub>ij</sub></i> Дж | Вид<br>дефекта        | Назначенный ресурс от мак-<br>симального, % |
|-------------|--|-------|-----------------------------|--------------------------|-----------------------|---|
| 58634       | Наклонная плос-<br>кость               | 3     | 2,61                        | 0,004                    | Малозначи-<br>тельный | 75  |
| 45452       | _ " _                                  | 34    | 1,84                        | 0,09                     | Критиче-<br>ский      | 75  |
| 6303        | _ " _                                  | 5     | 0,13                        | 0,008                    | Малозначи-<br>тельный | 75  |
| 7139        | Опорная<br>поверхность под-<br>пятника | 8     | 0,081                       | 0,011                    | Незначи-<br>тельный   | 100   |
| 9942        | Нижний пояс                            | 12    | 0,026                       | 0,012                    | Значитель-<br>ный     | 25  |
| 49452       | Наклонная плос-<br>кость               | 6     | 0,064                       | 0,017                    | Незначи-<br>тельный   | 100   |

**Bobrov A. L.** / Using the AE method to increase the lifetime of complex-shaped steel parts.

http://dream-journal.org





Рис. 5. Локализация дефекта во внутреннем углу буксового проема боковой рамы № 846

В целом можно отметить, что грань между малозначительными и значительными источниками наиболее тонкая и дальнейшее применение этого критерия для литых деталей показало, что детали со значительными дефектами, определенными по данной методике, встречаются реже всего. Также последующий набор результатов диагностирования литых деталей показывает, что надрессорные балки имеют активные источники примерно в два раза чаще, чем боковые рамы.

#### Выводы

Объекты сложной формы и сложного напряженного состояния обладают неравномерным напряженным состоянием в ходе эксплуатации, что позволяет расчетными и экспериментальными методами выделить наиболее потенциально опасные участки и выстраивать систему эффективного контроля. Примененные статистические методы практически позволили определить интервалы периодичности эксплуатационного контроля и определить эффективность контроля.

Разработана методика АЭ контроля с определением интегральных критериев оценки источников АЭ и определения параметров ресурса литых деталей сложной формы.

Такой подход удачно сочетается с моделью технологической диагностики в межремонтные периоды боковых рам и надрессорных балок на стационарных вагоноремонтных предприятиях.



Методика позволяет ее использовать как самостоятельно, так и совместно с другими применяемыми методиками НК для оценки состояния боковых рам и надрессорных балок тележек грузовых вагонов в условиях вагоноремонтных предприятий.

### Литература

1. Смирнов А. Н., Герике Б. Л., Муравьев В. В. Диагностирование технических устройств опасных производственных объектов. – Новосибирск : Наука, 2003. – 244 с.

2. Коллакот Р. Диагностика повреждений. – М. : Мир, 1989. – 516 с.

3. Иванов В. И. Оценка дополнительного времени эксплуатации объектов с применением акустико-эмиссионного контроля // Дефектоскопия. – 1982. – № 11. – С. 60–64.

4. Способ прогнозирования остаточного ресурса металлических изделий : пат. 2361199 Россйская Федерация / Бобров А. Л. ; опубл. 10.07.2009, Бюл. № 19. – 11 с.

5. Способ прогнозирования остаточного ресурса металлических изделий и устройство для его осуществления: пат. 2448343 Российская Федерация / Бобров А. Л., Степанова Л. Н., Кабанов С. И., Лебедев Е. Ю. ; опубл. 20.04.2012, Бюл. № 11. – 13 с.

6. Абрамов О. В., Градов О. М. Идентификация некоторых процессов эволюции дефектной структуры материала с источниками спонтанных акустических сигналов // Контроль. Диагностика. – 2000. – № 6. – С. 15–21.

7. Способ прогноза остаточного ресурса стальных металлоконструкций: пат. 2193772 Рос. Федерация / Берман А. В., Берман Д. В., Артеменко А. И., Шахмейстер Ю. Л., Воронцова И. А., Берман О. А., Штейнцайг Р. М., Хаспеков П. Р. – № 2001105893/28 ; заявл. 05.03.01 ; опубл. 27.11.02, Бюл. № 34. – 8 с.

8. Robsman V. A. Nonlinear transformation of acoustic emission probability distributions with the evolution of the defect ensemble in a solid // Acoustical Physics. – 1996. – Vol. 42, no. 6. – P. 749–754.

9. Исследования основных параметров сигналов акустической эмиссии при статических и циклических испытаниях образцов из стали 20ГЛ / Л. Н. Степанова, А. Л. Бобров, К. В. Канифадин, В. В. Чернова // Деформация и разрушение. – 2014. – № 6. – С. 41–47.

10. Недосека А. Я., Недосека С. А. Акустическая эмиссия и ресурс конструкций // Техническая диагностика и неразрушающий контроль. – 2008. – № 2. – С. 5–19.

11. Акустико-эмиссионный контроль боковой рамы тележки грузового вагона / С. А. Грассман, А. А. Больчанов, Л. Н. Степанова, С.А. Бехер, А.Л. Бобров, С.И. Кабанов // Железнодорожный транспорт. – 2011. – № 12. – С. 45–47.

12. Acoustic emission testing of solebars with boxlike cross section / L. N. Stepanova, S. A. Grassmann, A. L. Bobrov, S. A. Bekher, A. A. Bolchanov // Russian Journal of Nondestructive testing. – 2011. – Vol. 47, iss. 3. – P. 158–163. – DOI: 10.1134/S1061830911030090.

13. ПБ 03-593-03 Правила организации и проведения акустико-эмиссионного контроля сосудов, аппаратов, котлов и технологических трубопроводов. – М. : ГУП «Научно-технический центр по безопасности и промышленности Госгортехнадзор России», 2003. – 56 с.

14. Bobrov A. L. Analysys of Variations of the Dynamic Characteristics of Acoustic Emission Sources under Static Loading of Metal Speciemens // Russian Journal of Nondestructive Testing. – 2009. – Vol. 45, iss. 5. – P. 304–309. – DOI: 10.1134/S1061830909050027.



#### COMPLEX STATIONARY CONVECTION WITH THIRD-KIND BOUNDARY CONDITIONS AT THE BOUNDARIES OF A FLUID LAYER

#### A. V. Gorshkov\*, E. Y. Prosviryakov

Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 34 Komsomolskaya st., Ekaterinburg, Russian Federation

\*Corresponding author. E-mail: alex55gor@mail.ru; address for correspondence: 34 Komsomolskaya st., Ekaterinburg, Russian Federation. Tel.: +7 (343) 375–35–92; fax: 374–53–30

In this paper presents analytical solutions of the Oberbeck-Boussinesq system describing layered Benard-Marangoni convection flows in an incompressible viscous fluid. On the free surface a third-kind boundary condition is used, namely Newton's heat transfer law.

Keywords: Benard-Marangoni convection, analytical solution, third-kind boundary conditions.

**DOI:** 10.17804/2410-9908.2016.2.034-047

#### References

1. Thomson J. On certain curious motions observable on the surfaces of wine and other alcoholic liquours. *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science*, vol. X, fourth series. London, Taylor and Francis, Red Lion Court, Fleet Street, 1855, pp. 330–333.

2. Bénard H. Les Tourbillons cellulaires dans une nappe liquide propageant de la chaleur par convection, en régime permanent. Paris, Gauthier-Villars, 1901.

3. B'enard H. Etude exp'erimentale des courants de convection dans une nappe liquide. R'egime permanent: tourbillons cellulaires. *J. Phys. Theor. Appl.*, 1900, vol. 9, no. 1, pp. 513–524.

4. Getling A.V. Formation of the spatial structures of Rayleigh-Benard convection. *Uspekhi Fizicheskikh Nauk*, 1991, vol. 161, no. 9, pp. 1–80. (In Russian).

5. Landa P.S. *Avtokolebaniya v raspredelennykh sistemakh* [Self-Excited Vibrations in Distribution Systems]. M., Knizhnyi Dom Publ., 2010, pp. 320. (In Russian).

6. Marangoni C. Sull espansione delle goccie di un liquido galleggiante sulla superficie di altro liquid. *Pavia: Tipografia dei fratelli Fusi*, 1865.

7. Birikh R.V. Thermocappillary convection on a horizontal fluid layer. J. Appl. Mech. Technol. Phys., 1966, vol. 7, iss. 3, pp. 43–44. DOI: 10.1007/BF00914697.7.

8. Ostroumov G.A. *Svobodnaya konvektsiya v usloviyakh vnutrenney zadachi* [Free Convection under Interior Problem Conditions]. M.; L., Gostekhteoretizdat Publ., 1952, 256 p. (In Russian).

9. Gershuni G.Z., Zhukhovitsky E.M. *Konvektivnaya ustoichivost neszhimaemoy zhidkosti* [Convective Stability of Incompressible Fluid]. M., Nauka Publ., 1972. (In Russian).

10. Napolitano L.G. Plane Marangoni-Poiseuille flow of two immissible fluids. *Acta Astronautica*, 1980, vol. 7, iss. 4–5, pp. 461–478. DOI: 10.1016/0094-5765(80)90036-3.

11. Sidorov A.F. On one class of solutions to equations of gas dynamics and natural convection. In: *Chislennye i analiticheskie metody resheniya zadach sploshnoi sredy* [Numerical and Analytical Methods of Solving Continuum Problems]. Sverdlovsk, UNTs AN SSSR Publ., 1981, pp. 101–117. (In Russian).

12. Sidorov A.F. Two classes of solution of the fluid and gas mechanics equatins and their connection to traveling wave theory. *Journal of Applied Mechanics and Technical Physics*, 1989, vol. 30, iss. 2, pp. 197–203. DOI: 10.1007/BF00852164.



13. Kirdyashkin A.G. *Teplovye gravitatsionnye techeniya i teploobmen v astenosfere* [Heat and Gravitational Flows and Heat Exchange in the Asthenosphere]. Novosibirsk, Nauka, SO RAN Publ., 1989, 81 p. (In Russian).

14. Goncharova O., Kabov O. Gas flow and thermocapillary effects of fluid flow dynamics in a horizontal layer. *Microgravity Sci. Technol.*, 2009, vol. 21, iss. 1 suppl., pp. 129–137. DOI: 10.1007/s12217-009-9108-x.

15. Andreev V.K. *Resheniya Birikha uravneniy konvektsii i nekotorye ego obobshcheniya* [Birikh Solutions to Convection Equations and Some of its Extensions]. Krasnoyarsk, IBM SO RAN Publ., 2010, 68 p. (In Russian).

16. Ingel L.Kh., Kalashnik Maksim V. Nontrivial features in the hydrodynamics of seawater and other stratified solutions. *Physics-Uspekhi*, vol. 55, no. 4, pp. 356–381. DOI: 10.3367/UFNe.0182.201204b.0379.

17. Aristov S.N. Shvarts K.G. *Vikhrevye techeniya v tonkikh sloyakh zhidkosti* [Vortex Flows in Thin Fluid Layers]. Kirov, VyatGU Publ., 2011, 207 p. (In Russian).

18. Aristov S.N., Prosviryakov E.Yu. On layered flows of plane free convection. *Nelineynaya dinamika*, 2013, vol. 9, no. 4, pp. 651–657. (In Russian).

19. Shvarts K.G. Plane-parallel advective flow in a horizontal layer of incompressible fluid with solid boundaries. *Izvestiya RAN. MZhG*, 2014, no. 4, pp. 26–30. (In Russian).

20. Yudovich V.I. On the challenges and prospects of advanced mathematical hydrodynamics. *Uspekhi mekhaniki*, 2002, vol. 1, no. 1, pp. 61–102. (In Russian).

21. Aristov S.N., Shvarts K.G. *Vikhrevye techeniya advektivnoy prirody vo vrashchayushchemsya sloe zhidkosti* [Vortex Flows of Advective Nature in a Rotating Fluid Layer]. Perm, Izd-vo PGU Publ., 2006, 154 p. (In Russian).

22. Aristov S.N., Shvarts K.G. Advective flow in a rotating liquid film. *Journal of Applied Mechanics and Technical Physics*, 2016, vol. 57, no. 1, pp. 188–194. DOI: 10.1134/S0021894416010211.

23. Andreev V.K., Bekezhanova V.B. Stability of non-isothermal fluids (Review). *Journal of Applied Mechanics and Technical Physics*, 2013, vol. 54, iss. 2, pp. 171–184. DOI: 10.1134/S0021894413020016.

24. Pukhnachev V.V. Non-stationary analogs of the Birikha solution. *Izvestiya Altaiskogo gos. Universiteta*, 2011, no. 1–2, pp. 62–69. (In Russian).

25. Nikitin N.V., Nikitin S.A., Polezhaev V.I. Convective instabilities in the hydrodynamic model of crystal growth by the Chokhralsky method. *Uspekhi Mekhaniki*, 2003, vol. 2, no. 4, pp. 63–105. (In Russian).

26. Aristov S.N., Zimin V.D. Advektivnye volny vo vrashchayushchemsya sharovom sloe [Adequate Waves in a Rotating Spherical Layer]. IMMS, UNTs, AN SSSR Publ., Sverdlovsk, 1986, 50 p. (In Russian).

27. Aristov S.N., Frik P.G. *Dinamika krupnomasshtabnykh techeniy v tonkikh sloyakh zhidkosti* [Dynamics of Large-Scale Flows in Thin Fluid Layers]. IMMS, UNTs, AN SSSR Publ., Sverdlovsk, 1987, 48 p. (In Russian).

28. Aristov S.N., Shvarts K.G. Convective heat exchange in a plane layer of incompressible fluid under localized heating. *Izvestiya RAN. MZhG*, 2013, no. 3, pp. 53–58. (In Russian).

29. Aristov S.N., Prosviryakov E.Yu. On one class of analytical solutions to stationary axisymmetric Benard-Marangoni convection of viscous incompressible fluid. *Vestnik Sam. gos. Un-ta. Ser. fiz.-mat. nauki*, 2013, no. 3 (32), pp. 110–118. (In Russian).

30. Aristov S.N., Knyazev D.V. Localized convective flows in a layer of nonuniformly heated fluid. *Izvestiya RAN. MZhG*, 2014, no. 5, pp. 5. (In Russian).

31. Aristov S.N., Frik P.G. Large-scale turbulency in a thin layer of nonisothermal rotating fluid. *Izvestiya RAN SSSR. MZhG*, 1988, no. 4, pp. 48–55. (In Russian).



32. Landau L.D. *Teoreticheskaya fizika*. *T. 6. Gidrodinamika* [Theoretical Physics. Vol. 6. Hydrodynamics]. M., Nauka Publ., 2006, 736 p. (In Russian).

33. Lin C.C. Note on a class of exact solutions in magneto-hydrodynamics. *Arch. Rational Mech. Anal.*, 1958, vol. 1, pp. 391–395.

34. Aristov S.N., Knyazev D.V., Polyanin A.D. Exact solutions to Navier-Stokes equations with the linear dependence of the velocity components on two spatial variables. *Teoreticheskie osnovy khim. tekhnologii*, 2009, vol. 43, no. 5, pp. 547–566. (In Russian).

35. Gantmakher F.R. *Teoriya matrits* [Theory of Matrices]. M., Nauka Publ., 1967, 576 p. (In Russian).


Подана в журнал: 30.03.2016 УДК 539 DOI: 10.17804/2410-9908.2016.2.034-047

## СТАЦИОНАРНАЯ СЛОЖНАЯ КОНВЕКЦИЯ ПРИ ГРАНИЧНЫХ УСЛОВИЯХ III РОДА НА ГРАНИЦАХ СЛОЯ ЖИДКОСТИ

А. В. Горшков\*, Е. Ю. Просвиряков

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук, ул. Комсомольская, 34, Екатеринбург, Российская Федерация

\*Ответственный автор. Электронная почта: alex55gor@mail.ru; адрес для переписки: ул. Комсомольская, 34, Екатеринбург, Российская Федерация. Телефон: +7 (343) 375–35–92; факс: 374–53–30

В работе получены аналитические решения системы Обербека – Буссинеска, описывающие слоистые течения конвекции Бенара – Марангони в несжимаемой вязкой жидкости. На границах слоя жидкости используется граничное условие третьего рода – закон теплопередачи по Ньютону.

