

Сравнительное исследование пятен и кратеров, образующихся при искровом разряде в воздухе на электродах из различных металлов

*А.Д. Максимов**, *Е.И. Азаркевич*, *И.В. Бекетов*, *Д.С. Колеух*

Институт электрофизики УрО РАН, Екатеринбург, Россия

**a.d.maksimov1415@gmail.com*

Аннотация. В статье описывается процедура обработки снимков электродных пятен колебательного искрового разряда на плоскую полированную поверхность электродов из различных металлов (Fe, Ti, Cu, Al, Sn) в атмосфере воздуха. Амплитуда разрядного тока от 3.6 до 7 кА, период 1.6 мкс, энергия разряда от 5 до 18 Дж. Цель работы – выяснение влияния теплофизических свойств металла на характеристики системы кратеров, возникающих на электродном пятне в условиях получения нанопорошков методом искрового разряда. Снимки сделаны с помощью интерференционного анализатора поверхности NewView 5010. По снимкам измерялись диаметры кратеров. Производился сравнительный статистический анализ выборок диаметров с использованием тестов и процедур, входящих в пакет Excel. Установлено, что распределение диаметров удовлетворительно описывается логарифмически нормальным законом. Свойства металла обуславливают как качественные различия вида электродного пятна (наличие ванны расплава, густоту расположения кратеров), так и параметры выборок диаметров (медиану, геометрическое стандартное отклонение).

Ключевые слова: электрический разряд, электродное пятно, кратеры, интерференционный микроскоп, обработка данных, статистические характеристики.

1. Введение

Метод искрового разряда получения нанопорошков металлов получил заметное развитие за последнее десятилетие [1–6]. Важным преимуществом этого метода среди других методов испарения-конденсации является возможность получать продукт с высокой дисперсностью (средний размер частиц 10–15 нм) и узким распределением по размерам. При использовании электродов из различных металлов имеется возможность получать порошки сплавов с регулируемым отношением компонент [1, 3]. Наночастицы образуются в результате электрической эрозии материала электродов под действием тока искрового разряда.

Изучение электрической эрозии проводилось, начиная с 50–60-х годов прошлого века, под влиянием двух главных тогда практических приложений – электроискровой (электроэрозионной) обработки металлов [7–9] и совершенствования контактов и электродов сильноточных электрических аппаратов и разрядников [10–12] и плазменных устройств [13]. В научных целях она изучалась при исследовании катодных и анодных пятен искрового и дугового разряда, обычно в вакууме [14–18]. Развитие искрового метода требует дальнейшего исследования эрозии электродов применительно к данной технологии.

Электрическая эрозия происходит в электродных пятнах, на которые опирается канал разряда. Одним из методов изучения эрозии является анализ поверхности электродов после прохождения разрядного тока. Рельеф разрядного пятна, представляющего собой систему кратеров и валов, обычно исследовался с помощью оптического и/или электронного микроскопа [11–17]. Но они не дают достаточной информации о глубинах и высотах. Авторы данной статьи в ряде работ исследуют электродные пятна с помощью интерференционного анализатора структуры поверхности NewView 5010 (далее обозначается NV) [19]. Компьютерная обработка его выходного файла позволяет получать информацию о рельефе поверхности снимка и проводить измерения высот, глубин и объемов элементов рельефа. Аналогичная техника использовалась ранее для изучения поверхности пластины оксида алюминия после воздействия лазерного импульса [20].

В статье [19] мы сообщали о результатах изучения электродных пятен на поверхности железного электрода после одиночных импульсных разрядов в атмосфере воздуха при

нормальном давлении. В настоящей работе в продолжение этой темы исследовались пятна на электродах из различных металлов: Fe, Ti, Cu, Al, Sn – в тех же условиях эксперимента. Целью работы было выявить различия в рельефе поверхности и размерах структуры кратеров и валов в зависимости от материала электродов и установить свойства металлов, влияющие на эти различия.

Как и в [19], содержанием работы было получение выборок диаметров кратеров и исследование их статистических характеристик. В статье описывается процедура измерения указанных величин и результаты их статистического анализа. Проводится обсуждение полученных результатов.

2. Методика проведения эксперимента

Исследование пятен искровых разрядов проводилось на экспериментальной установке синтеза наночастиц, подробнее описанной в [21]. Электрическая часть установки представляла собой колебательный контур с параметрами: емкость 0.1 мкФ (конденсатор ИК-100-0,1), период тока 1.6 мкс, декремент затухания 1.45. Ток измерялся поясом Роговского и регистрировался осциллографом Tektronix TDS1012 с последующим интегрированием на компьютере.

Исследуемые электроды изготавливались из перечисленных металлов. Стороны электродов, на которые производился разряд, шлифовались и полировались до зеркального блеска. Фотография электродов приведена на Рис. 1.

