

МИНИСТЕРСТВО ЭНЕРГЕТИКИ РК
Республиканское государственное предприятие
ИНСТИТУТ ЯДЕРНОЙ ФИЗИКИ
(РГП ИЯФ РК)

УДК 539.21:539.12.04:669.3

Керімше Абай Сапарымбетұлы

Методика измерения температуры плавления тугоплавких металлов и их сплавов

**Работа, представленная на конференцию - конкурс НИОКР
молодых ученых и специалистов**

Национального ядерного центра Республики Казахстан

(Прикладные исследования)

Руководитель: Жаканбаев Елдар Асхатович, заведующий
лабораторией ионно-плазменных технологий РГП ИЯФ

Курчатов 2020 год.

АВТОР

Керімше Абай Сапарымбетұлы

Инженер, РГП ИЯФ РК

16.03.1995,

образование высшее (ЕНУ имени Л.Н.Гумилева),

специальность – Ядерная физика,

квалификация по диплому – бакалавр,

работает с 2018г. в ЛИПТ РГП ИЯФ РК,

общий стаж работы – 2 года.

СПИСОК ИСПОЛНИТЕЛЕЙ

Инженер



Керімше А.С.

подпись

Инженер



Мамырбаев А.Қ.

подпись

Инженер



Темір Ш.Ж.

подпись

Инженер



Орақова М.С.

подпись

РЕФЕРАТ

Работа выполнена на 13 листах, включает в себя 4 рисунка, 2 графика, 5 источников литературы.

Объект исследования: Методика измерения температуры плавления тугоплавких металлов и их сплавов.

Актуальность: В настоящее время в мире много методик измерения температуры плавления металлов, но у каждой из них есть недостатки что наталкивает к разработке новых методов и методик.

Цель работы: Разарботка полного цикла методики от получения образцов до цифровых результатов по ним.

Задача исследования: Получение более точных результатов 4-х зондовым методом измерения напряжения, максимальная повторяемость цифровых данных соответственно вычисленных результатов.

Методика исследований: Суть методики заключается в измерении температуры плавления тугоплавких металлов и сплавов путем получения цифровых данных осциллографом через подачу постоянного тока по образцу.

Результаты работы: Определен наименее теплопроводный материал, на который напыляется металл или сплав металлов. Определена оптимальная толщина напыления металлов или их сплавов. Разработан последовательный метод вычисления цифровых данных полученных осциллографом.

Научная новизна: Отработана последовательность действий при работе. Собрана система электрической цепи для измерения. Разработана последовательность вычисления полученных цифровых данных с осциллографа.

Личный вклад автора: Проведение экспериментов, обработка и анализ полученных результатов, написание работы.

Публикации: 3.

ПЕРЕЧЕНЬ СОКРАЩЕНИЙ, УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ, СИМВОЛОВ, ЕДИНИЦ И ТЕРМИНОВ

нм - нанометр

°С – цельсия

Nb – ниобий

Cu – медь

Оглавление

ВВЕДЕНИЕ	6
1. Методика исследований	8
2. Экспериментальная часть	9
2.1. Принцип работы этой методики.	9
2.2. Принцип вычисления температуры плавления путем обработки цифровых данных.	11
3. Предварительные результаты методики	11
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	12
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ	13

ВВЕДЕНИЕ

Развитие различных отраслей промышленности неминуемо ведет к поиску и исследованию новых сплавов металла с высокой износостойкостью, температурой плавления и другими улучшенными параметрами. Существуют разные методы и методики определения температуры плавления тугоплавких металлов и сплавов, но каждый из них

имеет свои преимущества и недостатки. Преимущества разрабатываемой нами методики таковы;

- относительная дешевизна;
- она не имеет аналогов;
- вся работа от получения образца до конечных результатов проводится в одной лаборатории.