Ключевые слова: конвекция Бенара – Марангони, аналитическое решение, граничные условия III рода.

### 1. Введение

Изучение конвективных течений вязкой несжимаемой жидкости является одной из наиболее распространенных задач в самых разных теоретических и прикладных научных дисциплинах. В последние десятилетия интерес к исследованию решений, описывающих естественную конвекцию, непрерывно возрастает. Это связано с тем, что конвекция является первым примером самоорганизации динамических систем, наблюдаемых экспериментально [1]. Первая именная структура самоорганизации также относится к конвекции – ячейки Бенара, представляющие собой шестиугольные призмы с подъемом жидкости в центре [2–4].

Уже в первых гидродинамических опытах [2–4] Бенаром было высказано предположение о том, что важную роль в возникновении конвекции играет не только сила тяжести, а термокапиллярный эффект Марангони [5]. Отметим, что исследование эффекта Марангони вносит ясность не только в термокапиллярную конвекцию, но и в концентрационную конвекцию и биоконвекцию [6].

При моделировании указанных выше процессов движения жидкости очень важно иметь определенный запас точных решений, потому что полное интегрирование уравнений Навье – Стокса в приближении Бусснеска (система Обербека – Буссинеска) является до сих пор открытой проблемой. Первое точное решение, описывающее термокапиллярные движения вязкой несжимаемой жидкости, было предложено Бирихом [7]. Пионерским точным конвективным решением является течение Остроумова, обладающее вращательной симметрией [8]. Наиболее полный список точных конвективных движений можно изучить по работам [9–31] и библиографическим спискам к ним.

В работе предложено новое точное решение, описывающее стационарную термокапиллярную конвекцию при реализации на границах слоя жидкости теплообмена по закону Ньютона – Рихмана [9]. Исследование таких движений вязкой несжимаемой жидкости чрезвычайно важно для практических задач. Даже при проведении лабораторных экспериментальных исследований всегда трудно достичь теплоизолированной границы для замкнутых сосудов, а для термокапиллярных течений, наверное, невозможно.



Характерной особенностью полученного нового точного решения является одномерность скоростей по координатам, а поля температуры и давления трехмерны по координатам. Выбранные условия соответствуют теоретическим экспериментальным исследованиям по гидродинамике [9–31]. При устойчивом движении неизотермической жидкости одномерность скоростей практически достигается в прямоугольном слое, что не наблюдается для температуры и давления даже в самых простых случаях [9].

### 2. Постановка задачи

Общая система, описывающая стационарную конвекцию в несжимаемой жидкости, в приближении Обербека – Буссинеска имеет вид [9, 32]:

$$V_{x} \frac{\partial V_{x}}{\partial x} + V_{y} \frac{\partial V_{x}}{\partial y} + V_{z} \frac{\partial V_{x}}{\partial z} = -\frac{\partial P}{\partial x} + v \Delta V_{x};$$

$$V_{x} \frac{\partial V_{y}}{\partial x} + V_{y} \frac{\partial V_{y}}{\partial y} + V_{z} \frac{\partial V_{y}}{\partial z} = -\frac{\partial P}{\partial y} + v \Delta V_{y};$$

$$V_{x} \frac{\partial V_{z}}{\partial x} + V_{y} \frac{\partial V_{z}}{\partial y} + V_{z} \frac{\partial V_{z}}{\partial z} = -\frac{\partial P}{\partial z} + v \Delta V_{z} + g \beta T;$$

$$V_{x} \frac{\partial T}{\partial x} + V_{y} \frac{\partial T}{\partial y} + V_{z} \frac{\partial T}{\partial z} = \chi \Delta T;$$

$$\frac{\partial V_{x}}{\partial x} + \frac{\partial V_{y}}{\partial y} + \frac{\partial V_{z}}{\partial z} = 0.$$
(1)

В системе (1) используются стандартные обозначения:  $\chi$  – коэффициент температуропроводности; v – коэффициент кинематической вязкости жидкости;  $\beta$  – коэффициент объемного расширения жидкости; g – ускорение свободного падения;  $V_x$ ,  $V_y$ ,  $V_z$  – компоненты вектора скорости жидкости.

Решения уравнений Обербека – Буссинеска вычислим для граничных условий, соответствующих конвективному движению Бенара – Марангони и теплообмену, определяемому условием Ньютона – Рихмана. В силу того, что рассматривается вязкая жидкость, то на нижней (недеформируемой) поверхности для скорости выполняются условия прилипания

$$V_x(x, y, 0) = 0; \quad V_y(x, y, 0) = 0; \quad V_z(x, y, 0) = 0.$$
 (2)

На свободной поверхности, определяемой уравнением z = h, заданы условия термокапиллярной конвекции [9]:

$$\eta \frac{dU}{dn}\Big|_{z=h} = \sigma T(x, y, h), \qquad (3)$$

где  $\sigma < 0$  – температурный коэффициент поверхностного натяжения;  $\eta$  – динамическая вязкость жидкости. Граничные условия (3) записаны в предположении о неформируемости свободной поверхности при движении жидкости и линейной зависимости поверхностного натяжения от температуры [6, 7]:  $\alpha(T) = \alpha_0 + \sigma T$ .



На верхней границе z = h и на нижней поверхности z = 0 заданы условия теплопередачи по закону Ньютона – Рихмана [7, 9, 29]:

$$\lambda \frac{\partial T}{\partial n} \bigg|_{z=h} = \alpha_1 (T_{C1}(x, y) - T(x, y, h)),$$

$$\lambda \frac{\partial T}{\partial n} \bigg|_{z=0} = \alpha_2 (T_{C2}(x, y) - T(x, y, 0)),$$
(4)

где  $T_{C1}(x, y) = A_1 x + B_1 y$  – температура внешней среды;  $T_{C2}(x, y) = A_2 x + B_2 y$  – температура нижней поверхности;  $A_1$ ,  $B_1$ ,  $A_2$  и  $B_2$  – компоненты градиента температуры для свободной и недеформируемой границ соответственно;  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$  – коэффициенты теплопередачи.

Нормированное давление к плотности жидкости на внешней, свободной, поверхности имеет вид:

$$P(x, y, h) = S = \frac{s}{\rho_0},$$

где *s* – атмосферное давление;  $\rho_0$  – плотность жидкости.

### 3. Результаты и обсуждение

### 3.1 Анализ разрешимости системы Обербека – Буссинеска для слоистой конвекции

Далее рассмотрим слоистую конвекцию. Для реализации слоистых течений должно выполняться условие  $V_z = 0$  [13–15, 18, 19]. Отметим, что в отличие от пионерской работы [7] здесь рассматривается не однонаправленный поток. Ниже будет показано, что при определенных условиях рассматриваемую краевую задачу нельзя свести к одномерной. При тождественном нулевом значении компоненты скорости  $V_z$  система уравнений (1) становится переопределенной. Таким образом, для описания сложной конвекции структура класс решения должна быть такой, чтобы появилось одно «лишнее» уравнение, гарантирующее разрешимость задачи. Стационарное решение ищем в виде [11, 12, 18, 19, 33, 34]:

$$V_{x} = U(z), V_{y} = V(z),$$

$$T(x, y, z) = T_{0}(z) + xT_{1}(z) + yT_{2}(z),$$

$$P(x, y, z) = P_{0}(z) + xP_{1}(z) + yP_{2}(z).$$
(5)

Отметим, что плоскопараллельное движение переопределенной системы Обербека – Буссинеска в рамках класса (5) впервые было приведено в статье [18], где описаны аналитические выражения для различных типов граничных условий, которые используются при математическом моделировании адвективных потоков.



Подставив выражения (5) для гидродинамических полей в уравнения (1), получим следующую систему обыкновенных дифференциальных уравнений, определяющую вид неизвестных функций (5), которые зависят от вертикальной координаты z:

$$\frac{d^{2}T_{1}}{dz^{2}} = 0, \quad \frac{d^{2}T_{2}}{dz^{2}} = 0;$$

$$\frac{dP_{1}}{dz} = g\beta T_{1}, \quad \frac{dP_{2}}{dz} = g\beta T_{2};$$

$$v\frac{d^{2}U}{dz^{2}} = P_{1}, \quad v\frac{d^{2}V}{dz^{2}} = P_{2};$$

$$\frac{d^{2}T_{0}}{dz^{2}} = \frac{1}{\chi} (UT_{1} + VT_{2}), \quad \frac{dP_{0}}{dz} = g\beta T_{0}.$$
(6)

Уравнения в системе (6) выписаны в том порядке, в котором будет осуществляться интегрирование. Краевые условия (2) – (4) в силу структуры выражений (5) записываются следующим образом:

$$U(0) = 0; \quad V(0) = 0;$$

$$\eta \frac{dU}{dz}\Big|_{z=h} = \sigma T_1(h); \quad \eta \frac{dV}{dz}\Big|_{z=h} = \sigma T_2(h) \quad (7)$$

$$P_1(h) = 0; P_2(h) = 0; P_0(h) = S/\rho_0;$$

$$\frac{\partial T_1}{\partial z}\Big|_{z=0} = -\mathcal{G}_1\Big(A_1 - T_1(0)\Big); \ \frac{\partial T_2}{\partial z}\Big|_{z=0} = \mathcal{G}_2\Big(B_1 - T_2(0)\Big);$$
(8)

$$\frac{\partial T_1}{\partial z}\Big|_{z=h} = \mathcal{P}_2\Big(A_2 - T_1(h)\Big); \ \frac{\partial T_2}{\partial z}\Big|_{z=h} = \mathcal{P}_2\Big(B_2 - T_2(h)\Big); \ T_0(x, y, h) = 0; \ T_0(x, y, 0) = 0,$$

где  $\mathcal{G}_1 = \alpha_1/\lambda$ ,  $\mathcal{G}_2 = \alpha_2/\lambda$ .

Очевидно, что уравнение неразрывности, входящее в систему (1), при данном выборе представления решения выполняется тождественно.

### 3.2 Вычисление точного решения краевой задачи (6)–(8)

Решение для первых двух уравнений (6), определяющих функции  $T_1$  и  $T_2$ , записывается в виде линейных функций:

$$T_1 = a_1 z + b_1, T_2 = a_2 z + b_2.$$

В результате вычислений получим коэффициенты решения, удовлетворяющие краевым условиям (8):

$$\begin{aligned} \mathbf{a}_{1} &= \frac{(\mathbf{A}_{2} - \mathbf{A}_{1})\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}}{\mathcal{G}_{1} + \mathcal{G}_{2} + \mathbf{h}\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}}; \quad \mathbf{b}_{1} &= \frac{\mathbf{A}_{1}\mathcal{G}_{1} + \mathbf{A}_{2}\mathcal{G}_{2} + \mathbf{A}_{1}\mathbf{h}\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}}{\mathcal{G}_{1} + \mathcal{G}_{2} + \mathbf{h}\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}}; \\ \mathbf{a}_{2} &= \frac{(\mathbf{B}_{2} - \mathbf{B}_{1})\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}}{\mathcal{G}_{1} + \mathcal{G}_{2} + \mathbf{h}\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}}; \quad \mathbf{b}_{2} &= \frac{\mathbf{B}_{1}\mathcal{G}_{1} + \mathbf{B}_{2}\mathcal{G}_{2} + \mathbf{B}_{1}\mathbf{h}\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}}{\mathcal{G}_{1} + \mathcal{G}_{2} + \mathbf{h}\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}} \;. \end{aligned}$$

Gorshkov A. V. et al. / Complex stationary convection with third-kind boundary conditions at the boundaries of a fluid layer.

http://dream-journal.org



Таким образом, компоненты градиента температуры распределены по следующему закону:

$$T_{1} = \frac{\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}(A_{2} - A_{1})}{\mathcal{G}_{1} + \mathcal{G}_{2} + h\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}} z + \frac{A_{1}\mathcal{G}_{1} + A_{2}\mathcal{G}_{2} + hA_{1}\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}}{\mathcal{G}_{1} + \mathcal{G}_{2} + h\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}} ; T_{2} = \frac{\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}(B_{2} - B_{1})}{\mathcal{G}_{1} + \mathcal{G}_{2} + h\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}} z + \frac{B_{1}\mathcal{G}_{1} + B_{2}\mathcal{G}_{2} + hB_{1}\mathcal{G}_{2}}{\mathcal{G}_{1} + \mathcal{G}_{2} + h\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}} ; T_{2} = \frac{\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}(B_{2} - B_{1})}{\mathcal{G}_{1} + \mathcal{G}_{2} + h\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}} z + \frac{B_{1}\mathcal{G}_{1} + B_{2}\mathcal{G}_{2} + hB_{1}\mathcal{G}_{2}}{\mathcal{G}_{1} + \mathcal{G}_{2} + h\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}} ; T_{2} = \frac{\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}(B_{2} - B_{1})}{\mathcal{G}_{1} + \mathcal{G}_{2} + h\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}} z + \frac{B_{1}\mathcal{G}_{1} + B_{2}\mathcal{G}_{2} + hB_{1}\mathcal{G}_{2}}{\mathcal{G}_{1} + \mathcal{G}_{2} + h\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}} ; T_{2} = \frac{\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}(B_{2} - B_{1})}{\mathcal{G}_{1} + \mathcal{G}_{2} + h\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}} z + \frac{B_{1}\mathcal{G}_{1} + B_{2}\mathcal{G}_{2} + hB_{1}\mathcal{G}_{2}}{\mathcal{G}_{1} + \mathcal{G}_{2} + h\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}} ; T_{2} = \frac{\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}(B_{2} - B_{1})}{\mathcal{G}_{1} + \mathcal{G}_{2} + h\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}} z + \frac{B_{1}\mathcal{G}_{1} + B_{2}\mathcal{G}_{2} + hB_{1}\mathcal{G}_{2}}{\mathcal{G}_{1} + \mathcal{G}_{2} + h\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}} ; T_{2} = \frac{\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}(B_{2} - B_{1})}{\mathcal{G}_{1} + \mathcal{G}_{2} + h\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}} z + \frac{B_{1}\mathcal{G}_{2} + B_{2}\mathcal{G}_{2} + h\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}}{\mathcal{G}_{1} + \mathcal{G}_{2} + h\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}} ; T_{2} = \frac{\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}(B_{2} - B_{1})}{\mathcal{G}_{1} + \mathcal{G}_{2} + h\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}} z + \frac{B_{1}\mathcal{G}_{2} + B_{2}\mathcal{G}_{2} + h\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}}{\mathcal{G}_{2} + h\mathcal{G}_{2} + h\mathcal$$

Компоненты градиента приведенного давления имеют параболический профиль:

$$P_{1} = \frac{\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}(A_{2} - A_{1})}{\mathcal{G}_{1} + \mathcal{G}_{2} + h\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}} \frac{(z^{2} - h^{2})}{2} + \frac{A_{1}\mathcal{G}_{1} + A_{2}\mathcal{G}_{2} + hA_{1}\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}}{\mathcal{G}_{1} + \mathcal{G}_{2} + h\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}}(z - h);$$

$$P_{2} = \frac{\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}(B_{2} - B_{1})}{\mathcal{G}_{1} + \mathcal{G}_{2} + h\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}} \frac{(z^{2} - h^{2})}{2} + \frac{B_{1}\mathcal{G}_{1} + B_{2}\mathcal{G}_{2} + hB_{1}\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}}{\mathcal{G}_{1} + \mathcal{G}_{2} + h\mathcal{G}_{1}\mathcal{G}_{2}}(z - h).$$

