

УДК 66.017:666.7

Ю.В. Лощинин¹, С.Ю. Шорстов¹, И.Г. Кузьмина¹**ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ
ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ФАКТОРОВ
НА ТЕПЛОПРОВОДНОСТЬ МАТЕРИАЛОВ
КЕРАМИЧЕСКИХ ФОРМ ДЛЯ ЛИТЬЯ**

DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-2-89-94

Определена теплопроводность толстых неоднородных по структуре и составу материалов керамических форм методом лазерной вспышки. Измерена температуропроводность и кажущая плотность образцов толщиной 3 мм, полученных разделением образцов толщиной 6 мм на две половины. Общую теплопроводность рассчитывали по двухслойной модели с использованием ранее опубликованных данных теплоемкости материалов на основе корунда. Полученные результаты свидетельствуют об отсутствии влияния на теплопроводность материалов образцов пропитки гидролизированным раствором этилсиликата ЭТС-40 после обжига при 1150°C, выполненной для повышения прочности, и заметном влиянии на увеличение теплопроводности в среднем на 18% с ростом температуры обжига (после испытания на изгиб при 1600°C). Установлено более существенное влияние высокопористой структуры наружных слоев на общую теплопроводность керамической формы.

Ключевые слова: огнеупорные керамические формы, теплоемкость, температуропроводность, теплопроводность, метод лазерной вспышки, адиабатический калориметр, двухслойная модель.

Yu.V. Loshchinin¹, S.Yu. Shorstov¹, I.G. Kuzmina¹**RESEARCH OF INFLUENCE OF TECHNOLOGY FACTORS
ON THERMAL CONDUCTIVITY OF CERAMIC CASTING MOLDS**

Thermal conductivity thick heterogeneous by structure of materials of ceramic forms is determined by the laser flash method. There was measured the thermal diffusivity and apparent density of samples of 3 mm thickness received by a division of the samples of 6 mm thickness into two halves. The general thermal conductivity was calculated based on two-layer model using the earlier published data of heat capacity of corundum-based materials. The received results prove that impregnation by the hydrolyzed solution of ETS-40 ethyl silicate after roasting at 1150°C made for strengthening purpose has no influence on the thermal conductivity of the samples materials; the tests results show the significant effect on increase of the thermal conductivity for 18% at average with growth of roasting temperature (after bending test at 1600°C). More essential influence of high-porous structure of the outside layers on the general thermal conductivity of a ceramic form is determined.

Keywords: fire-resistant ceramic forms, heat capacity, thermal diffusivity, thermal conductivity, laser flash method, adiabatic calorimeter, two-layer model.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

К керамическим оболочковым формам и стержням, применяемым для литья деталей ГТД из жаропрочных сплавов, предъявляются высокие требования, обусловленные жесткими условиями эксплуатации. Они должны обладать необходимыми физико-механическими характеристиками термостойкости, газопроницаемости, прочности и жесткости конструкции, точности размеров и шероховатости поверхности, высокой рабочей температуры и др. Высокое качество структуры металла монокристаллической отливки, получаемой по перодовой технологии высокоградиентной направленной

кристаллизации (ВГНК), обеспечивается во многом конструкцией и эффективной работоспособностью материалов форм и стержней, а также необходимым уровнем теплофизических свойств [1–3]. При разработке технологии изготовления отливок из высокожаропрочных естественных композитов на основе Nb–Si решалась сложная проблема выбора материалов для последующей разработки соответствующей технологии изготовления керамической формы и стержней с высокой температурной стабильностью и химической инертностью к расплавам в процессе литья путем направленной кристаллизации при температурах >2000 К [4, 5].