На электрод производились четыре разряда в воздухе при зарядных напряжениях 10, 13, 16 и 19 кВ, что соответствует запасенной энергии 5, 8.5, 13 и 18 Дж. Длина разрядного промежутка составляла 2 мм. На электродах оставались следы разряда – электродные пятна диаметром 1–2 мм, по 4 пятна на электроде. Пятна нумеруются от 1 до 4 в порядке возрастания зарядного напряжения.

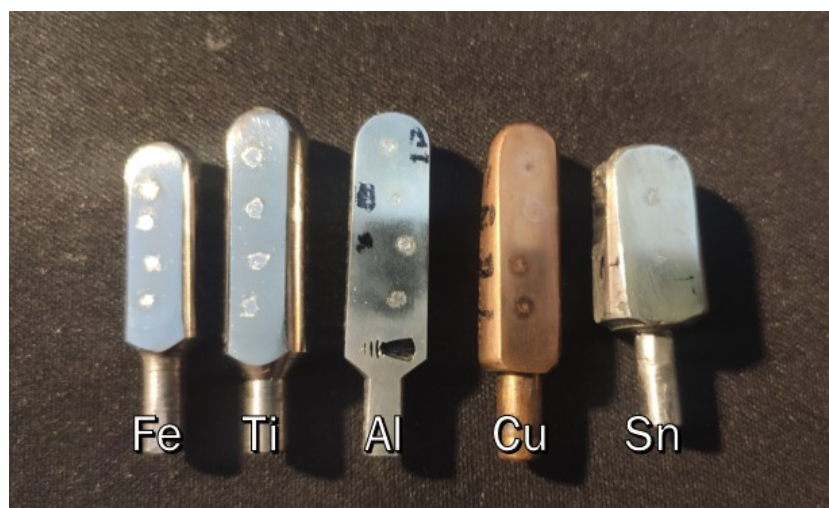


Рис. 1. Электроды со следами разрядных пятен.

3. Съемка электродных пятен на оптическом микроскопе «Olympus»

3.1. Режимы съемки. Описание электродных пятен

Перед основным исследованием производилась предварительная съемка электродных пятен на оптическом микроскопе Olympus BX41M-LED с целью дать качественное описание особенностей поверхности разрядного пятна, что позволяет связать характер эрозии с материалом электродов.

Снимки Olympus сделаны на двух увеличениях – 5× и 10×. Они охватывают участки поверхности соответственно 2.89×2.14 мм и 1.44×1.07 мм (отношение сторон 4:3). Примеры снимков электродных пятен двух металлов – Cu и Al – приведены на Рис. 2. Снимки пятен на железном электроде были опубликованы ранее [19]. След разряда в общем имеет форму, близкую к круговой или овальной. Общий размер пораженного участка составляет 1.2–2.5 мм и зависит от металла и зарядного напряжения. Он состоит из одного или нескольких крупных пятен неправильной формы с явно выраженными следами эрозии, которые окружены некоторым количеством малых «пятнышек» размером 75–200 мкм.

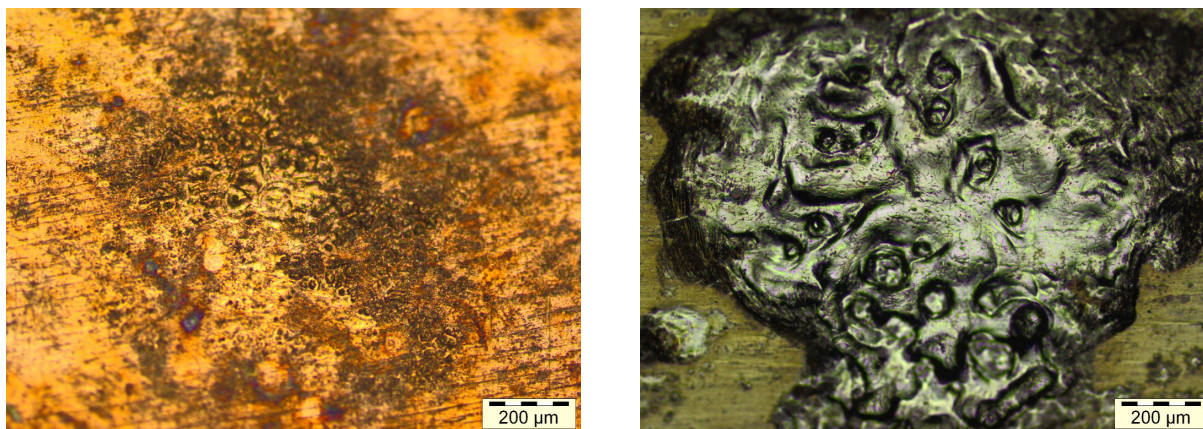


Рис. 2. Снимки электродных пятен на оптическом микроскопе Olympus: слева – Cu, справа – Al.