Скорость при конвективном движении жидкости определяется многочленами, в общем случае имеющими четвертую степень:

$$\begin{split} U(z) &= \frac{(A_2 - A_1)g_1g_2z^4g\beta}{24(g_1 + g_2 + hg_1g_2)v} + \frac{z^3g\beta(A_1g_1 + A_2g_2 + A_1hg_1g_2)}{6(g_1 + g_2 + hg_1g_2)v} - \\ &- z^2hg\beta\frac{(A_2 - A_1)hg_1g_2 + 2(A_1g_1 + A_2g_2 + A_1hg_1g_2)v}{4(g_1 + g_2 + hg_1g_2)v} + \\ &+ z\bigg[h^2g\beta\frac{2(A_2 - A_1)hg_1g_2 + 3(A_1g_1 + A_2g_2 + A_1hg_1g_2)}{6(g_1 + g_2 + hg_1g_2)v} - \\ &- \frac{\eta}{\sigma}\frac{((A_2 - A_1)hg_1g_2 + (A_1g_1 + A_2g_2 + A_1hg_1g_2))}{(g_1 + g_2 + hg_1g_2)}\bigg]; \end{split}$$

$$\begin{split} V(z) &= \frac{\left(B_2 - B_1\right) \mathcal{G}_1 \mathcal{G}_2 z^4 g \beta}{24 \left(\mathcal{G}_1 + \mathcal{G}_2 + h \mathcal{G}_1 \mathcal{G}_2\right) v} + \frac{z^3 g \beta \left(B_1 \mathcal{G}_1 + B_2 \mathcal{G}_2 + B_1 h \mathcal{G}_1 \mathcal{G}_2\right)}{6 \left(\mathcal{G}_1 + \mathcal{G}_2 + h \mathcal{G}_1 \mathcal{G}_2\right) v} - \\ &- g \beta \, z^2 \, \frac{\left(B_2 - B_1\right) h^2 \mathcal{G}_1 \mathcal{G}_2 + 2 h \left(B_1 \mathcal{G}_1 + B_2 \mathcal{G}_2 + B_1 h \mathcal{G}_1 \mathcal{G}_2\right)}{4 \left(\mathcal{G}_1 + \mathcal{G}_2 + h \mathcal{G}_1 \mathcal{G}_2\right) v} + \\ &+ z \Bigg[ h^2 g \beta \, \frac{2 (B_2 - B_1) h \mathcal{G}_1 \mathcal{G}_2 + 3 (B_1 \mathcal{G}_1 + B_2 \mathcal{G}_2 + B_1 h \mathcal{G}_1 \mathcal{G}_2)}{6 \left(\mathcal{G}_1 + \mathcal{G}_2 + h \mathcal{G}_1 \mathcal{G}_2\right) v} - \\ &- \frac{\eta}{\sigma} \, \frac{\left(B_2 - B_1\right) h \mathcal{G}_1 \mathcal{G}_2 + B_1 \mathcal{G}_1 + B_2 \mathcal{G}_2 + B_2 h \mathcal{G}_1 \mathcal{G}_2}{\mathcal{G}_1 + \mathcal{G}_2 + h \mathcal{G}_1 \mathcal{G}_2} \Bigg]. \end{split}$$

Gorshkov A. V. et al. / Complex stationary convection with third-kind boundary conditions at the boundaries of a fluid layer.



Температура *T*<sub>0</sub> имеет вид:

$$\begin{split} & T_{0} = \chi \bigg\{ \frac{\left(a_{1}^{2} + a_{2}^{2}\right)g\beta}{I008\nu} z^{7} + \frac{\left(a_{1}b_{1} + a_{2}b_{2}\right)g\beta}{I44\nu} z^{6} + \\ & + z^{5} \bigg( \frac{g\beta}{\nu} \frac{b_{1}^{2} + b_{2}^{2}}{I20} - h \frac{g\beta}{\nu} \frac{a_{1}b_{1} + a_{2}b_{2}}{40} - h^{2} \frac{g\beta}{\nu} \frac{a_{1}^{2} + a_{2}^{2}}{80} \bigg) + \\ & + z^{4} \bigg[ h^{3} \frac{g\beta}{\nu} \frac{a_{1}^{2} + a_{2}^{2}}{36} + h^{2} \frac{g\beta}{\nu} \frac{a_{1}b_{1} + a_{2}b_{2}}{48} - h \bigg( \frac{\eta}{\sigma} \frac{a_{1}^{2} + a_{2}^{2}}{I2} + \frac{g\beta}{\nu} \frac{b_{1}^{2} + b_{2}^{2}}{24} \bigg) - \frac{\eta}{\sigma} \frac{a_{1}b_{1} + a_{2}b_{2}}{I2} \bigg] + \\ & + z^{3} \bigg[ \frac{h^{3}\beta g}{\nu} \frac{a_{1}b_{1} + a_{2}b_{2}}{I8} + \frac{h^{2}\beta g}{\nu} \frac{b_{1}^{2} + b_{2}^{2}}{I2} - h \frac{\eta}{\sigma} \frac{a_{1}b_{1} + a_{2}b_{2}}{6} - \frac{\eta}{\sigma} \frac{b_{1}^{2} + b_{2}^{2}}{6} \bigg] + \\ & + z \bigg[ -4I \frac{h^{6}\beta g}{\nu} \frac{a_{1}^{2} + a_{2}^{2}}{2520} - \frac{h^{5}\beta g}{\nu} \frac{a_{1}b_{1} + a_{2}b_{2}}{I20} - \frac{h^{4}\beta g}{\nu} \frac{b_{1}^{2} + b_{2}^{2}}{6} + \\ & + \frac{\sigma}{\eta} \bigg( \frac{h^{2}}{6} \bigg( b_{1}^{2} + b_{2}^{2} \bigg) + \frac{h^{3}}{4} \bigg( a_{1}b_{1} + a_{2}b_{2} \bigg) + \frac{h^{4}}{I2} \bigg( a_{1}^{2} + a_{2}^{2} \bigg) \bigg) \bigg]. \end{split}$$

### 3.3 Альтернативный подход к решению краевой задачи (6)–(8)

Представим краевые условия на границах слоя жидкости как вектора градиента  $\vec{T}_{g1}$  и  $\vec{T}_{g^2}$  температуры. В этом случае справедливы выражения:

$$A_1 = T_{g1} \cos \psi, A_2 = T_{g2} \cos(\varphi + \psi);$$
$$B_1 = T_{g1} \sin \psi, B_2 = T_{g2} \sin(\varphi + \psi).$$

Здесь  $\varphi$  – угол между векторами  $\vec{T}_{g1}$  и  $\vec{T}_{g2}$ ;  $\psi$  – угол между вектором  $\vec{T}_{g1}$  и осью ox. В силу того, что рассматриваемая среда изотропна, решение зависит только от угла  $\varphi$  .

В этом случае коэффициенты  $a_1, a_2, b_1, b_2$  примут вид:

$$a_{1} = \frac{\vartheta_{1}\vartheta_{2}\left(T_{g2}\cos\left(\phi+\psi\right)-T_{g1}\cos\psi\right)}{\vartheta_{1}+\vartheta_{2}+h\vartheta_{1}\vartheta_{2}}; \quad b_{1} = \frac{T_{g2}\vartheta_{2}\cos\left(\phi+\psi\right)+T_{g1}\vartheta_{1}\left(1+h\vartheta_{2}\right)\cos\psi}{\vartheta_{1}+\vartheta_{2}+h\vartheta_{1}\vartheta_{2}},$$
$$a_{2} = \frac{\vartheta_{1}\vartheta_{2}\left(T_{g2}\sin\left(\phi+\psi\right)-T_{g1}\sin\psi\right)}{\vartheta_{1}+\vartheta_{2}+h\vartheta_{1}\vartheta_{2}}; \quad b_{2} = \frac{T_{g2}\vartheta_{2}\sin\left(\phi+\psi\right)+T_{g1}\vartheta_{1}\left(1+h\vartheta_{2}\right)\sin\psi}{\vartheta_{1}+\vartheta_{2}+h\vartheta_{1}\vartheta_{2}}.$$

Здесь  $T_{g_1}$  и  $T_{g_2}$  соответственно модули векторов  $\vec{T}_{g_1}$  и  $\vec{T}_{g_2}$ .

При повороте векторов  $\vec{T}_{g1}$  и  $\vec{T}_{g2}$  на угол  $\psi$  соответственно повернется и вектор скорости (U(z), V(z)).



Вычислим касательные напряжения на твердой поверхности:

$$\begin{split} \tau_{zx} &= \eta \frac{A_2 \mathcal{G}_2 \Big( 6\eta \nu \big(1 + h \mathcal{G}_1\big) + g h^2 \beta \big(3 + 2h \mathcal{G}_1\big) \sigma \big) + A_1 \mathcal{G}_1 \Big( 6\eta \nu + g h^2 \beta \sigma \big(3 + h \mathcal{G}_2\big) \Big)}{6\nu \sigma \big(\mathcal{G}_1 + \mathcal{G}_2 + h \mathcal{G}_1 \mathcal{G}_2\big)};\\ \tau_{zx} &= \eta \frac{B_2 \mathcal{G}_2 \Big( 6\eta \nu \big(1 + h \mathcal{G}_1\big) + g h^2 \beta \big(3 + 2h \mathcal{G}_1\big) \sigma \big) + B_1 \mathcal{G}_1 \Big(6\eta \nu + g h^2 \beta \sigma \big(3 + h \mathcal{G}_2\big) \big)}{6\nu \sigma \big(\mathcal{G}_1 + \mathcal{G}_2 + h \mathcal{G}_1 \mathcal{G}_2\big)}. \end{split}$$

Если векторы градиента температуры границах слоя коллинеарны на  $(A_2, B_2) = \gamma(A_1, B_1)$ , то существует толщина слоя жидкости, при которой касательные напряжения на твердой поверхности одновременно обращаются в нуль.

Если учесть связь векторов градиентов, уравнения  $\tau_{zx} = 0$  и  $\tau_{zy} = 0$ , очевидно, совпадут, а следовательно, будут иметь одинаковые корни. Так как числители выражений  $\tau_{zx}$  и  $\tau_{zy}$ представляют собой кубичные многочлены относительно h, то один действительный корень всегда будет существовать. Для проверки условий его положительного значения можно использовать модификацию локализационных критериев проблемы Рауса – Гурвица [35].

При идеальном тепловом контакте на обеих границах условия  $\tau_{zx} = 0$  и  $\tau_{zy} = 0$  вырождаются к квадратным уравнениям с равным корнем:

$$h_2 = \sqrt{\frac{-6\gamma\eta\nu}{\beta g\sigma(1+2\gamma)}} \,.$$

Вычисленный корень принимает положительные значения при

$$\frac{-\gamma}{\sigma(1+2\gamma)} > 0.$$

Напомним, что справедливо неравенство  $\sigma < 0$ . Таким образом, одновременное обращение в нуль касательных напряжений возможно, если

$$\gamma \in \left(-\infty; -\frac{1}{2}\right) \cup \left(0; +\infty\right).$$

Векторы градиента температуры должны быть всегда соноправлены или антинаправлены, но с определенным коэффициентом пропорциональности. Общего решения уравнений

$$\tau_{zx} = 0$$
 и  $\tau_{zy} = 0$  при  $\gamma \in \left(-\frac{1}{2}; 0\right)$  не имеют.



В качестве примера проведены расчеты скоростей U, V и температуры  $T_0$  для воды. Физические параметры взяты следующими:

β = 0,000210 1/K  $α_1 = 350$  BT /(M<sup>2</sup>K) коэффициент взят для пары сталь-вода  $α_2 = 5,6$  BT /(M<sup>2</sup>K) коэффициент взят для пары вода-воздух  $g_1 = α_1 h / \lambda = 583,333$ ;  $g_2 = α_2 h / \lambda = 9,33333$   $\lambda = 0,6 \ _{6m}/(_{M}K)$ ;  $\chi = 0,14310^{-6} \ _{M^2/cek}$   $\eta = 0,001 \ \Pi a \ cek$ ;  $v = 0,000001 \ _{M^2/cek}$   $g = 9,81 \ _{M/cek^2}$  $\sigma = -0,0727 \ _{N/M^2}$ 

При значении h = 1 численно определено значение параметра  $\gamma = -0,659$ , при котором касательные напряжения на твердой поверхности обращаются в ноль.

Изменение скорости V по толщине в зависимости от параметра  $B_1$  при значении параметра  $\gamma = -0,659$  приведено на рис. 1.



Рис. 1. Изменение скорости потока с глубиной при различных значениях параметра  $B_1$ 

Из рисунка видно, что график скорости при z = 0 касается оси Oz, т.е. в точке z = 0 касательные напряжения  $\tau_{zx}$  и  $\tau_{zy}$  обращаются в ноль. Графики скорости U аналогичны приведенным для скорости V.



На рис. 2 представлено изменение скорости U по толщине слоя в зависимости от коэффициента  $\gamma$  при значении параметра  $A_l = 0.3$ .



Рис. 2. Изменение скорости потока с глубиной при различных значениях параметра <sup>*γ*</sup>

При значении  $\gamma = -0.05$  существует противоток. При значении  $\gamma > -0.05$  противоток пропадает, при  $\gamma < -0.05$  течение меняет направление.





На рис. З представлено изменение температуры по толщине в зависимости от параметра  $\gamma$ , при  $A_l = -1; B_l = 0, 1$ . При больших и малых значениях  $\gamma$  температура меняется монотонно, при -0,8 < γ < -0,2 температура знакопеременна.



### 4. Заключение

В настоящей работе рассмотрены стационарные слоистые течения конвекции Бенара – Марангони вязкой несжимаемой жидкости, индуцируемые градиентом температуры на обеих границах. Получены решения для краевых условий третьего рода на границах потока жидкости – теплообмен по закону Ньютона. Показано, что при некоторых условиях найдется толщина слоя жидкости, при которой касательные напряжения на твердой поверхности в направлении *x* и *y* одновременно обращаются в ноль.

## Благодарность

Работа выполнена по теме государственного задания, ГР № 01201354600.

### Литература

1. Thomson J. On certain curious motions observable on the surfaces of wine and other alcoholic liquours // Philosophical Magazine. – 1855. – T. 10. – P. 330–333.

2. Bénard H. Les Tourbillons cellulaires dans une nappe liquide propageant de la chaleur par convection, en régime permanent. – Paris : Gauthier-Villars, 1901.

3. B'enard H. Etude exp'erimentale des courants de convection dans une nappe liquide. R'egime permanent: tourbillons cellulaires // J. Phys. Theor. Appl. – 1900. – Vol. 9, no. 1. – P. 513–524.

4. Гетлинг А. В. Формирование пространственных структур конвекции Рэлея-Бенара // Успехи физических наук. – 1991. – Т. 161, № 9. – С. 1–80.

5. Ланда П. С. Автоколебания в распределенных системах. – М. : Книжный дом "Либроком". – 2010. – 320 с.

6. Marangoni C. Sull espansione delle goccie di un liquido galleggiante sulla superficie di altro liquid // Pavia : Tipografia dei fratelli Fusi. – 1865.

7. Birikh R. V. Thermocappillary convection on a horizontal fluid layer // J. Appl. Mech. Technol. Phys. – 1966. – Vol. 7, iss. 3. – P. 43–44. – DOI: 10.1007/BF00914697.7.

8. Остроумов Г. А. Свободная конвекция в условиях внутренней задачи. – М.; Л. : Гостехтеоретиздат, 1952. – 256 с.