Одним из основных требований получения высокого градиента на фронте кристаллизации при литье лопаток ГТД из жаропрочных никелевых сплавов является повышение теплопроводности керамических форм. Известно, что увеличение температурного градиента на фронте кристаллизации (как и снижение интервала кристаллизации жаропрочного сплава) оказывает значительное влияние на уменьшение размеров структурных несовершенств: усадочных пор кристаллизационного происхождения и глобулярных включений γ/γ' -эвтектики [6]. Важными мерами для устранения газовых пор в приповерхностной структуре отливки являются уменьшение кремнийсодержащих компонентов и применение водных связующих в составе керамических суспензий при изготовлении оболочковых керамических форм [6]. Теплопроводность материала керамической формы наряду с характеристикой теплового расширения – температурным коэффициентом линейного расширения (ТКЛР) – необходимы для проведения тепловых расчетов при моделировании процессов кристаллизации отливки, оценки напряженно-деформированного состояния керамической формы и стержня, расчета литниковых питающих систем и, в конечном счете, оптимизации параметров процесса литья для получения оптимальной структуры отлитого металлического изделия [7, 8].

Оценка влияния различных факторов, таких как состав, режимы обжига и структура материала на характеристики теплофизических свойств керамических материалов (прежде всего, теплопроводность и ТКЛР) позволяет создавать керамические формы и стержни для литья с контролируемыми заданными свойствами, что способствует разработке технологии литья методами ВГНК [9, 10].

Для оценки прочностных свойств материалов керамических форм и стержней для литья изготавливают образцы стандартных размеров (40×30×6 мм) по той же технологии и с тем же количеством слоев, что и сами оболочковые формы и стержни. Из этих же заготовок изготавливают образцы для определения теплопроводности и ТКЛР. Таким образом, представительными образцами материала стенки оболочковой формы и стержня, характеризующими их теплопроводность, являются образцы толщиной 6 мм, которые не могут использоваться для измерения методом лазерной вспышки [11] из-за значительного превышения необходимой толщины образца для выполнения требований методики измерения.

Метод лазерной вспышки в настоящее время является единственным способом определять теплопроводность большинства известных материалов в диапазоне значений от 0,1 до 1000 Вт/(м·К) при температурах от -150 до +2000°C. На образцах материала керамических форм диаметром от 10 до 25 мм и толщиной до 4 мм на приборах ла-

зерной вспышки возможно измерение теплопроводности при температурах до 1400°C и определение теплопроводности с использованием данных теплоемкости и плотности по выражению

$$\lambda = a \cdot c_p \cdot d, \quad (1)$$

где λ – теплопроводность, Вт/(м·К); a – температуропроводность, м²/с; c_p – удельная теплоемкость при постоянном давлении, Дж/(кг·К); d – плотность, кг/м³.

Для выполнения измерений температуропроводности и определения теплопроводности образцы толщиной 6 мм утоняли до 3,5–4,0 мм. Величина теплопроводности материала оболочковой формы, измеренная на таких образцах, не характеризовала теплопроводность материала по всей толщине стенки оболочковой формы.

Подобные трудности имеются и при определении теплопроводности градиентных теплоизоляционных материалов [12] методом лазерной вспышки. Для устранения существующих недостатков в методе определения теплопроводности подобных материалов разработана другая более корректная схема определения теплопроводности.

Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 2. «Фундаментально-ориентированные исследования, квалификация материалов, неразрушающий контроль» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [13].

Материалы и методы

Материалы керамических форм для литья получали по обычной технологии методом последовательного послойного нанесения огнеупорной керамической суспензии оксидных порошковых компонентов окунанием модели заготовок образцов с последующей обсыпкой электрокорундом различной зернистости, промежуточной и окончательной сушкой, удалением модельной массы и обжигом [14]. В качестве наполнителя керамических суспензий использовали порошки корунда различных фракций, концентрата дистенсиллиманита ДСКП и алюминиевого порошка АСД. В качестве связующего использовали гидролизированный раствор этилсиликата ЭТС-40. Обсыпочным материалом являлся порошок электрокорунда в первых (№20 и №25) и последних слоях (№50 и №55).