Современные методы исследования теплофизических свойств веществ в стационарных и квазистационарных условиях ограничены температурами порядка 3300 К. Эти ограничения вызваны такими техническими трудностями, как химические реакции, загрязнение поверхности материала, теплоперенос, испарение, потеря механической прочности и электрической проводимости и др., проявляющимися вследствие большой длительности пребывания образца при высоких температурах. Это вынуждает использовать для изучения поведения теплофизических свойств тугоплавких материалов вблизи точки плавления различные динамические методы исследований [1], [2]. Нагрев образца может осуществляться различными способами, среди которых представлены: нагрев лазерным и тепловым излучением, электронная бомбардировка, высокочастотный индукционный нагрев и т.д. Среди большого многообразия нестационарных методов исследования теплофизических свойств веществ, при высоких температурах можно выделить такие методики, как: левитационные методы, модуляционная калориметрия, различные методы импульсного резистивного нагрева, а также поверхностный лазерный нагрев. Остановимся подробнее на каждой из упомянутых методик.

Левитационная методика. Данная методика применяется для исследования широкого спектра теплофизических свойств веществ (теплоемкость, плотность, поверхностное натяжение, вязкость и др.) вблизи их температуры плавления в твердой и жидкой фазе. Левитационная методика может быть основана как на использовании индукционного нагрева (типично для электромагнитной левитации), так и непрерывного лазерного нагрева (типично для аэродинамической и электростатической левитации). Левитационные методики обладают рядом преимуществ по сравнению с классическими стационарными методами (метод падающего калориметра и др.), так как они позволяют удерживать жидкие образцы бесконтейнерным способом, тем самым исключая как возможность химических реакций между образцом и окружающими материалами, так и контактные теплопотери. Тем не менее, они ограничены температурами 3500-3700 К, в первую очередь из-за радиационных теплопотерь, а также из-за проблем со стабильностью и формой левитирующей капли при высоких температурах. Кроме того, левитационные методы очень чувствительны к химическому составу среды, окружающей образец.

Модуляционная калориметрия. Суть методики заключается в гармоническом модулировании мощности за счет тока, греющего проволочный образец, и создании тем самым колебаний среднемаховой температуры образца относительно некоторого среднего значения. Как правило, амплитуда составляет не более 1К при высокотемпературных исследованиях. В результате амплитуда и фаза получаемых колебаний зависят от теплоемкости образца. В режиме высокотемпературной адиабатизации, когда среднее значение температуры не меняется, для вычисления теплоемкости материала требуется измерять лишь подводимую мощность, частоту колебаний и их амплитуду. Таким образом, данный метод является квазистационарным, а его погрешность может достигать очень малых величин, к примеру, 0,01 % [3]. Использование в данной методике периодических колебаний дает экспериментатору определенные преимущества. Если частота модуляции достаточно высока, то доля тепловых потерь составляет ничтожно малую величину. Возможность использования селективных усилителей позволяет поднять точность

измерения температуры до значений, недостижимых методами нагрева образца однократным импульсом тока.