9. Гершуни Г. З., Жуховицкий Е. М. Конвективная устойчивость несжимаемой жидкости. – М. : Наука, 1972. – 392 с.

10. Napolitano L. G. Plane Marangoni-Poiseuille flow of two immissible fluids // Acta Astronautica. – 1980. – Vol. 7, iss. 4–5. – P. 461–478. – DOI: 10.1016/0094-5765(80)90036-3.

11. Сидоров А. Ф. Об одном классе решений уравнений газовой динамики и естественной конвекции. Численные и аналитические методы решения задач механики сплошной среды. : сборник научных трудов УНЦ АН СССР. – Свердловск : УНЦ АН СССР, 1981. – С. 101–117.

12. Sidorov A. F. Two classes of solution of the fluid and gas mechanics equatins and their connection to traveling wave theory // Journal of Applied Mechanics and Technical Physics. – 1989. – Vol. 30, iss. 2. – P. 197–203. – DOI: 10.1007/BF00852164.

13. Кирдяшкин А. Г. Тепловые гравитационные течения и теплообмен в астеносфере. – Новосибирск : Наука, СО РАН, 1989. – 81 с.

14. Goncharova O., Kabov O. Gas flow and thermocapillary effects of fluid flow dynamics in a horizontal layer // Microgravity Sci. Technol. – 2009. – Vol. 21, iss. 1 suppl. – P. 129–137. DOI: 10.1007/s12217-009-9108-x.

15. Андреев В. К. Решения Бириха уравнений конвекции и некоторые его обобщения. Препринт № 1–10. – Красноярск : ИВМ СО РАН, 2010. – 68 с.



16. Ingel L. Kh., Kalashnik Maksim V. Nontrivial features in the hydrodynamics of seawater and other stratified solutions // Physics-Uspekhi. – Vol. 55, no. 4. – P. 356–381. – DOI: 10.3367/UFNe.0182.201204b.0379.

17. Аристов С. Н., Шварц К. Г. Вихревые течения в тонких слоях жидкости. – Киров : ВятГУ, 2011. – 207 с.

18. Аристов С. Н., Просвиряков Е. Ю. О слоистых течениях плоской свободной конвекции // Нелинейная динамика. – 2013. – Т. 9, № 4. – С. 651–657.

19. Шварц К. Г. Плоскопараллельное адвективное течение в горизонтальном слое несжимаемой жидкости с твердыми границами // Изв. РАН. МЖГ. – 2014. – № 4. – С.26–30.

20. Юдович В. И. О проблемах и перспективах современной математической гидродинамики // Успехи механики. – 2002. – Т. 1, № 1. – С. 61–102.

21. Аристов С. Н., Шварц К. Г. Вихревые течения адвективной природы во вращающемся слое жидкости. – Пермь : Изд-во ПГУ, 2006. – 154 с.

22. Aristov S. N., Shvarts K. G. Advective flow in a rotating liquid film // Journal of Applied Mechanics and Technical Physics. – 2016. – Vol. 57, no. 1. – P. 188–194. – DOI: 10.1134/S0021894416010211.

23. Andreev V. K., Bekezhanova V. B. Stability of non-isothermal fluids (Review) // Journal of Applied Mechanics and Technical Physics. – 2013. – Vol. 54, iss. 2. – P. 171–184. – DOI: 10.1134/S0021894413020016.

24. Пухначев В. В. Нестационарные аналоги решения Бириха // Известия Алтайского гос. ун-та. – 2011. – № 1–2. – С. 62–69.

25. Никитин Н. В., Никитин С. А., Полежаев В. И. Конвективные неустойчивости в гидродинамической модели роста кристаллов методом Чохральского // Успехи механики. – 2003. – Т. 2, № 4. – С. 63–105.

26. Аристов С. Н., Зимин В. Д. Адвективные волны во вращающемся шаровом слое: Препринт № 145. – Свердловск : ИМСС, Уральский научный центр, АН СССР, 1986. – 50 с.

27. Аристов С. Н., Фрик П. Г. Динамика крупномасштабных течений в тонких слоях жидкости: Препринт № 146. – Свердловск : ИМСС, Уральский научный центр, АН СССР, 1987. – 48 с.

28. Аристов С. Н., Шварц К. Г. Конвективный теплообмен при локализованном нагреве плоского слоя несжимаемой жидкости // Изв. РАН. МЖГ. – 2013. – № 3. – С. 53–58.

29. Аристов С. Н., Просвиряков Е. Ю. Об одном классе аналитических решений стационарной осесимметричной конвекции Бенара–Марангони вязкой несжимаемой жидкости // Вестн. Сам. гос. техн. ун-та. Сер. физ.-мат. науки. – 2013. – № 3 (32). – С. 110–118.

30. Аристов С. Н., Князев Д. В. Локализованные конвективные течения в слое неоднородно нагретой жидкости // Изв. РАН. МЖГ. – 2014. – № 5. – С. 5–16.

31. Аристов С. Н., Фрик П. Г. Крупномасштабная турбулентность в тонком слое неизотермической вращающейся жидкости // Изв. АН СССР. МЖГ. – 1988. – № 4. – С. 48–55.

32. Ландау Л. Д. Теоретическая физика. Т. 6. Гидродинамика. – М. : Наука, 2006. – 736 с.

33. Lin C. C. Note on a class of exact solutions in magneto-hydrodynamics // Arch. Rational Mech. Anal. – 1958. – Vol. 1. – P. 391–395.

34. Аристов С. Н., Князев Д. В., Полянин А. Д. Точные решения уравнений Навье-Стокса с линейной зависимостью компонент скорости от двух пространственных переменных // Теорет. основы хим. технологии. – 2009. – Т. 43, № 5. – С. 547–566.

35. Гантмахер Ф. Р. Теория матриц. – М. : Наука, 1967. – 576 с.



## MODIFIED NANOPARTICLE OXIDES FOR FINAL POLISHING OF METALS

## L. F. Koroleva

<sup>1</sup>Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 34 Komsomolskaya st., Ekaterinburg, Russian Federation

\*Corresponding author. E-mail: lq@imach.uran.ru; address for correspondence: 34, ul. Komsomolskaya, 620049, Ekaterinburg, Russian Federation. Tel.: +7 343 3741853; fax: +7 343 3745330

A concept of mechanochemical final polishing of hardened steels and non-ferrous metals with nanodispersed abrasive materials is discussed. It has been found that the solid solution of aluminum and iron oxides based on corundum and hematite,  $Al_{2-x}Fe_xO_3$  and  $Fe_{2-y}Al_yO_3$ , which is derived from hydroxocomplexes, is tribochemically active, provides high productivity and nanoroughened surface (Ra 0.002 to 0.005 µm) in the processes of final polishing of ShKh15-type steels with austenitic-martensitic structure, as well as copper, aluminum and titanium and their alloys. The modification of the solid solution of aluminum and iron oxides with molybdenum, manganese and zirconium oxides provides a nanoroughened surface of non-ferrous metals in the processes of final polishing.

Keywords: modification, solid solutions, oxides, final polishing, mechanochemistry.

**DOI:** 10.17804/2410-9908.2016.2.048-073

### References

1. Artemov A.S. Polishing nanodiamonds. *Physics of the Solid State*, 2004, vol. 46, iss. 4, pp. 687–695. DOI: 10.1134/1.1711453.

2. Jackson M.J., Mills B., Hitchiner M.P. Controlled wear of vitrified abrasive materials for precision grinding applications. *Sadhana*, 2003, vol. 28, no. 5, pp. 897–914. DOI: 10.1007/BF02703320.

3. Bakharev V.P. Dispersion of Ceramics and Composites in Diamond Finishing by Free Abrasive. *Russian Engineering Research*, 2009, vol. 29, no 2, pp. 162–168. DOI: 10.3103/S1068798X09020129.

4. Filatov Yu.D., Yashchuk V.P., Heisel U., Storchak M., Monteil G. Assessment of surface roughness and reflectance of nonmetallic products upon diamond abrasive finishing. *Journal of Superhard Materials*, vol. 31, no. 5, pp. 338–346. DOI: 10.3103/S1063457609050098.

5. Storozhenko P.A., Guseinov S.L., Malashin S.I. Nanodispersed powders: Synthesis methods and practical applications. *Nanotechnologies in Russia*, 2009, vol. 4, iss. 5, pp. 27–39. DOI: 10.1134/S1995078009050024.

6. Pokropivnyi V.V, Silenko P.M. Silicon carbide nanotubes and nanotubular fibers: Synthesis, stability, structure, and classification. *Theoretical and Experimental Chemistry*, 2006, vol. 42, iss. 1, pp. 3–15. DOI: 10.1007/s11237-006-0010-y.

7. Khanra A.K. Production of boron carbide powder by carbothermal synthesis of gel material. *Bulletin of Materials Science*, 2007, vol. 30, iss. 2, pp. 93–96. DOI: 10.1007/s12034-007-0016-7.

8. Bogdanov S.P. Influence of superstoichiometric boron on the Synthesis of cubic Boron nitride. *Glass Physics and Chemistry*, 2008, vol. 34, no. 3, pp. 336–339. DOI: 10.1134/S108765960802017X.

9. Garshin A.P., Gropyanov V.M., Lagunov Yu.V. *Abrazivnye materialy* [Abrasive Materials]. L., Mashinostroenie Publ., 1983, 230 p. (In Russian).

10. Viktorov V.V., Fotiev A.A., Badich V.D. Abrasive and thermal properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> solid solutions. *Inorganic Materials*, 1996, vol. 32, iss. 1, pp. 55–57.



11. Chekhomova L.F. Abrasive Properties of Modified Chromia. *Inorganic Materials*, 2001, vol. 37, no. 3, pp. 274–280. DOI: 10.1023/A:1004173632509. – ISSN 0020-1685.

12. Chekhomova L.F. Abrasive properties of aluminum iron oxide nanoparticles. *Inorganic Materials*, 2009, vol. 45., no. 10, pp. 1158–1165. DOI: 10.1134/S0020168509100148.

13. Khodakov G.S. Physicochemical mechanics of the technology of material processing. *Ros. khim. zhurnal im. D.I.Mendeleeva*, 2000, no. 3, pp. 93–107. (In Russian).

14. Marchenko E.A., Kharach G.M. On the mechanisms of microcracking in the surface layers of metals under conditions of friction in plastic contact. *Doklady Akademii nauk. Tekhnicheskaya fizika*, 1976, vol. 231, no. 4, pp. 853–855. (In Russian).

15. Yashcheritsyn P.I., Martynov A.N. *Chistovaya obrabotka detaley v mashinostroenii* [Finishing of Machine Parts in Mechanical Engineering]. Minsk, Vysheisha Shkola Publ., 1983, 191 p. (In Russian).

16. Kubashevsky O., Gopkins B. *Okislenie metallov i splavov* [Oxidation of Metals and Alloys].M., Metallurgiya Publ., 1965, 428 p. (In Russian).

17. Bastawtos A.F., Chandra A., Guo Y., Yan B. Pad effects on material-removal rate in chemical-mechanical planarization. *Journal of Electronic Materials*, 2002, vol. 31, no. 10, pp. 1022–1031. DOI: 10.1007/s11664-002-0038-2.

18. Tseng W-T., Wang Y-H. and Chin J-H. Effects of film stress on the chemical mechanical polishing process. *Journal of the Electrochemical Society*, 1999, vol. 146, no. 11, pp. 4273–4280.

19. Fu G., Chandra A. A model for wafer scale variation of material removal rate in chemical mechanical polishing based on viscoelastic pad deformation. *Journal of Electronic Materials*, 2002, vol. 31, no. 10, pp. 1066–1073. DOI: 10.1007/s11664-002-0044-4.

20. Fu G., Chandra A. A model for wafer scale variation of removal rate in chemical mechanical polishing based on elastic pad deformation. *Journal of the Electronic Materials*, 2001, vol. 30, no. 4, pp. 400–408. DOI: 10.1007/s11664-001-0051-x.

21. Wang Y.G., Zhao Y.W., Li X. Modeling the effects of abrasive size, surface oxidizer and binding energy on chemical mechanical polishing at molecular scale. *Tribology International*, 2008, vol. 41, pp. 202–210. DOI: 10.1016/J.Triboint.2007.08.004.

22. Heinike G. Tribokhimiya [Tribochemistry]. M., Mir Publ., 1987, 582 p. (In Russian).

23. Rebinder P.A. The Significance of Physicochemical Processes in Mechanical Failure and Processing of Solids in Engineering. *Vestnik AN SSSR*, 1940, no. 8, pp. 5–28. (In Russian).

24. Likhtman I., Shchukin E.D., Rebinder P.A. *Fiziko-khimicheskaya mekhanika metallov* [Physicochemical Mechanics of Metals]. M., Izd. AN SSSR Publ., 1962, 303 p. (In Russian).

25. Mamonova M.V., Prudnikov V.V., Prudnikova I.A. *Fizika poverkhnosti. Teoreticheskie modeli i eksperimentalnye metody* [Surface Physics. Theoretical Models and Experimental Methods]. M., Fizmatlit Publ., 2011, 400 p. ISBN 978-5-9221-1236-9. (In Russian).

26. *Tonkie plenki. Vzaimnaya diffuziya i reaktsii* [Thin films. Interdiffusion and Reactions]. J.M. Poate, K.N. Tu and J.W. Mayer, eds. M., Mir Publ., 1982, 575 p. (In Russian).

27. Cabrera N. The oxidation of metals In: *Semiconductor surface physics*. Philadelphia, Univ. of Pennsylvania Press, 1956, pp. 327–332.

28. Mott N. The theory of protective films formation on the metal surface. In: *Trans. Faraday Soc.*, 1949, vol. 40, pp. 472–486.

29. Koroleva L.F. Final Polishing of Metals to Obtain Nanoroughened Surface. *Nanotechnologies in Russia*, 2012, vol. 7, nos. 1–2, pp. 67–75. DOI: 10.1134/S1995078012010119. ISSN: 1995-0780.

30. Boldyrev V.V. *Reaktsionnaya sposobnost tverdykh veshchestv (na primere reaktsii termich-eskogo razlozheniya)* [Reactivity of Solid Substances (Exemplified by the Reaction of Thermal Decomposition]. Novosibirsk, Izd. SO RAN Publ., 1997, 304 p. (In Russian).

31. Sakovich G.V., Chizhova N.P. Temperature dependence of the rate of thermal expansion of potassium bicarbonate. *Izv. VUZov. Khimiya i khim. tekhnologiya*, 1961, no. 5, pp. 747–750. (In Russian).



32. Kim Jin-seob, Lim Eun-seong, Jung Yoon-gyo. Determination of efficient superfinishing conditions for mirror surface finishing of titanium. *J. Cent. South Univ.*, 2012, vol. 19, pp. 155–162. DOI: 10.1007/s11771-012-0985-6. ISSN: 2095-2899.

33. Kotov Yu.A., Samatov O.M. Characteristics of aluminum oxide powders produced by impulse wire heating. *Poverkhnost*, 1994, nos. 10–14, pp. 90–94. (In Russian).

34. Safronov A.P., Kalinina E.G., Blagodetelev D.A., Kotov Y.A. Separation of aluminum oxide powders with different degrees of aggregation by sedimentation in an aqueous medium. *Nanotechnologies in Russia*, 2010, vol. 5, iss. 7–8, pp. 498–505. DOI: 10.1134/S1995078010070104.

35. Silyakov L., Pesotskaya N.S., Yukhvid V.I. Self-distributing high-temperature synthesis and the properties of a corundum-based abrasive composite material. *Neorganicheskie materialy*, 1995, vol. 31, no. 3, pp. 351–357. (In Russian).

36. Tarasov A.G., Gorshkov V.A., Yukhvid V. Phase composition and microstructure of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> solid solutions prepared by self-propagating high-temperature synthesis. *Inorganic Materials*, vol. 43, iss. 7, pp. 724-728. DOI: 10.1134/S0020168507070102.