На снимках наблюдаются два основных вида рельефа. Первый представляет собой систему кратеров, разделенных валами, причем валы образуют сетчатую структуру на поверхности электрода. Этот вид рельефа является основным для Fe и Cu – металлов с достаточно высокой теплопроводностью и температурой плавления.

На электродах из легкоплавких металлов (Al, Sn) большую часть пятна занимает другой вид рельефа – ванна затвердевшего расплава. Поверхность расплава неровная, на ней имеются впадины и возвышенности. Они образовались, вероятно, из-за течения и неравномерной усадки при затвердевании расплава. Кратеры видны по большей части на краях зоны расплава.

Некоторое отличие наблюдается на электродах из Ti, который имеет высокую температуру плавления, но низкую теплопроводность. На титане при всех энергиях разряда наблюдается сплошное округлое пятно. Активные кратеры располагаются по большей части на периметре пятна. Внутреннюю область пятна занимает оплавленная поверхность с редкими кратерами. На снимках можно видеть слабо выраженные следы рельефа кратеров и валов под поверхностью расплава.

По результатам визуального анализа снимков можно сделать вывод о одновременном возникновении и функционировании кратеров. Электродное пятно формируется в течение всей длительности импульса тока. Параллельно происходит расширение канала разряда. Первые кратеры возникают вблизи центра пятна. Ток через кратер существует, вероятно, в течение одного полупериода. При переходе разрядного тока через нуль кратер погасает, а в следующем полупериоде кратер возникает на новом месте. На месте старых кратеров образуется ванна расплава, которая заливает неактивные кратеры. На снимках наблюдаются кратеры, возникшие в последних полупериодах тока. На меди ванна расплава отсутствует, но видны следы как одновременного, так и разновременного возникновения кратеров.

По-видимому, существует энергетический порог, ниже которого сплошная ванна не образуется. Например, на алюминии он имеет место при переходе от пятна 1 к пятну 2.

3.2. Площадь пятен и средняя плотность тока в пятне

Площади пятен измерялись так, как описано в [19]: в графическом редакторе создавалась черно-белая маска, очерчивающая область компактного расположения ячеек пятна, и вычислялась ее площадь по числу белых пикселей, накрывающих пятно.

Были построены зависимости измеренной таким образом площади пятен от амплитуды разрядного тока I_m . Последняя вычислялась по известным формулам для LCR -контура (например, [23]).

Оказалось, что зависимость площади пятна от амплитуды тока для всех металлов хорошо описывается линейной регрессионной моделью вида $y = k \cdot x + b$. Причем для всех металлов, кроме меди, можно положить $b = 0$. Значение коэффициента k для разных металлов изменяется от 0.29 до 0.55 мм²/кА. Из этого следует, что средняя амплитуда плотности тока через пятно должна оставаться примерно постоянной для данного металла. Значение ее для разных металлов находится в диапазоне $(1.8-3.5) \cdot 10^5$ А/см². Эта величина дает нижнюю оценку плотности тока в пятне. Плотность тока через отдельные кратеры, вероятно, гораздо выше этой цифры.

4. Снимки интерференционного микроскопа и их обработка

4.1. Режимы съемки. Измерение диаметров кратеров

Более детальное исследование электродных пятен выполнялось с помощью анализатора поверхности (интерференционного микроскопа) NewView 5010 (Zygo Corp., USA). На каждое пятно производилось по 3–6 снимков разных участков, размером от 0.35×0.26 до 1.8×1.3 мм. Выходное изображение содержит карту поверхности (surface map) участка в цветовой кодировке высот и трехмерный график рельефа. Кроме изображения, выводится двоичный файл, содержащий высоты рельефа для каждого из 640×480 пикселей снимка. Разрешение по горизонтали составляло от 0.55 до 2.77 мкм на пиксель. Разрешение по вертикали достигает 3 нм. Подробнее режимы съемки описаны в [19].

Карты поверхности использовались для измерения диаметров кратеров, которые отчетливо видны на этих картах. Перед измерением снимки, относящиеся к одному пятну, «сшивались» в графическом редакторе в одну карту. Диаметры кратеров измерялись интерактивно с помощью программы измерения диаметров частиц нанопорошков по фотографиям, аналогично работе [19].

Делались также снимки участков исходной поверхности электрода. На них измерялось среднеарифметическое отклонение профиля от базовой плоскости по ГОСТ 2789-73 (ИСО Р 468). Оно составляло от 0.054 мкм для железа до 0.155 мкм для алюминия и титана.