Блок моделей образцов для испытания на прочность окунают в суспензию с дистенсиллиманитом, дают стечь избытку и наносят присыпку из электрокорундового порошка. Затем полученный слой отверждают путем сушки на воздухе и таким же образом наносят еще 5 слоев. Содержание дистенсиллиманита в первом слое выше, чем в последующих слоях, соответственно и вязкость в ~2 раза больше (45–55 с), что позволяет проникать суспензии последующих слоев в поры отвердевшего первого слоя. Наличие алюминиевого

порошка в составе суспензии обеспечивает прочное связывание слоев формы оксидами алюминия, образовавшимися в результате окисления при обжиге с увеличением объема. Это способствует повышению плотности и прочности лицевого слоя формы.

Для испытаний изготовили образцы материалов керамики одинакового состава: №13, №14 и №15. Все образцы материалов керамических форм после сушки подвергали обжигу при температуре 1150°C в течение 6 ч. Образцы материалов №13 и №14 после первого обжига пропитывали гидролизированным раствором этилсиликата ЭТС-40 с последующим обжигом при температуре 1150°C в течение 6 ч. Пропитку осуществляли для повышения прочности отливок. Появление трещин на поверхности сложнопрофильных отливок лопаток ГТД связано с низкой податливостью формы, поэтому целесообразно считать ее прочность главным параметром качества керамической формы.

Определение теплопроводности образцов материала №14 выполняли на образцах в состоянии после прочностных испытаний на изгиб, проведенных при температуре 1600°C. Характеристика образцов материалов, предназначенных для определения теплопроводности, приведена в таблице.

Теплопроводность материалов керамической формы оценивали по результатам измерения температуропроводности образцов, вырезанных из стандартных заготовок образцов для испытания прочности на изгиб размером 40×30×6 мм.

Следует отметить, что для материалов, имеющих сложную гетерогенную структуру и связанные с этим сложные механизмы теплопереноса, применим термин «эффективная теплопроводность». В данном случае, в соответствии с законом Фурье, она является коэффициентом пропорциональности между усредненным по объему тепловым потоком (в направлении перпендикулярном толщине образца) и средним сглаженным градиентом температуры [15].

Для корректного определения эффективной теплопроводности предлагается разделить образец толщиной 6 мм на две половинки по 3 мм по плоскости, параллельной основаниям образца, путем резки алмазным диском толщиной не более 0,3 мм. Каждую половинку после соответствующей подготовки измеряли как образец, характеризующий теплопроводность половины образца, а общую теплопроводность по толщине 6 мм рассчитывали по выражению, определяющему эквивалентную теплопроводность двухслойной стенки:

$$\frac{\delta_{\text{общ}}}{\lambda_{\text{общ}}} = \frac{\delta_1}{\lambda_1} + \frac{\delta_2}{\lambda_2}, \quad (2)$$

где $\delta_{\text{общ}}$ и $\lambda_{\text{общ}}$ – общая толщина образца стенки формы (м) и ее эффективная теплопроводность (Вт/(м·К)) соответственно; δ_1 , λ_1 и δ_2 , λ_2 – толщина первой половины стенки формы (м) и ее теплопроводность (Вт/(м·К)) и толщина второй половины стенки формы (м) и соответствующая ей теплопроводность (Вт/(м·К)).

В соответствии с методом измерения [16], энергия светового лазерного импульса с длиной волны 1,065 мкм должна поглощаться на поверхности образца в слое в несколько микрометров. Оксидная высокопористая керамика формы является полупрозрачной средой для лазерного излучения, в связи с чем поверхность образца (воспринимающая излучение лазера и противоположная, ориентированная к оптическому полупроводниковому датчику температуры, регистрирующему изменение температуры) покрываются золотом или платиной путем магнетронного напыления. Затем на эти поверхности образца напыляют графит в виде аэрозоля для увеличения поглощательной (излучательной) способности.