37. Belousov V.M., Chertov V.M., Rozhkova E.V., Litvin V.I., Zazhigalov V.A. A sol-gel method for synthesizing porous iron-aluminum oxide substances and regulating their physicochemical characteristics. *Theoretical and Experimental Chemistry*, 1997, vol. 33, no. 2, pp. 103–105. DOI: 10.1007/BF02765955.

38. Merzhanov A.G., Borovinskaya I.P., Prokudina V.K., Pesotskaya N.S., Nasonova M.A. SHS abrasives. Production. Properties. Application. *Nauka proizvodstvu*, 1998, no. 8 (10), pp. 4–12. (In Russian).

39. Tsuzuki T., McCormick P.G. Synthesis of Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles by mechanochemical processing. *Acta Mater.*, 2000, vol. 48, no. 11, pp. 2795–2801. DOI: 10.1016/S1359-6454(00)00100-2.

40. Koroleva (Chekhomova) L.F. Synthesis of Spinel-Based Ceramic Pigments from Hydroxycarbonates. *Glass and Ceramics*, 2004, vol. 61, nos. 9–10, pp. 299–302. DOI: 10.1023/B:GLAC.0000048695.24873.a9. ISSN 0361-7610.

41. Koroleva L.F. Synthesis and abrasive properties of nanoparticulate  $MoO_2$ -modified  $Al_{2-x}Fe_xO_3$  and  $Fe_{2-y}Al_yO_3$  solid solutions. *Inorganic Materials*, 2010, vol. 46, no. 12, pp. 1330–1336. DOI: 10.1134/S0020168510120113. ISSN 0020-1685.

42. Koroleva L.F. Nanoparticulate zirconia-modified solid solutions of aluminum-iron oxides for polishing titanium metal. *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structure,* 2015, iss. 1, pp. 90–102. DOI: 10.17804/2410-9908.2015.1.090-102. Available at: <u>http://dream-journal.org</u>.



Подана в журнал: 27.01.2016 УДК 621.82 DOI: 10.17804/2410-9908.2016.2.048-073

## МОДИФИЦИРОВАННЫЕ НАНОДИСПЕРСНЫЕ ОКСИДЫ ДЛЯ ФИНИШНОГО ПОЛИРОВАНИЯ МЕТАЛЛОВ

Л. Ф. Королева

Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 34 Komsomolskaya st., Ekaterinburg, Russian Federation

Corresponding author. E-mail: lq@imach.uran.ru; address for correspondence: ul. Komsomolskaya 34, 620049, Ekaterinburg, Russian Federation. Tel.: +7 (343) 374-18-53; fax: +7 (343) 374-53-30

Изложена концепция процесса механохимического финишного полирования закаленных сталей и цветных металлов с нанодисперсными абразивными материалами. Установлено, что получаемый из гидроксокомплексов твердый раствор оксидов алюминия и железа на основе корунда и гематита  $Al_{2-x}Fe_xO_3$  и  $Fe_{2-y}Al_yO_3$ , является трибохимически активным, обеспечивает высокую производительность и наношероховатость поверхности ( $R_a$  0,005– 0,002 мкм) в процессах финишного полирования стали с аустенитно-мартенситной структурой типа марки ШХ-15, а также меди, алюминия и титана и их сплавов. Модифицирование твердого раствора оксидов алюминия и железа оксидами молибдена, марганца и циркония обеспечивают наношероховатость поверхности в процессах финишного полирования цветных металлов.

Ключевые слова: модифицирование, твердые растворы, оксиды, финишное полирование, механохимия.

### 1. Введение

В прецизионном машиностроении, приборостроительной и электронной промышленности требуется качественная обработка поверхности металлов с получением шероховатости менее 0,005 мкм, что гарантирует необходимые эксплуатационные характеристики, надежность приборов. Отечественное производство не удовлетворяет потребность в абразивных порошковых материалах для доводочных операций полирования высокоточных металлоизделий. Проблемной является задача получения шариков подшипников с шероховатостью поверхности  $R_z$  менее чем 0,06 мкм  $R_a$  менее 0,005 мкм) и степени точности 10 (для размеров шариков 1/16 и 3/16 дюйма), используемых в системах ракет.

В электронике полирование с получением наношероховатой поверхности существенно определяет последующие процессы эпитаксии и нанесения различных слоев: диэлектрических, отражающих, пропускающих, проводящих. В оптоэлектронике переход от субмикронных к нанометрическим размерам топологических элементов новых приборов с применением поверхностных слоев толщиной 5 – 15 нм и минимальным геометрическим рельефом.

Финишное полирование металлов – получение шероховатости поверхности  $R_a$  0,005–0,002 мкм, т. е. процесс обработки материалов до получения зеркальной поверхности, когда глубина неровностей меньше 1/200 волны видимого света или менее 2 нм. Этот процесс можно осуществить следующими методами: механическим полированием, химико-механическим (электрохимическим) полированием, ионно-лучевым (для неметаллов) и механохимическим полированием, т. е. механическим действием с использованием трибохимически активных абразивных материалов, приводящих к химическим процессам.

Для получения минимально шероховатой поверхности механическим полированием применяют абразивные дисперсные материалы с высокой твердостью, например, наноалмаз-



ные порошки, как природные, так и синтетические, а также карбиды бора и кремния, кубический нитрид бора с зернистостью от 0,01 - 0,3 мкм до 6 - 10 мкм, находят применение и ультрамикропорошки на основе корунда. При использовании этих материалов отмечается длительность и многостадийность процесса. Обычно доводочное полирование прецизионных изделий осуществляется за 2 - 5 операций с последовательным уменьшением зернистости абразива в составе паст и суспензий, используемых на операциях предварительной, чистовой и тонкой доводки [1–8].

К производительным абразивным материалам для прецизионных доводочных операций металлов относят абразивы со средней твердостью на основе оксидов. К ним следует отнести оксиды переходных и редкоземельных металлов со средней твердостью (по шкале Мооса, 5 – 7 баллов), в число которых входят: CeO<sub>2</sub>, ZrO<sub>2</sub>, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [9, 10]. Однако они не всегда обеспечивают получение высокого класса чистоты обработки поверхности, например, оксид хрома как наиболее применяемый из мягких абразивных материалов. Возможный способ улучшения абразивных свойств является модифицирование с образованием твердых растворов оксидов [11].

Твердые растворы на основе оксидов алюминия обеспечивают высокую производительность и получение высокого класса чистоты обработки поверхности. Экологически чистым является абразивный материал на основе твердых растворов оксидов алюминия и железа [12].

Известно, что качество полирования определяется структурным состоянием и технологией подготовки поверхности обрабатываемого тела, условиями на границе твердых тел: величиной поверхностной энергии, адгезией и адсорбцией абразивного материала, процессами смачивания поверхности металла.

Механическое полирование является комплексным взаимодействием обрабатываемого материала, полировальника и абразивных частиц [13]. Процессы, происходящие при полировании следующие: адсорбция, смачивание, адгезия, образование новых фаз и поверхностей, пластическая деформация.

С точки зрения механики твердого тела механическое полирование можно отнести к процессам трения пары скольжения. Сам процесс деформации при трении, как показано в [14], происходит в три стадии: на первой происходит упругопластическая деформация; на второй – пластически-деструкционная; на третьей – появление и распространение магистральных трещин, ведущих к разрушению материала. Отмечается периодичность структурных изменений в процессе многоцикловой нагруженности.

Определяющие факторы в механическом полировании следующие: 1) средний размер основной фракции абразива; 2) концентрация абразива в жидкой фазе; 3) кристаллическая форма и микротвердость абразива и полируемого металла; 4) удельное давление, оказываемое на поверхность; 5) площадь контакта обрабатываемой поверхности и рабочей поверхности полировальника; 6) скорость полирования.

В соответствии с [15] съем металла  $C_{M}$  и шероховатость обрабатываемой поверхности  $R_{z}$  зависят от среднего размера основной фракции абразива и определяются по уравнениям:

$$C_{\scriptscriptstyle M} = \frac{c_q v p^r d^u w^f}{s^m}; \qquad (1)$$

$$R_z = c_n \sqrt{d} , \qquad (2)$$

где  $c_q$  и  $c_n$  – коэффициенты, зависящие от свойств материала, абразива и условий обработки; v – скорость полирования; p – давление на обрабатываемую поверхность; d – средний размер основной фракции абразивного материала; w – концентрация абразивного порошка в жидкой



фазе по массе; s – площадь контакта обрабатываемой и рабочей поверхностей инструмента; r = 0,7-1,0.

При использовании ультрадисперсных наноалмазов, корундов, нитридов бора, т. е. абразивов с высокой твердостью, полирование является механическим процессом микрорезания неровностей и сглаживания рельефа. Удельный вес работы трения в процессах шлифования довольно велик, и 80 % механической работы при шлифовании переходит в теплоту, а остальная часть превращается в потенциальную энергию деформации кристаллической решетки. За счет температурного фактора в поверхностном слое обычно возникают растягивающие остаточные напряжения. В результате обработки металлов при больших скоростях в поверхностном слое происходят структурные изменения, которые приводят к вторичной закалке и образованию подповерхностного слоя повышенной твердости по сравнению с основной структурой. Например, при шлифовании стали ШХ-15 и других высоколегированных закаленных сталей в результате вторичной закалки образуется подповерхностный слой с аустенитно-мартенситной структурой, имеющий повышенную твердость и хрупкость. Ниже этого слоя лежит переходная зона со структурой, состоящей из феррита, остаточного аустенита и цементита [16].

Применение нанодисперсных трибохимически активных абразивных материалов существенно изменяет процесс, так как происходят химические реакции, что позволяет сократить количество доводочных операций, т.е. предварительную, чистовую и тонкую доводочную обработку свести к одной с получением наношероховатой поверхности.

Модель химико-механического полирования и концепция молекулярного воздействия абразивных частиц суспензии на поверхность полируемой поверхности с учетом окисляющей способности компонентов и образования тонких оксидных пленок рассмотрена в [17–19]. В связи с этим развивается теория молекулярно-атомного воздействия абразивного материала на полируемую поверхность [20, 21].

В результате действия трения под нагрузкой в присутствии химически активного абразивного материала и среды идет практически мгновенное окисление поверхностного слоя и образование оксидной пленки, которая легко разрушается и удаляется с поверхности. С точки зрения химической природы идет разупорядочение и разрыв химических связей, сопровождающиеся высокой концентрацией активных центров на поверхности металла. К химическим факторам относится трибохимическая активность оксидов. Роль силового воздействия абразивных зерен может быть представлена как механохимическое активирование на контактных точках поверхности металла, приводящее к инициированию химических реакций [22].

Для увеличения производительности процесса полирования цветных металлов и сплавов, вероятно, необходимо повысить окислительную способность абразива или абразивной пасты введением какого-либо окислителя. Другое решение может быть осуществлено за счет модифицирования абразивного материала оксидом переходного металла с переменной степенью окисления. Такой модифицирующей добавкой могут быть оксиды молибдена, марганца, обладающие способностью окислять и образовывать соединения с переменной валентностью.

В настоящей работе с позиций механохимии изложена концепция процесса финишного полирования закаленных сталей с аустенитно-мартенситной структурой и цветных металлов нанодисперсными трибохимически активными абразивами. Расмотрены основы синтеза нанодисперсных абразивных материалов на основе модифицированных твердых растворов оксидов переходных элементов для финишного полирования и влияния модифицирования на получение наношероховатости поверхности металлов.

### 2. Методика эксперимента

Твердые растворы оксидов алюминия и железа, а также модифицированные оксидами молибдена, марганца и циркония, получали термообработкой аммиачных гидроксокарбонатов, полученных осаждением в интервале температур 1000–1150 °C. В процессе осаждения вводили молибдат-ионы в виде 0,1 М раствора (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>, ионы марганца – в виде 0,1 М раствора MnSO<sub>4</sub>, цирконил-ионы в виде 0,1 М раствора ZrOSO<sub>4</sub>. Концентрацию оксида железа в готовом продукте варьировали в интервале 0,12 – 0,2 мол. %, концентрацию диоксидов циркония, марганца и молибдена – в интервале 0,001 – 0,005 мол. %. Концентрацию алюминия, железа, и модифицирующих оксидов в образцах осуществляли по стандартным методикам рентгенофлуоресцентного анализа с применением энергодисперсионного спектрометра EDX-900HS с относительной погрешностью ±0,0005 мол. %. Концентрацию NH<sub>4</sub><sup>+</sup> определяли фотометрическим методом; концентрацию CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> – волюмометрическим методом с улавливанием углекислого газа раствором щелочи после нагревания при 220–250 °C образцов, высушенных при комнатной температуре; концентрацию суммы OH<sup>-</sup> и CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> групп – оксалатным.

Для исследования образцов применяли следующие методы: ИК-спектроскопический с использованием спектрофотометра JR-475 фирмы Shimadzu (образцы прессовали в таблетки с KBr); рентгенофазовый анализ (РФА) с использованием дифрактометра STADI-P с программой, включающей сопоставление дифракционных максимумов с данными картотеки JCPDS-JCDD PDF2, в  $CuK_{\alpha}$  излучении (никелевый фильтр). Шаг сканирования составил 0,03° в области спектра 2 $\Theta$  от 5 до 70°, подсчет секунд от 5 до 25 для каждого шага. Гранулометрический состав образцов устанавливали методом седиментации с помощью центрифугального седиментографа фирмы Shimadzu "Analyzier SA-CP2" (вязкость дисперсионной среды 0,0093 пуаз; плотность жидкой фазы 1,0 г/см<sup>3</sup>) и методом растровой электронной микроскопии (сканирующий электронный микроскоп ТЕСКАН Вега II XMU Uacc = 15 кв). Термические и термогравиметрические эффекты были исследованы с помощью ДТ-анализа (дериватограф Q-1500D фирмы Paulik, Paulik, Erdei) в процессе нагрева образцов при скорости нагрева 10–11 °C/мин, в интервале 20–1000 °C, с навеской 500 мг.

Абразивные свойства образцов в процессах полирования исследовали согласно стандартным методикам определения полирующей способности и шероховатости поверхности с помощью оптического профилометра Wyko NT-1100 ( $R_a$ ) и атомносиловой микроскопии (ACM) с применением сканирующего зондового микроскопа "НаноСкан", работающего в жестком контактном режиме (рис.1).



Рис. 1. Схема атомно-силового микроскопа



Рельеф поверхности регистрируется в виде дискретной функции Z=f(x,y), определенной на двумерном массиве дискретных переменных. При измерении шероховатости поверхности максимальное поле сканирования составляло  $9 \times 9$  мкм с разрешением  $512 \times 512$  точек при скорости сканирования 30 мкм/с. Исследование шероховатости представляет собой серию снимков различных участков поверхности. В каждом кадре рассчитаны параметры стандартного отклонения высот. В результате шероховатость поверхности оценивалась в среднем по набору кадров одинакового размера. Шероховатость поверхности  $R_a$  представляет среднее арифметическое абсолютное значение отклонений в пределах длины профиля и определяется следующим образом:

$$R_a = 1/n \sum |y_i|, \qquad (3)$$

где n – число выбранных точек профиля на базовой длине.