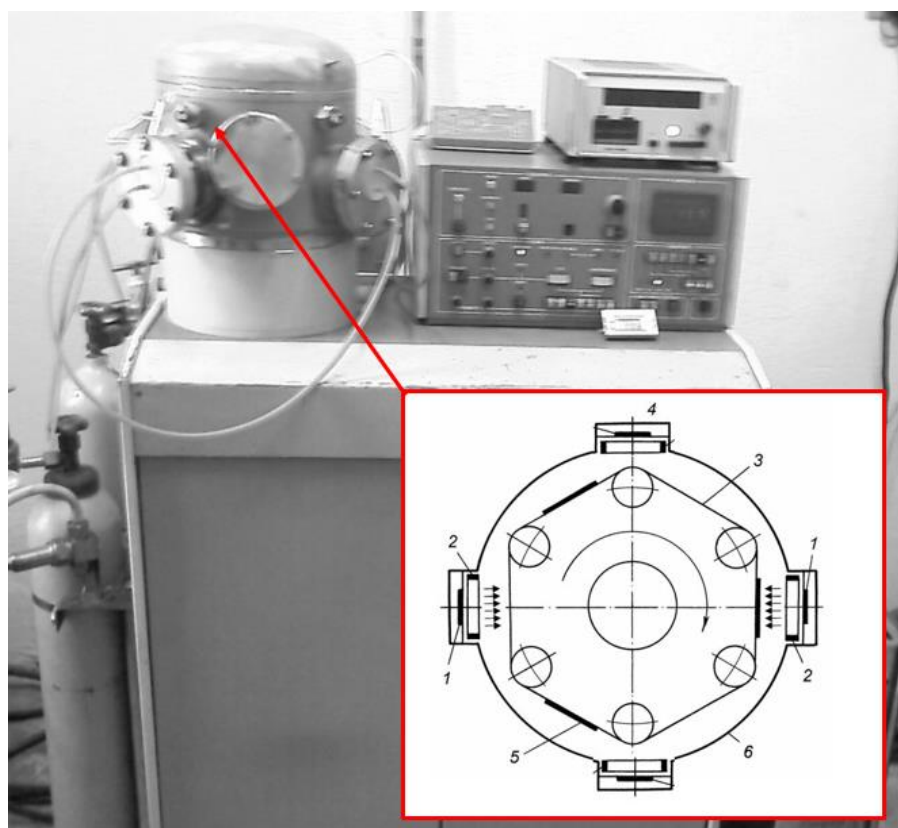
Однако, наряду с преимуществом достижения высокой точности измерений, описанный метод имеет и ряд недостатков. В частности, его использование ограничено температурой пластической деформации проволочного образца, приводящей к нарушению его геометрии, т.е. практически температурой плавления, а по техническим причинам, в зависимости от выбора метода измерения температуры, и более низкими значениями. Кроме того, модуляционная калориметрия не позволяет производить прямое измерение удельной энтальпии материала.

Методика поверхностного нагрева. Данная методика (лазерный нагрев) также получила широкое распространение за последние десятилетия. В силу того, что лазерная методика не позволяет реализовывать объемный нагрев исследуемых веществ, упомянем лишь основные ее особенности. Типичное время нагрева для данной методики располагается в диапазоне от микросекунд до миллисекунд. Достижимое в определенных частях образца локальное термодинамическое равновесие позволяет осуществлять в эксперименте прямое измерение таких физических параметров, как температура, электросопротивление материала (с помощью эллипсометрических методов) и т.д. [5]. Ключевым недостатком методики является невозможность измерения удельных теплофизических свойств исследуемого материала. Кроме того, следует отметить такие недостатки подобной техники, как трудности использования средств оптической диагностики и неравномерность нагрева образца.

1. Методика исследований

Суть методики заключается в измерении температуры плавления тугоплавких металлов через подачу постоянного тока. Задача не простая так как для образца используется тонкий слой матерьяла менее 0,5 нм которая напылена на стекло.

При выполнении работ нами была использованна магнетронная установка (Рисунок 1). В которой было использовано два опозитно расположенных магнетрона. На этой установке мы напыляем нужные нам образцы бабочковидной формы. Скорость распыления металлов определяется как количество распыленного металла, распыленного в единицу времени и приходящегося на единицу мощности, поданной на магнетрон. Мощность при распылении выбирается в зависимости от типа распыляемой мишени. Время распыления мишени определяется по требуемой толщине покрытия, но при этом следует учитывать запас вещества в распыляемой мишени.



1 – мишени; 2 – магнетроны; 3 – лента; 4 – окно; 5 – подложки; 6 – корпус.

Рисунок 1 – Ионно-плазменная магнетронная установка

Напыляли таким образом чтобы при напылений образовалась тонкая шейка шириной 5-7мм по которому проходит ток с увеличением напряжения до так называемого “взрыва”

или разрыва материала на относительно тонокой шейке. На рисунке 2 видно как образовался разрыв металла после прохождения тока с определенным напряжением.