Измерения температуропроводности подготовленных образцов выполнены на приборе лазерной вспышки LFA 427 фирмы Netzsch (Германия) в динамической среде аргона, в диапазоне температур от 20 до 1000°C на образцах диаметром 10 мм и толщиной от 2,5 до 3,5 мм с погрешностью не более 3%.

Характеристика образцов материала керамической формы для литья

Маркировка	Состояние материала	Характеристика образца материала	Особенности технологии	Кажущая плотность, кг/м ³
№13	Обжиг при 1150°C	№13-1 – первая половина, толщина 3,07 мм	Пропитка гидролизированным раствором этилсиликата ЭТС-40+обжиг при 1150°C	2080
		№13-2 – вторая половина, толщина 2,05 мм		3530
№14	Обжиг при 1150°C, после испытания при 1600°C	№14-1 – первая половина, толщина 2,89 мм	Пропитка гидролизированным раствором этилсиликата ЭТС-40+обжиг при 1150°C	2080
		№14-2 – вторая половина, толщина 2,74 мм		3380
№15	Обжиг при 1150°C	№15-1 – первая половина, толщина 3,26 мм	Без пропитки	2170
		№15-2 – вторая половина, толщина 2,06 мм		3280

Кажущуюся плотность материала каждой половины образца керамической формы, используемую для расчета теплопроводности, определяли по ГОСТ 473.4–81 [17] с применением весов марки GR-200 и дистиллированной воды для определения кажущего объема (см. таблицу).

Измерения удельной теплоемкости материалов керамики формы на основе корунда выполнены ранее на дифференциальном сканирующем калориметре DSC 404 F1 фирмы Netzsch [18]. Результаты измерения при этом хорошо описываются эмпирическим уравнением [15] для корунда состава 99% Al_2O_3 –0,3% SiO_2 –0,7% TiO_2 :

$$c_p = a + b(t + 273) + c(t + 273)^2, \quad (3)$$

где t – температура, °C; c_p – удельная теплоемкость, кДж/(кг·K); $a = 1,123$, $b = 0,126 \cdot 10^{-3}$ и $c = -0,345 \cdot 10^{-5}$, с отклонением от измеренных значений не более 5%, которое может быть использовано для оценки удельной теплоемкости и расчета теплопроводности керамики формы на основе корунда по выражению (1).

Результаты и обсуждение

Результаты измерения температуропроводности материалов каждой половины образцов №13, №14 и №15 керамических форм на основе корунда с ростом температуры в диапазоне от 20 до 1000°С (рис. 1) характерны для оксидных диэлектрических материалов [19].

С ростом температуры теплопроводность поликристаллических оксидных составляющих уменьшается, а стекловидных составляющих –

увеличивается. При этом при температурах более 900–1000°С в пористых материалах существенно возрастает доля теплопереноса излучением. Используя аппроксимированные данные результатов измерения температуропроводности, данные удельной теплоемкости, рассчитанные по уравнению (3) для соответствующих температур, и данные плотности (см. таблицу), рассчитали теплопроводность половинок образцов №13, №14 и №15 по выражению (1). Затем, используя выражение (2) для двухслойной модели, определили эффективную теплопроводность целых образцов. Результаты определения в диапазоне температур от 20 до 1000°С представлены на рис. 2.

Окончательные результаты определения теплопроводности, характеризующие материалы образцов керамической формы №13, №14 и №15, представлены на рис. 3 и в виде аппроксимирующих выражений (4)–(6) соответственно, описывающих температурную зависимость полиномом третьей степени, наиболее точно характеризующим кондуктивный механизм теплопереноса и механизм теплопереноса излучением в огнеупорных материалах [15]:

$$\lambda = 4,96 - 6,61 \cdot 10^{-3} \cdot t + 5,31 \cdot 10^{-6} \cdot t^2 - 1,14 \cdot 10^{-9} \cdot t^3; \quad (4)$$

$$\lambda = 5,79 - 8,57 \cdot 10^{-3} \cdot t + 8,36 \cdot 10^{-6} \cdot t^2 - 2,35 \cdot 10^{-9} \cdot t^3; \quad (5)$$

$$\lambda = 6,19 - 6,92 \cdot 10^{-3} \cdot t + 5,27 \cdot 10^{-6} \cdot t^2 - 1,11 \cdot 10^{-9} \cdot t^3; \quad (6)$$

где λ – теплопроводность, Вт/(м·K); t – температура, °C.