Значение стандартного отклонения высот рельефа поверхности может быть вычислено по формуле:

$$\sigma = \sqrt{1/N^2 \left[\sum_{i,j} Z_{i,j} - \overline{Z}\right]^2} .$$
(4)

Исходные образцы для полирования – сталь ШХ-15, сплав алюминия Д-16 (92 % Al), медь М-1 (Си 99,8 %), латунь марки Л-63 (Си 63 %), титан ВТ1-00 (99,9 % Ti) – имели начальное значение шероховатости поверхности  $R_a = 1,3 \div 1,6$  мкм. Образцы цилиндрической формы: диаметр 17 мм, высота 20 мм. В эксперименте каждая точка определялась по пяти образцам. Полученные результаты обработаны с помощью методов математической статистики и выборки проверены на нормальное распределение. Производительность процесса полирования (полирующую способность) вычисляем по формуле

$$P = \frac{\Delta M}{S \cdot t},\tag{5}$$

где  $\Delta M$  – среднее изменение массы образцов в процессе полирования, мг; S – площадь полируемой поверхности образцов, см<sup>2</sup>; t – длительность полирования, мин.

Для моделирования процесса полирования была смонтирована специализированная установка на базе вибрационного прибора «Метаполан 2» (рис. 2). Образцы были помещены в специальные держатели на платформе (1), покрытой тканью – сукном (2), куда вносилась полировальная паста. Контактное давление 12 – 18 кПа (9), вращение образцов осуществлялось за счет вращения шпинделя (7) от электродвигателя (4), скорость вращения 89 об/мин (1,4 м/с) регулировалась резистором (5). Каждые 15 мин наносили полировальную пасту, состоящую из воды и абразивного порошка. Для полирования была подготовлена паста из абразивного порошка (10 г) и дистиллированной воды (90 мл) со значением pH среды 7–8. Агломерации пасты не наблюдалось в течение всего процесса полировки. Контроль над процессом осуществляли по изменению съема металла и качества поверхности по шероховатости.





Рис. 2. Схема установки полирования: *1* – плита; *2* – лоток для полировальной пасты; *3* – образец; *4* – электродвигатель; *5* – резистор; *6* – источник энергии; *7* – шпиндель; *8* – электромагниты; *9* – нагрузка

#### 3. Результаты и обсуждение

Механохимическое полирование является многоцикловым процессом, происходящим в результате трения под давлением на поверхность полируемого тела в присутствии полировальной пасты с трибохимически активными абразивными частицами. Данные процессы относят к физико-химической механике.

По определению Ребиндера [23, 24], полирование поверхностей металла относится к процессам обработки давлением, когда под воздействием внешних сил в слоях, прилегающих к поверхности, возникает течение металла, приводящее к поверхности предельной гладкости. Введение поверхностно-активных веществ, являющихся адсорбционными пластификаторами металла, способствует снижению шероховатости трущихся поверхностей, ускоряет сам процесс и повышает качество полирования, облегчая пластическое затекание металла. Зарождение и развитие различных форм локальной неоднородности кристаллических материалов, приводящей в итоге к разрушению, определяется особенностями поведения поверхностных слоев в процессе пластического деформирования. Начальные акты пластического течения, как правило, связаны с поверхностными слоями.

Химическая активность абразивных частиц будет определять химические превращения в подповерхностном слое металла. Применение химически активных абразивов дает возможность в результате полирования перейти от грубой поверхности к зеркальной за одну доводочную операцию. Следовательно, данный процесс обусловлен в большей степени немеханическим воздействием. Роль силового воздействия абразивных зерен может быть представлена как механохимическое активирование контактных точек поверхности металла, приводящее к инициированию химических реакций, без которых получить минимальную шероховатость поверхности не удается. Под воздействием трения в присутствии химически активного абразивного материала и среды идет практически мгновенное окисление поверх-



ностного слоя и образование оксидной пленки, которая легко разрушается и удаляется с поверхности.

Полирование характеризуется процессами абразивного разрушения поверхностных слоев и образованием новых твердых фаз на границе раздела. Под действием зерен абразива происходит упругопластическая деформация металла, вызывающая изменение физикохимических свойств тонкого подповерхностного слоя, в том числе термодинамического и химического потенциалов.

В общем случае химический потенциал µ определяется как изменение энергии Гибса G:

$$\mu = (F - TS + PV)/N = G/N.$$
(6)

Свободная энергия dF системы в процессе полирования при постоянном объеме зависит от изменения энтропии dS, химического потенциала компонентов материала  $\mu_i$  и свободной поверхностной энергии  $\gamma$  вновь образующейся поверхности. Ее можно представить следующим уравнением для квазистатических систем [25]:

$$dF = -TdS + \sum \mu_i dN_i - \gamma dA, \tag{7}$$

где  $N_i$  – число частиц *i*-го компонента;  $\gamma$  – поверхностное натяжение или поверхностная свободная энергия; А – площадь образующейся поверхности.

Главная причина возрастания химической реакционной способности поверхности металла состоит в увеличении энтальпии из-за изменения его реальной структуры. Энергия упругих искажений решетки, возникающих вследствие пластической деформации тела, эквивалентна увеличению энтальпии тела, а в случае образования дислокаций, когда можно пренебречь энтропийной составляющей, она эквивалентна увеличению термодинамического потенциала.

Под воздействием трения в присутствии химически активного абразивного материала и среды идет практически мгновенное окисление поверхностного слоя и образование оксидной пленки, которая легко разрушается и удаляется с поверхности.

Как известно, пленки на металлах по толщине принято подразделять на три группы: тонкие (невидимые), толщина которых от нескольких ангстрем до 40 нм; средние (дающие цвета побежалости), толщина которых 40–500 нм и толстые видимые, толщина которых более 500 нм. Рост оксидных пленок может быть выражен степенным законом при диффузионно-кинетическом режиме [26]:

$$h^n = k^n \tau \,, \tag{8}$$

где *h* – толщина пленки; *τ* – продолжительность образования пленки; *k*, *n* – коэффициенты.

При диффузионном контроле роста пленок действует параболический закон [26]:

$$h^2 = k\tau + C , (9)$$

где k, C – постоянные.

При диффузионно-кинетическом контроле скорость химической реакции и скорость диффузии равны. Например окисление углеродистой стали (0,6 % С) при 800 °С на воздухе, насыщенном парами воды.

Величина поверхностной энергии вновь образующейся поверхности (в основном это все-таки оксидные пленки различной толщины) определяет прочностные характеристики материала. Правомерно для изотропных поверхностей представить напряжение, возникающее в



процессе образования оксидной пленки на ювенильной поверхности металла  $\sigma_s$ , уравнением [25]:

$$\sigma_s = \gamma + \Delta \frac{d\gamma}{dA},\tag{10}$$

где  $\gamma$  – поверхностное натяжение или поверхностная свободная энергия; А – площадь образующейся поверхности;  $\Delta$  – изменение площади поверхности.

Согласно теории роста тонких оксидных пленок Кабреры и Мотта [27, 28], контролирующей стадией окисления является перенос ионов металла под влиянием ускоряющего электрического поля внутри пленки, образованных на границе раздела металл–пленка положительными ионами металлов и отрицательными ионами хемосорбированного кислорода.

В результате полирования нанодисперсными твердыми растворами оксидов алюминия и железа, установлено, что в процессе полирования образцов закаленной стали ШХ-15 на начальной стадии (в течение 15 мин) происходит увеличение массы образцов за счет внедрения кислорода и окисления подповерхностного слоя, что подтверждается наблюдаемым увеличением массы образцов. С учетом удельной плотности материала и полируемой площади это соответствует толщине окисленного подповерхностного слоя, равного 1500–4000 нм, т. е. наблюдается образование толстых пленок. Если абразивный материал содержит нанодисперсные фракции, то возникшая пленка легко снимается через механическое воздействие частиц абразивного порошка, практически не повреждая поверхности. На следующем этапе полирования продолжительностью 30–60 мин образуется гладкая поверхность с получением средних и тонких оксидных пленок на поверхности, экранирующих ее. На рис. 3 представлены различной толщины оксидные пленки, образующиеся в процессе полирования стали ШХ-15: *а* – в начале процесса; *б* – в конце процесса; *в* – образование толстых пленок при использовании абразивного материала модифицированного марганцем твердого раствора оксидов алюминия и железа.

По данным электронной микроскопии наблюдается внедрение в небольшом количестве оксида алюминия в подповерхностный слой стали: содержание оксида алюминия составляет до 0,1 % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Также было выявлено, что при полировании стали ШХ-15 происходит незначительное снижение микротвердости от 1030 до 925 – 930 кГ/мм<sup>2</sup> при использовании в качестве абразивного материала модифицированного оксида хрома или сложных оксидов алюминия и железа, что свидетельствует о незначительном изменении упрочнения в подповерхностном слое и механохимическом процессе полирования (рис.4).

При полировании могут возникнуть напряжения в пленках, например: 1) внутренние напряжения сжатия на неровной поверхности металла образуют отрывающие усилия; 2) внутренние сжимающие напряжения, появляющиеся при росте пленки.

Таким образом, финишное полирование с трибохимически активными абразивами представляет собой процесс, в котором механическое воздействие инициирует химические превращения, ведущие к сглаживанию поверхности, поэтому его можно отнести к механохимическим.





Рис. 3. Оксидные пленки, образующиеся в процессе полирования стали ШХ-15: *а* – в начале процесса; *б* – в конце процесса; *в* – образование толстых пленок при использовании абразивного материала модифицированного марганцем твердого раствора





Рис. 4. Зависимость микротвердости стали ШХ-15 от продолжительности полирования: *I* – с модифицированным оксидом хрома [11]; *2* – с твердым раствором оксидов алюминия и железа; *3* – с твердым раствором оксидов алюминия и железа в условиях вибрационного режима [29]



Изменение электронной подсистемы для стали: окисление  $Fe^{o} \rightarrow Fe^{2+} \rightarrow Fe^{3+}$ . Электронно-спиновые изменения в частично заполненных оболочках:

$$3d^64s^2 \rightarrow 3d^64s^\circ \rightarrow 3d^54s^\circ$$
.

Изменение электронной подсистемы для титана, происходит следующее:  $Ti^0 \rightarrow Ti^{2^+} \rightarrow Ti^{4^+}$ . Электронно-спиновые изменения в подуровне могут быть представлены следующим образом:  $3d^24s^2 \rightarrow 3d^24s^0 \rightarrow 3d^14s^0 \rightarrow 3d^04s^0$ . На начальном этапе полирования в результате действия химических компонентов пасты и механического воздействия абразивных частиц образуются оксиды в подповерхностном слое металла, например следующим образом:  $Ti + O_2 \rightarrow TiO \rightarrow Ti_3O_5 \rightarrow Ti_2O_3 \rightarrow TiO_2$ 

Процесс полирования является многофакторным, и его математическое описание осложнено тем, что он не является только процессом абразивного разрушения поверхностных слоев. Реакционная способность механически обрабатываемой поверхности металла приводит за очень короткую продолжительность к возникновению пленки оксидного слоя, имеющего достаточно сильное адгезионное сцепление с металлической основой. Поверхностное натяжение оксидной пленки определяет прочностные свойства объемного металла.

Учитывая химический состав после полирования подповерхностного слоя металла (табл. 1), высокую производительность, незначительное снижение микротвердости полируемого металла, а также аномальное увеличение массы полируемого образца в начальный период в течение первых 15 мин, что связано с окислением подповерхностного слоя, весь процесс следует отнести к механохимическому. При полировании стали ШХ-15 происходит незначительное снижение микротвердости материала (водная полировальная паста с оксида алюминия–железа) от 1030 до 925÷930 кГ/мм<sup>2</sup>.

Таблица 1 – Элементный состав в мас. % образцов стали ШХ-15 (*числитель*) и полированного подповерхностного слоя (*знаменатель*)

| С         | Al       | Si        | V         | Cr        | Mn        | Fe          | Ni        |
|-----------|----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-------------|-----------|
| 1,03/1,42 | 0,0/0,08 | 0,28/0,25 | 0,06/0,06 | 1,64/1,52 | 0,27/0,39 | 96,41/96,13 | 0,18/0,15 |

В результате под воздействием трения в присутствии химически активного абразивного материала и среды идет практически мгновенное окисление поверхностного слоя и образование оксидной пленки, которая разрушается и удаляется с поверхности.

Так как полирование является процессом на границе твердых тел, включающим окисление и образование оксидной фазы в подповерхностном слое, то всю систему правомерно рассматривать как двухфазную с разделяющей поверхностью, расположенной между объемной и поверхностной фазами металла с обменом ионами и химическим равновесием. Такие процессы относятся к топохимическим, и для описания кинетики полирования с участием реакций в подповерхностном слое можно применить уравнение [30]:

$$\alpha = 1 - e^{-kt^n} \tag{11}$$

где  $\alpha$  – степень превращения атомов металла в оксиды и определяемая как относительная интенсивность съема металла C<sub>i</sub>/C<sub>max</sub> (принимается априори, что фактор механохимического воздействия абразива является основным); n – число последовательных стадий при образовании центра новой фазы оксидов; k – константа процесса; t – продолжительность процесса полирования. Константу скорости процесса окисления  $K_{c\kappa}$  следует определять по уравнению [31]:

$$K_{c\kappa} = nk^{1/n} . \tag{12}$$



В табл. 2 даны экспериментальные значения *n*, *k* и  $K_{c\kappa}$  процесса полирования с примененным удельным давлением 6–12 кПа (дисперсия S<sup>2</sup> рассчитана по пяти параллельным опытам).

| Образцы сплавов        | Абразивный материал   | Параметры кинетического<br>уравнения |       |       | Дисперсия<br>S <sup>2</sup> |
|------------------------|---|--------------------------------------|-------|-------|-----------------------------|
|                        |   | n                                    | k     | Кск   |                             |
| Сталь ШХ-15            | Твердый раствор ок-<br>сидов алюминия и<br>железа   | 1,0                                  | 0,04  | 0,03  | 0,005                       |
| Сталь ШХ-15            | Твердый раствор ок-<br>сидов алюминия и<br>железа, модифици-<br>рованный MoO <sub>2</sub> | 1,54                                 | 0,005 | 0,05  | 0,003                       |
| Сталь ШХ-15            | Карбид бора В4С   | 1,3                                  | 0,01  | 0,004 | 0,005                       |
| Сплав алюминия<br>Д-16 | Твердый раствор ок-<br>сидов алюминия и<br>железа   | 1,2                                  | 0,03  | 0,06  | 0,004                       |
| Сплав алюминия<br>Д-16 | Твердый раствор ок-<br>сидов алюминия и<br>железа, модифици-<br>рованный MnO <sub>2</sub> | 1,0                                  | 0,05  | 0,04  | 0,005                       |
| Медь М-1               | Твердый раствор ок-<br>сидов алюминия и<br>железа   | 1,2                                  | 0,01  | 0,02  | 0,003                       |
| Медь М-1               | Твердый раствор ок-<br>сидов алюминия и<br>железа, модифици-<br>рованный MoO <sub>2</sub> | 1,2                                  | 0,03  | 0,05  | 0,005                       |
| Титан ВТ1-00           | Твердый раствор ок-<br>сидов алюминия и<br>железа, модифици-<br>рованный ZrO <sub>2</sub> | 0,78                                 | 0,10  | 0,05  | 0,005                       |

Таблица 2 – Эксперементальные параметры в кинетических уравнениях полирования

На основании проведенного исследования процесса полировании цветных металлов и сплавов было установлено, что модифицирование сложных оксидов алюминия и железа оксидами переходных элементов с переменной валентностью, таких как молибден, марганец ( $MoO_2$ ,  $MnO_2$ ), значительно повышает окислительную способность абразива и увеличивает производительность. Сложные оксиды алюминия и железа, получаемые из гидроксокарбонатных комплексов, обладают высокой полирующей способностью в процессе финишного полирования закаленных сталей и обеспечивает шероховатость поверхности менее  $R_a$  0,005 мкм, что объясняется повышенной трибохимической активностью абразивных частиц. На рис. 5 приведены кинетические кривые полирования закаленной стали ШХ-15. Для сравнения приведена кривая полирования с карбидом бора, как видно, производительность с ним почти в 2 раза меньше. Наиболее высокая полирующая способность отмечается при полиро-







Рис. 5. Кинетические кривые для полирования стали ШХ-15 (Р, мг/см<sup>2</sup>мин) с твердым раствором Al<sub>2-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>3</sub>: *1* – 0,175 мол. % Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; *2* – с 0,014 мол. % Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; *3* – с карбидом бора В<sub>4</sub>С. Результаты эксперимента были обработаны методами математической статистики





Для полирования цветных металлов и сплавов, таких как медь, латунь, более эффективным является модифицированный оксид алюминия–железа: 0,001 - 0,005 мол. % MoO<sub>2</sub>, MnO<sub>2</sub>. На рис. 7 приведены кинетические кривые полирования цветных металлов: меди, латуни и титана. Модифицирование твердого раствора оксидов алюминия и железа диоксидом молибдена MoO<sub>2</sub> в количестве 0,001-0,005 мол. % увеличивает полирующую способность на порядок при полировании меди и латуни, что отражено на кривых.