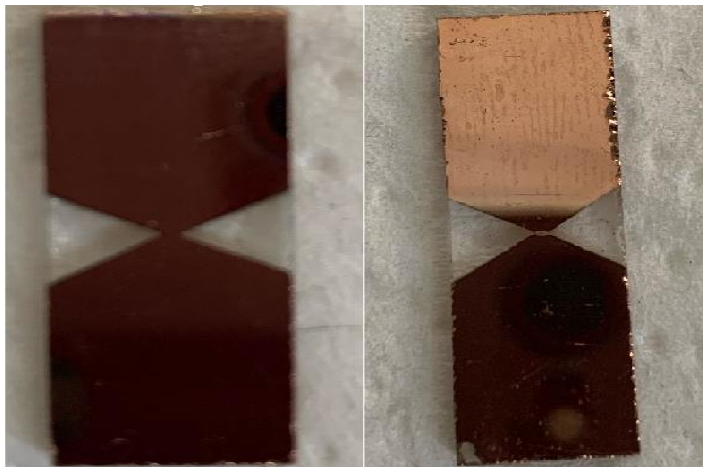


Рисунок 2. Материала до и после разрыва.

2. Экспериментальная часть.

2.1. Принцип работы этой методики.

Имеется источник питания, который нужен для заряда конденсаторов, общим объемом 412 мкФ, подключенных к электро цепи. Для заряда конденсаторов открывается ключ, источник питания постоянного тока подает ток с заданным напряжением. Заряд напряжения в конденсаторах мы фиксируем электроизмерительным прибором. Напряжение подаваемого тока подбирается под материал экспериментальным путем. Далее с заряженных конденсаторов механическим нажатием на электронный ключ открывается путь для дальнейшего прохождения тока по цепи с закрепленным образцом. Отдельный источник питания подключен к блоку управления (электронный ключ Рисунок-3), с которого подается постоянный ток с напряжением заряда от 5 до 7 вольт. При прохождении по цепи тока достаточной мощности на шейке образца происходит разрыв (расплавление), который прерывает протекание тока на всей цепи. Все это записывается в осциллограф по двум каналам, один на отводах при мишени для максимального исключения факторов влияния и более точного определения напряжения при прохождении тока в районе шейки образца, второй на шунте (0,1 Ом), который расположен максимально близко к месту закрепления образца, для дальнейшего вычисления силы тока. Осциллограф ведет запись в память подключенного к нему компьютера, с помощью которого мы в дальнейшем получаем

цифровые данные для вычисления силы тока, температуры, мощности и построения графика температуры нагрева по времени. На рисунке 3 показана схема работы системы.