При сравнении результатов определения теплопроводности образцов №13, №14 и №15

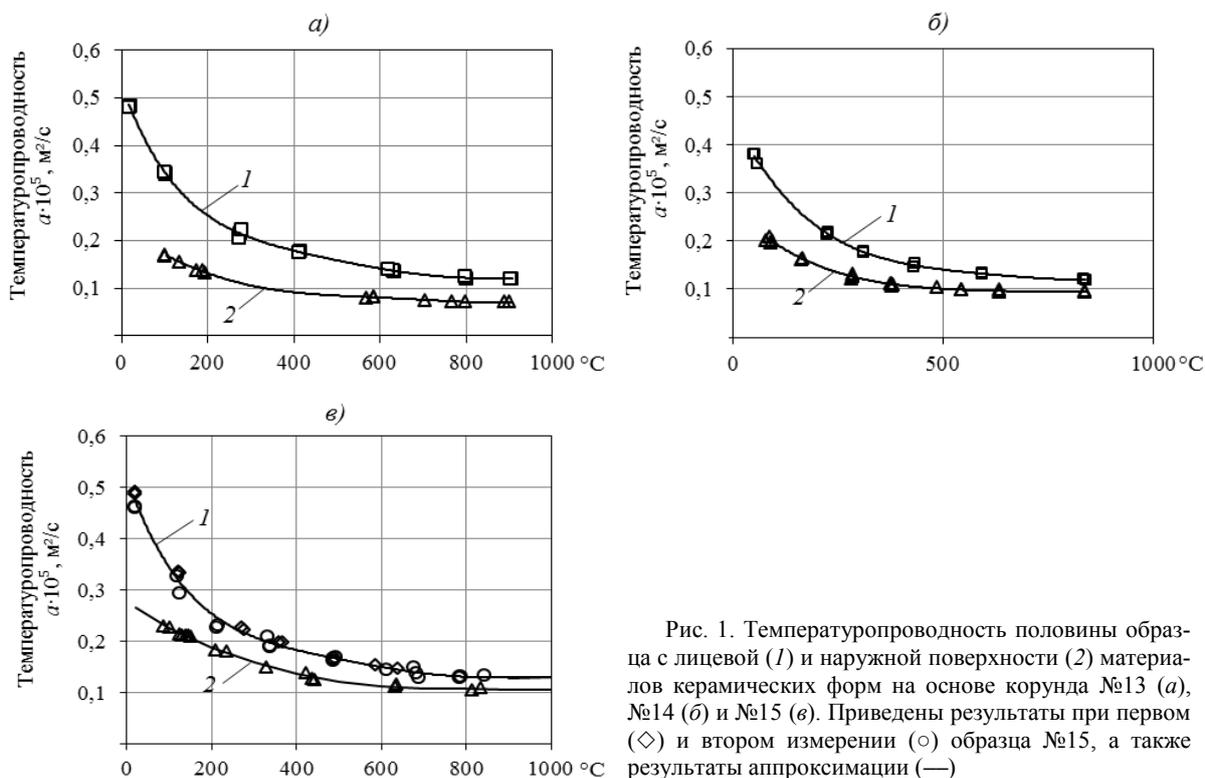


Рис. 1. Температуропроводность половины образца с лицевой (1) и наружной поверхностью (2) материалов керамических форм на основе корунда №13 (а), №14 (б) и №15 (в). Приведены результаты при первом (\diamond) и втором измерении (\circ) образца №15, а также результаты аппроксимации (—)