Для полирования титана наилучшей модифицирующей добавкой к твердому раствору оксидов алюминия и железа является диоксид циркония: модифицирование  $ZrO_2$  увеличивает полирующую способность в 3–4,5 раза. Так первоначальная шероховатость поверхности  $R_a$  титана составляла 1,29–1,63 мкм, скорость вращения образов 89 об/мин (1,4 м/с), контактное давление 18 кПа, что равно 1/5 от известной для полирования титана корундом [32].





Рис. 7. Кинетические кривые для полирования (Р, мг/см<sup>2</sup>мин): *I* – меди с твердым раствором оксидов алюминия и железа, модифицированным MoO<sub>2</sub>; *2* – латуни с твердым раствором оксидов алюминия и железа, модифицированным MnO<sub>2</sub>; *3* – меди с немодифицированным твердым раствором оксидов алюминия и железа; *4* и 5 – титана с твердым раствором оксидов алюминия и железа; *4* и 5 – титана с твердым раствором оксидов алюминия и железа, модифицированным ZrO<sub>2</sub> – 0,08 и 0,04 мол. % соответственно; *6* – алюминия с твердым раствором оксидов алюминия и железа, модифицированным MnO<sub>2</sub>

Получение наименьшей шероховатости поверхности  $R_a$  0,002 мкм отмечается с применением твердого раствора оксидов алюминия и железа, содержащих оксид железа в интервале 0,125–0,156 мол. %.

На рис. 8 представлены кинетические кривые изменения шероховатости поверхности при полировании образцов закаленной стали и меди с различными абразивами.



Рис. 8. Кинетические кривые изменения шероховатости поверхности  $R_a$  при полировании образцов: 1 - меди М-1 твердым раствором оксидов алюминия и железа (0,125 мол. % Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>); 2 - меди М-1 твердым раствором оксидов алюминия и железа, модифицированным MoO<sub>2</sub>; 3 - стали ШХ-15 твердым раствором оксидов алюминия и железа (0,125 мол. % Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>); 4 - стали ШХ-15 карбидом бора; 5 - меди М-1 твердым раствором оксидов алюминия и железа люминия и железа и железа, модифицированным и железа, модифицирование и железа, модифицированным MnO<sub>2</sub>

Результаты определения шероховатости методом атомносиловой микроскопии приведены на рис. 9. Наименьшей шероховатостью обладают образцы стали, полированные твердым раствором оксидов алюминия и железа, а также образцы меди, полированные с модифицированным (MoO<sub>2</sub>, MnO<sub>2</sub>) твердым раствором оксидов алюминия и железа.

Для сравнения приведены результаты полирования с использованием карбида бора В<sub>4</sub>С той же дисперсности: минимально достигаемая шероховатость поверхности равна *R<sub>a</sub>* 0,075 мкм. Это подтверждает вывод о том, что финишное полирование является эффективнее с трибохимически активными абразивными материалами.



Рис. 9. Характерное АСМ изображение рельефа поверхности стали ШХ-15: *а* – исходный образец Ra 0,1 мкм; *б* – образец, полученный в результате полирования в течение 0,5 ч; *в* – полученный в результате полирования в течение 1–1,5 ч твердым раствором оксидов алюминия и железа

В результате исследования процессов полирования титана сложными оксидами алюминия и железа (твердым раствором оксидов алюминия и железа), модифицированными диоксидом циркония, были установлены следующие закономерности. Так, сложные оксиды алюминия и железа, модифицированные диоксидом циркония, получаемые из гидроксокарбонатных комплексов, обладают повышенной полирующей способностью в процессе финишного полирования титана и его сплавов. Обеспечивают шероховатость поверхности  $R_a$ 0,009–0,019 мкм, что объясняется как повышенной трибохимической активностью абразивных частиц, так и увеличением твердости абразивного материала.



На рис. 10. приведены электронно-микроскопические снимки поверхности стали ШХ-15 после полирования.



Рис. 10. Электронно-микроскопические снимки поверхности стали ШХ-15 после полирования: *а* – твердым раствором оксидов алюминия и железа; *б* – карбидом бора

Финишное полирование твердым раствором оксидов алюминия и железа основано на окислении поверхности металла. В результате трения при наличии химически активного абразивного материала и окружающей среды имеет место почти мгновенное окисление поверхностного слоя и образование оксидной пленки, которая разрушается и удаляется с поверхности. Высшая степень окисления титана возможна в контактных точках, где образуются микротрещины. В результате окисления и удаляетия и удаляется.

На рис. 11 приведены SEM – изображение полированной поверхности меди M-1 (*a*); характеристики ACM: изображение рельефа (б); сечение поверхности: Ra 0,006 мкм (в); характеристика ACM изображение полированной поверхности рельефа латуни Л-63 (г).





На рис. 12 приведены данные оптической профилометрии полученных полированием образцов титана BT1-00.



Рис.12. Полирование титана ВТ1-00: топография поверхности титана образцов: *а* – первоначальная шероховатость поверхности, *R<sub>a</sub>* 1,3–1,6 мкм; *б* – характерное изображение рельефа поверхности образцов, полированных в течение 60 мин, *R<sub>a</sub>* 0,019 мкм (выборка 161,85 nm, S<sup>2</sup> 1,51)

Наблюдается определенная закономерность влиянии модифицирования и соотношения микротвердости абразивного материала и микротвердости металлов на полирующую способность (рис. 13). В табл. 3 приведены данные по соотношению микротвердостей абразива и металлов: если это соотношение меньше чем 1,8 (HVa/HVm≤1,8), механизм полирования в большей степени является механохимическим.

Известны различные методы получения наночастиц порошкового материала на основе оксида алюминия, например методом импульсного нагрева, однако использовать для полирования такой материал не рекомендуется, поскольку он не обладает необходимыми абразивными свойствами: частицы имеют несформированную кристаллическую структуру [33–36]. Методы, основанные на получении золь-геля гидроксидов переходных металлов с последующим прокаливанием, не дают трибохимического эффекта при полировании, так как в процессе трибохимического активирования играет роль не только наноразмер частиц, но и то, из каких комплексов были получены оксиды [37]. Получение наночастиц абразивного материала методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (CBC) или механохимическим методом не обеспечивает всего комплекса свойств, необходимых для достижения высокого класса чистоты обработки поверхности [38, 39].





Рис. 13. Зависимость полирующей способности Р (мг/см<sup>2</sup>мин) от модифицирования твердого раствора оксидов и соотношения микротвердости абразива к микротвердости металла (HVa / HVm)

| Таблица 3 – Соотношение твердости абразива и мин | кротвердости металла и | механизм |
|--|------------------------|----------|
| процесса   |                        |          |

| Материал    | Абразив   | Соотношение микро<br>твердостей (МПа) HV.<br>Абразив/полируемый материал | Механизм<br>полирования           |
|-------------|---|--|-----------------------------------|
| Сталь ШХ-15 | Карбид бора   | 40000/10000=4  | Абразивный                        |
| Сталь ШХ-15 | Корунд $Al_2O_3$  | 18000/10000=1,8  | _ " _                             |
| Сталь ШХ-15 | Аl <sub>2-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>3</sub> и Fe <sub>2-y</sub> Al <sub>y</sub> O <sub>3</sub><br>нанодисперсный | x/10000 ≤ 1,5<br>x≤1650  | Трибохимическое<br>взаимодействие |
| Медь М-1    | Сурик Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>  | 1100/1300=0,85   |                                   |
| Латунь      | Крокус $Fe_2O_3$  | 1100/1500=0,73   |                                   |
| Медь М-1    | Аl <sub>2-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>3</sub> и Fe <sub>2-y</sub> Al <sub>y</sub> O <sub>3</sub><br>нанодисперсный | x/1100≤ 1,5<br>x≤1650  | Трибохимическое<br>взаимодействие |
| Алюминий    | Al <sub>2-x</sub> Fe <sub>x</sub> O <sub>3</sub> и Fe <sub>2-y</sub> Al <sub>y</sub> O <sub>3</sub><br>нанодисперсный | x/2000≤1,5<br>x≤1650   | _ " _                             |

К одному из перспективных методов получения наночастиц следует отнести метод химической модификации слоистых структур, где используется образование гидроксокомплексов  $M_{1-x}^{2+}M_x^3(OH)_2(X^{n-})_{x/n} \cdot mH_2O$ . Рассмотрим особенности этого метода. Структура таких соединений состоит из положительно заряженных гидроксидных слоев  $M_{1-x}^{2+}M_x^3(OH)_2^{x+}$  и анионов  $X^{n-}$ . Для получения нанодисперсных твердых растворов оксидов был использован метод синтеза из гидроксокарбонатных комплексов. При этом совокупность об-



разования промежуточных гидроксокарбонатных комплексных соединений с последующим гидролизом и термогидролизом дает эффект получения качественно новых функциональных свойств. Необходимая структура связей формируется на первом этапе – стадии осаждения и образования гидроксокомплексов. Значительное преимущество этого метода – неограниченная возможность варьирования атомного соотношения элементов в процессе осаждения.

В результате осаждения на первой стадии (данные ИК-спектроскопии и химического метода анализа) происходит образование аммонийных гидроксокарбонатов алюминия, железа. В состав входят пять гидроксо-групп и две карбоксо-группы и могут быть представлены формулой:  $NH_4FeAl_2(OH)_5(CO_3)_2 * nH_2O$ . Подобными по составу являются аммонийные гидроксокарбонаты кобальта, алюминия и хрома, исследованные в [40]. Суммарную реакцию осаждения гидроксокарбонатов алюминия и железа можно представить следующим образом [12]:

$$FeSO_4 + Al_2(SO_4)_3 + 9NH_4HCO_3 = 4NH_4FeAl_2(OH)_5(CO_3)_2 + 4(NH_4)_2SO_4 + 2H_2O + 7CO_2.$$
(13)

Уравнение реакции синтеза твердых растворов путем разложения гидроксокарбонатов следующее:

$$4NH_4FeAl_2(OH)_5(CO_3)_2 + O_2 = 2Fe_2O_3 + 4Al_2O_3 + 4NH_3 + 8CO_2 + 12H_2O.$$
 (14)

Начало образования фазы твердого раствора оксида алюминия и железа на основе корунда и гематита отмечается при температуре 950–1000 °C, что подтверждается данными DTA и РФА. В процессе термообработки гидроксокарбонатов происходит окисление двухвалентного железа до трехвалентного, что подтверждается данными химического анализа.

В результате изотермической выдержки происходит образование двух твердых растворов ромбоэдрической модификации с пространственной группой R-3c: α-Al<sub>2-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>3</sub> – дифракционные линии (012), (104), (110), (116) и α-Fe<sub>2-y</sub>Al<sub>y</sub>O<sub>3</sub> – линии (104), (110), (116).

Для повышения окислительной способности абразивного материала в процессе осаждения вводили молибдат-ионы в виде 0,1 М раствора (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>. Концентрацию оксида железа варьировали в интервале 0,12 – 0,175 мол. %, концентрацию диоксида молибдена -0,001 – 0,005 мол. %. Оптимальная температура прокалки для получения высокой полирующей способности 1150–1200 °С. При осаждении происходит восстановление Mo<sup>6+</sup> до Mo<sup>5,7+</sup> по реакции [41]:

$$2FeSO_4 + (NH_4)_6Mo_7O_{24} + H_2O = Fe_2(SO_4)_2(OH)_2 + (NH_4)_6Mo_7O_{23}.$$
 (15)

В результате термообработки происходит разложение молибдата аммония со степенью окисления + 5,7 с образованием диоксида молибдена тетрагональной модификации по реакции:

$$(NH_4)_6Mo_7O_{23} = 6NH_3 + 7MoO_2 + 3H_2O + 3O_2$$

Образование тетрагонального диоксида молибдена MoO<sub>2</sub> с пространственной группой P42/mnm – линии hkl (110), (200), (211) – с параметрами решетки, близкими к параметрам диоксида марганца той же модификации. Схема реакций синтеза следующая:

$$\begin{split} \mathrm{NH}_{4}\mathrm{Al}_{2}\mathrm{Fe}(\mathrm{OH})_{5}(\mathrm{CO}_{3})_{2} + (\mathrm{NH}_{4})_{6}\mathrm{Mo}_{7}\mathrm{O}_{24} &\rightarrow \mathrm{NH}_{4}\mathrm{Al}_{2}\mathrm{Fe}(\mathrm{OH})_{6}(\mathrm{CO}_{3})_{2} + \\ + \mathrm{NH}_{4}\mathrm{Al}_{2}\mathrm{Fe}(\mathrm{OH})_{5}(\mathrm{CO}_{3})_{2} + (\mathrm{NH}_{4})_{6}\mathrm{Mo}_{7}\mathrm{O}_{23} \xrightarrow{220 \div 250 \ ^{\circ}\mathrm{C}} \mathrm{Al}_{2}\mathrm{Fe}(\mathrm{OH})_{4}\mathrm{O}_{2} \xrightarrow{425 \div 450 \ ^{\circ}\mathrm{C}} \\ &\rightarrow \mathrm{Al}_{2}\mathrm{O}_{3} * \mathrm{Fe}_{2}\mathrm{O}_{3}_{\mathrm{a}\mathrm{Mop}\varphi} + \mathrm{Fe}_{2}\mathrm{O}_{3}_{\mathrm{Kpucr}} \xrightarrow{950 \div 1150 \ ^{\circ}\mathrm{C}} \mathrm{Al}_{2-\mathrm{x}}\mathrm{Fe}_{\mathrm{x}}\mathrm{O}_{3}_{\mathrm{Kpucr}} + \\ &+ \mathrm{Fe}_{2-\mathrm{y}}\mathrm{Al}_{\mathrm{y}}\mathrm{O}_{3}_{\mathrm{Kpucr}} + \mathrm{MoO}_{2}_{\mathrm{Kpucr}} \end{split}$$

Процесс образования твердого раствора оксидов алюминия и железа из гидроксокарбонатных комплексов с введением добавки молибдат-ионов влияет на абразивные свойства материала. Присутствие в образцах  $MoO_2$  в количестве 0,001– 0,005 мол. % увеличивает полирующую способность в 6–7 раз при полировании меди и латуни, что отражено на кинетических кривых (рис. 7). Наиболее высокой полирующей способностью обладают образцы, содержащие 0, 15–0,18 мол. % Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, при мольном соотношении корунда и гематита 4:1. Получение наименьшей шероховатости поверхности R<sub>a</sub> 0,002 мкм отмечается с применением образцов, содержащих оксид железа в интервале 0,125–0,156 мол. %.