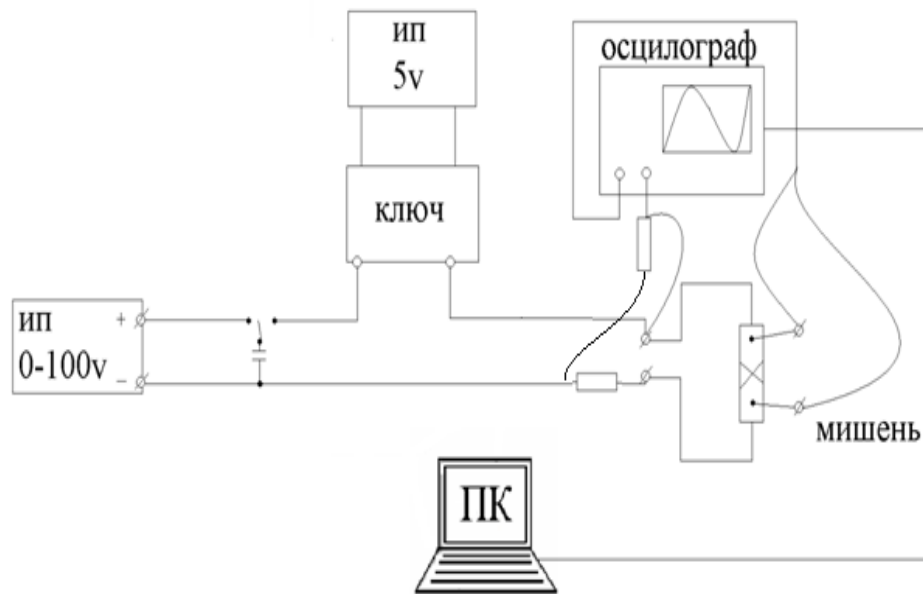


Рисунок 3. Система измерения напряжения и силы тока при плавлении тонкой пленки металла на подложке.

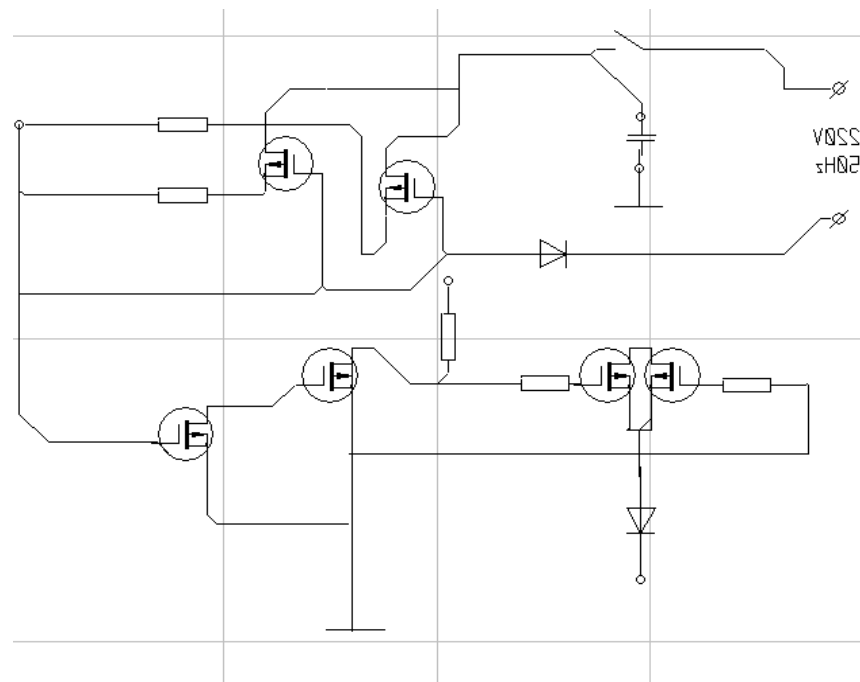


Рисунок 4. Схема блока управления (электронный ключ)

2.2. Принцип вычисления температуры плавления путем обработки цифровых данных.

У нас имеются полученные оцифрованные результаты напряжения по времени. Запись ведется на двух каналах четырехканального осциллографа, первый канал записывает данные напряжения на образце при разрыве шейки, второй канал записывает данные напряжения на шунте сопротивлением 0.1 Ом, который расположен максимально близко к образцу, для вычисления силы тока на электрической цепи. Далее данные со второго канала делятся на 0.1 Ом, т.е. вычисляется сила тока, результат проходит корреляцию для усреднения и подавления шумов. По закону Ома определяется сопротивление на участке цепи $R = \frac{U}{I}$. Определив сопротивление с начала и до разрыва шейки, вычисляем температуру формулой:

$$Rt = R20[1 + \alpha(t - 20^{\circ}\text{C})] \rightarrow t = \frac{(Rt - R20)}{R20 * \alpha} + 20^{\circ}\text{C}.$$

И определяем мощность по формуле $P = I * U$.