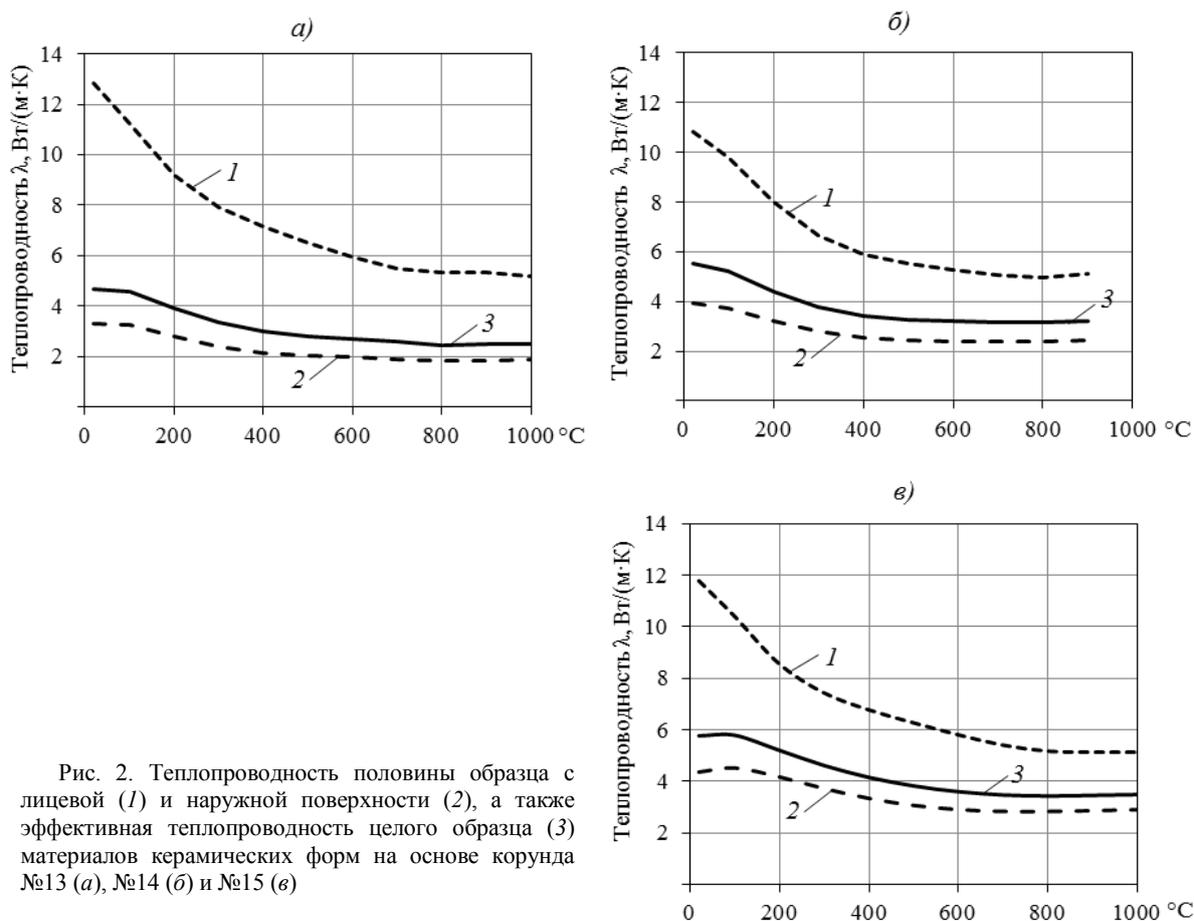


Рис. 2. Теплопроводность половины образца с лицевой (1) и наружной поверхности (2), а также эффективная теплопроводность целого образца (3) материалов керамических форм на основе корунда №13 (а), №14 (б) и №15 (в)