В случае модифицирования диоксидом циркония на второй стадии в процессе твердофазного синтеза при термообработке гидроксокарбонатов в интервале температур от 950 до 1150 °С происходит окисление двухвалентного железа до трехвалентного и образование твердых растворов оксидов алюминия и железа, а также модифицирующих диоксидов циркония, что подтверждается данными рентгенофазового и химического методов анализа. Уравнения реакции образования твердых растворов оксидов следующие [42]:

$$2ZrOSO_4 + 6NH_4HCO_3 = (NH_4)_2Zr_2O_2(OH)_2(CO_3)_2 + 4CO_2 + 2H_2O + 2(NH_4)_2SO_4;$$
(16)

$$4NH_4FeAl_2(OH)_5(CO_3)_2 + O_2 = 2Fe_2O_3 + 4Al_2O_3 + 4NH_3 + 8CO_2 + 12H_2O;$$
(17)

$$(NH_4)_2 Zr_2 O_2 (OH)_2 (CO_3)_2 = 2ZrO_2 + 2CO_2 + 2H_2O + 2NH_3.$$
(18)

В общем виде:

$$NH_{4}Al_{2}Fe(OH)_{5}(CO_{3})_{2}+(NH_{4}Zr_{2}O_{2}(OH)_{2}(CO3)_{2}\rightarrow Al_{2}Fe(OH)_{4}O_{2}+Zr_{2}O_{2}(OH)_{2}\rightarrow$$

$$\rightarrow Al_{2}O_{3}\cdot Fe_{2}O_{3amorp}+ZrO_{2amorp}\rightarrow Al_{2-x}Fe_{x}O_{3cryst}+ZrO_{2cryst}.$$
(19)

Отмечается образование твердого раствора оксидов алюминия и железа ромбоэдрической модификации с пространственной группой *R-3c*:  $\alpha$ -Al<sub>2-x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>3</sub> (85,9 мас. %) – дифракционные линии (012), (104), (110), (116),  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (7,7 мас. %) – линии *hkl* (012), (104), (110), (116), а также образование тетрагонального диоксида циркония (1,9 мас. %) с пространственной группой *P42/nmc* – линии *hkl* (101) (110), (112), и моноклинного (3,7 мас. %) диоксида циркония с пространственной группой *R21/c* – линии *hkl* (011) (111), (111). Дополнительно образуется орторомбический AlFeO<sub>3</sub> 3,7мас. % с пространственной группой *Pna21* – линии *hkl* (011), (111), (022), (122). Химический рентгенофлюоресцентный энергодисперсионный анализ дает следующий состав: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 70, 0 %; Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 25,0 %; ZrO<sub>2</sub> – 5,0 %, что хорошо совпадает с данными РФА.

Данные, полученные в результате исследований седиментации (рис. 14) и электронной микроскопии, показывают, что образцы твердых растворов оксидов алюминия и железа (моль 0,12 до 0,156 % Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и 0,04–0,08 моль % ZrO<sub>2</sub>) содержат наночастицы: основная часть – это частицы размером 50 нм. Образцы с концентрацией 0,08 моль % ZrO<sub>2</sub> содержат наночастицы, более чем на 50 нм. Образцы содержат также наночастицы до 10 нм, которые собираются в более крупные частицы за счет электростатического притяжения. Но эти частицы быстро распадаются на мелкие наночастиц, поэтому в процесс полирования не оставляют царапин на поверхности образца.



Рис. 14. Дифференциальные кривые распределения частиц для сложных оксидов алюминия и железа: *1* – немодифицированные; *2* – модифицированные с 0,004 мол. % ZrO<sub>2</sub>; *3* – модифицированные с 0,008 мол. % ZrO<sub>2</sub>

### 4. Заключение

Таким образом, финишное полирование металлов с трибохимически активными материалами представляет механохимический процесс, в котором происходит механическая активация поверхности металла, сопровождающаяся окислением поверхности металла и образованием оксидной пленки, затем ее разрушением и удалением. Скорость полирования зависит от трибохимической активности абразивного материала. Так как полирование является процессом на границе твердых тел, включающим окисление и образование оксидной фазы в подповерхностном слое, то всю систему правомерно рассматривать как двухфазную с разделяющей поверхностью, расположенной между объемной и поверхностной фазами металла с обменом ионами и химическим равновесием. Такие процессы относятся к топохимическим, и для описания кинетики полирования с участием реакций в подповерхностном слое можно применить уравнение Ерофеева – Колмогорова. Установлено, что получаемый из гидроксокомплексов твердый раствор оксидов алюминия и железа на основе корунда и гематита (Al<sub>2</sub>. <sub>x</sub>Fe<sub>x</sub>O<sub>3</sub> и Fe<sub>2-v</sub>Al<sub>v</sub>O<sub>3</sub>), является трибохимически активным, обеспечивает высокую производительность и наношероховатость поверхности (R<sub>a</sub> 0,005-0,002 мкм) в процессах финишного полирования стали с аустенитно-мартенситной структурой типа марки ШХ-15, а также меди, алюминия и титана и их сплавов. Для получения шероховатости поверхности R<sub>a</sub> менее 0,005 мкм абразивный материал содержит нанодисперсные фракции, способные участвовать в трибохимических реакциях. Для увеличения производительности полирования цветных металлов необходимо модифицирование твердых растворов оксидов алюминия и железа оксидами молибдена, марганца и циркония.

## Благодарность

Автор выражает признательность и благодарность к.х.н. А. П. Тютюнник, ведущему научному сотруднику Института химии твердого тела Уральского отделения Российской академии наук за проведенный рентгенофазовый анализ образцов оксидов.



В эксперименте было использовано оборудование и приборы Центра Коллективного Пользования (ЦКП) Института машиноведения Уральского отделения Российской академии наук.

# Литература

1. Artemov A. S. Polishing nanodiamonds // Physics of the Solid State. -2004. - Vol. 46, iss. 4. - P. 687–695. - DOI: 10.1134/1.1711453.

2. Jackson M. J., Mills B., Hitchiner M. P. Controlled wear of vitrified abrasive materials for precision grinding applications // <u>Sadhana</u>. – 2003. – Vol. 28, no. 5. – P. 897–914.

3. Bakharev V. P. Dispersion of Ceramics and Composites in Diamond Finishing by Free Abrasive // Russian Engineering Research. – 2009. – Vol. 29, no. 2. – P. 162–168. DOI: 10.3103/S1068798X09020129.

4. Assessment of surface roughness and reflectance of nonmetallic products upon diamond abrasive finishing / Yu. D. Filatov, V. P. Yashchuk, U. Heisel, M. Storchak, G. Monteil // Journal of Superhard Materials. – Vol. 31, no. 5. – P. 338–346. – DOI: 10.3103/S1063457609050098.

5. Storozhenko P. A., Guseinov S. L., Malashin S. I. Nanodispersed powders: Synthesis methods and practical applications // Nanotechnologies in Russia. – 2009. – Vol. 4, iss. 5. – P. 27–39. – DOI: 10.1134/S1995078009050024.

6. Pokropivnyi V. V, Silenko P. M. Silicon carbide nanotubes and nanotubular fibers: Synthesis, stability, structure, and classification // Theoretical and Experimental Chemistry. – 2006. – Vol. 42, iss 1. – P. 3–15. – DOI: 10.1007/s11237-006-0010-y.

7. Khanra A. K. Production of boron carbide powder by carbothermal synthesis of gel material // Bull. Mater. Sci. -2007. - Vol. 30, iss. 2. - P. 93–96. - DOI: 10.1007/s12034-007-0016-7. - DOI: 10.1007/s12034-007-0016-7.

8. Bogdanov S. P. Influence of superstoichiometric boron on the Synthesis of cubic Boron nitride // Glass Physics and Chemistry. – 2008. – Vol. 34, no. 3. – P. 336–339. – DOI: 10.1134/S108765960802017X.

9. Гаршин А. П., Гропянов В. М., Лагунов Ю. В. Абразивные материалы. – Л. : Машиностроение, 1983. – 230 с.

10. Viktorov V. V., Fotiev A. A., Badich V. D. Abrasive and thermal properties of  $Al_2O_3$ - $Cr_2O_3$  solid solutions Абразивные и термические свойства твердых растворов системы  $Al_2O_3$ - $Cr_2O_3$  // Inorganic Materials. – 1996. – Vol. 32, iss. 1. – Р. 55–57.

11. Chekhomova L. F. Abrasive Properties of Modified Chromia // Inorganic Materials. – 2001. – Vol. 37, no. 3. – P. 274–280. – DOI: 10.1023/A:1004173632509. – ISSN 0020-1685.

12. Chekhomova L. F. Abrasive properties of aluminum iron oxide nanoparticles // Inorganic Materials. – 2009. – Vol. 45., no. 10. – C. 1158–1165. – DOI: 10.1134/S0020168509100148.

13. Ходаков Г. С. Физико-химическая механика технологических процессов обработки материалов // Рос. хим. журн. им. Д. И. Менделеева. – 2000. – № 3. – С. 93–107.

14. Марченко Е. А., Харач Г. М. О закономерностях образования микротрещин в поверхностных слоях металлов в условиях трения при пластическом контакте // Доклады Академии наук СССР. Техническая физика. – 1976. – Т. 231. – № 4. – С. 853–855.

15. Ящерицын П. И., Мартынов А. Н. Чистовая обработка деталей в машиностроении. Минск. – Вышэйшая школа. – 1983. – 191 с.

16. Кубашевский О., Гопкинс Б. Окисление металлов и сплавов. – М. : Металлургия. – 1965. – 428 с.

17. Pad Effects on Material-Removal Rate in Chemical – Mechanical Planarization / A. F. Bastawtos, A. Chandra, Y. Guo, B. Yan // Journal of Electronic Materials. – 2002. – Vol. 31, no. 10. – C. 1022–1031. – DOI: 10.1007/s11664-002-0038-2.



18. Tseng W-T., Wang Y-H., Chin J-H. Effects of film stress on the chemical mechanical polishing process // Journal of the Electrochemical Society. – 1999. – Vol. 146, iss. 11. – P. 4273–4280. – DOI: 10.1149/1.1392627.

19. Fu G., Chandra A. A model for wafer scale variation of material removal rate in chemical mechanical polishing based on viscoelastic pad deformation // Journal of Electronic Materials. – 2002. – Vol. 31, no. 10. – P. 1066–1073. – DOI: 10.1007/s11664-002-0044-4.

20. Fu G., Chandra A. A model for wafer scale variation of removal rate in chemical mechanical polishing based on elastic pad deformation // Journal of Electronic Materials. -2001. - Vol. 30, no. 4. - P. 400-408. - DOI: 10.1007/s11664-001-0051-x.

21. Wang Y. G., Zhao Y. W., Li X. Modeling the effects of abrasive size, surface oxidizer and binding energy on chemical mechanical polishing at molecular scale // Tribology International. – 2008. – Vol. 41. – P. 202–210. – DOI: 10.1016/J.Triboint.2007.08.004.

22. Хайнике Г. Трибохимия. – М. : Мир, 1987. – 582 с.

23. Ребиндер П. А. Значение физикохимических процессов при механическом разрушении и обработке твердых тел в технике // Вестник АН СССР. – 1940. – № 8. – С. 5–28.

24. Лихтман И., Щукин Е. Д., Ребиндер П. А. Физико-химическая механика металлов. – М. : Изд. АН СССР. – 1962. – 303 с.

25. Мамонова М. В., Прудников В. В., Прудникова И. А. Физика поверхности. Теоретические модели и экспериментальные методы. – М. : Физматлит. – 2011. – 400 с. – ISBN 978-5-9221-1236-9.

26. Тонкие пленки. Взаимная диффузия и реакции / Под ред. Дж. Поута, К. Ту, Дж. Мейера. – М. : Мир. – 1982. – 575 с.

27. Cabrera N. The oxidation of metals // Semiconductor surface physics. – Philadelphia : Univ. of Pennsylvania Press, 1956. – P. 327–332.

28. Mott N. The theory of protective films formation on the metal surface // Trans. Faraday Soc. – 1949. – Vol. 40. – P. 472–486.

29. Koroleva L. F. Final Polishing of Metals to Obtain Nanoroughened Surface // Nanotechnologies in Russia. – 2012. – Vol. 7, nos. 1–2. – P. 67–75. – DOI: 10.1134/S1995078012010119. – ISSN: 1995-0780.

30. Болдырев В. В. Реакционная способность твердых веществ (на примере реакции термического разложения). – Новосибирск : Изд. СО РАН. – 1997. – 304 с.

31. Сакович Г. В., Чижова Н. П. Температурная зависимость скорости термического разложения бикарбоната калия // Изв. ВУЗов. Химия и хим. технология. – 1961. – № 5. – С. 747–750.

32. Kim Jin-seob, Lim Eun-seong, Jung Yoon-gyo. Determination of efficient superfinishing conditions for mirror surface finishing of titanium // J. Cent. South Univ. – 2012. – Vol. 19. – P. 155–162. – DOI: 10.1007/s11771-012-0985-6. – ISSN: 2095-2899.

33. Котов Ю. А., Саматов О. М. Характеристики порошков оксида алюминия, полученных импульсным нагревом проволоки // Поверхность. – 1994. – № 10–14. – С. 90–94.

34. Separation of aluminum oxide powders with different degrees of aggregation by sedimentation in an aqueous medium / A. P. Safronov, E. G. Kalinina, D. A. Blagodetelev, Y. A. Kotov // Nanotechnologies in Russia. – 2010. – Vol. 5, iss. 7–8. – P. 498–505. – DOI: 10.1134/S1995078010070104.

35. Силяков Л., Песоцкая Н. С., Юхвид В. И. Самораспространяющийся высокотемпературный синтез и свойства абразивного композиционного материала на основе корунда // Неорган. материалы. – 1995. – Т. 31, № 3. – С. 351–357.

36. Tarasov A. G., Gorshkov V. A., Yukhvid V. Phase composition and microstructure of  $Al_2O_3$ -Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> solid solutions prepared by self-propagating high-temperature synthesis // Inorganic Materials. – Vol. 43, iss. 7. – P. 724–728. – DOI: 10.1134/S0020168507070102.

37. A sol-gel method for synthesizing porous iron-aluminum oxide substances and regulating their physicochemical characteristics / V. M. Belousov, V. M. Chertov, E. V. Rozhkova,


V I. Litvin, V. A. Zazhigalov // Theoretical and Experimental Chemistry. – 1997. – Vol. 33, no. 2. – P. 103–105. – DOI: 10.1007/BF02765955.

38. СВС-абразивы. Производство. Свойства. Применение / А. Г. Мержанов, И. П. Боровинская, В. К. Прокудина, Н. С. Песоцкая, М. А. Насонова // Наука призводству. – 1998. – № 8 (10). – С. 4–12.

39. Tsuzuki T., Mccormick P. G. Synthesis of  $Cr_2O_3$  nanoparticles by mechanochemical processing // Acta Mater. – 2000. – Vol. 48, no. 11. – P. 2795–2801. – DOI: 10.1016/S0304-8853(99)00064-5.

40. Koroleva (Chekhomova) L. F. Synthesis of Spinel-Based Ceramic Pigments from Hydroxycarbonates // Glass and Ceramics. – 2004. – Vol. 61, nos. 9–10. – P. 299–302. – DOI: 10.1023/B:GLAC.0000048695.24873.a9. – ISSN 0361-7610.

41. Koroleva L. F. Synthesis and abrasive properties of nanoparticulate  $MoO_2$ -modified  $Al_{2-x}Fe_xO_3$  and  $Fe_{2-y}Al_yO_3$  solid solutions // Inorg. Materials. – 2010. – Vol. 46, no 12. – P. 1330–1336. – DOI: 10.1134/S0020168510120113. – ISSN 0020-1685.

42. Koroleva L. F. Nanoparticulate zirconia-modified solid solutions of aluminum-iron oxides for polishing titanium metal // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structure. – 2015. – Iss. 1. – P. 90–102. – DOI: 10.17804/2410-9908.2015.1.090-102. URL: <u>http://dream-journal.org</u>.