3. Предварительные результаты методики.

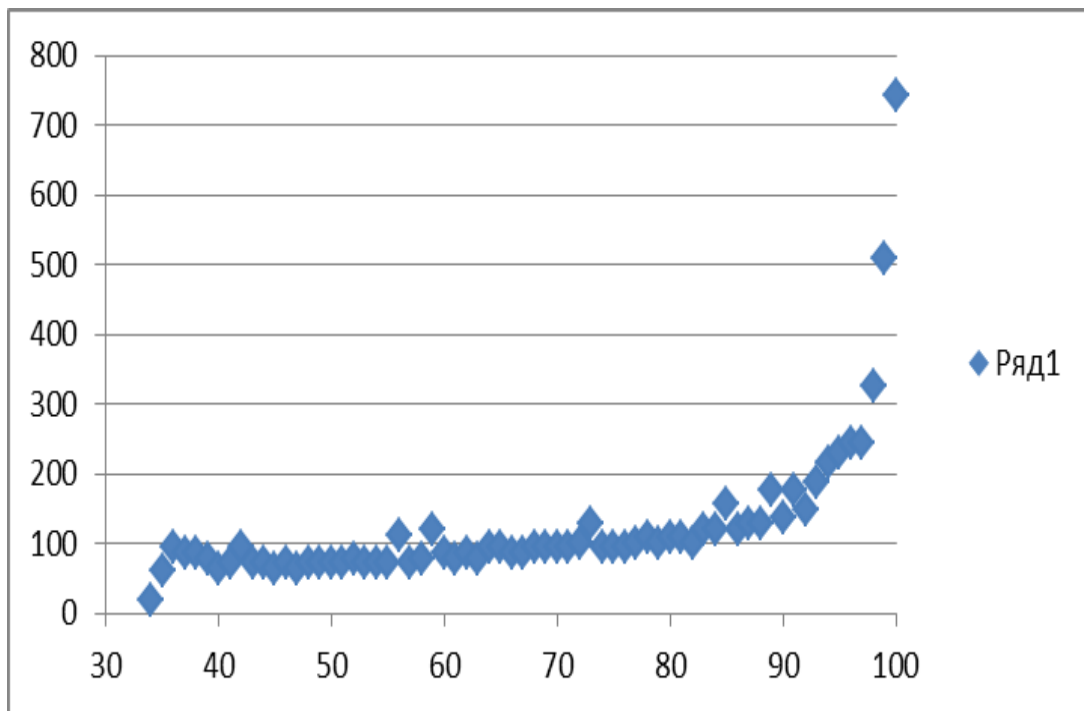


График 1. Си толщина напыления ~300 нм, ширина шейки 5мм (t-мкс, T-°C)