(рис. 3) наблюдается влияние температуры обжига на теплопроводность материала керамической формы. Теплопроводность материала образца №14 в состоянии после прочностных испытаний на изгиб при 1600°C в среднем на 18% больше, чем теплопроводность материала одинакового состава образца №13. Рост теплопроводности с увеличением температуры обжига связывают [20] с изменением состояния зон контакта крупных частиц наполнителя. Увеличивается количество стеклофазы в кристаллической форме, что и вызывает рост теплопроводности [15, 19]. При этом замечено, что теплопроводность материала половины образца со стороны наружной поверхности №14-1 (с крупными частицами корунда и большей пористостью) при температуре 600°C увеличивается на 20% по сравнению с теплопроводностью образца №13-1 (см. таблицу).

Обращает на себя внимание более высокая теплопроводность материала образца №15, не подвергнутого пропиткой гидролизанным раствором этилсиликата ЭТС-40 и имеющего температуропроводность образца №15-2. Таким образом, не замечено влияния пропитки гидролизанным раствором этилсиликата ЭТС-40 образцов №13 и №14 на увеличение теплопроводности огнеупорных керамических форм для литья.

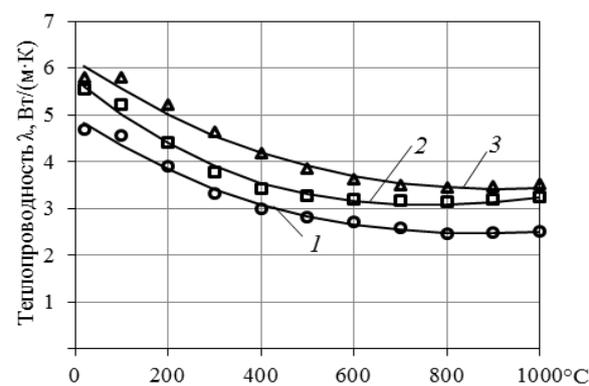


Рис. 3. Теплопроводность материалов керамических форм на основе корунда №13 (1), №14 (2), №15 (3) (см. таблицу) и значения, рассчитанные по аппроксимирующим выражениям (4)–(6) (—)

Заключения

Предложенные в данной работе меры при определении теплопроводности методом лазерной вспышки материалов огнеупорных керамических форм для литья, включающие разделение объекта исследования на части в направлении распространения теплового потока, могут использоваться для определения теплопроводности при

температурах от 120 до 1800 К материалов изделий с толстыми стенками, неоднородными по составу и структуре. Теплопроводность подобных материалов может находиться в диапазоне значений от 0,1 до 1000 Вт/(м·К).

По результатам исследований не обнаружено увеличения теплопроводности материалов керамической формы с пропиткой гидролизованным

раствором этилсиликата ЭТС-40. Заметное влияние на теплопроводность материалов керамической формы (в среднем увеличение до 18%) оказывает рост температуры обжига до 1600°C.

Замечено, что более существенное влияние на эффективную теплопроводность керамической формы оказывает теплопроводность ее наружных слоев, имеющих высокопористую структуру.

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н., Сидоров В.В., Каблов Д.Е., Мин П.Г. Металлургические основы обеспечения высокого качества монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. №S. С. 55–71. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-55-71.
2. Оспенникова О.Г. Стратегия развития жаропрочных сплавов и сталей специального назначения, защитных и теплозащитных покрытий // *Авиационные материалы и технологии*. 2012. №S. С. 19–36.
3. Каблов Е.Н., Бондаренко Ю.А., Ечин А.Б. Развитие технологии направленной кристаллизации литейных высокожаропрочных сплавов с переменным управляемым температурным градиентом // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. №S. С. 24–38. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-24-38.
4. Каблов Е.Н., Лопатин С.И., Столярова В.Л., Фоломейкин Ю.И. Масс-спектрометрическое исследование испарения керамики высшей огнеупорности // *Доклады Академии наук*. 2015. Т. 463. №1. С. 63.
5. Каблов Е.Н., Фоломейкин Ю.И., Столярова В.Л., Лопатин С.И. Процессы взаимодействия ниобий-кремниевого расплава с огнеупорной керамикой // *Журнал общей химии*. 2016. Т. 86. №9. С. 1542–1546.
6. Каблов Е.Н., Орлов М.Р., Оспенникова О.Г. Механизмы образования пористости в монокристаллических лопатках турбины и кинетика ее устранения при горячем изостатическом прессовании // *Авиационные материалы и технологии*. 2012. №S. С. 117–129.
7. Ечин А.Б., Бондаренко Ю.А. Особенности высокоградиентной направленной кристаллизации и современное оборудование, используемое при производстве лопаток газотурбинных двигателей // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн.* 2014. №12. Ст. 03. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 22.01.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-12-3-3.
8. Герасимов В.В. От монокристаллических неохлаждаемых лопаток к лопаткам турбин с проникающим (транспирационным) охлаждением, изготовленным по аддитивным технологиям (обзор по технологии литья монокристаллических лопаток ГТД) // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн.* 2016. №10 (46). Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 22.01.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-10-1-1.
9. Оспенникова О.Г., Рассохина Л.И., Битюцкая О.Н., Гамазина М.В. Отработка технологии получения отливок лопаток ГТД методом направленной кристаллизации из сплавов на основе Nb–Si композита // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн.* 2017. №4 (52). Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 22.01.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-4-1-1.
10. Каблов Е.Н., Бондаренко Ю.А., Сурова В.А. Особенности высокоградиентной направленной кристаллизации и оборудование для литья монокристаллических образцов и турбинных лопаток из жаропрочных сплавов, содержащих рений // *Литейные жаропрочные сплавы*. М.: Наука, 2006. С. 194–204.
11. Parker W.J., Jenkins R.J., Butler C.P., Abbott G.L. Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity and Thermal Conductivity // *Journal of Applied Physics*. 1961. No. 32. P. 1679–1684.
12. Луговой А.А., Бабашов В.Г., Карпов Ю.В. Температуропроводность градиентного теплоизоляционного материала // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн.* 2014. №2. Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 04.02.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-2-2-2.
13. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // *Авиационные материалы и технологии*. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
14. Матвеева Ф.А., Плеханова Е.А., Морозкова В.Е. Формирование многослойных огнеупорных форм для литья по выплавляемым моделям на этилсиликатном связующем // *Известия СО АН СССР. Сер.: Химические науки*. 1976. Вып. 6. №14. С. 116–120.
15. Литовский Е.Я., Пучкелевич Н.А. Теплофизические свойства огнеупоров: справочник. М.: Металлургия, 1982. 151 с.
16. Метод лазерной вспышки в широком интервале температур (LFA427) // NETZSCH-Geratebau GmbH: [официальный сайт]. URL: <http://www.ngb-ta.ru/ru/products/detail/pid.24.html> (дата обращения: 04.02.2019).
17. ГОСТ 473.4–81. Изделия химически стойкие и термостойкие керамические. Метод определения кажущейся плотности и кажущейся пористости. М.: Изд-во стандартов, 1981. 2 с.
18. Лощинин Ю.В., Фоломейкин Ю.И., Рыкова Т.П., Мараховский П.С., Пахомкин С.И. Теплофизические свойства материалов керамики форм и стержней для литья лопаток ГТД из жаропрочных сплавов // *Материаловедение*. 2014. №3 (204). С. 47–52.
19. Миснар А. Теплопроводность твердых тел, жидкостей, газов и их композиций. М.: Мир, 1968, 460 с.
20. Зуев А.В., Фоломейкин Ю.И., Баринин Д.И. Расчетно-экспериментальное исследование теплопроводности материалов керамических форм для литья по выплавляемым моделям // *Инженерно-физический журнал*. 2019 (в печати).