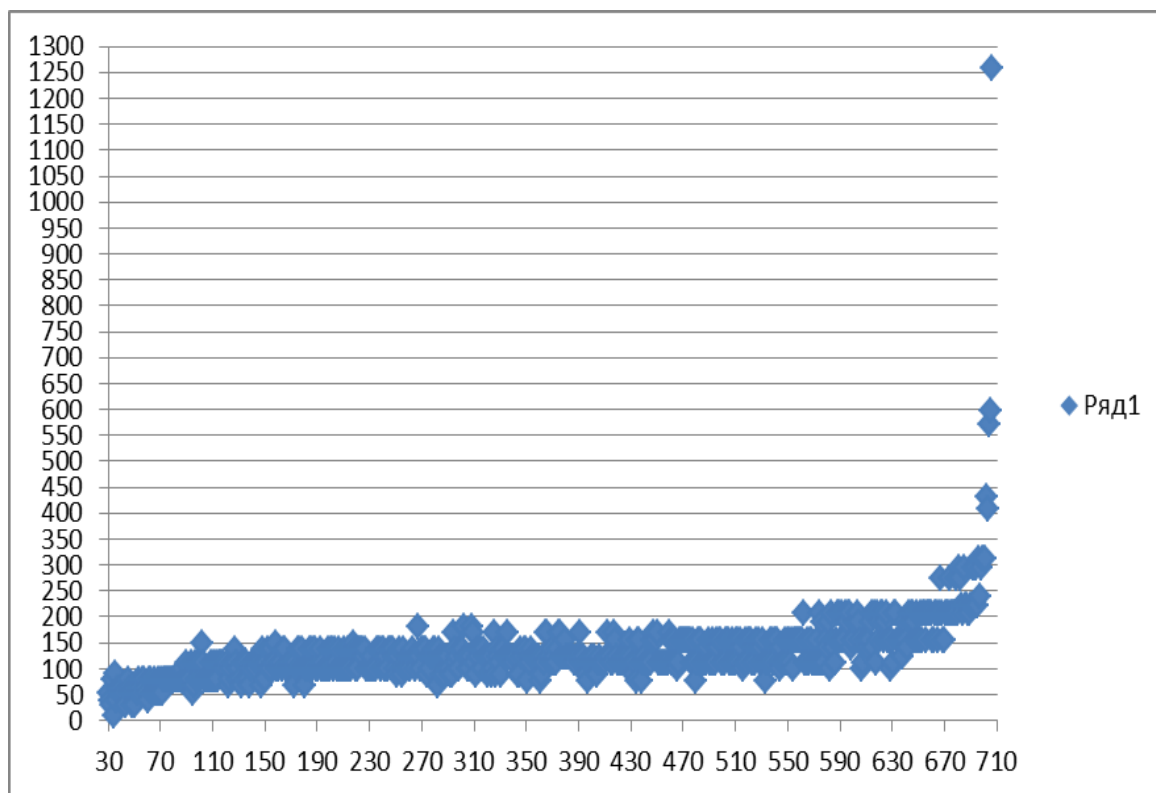


График 2. Nb толщина напыления ~300 нм, ширина шейки 7мм (t-мкс, T- °C)

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

На данном этапе работы проводится анализ полученных данных и доработка работы системы и улучшения ее характеристик. До сегодняшнего дня проведено много изменений в методике измерения температуры плавления тугоплавких металлов и их сплавов, подобран самый оптимальный материал подложки для напыления путем экспериментов, видоизменена шейка образца, заново разработан блок управления (электронный ключ). Все это значительно улучшило получаемые результаты при анализе цифровых данных, что дает основания правильности проделываемых работ. По последним полученным результатам мы считаем, что работа ведется в правильном направлении, но в методике требуются определенные доработки, над которыми мы уже начали работу. Одной из доработок будет 4-х зондовый метод измерения напряжения на шейке образца.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ЛИТЕРАТУРНЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Лебедев С.В., Савватимский А.И., *Металлы в процессе быстрого нагрева электрическим током большой плотности // Успехи Физических Наук.* – 1984. – Том 144. – Вып. 2. – С. 215-250.
2. Boivineau V., Pottlacher G., *Thermophysical properties of metals at very high temperatures obtained by dynamic heating techniques: recent advances // Int. J. Materials and Product Technology.* – 2006. – Vol. 26. – №3/4. – P. 217-246.
3. Крафтмахер Я.А., *Теплоемкость при высоких температурах и образование вакансий в тугоплавких металлах. В сб. Исследования при высоких температурах. Ред. И.И. Новиков, П.Г. Стрелков // Новосибирск: Наука.* – 1966. – С.5-54.
4. Boboridis K., Pottlacher G. and Jaeger H., *Determination of the Critical Point of Gold // International Journal of Thermophysics.* – 1999. – Vol. 20. – № 4. – P. 1289-1298.
5. Malvezzi A.M., *Laser heating and surface optical monitoring techniques: A survey // International Journal of Thermophysics.* – 1993. – Vol. 14. – № 3. – P. 347-359.