4.2. Статистический анализ выборок диаметров кратеров

Статистический анализ данных проводился аналогично статье [19]. Создавались выборки диаметров кратеров и их десятичных логарифмов по каждому пятну. Для расчетов использовался пакет «Анализ данных» и набор статистических функций, входящие в программу Excel, а также рекомендации и формулы из книги [22].

Во-первых, вычислялись характеристики выборок (описательная статистика): среднее, медиана, дисперсия, стандартное отклонение, минимум, максимум, а также значения квантилей: 5, 25, 50, 75, 95%. Поскольку нас в первую очередь интересовало влияние металла, выборки всех пятен для каждого металла объединялись в одну выборку. На Рис. 3 показаны диапазоны выборок диаметров для всех металлов и отмечены указанные квантили. На рисунке видно, что медиана и квантили монотонно и плавно возрастают в ряду металлов Cu, Fe, Ti, Al, Sn. Максимальные же диаметры изменяются незакономерно.

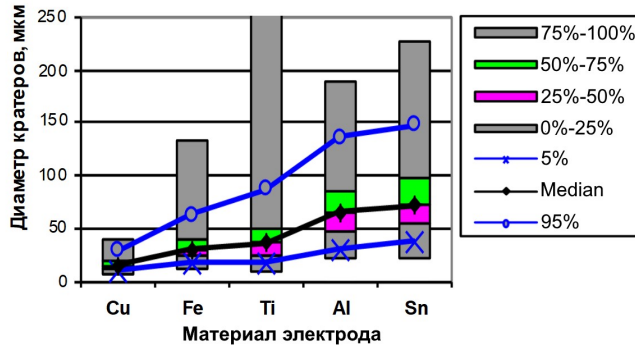


Рис. 3. График объединенных выборок диаметров по металлам.

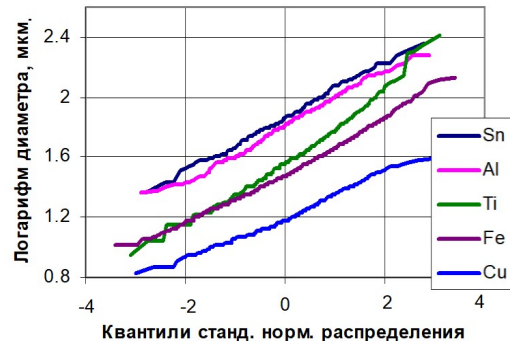


Рис. 4. Квантильный график объединенных выборок диаметров кратеров для всех металлов.

Во-вторых, производилась визуальная проверка на нормальность распределения логарифмов диаметров по методике, описанной в [22]. Для этого строились графики, где по оси ординат откладывались логарифмы диаметров кратеров, а по оси абсцисс – выборочные квантили стандартного нормального распределения (НР) элементов упорядоченной выборки. В случае НР точки на таком графике должны лежать на прямой линии. Коэффициент наклона этой прямой пропорционален стандартному отклонению логарифмов. На Рис. 4 приведены такие графики для выборок всех металлов. Можно видеть, что точки выборок удовлетворительно описываются прямыми линиями. Это означает, что сами диаметры распределены по логарифмически-нормальному закону (ЛНР). Наклоны аппроксимирующих прямых близки друг к другу. Медианные же диаметры различны и возрастают в вышеуказанном порядке. В Таблице 1 приведены параметры аппроксимирующих ЛНР: медиана, стандартное отклонение логарифмов $lg \sigma$, геометрическое стандартное отклонение σ_g , минимальный и максимальный диаметры, число данных в выборке. Размеры указаны в микрометрах.

Таблица 1. Параметры аппроксимирующих логнормальных распределений.

| Металл | d_{med} | d_{min} | d_{max} | $lg \sigma$ | σ_g | Глубины | Число |
|--------|-----------|-----------|-----------|-------------|------------|---------|-------|
| Cu | 15.7 | 6.6 | 39 | 0.147 | 1.40 | 4.1 | 370 |
| Fe | 30.8 | 10.5 | 134 | 0.174 | 1.49 | 9.0 | 1582 |
| Ti | 36.7 | 8.8 | 256 | 0.223 | 1.67 | 7.8 | 506 |
| Al | 64.2 | 22.8 | 190 | 0.190 | 1.55 | 17.1 | 280 |
| Sn | 73.4 | 22.8 | 228 | 0.187 | 1.54 | 20.4 | 199 |

4.3. Глубины кратеров

Кроме снимков и файлов, анализатор NV выдает также некоторые высотные характеристики рельефа, в частности, максимальные глубины впадин и высоты пиков. Они отсчитываются от базовой плоскости, проведенной методом наименьших квадратов. Для каждого металла мы брали максимальные глубины кратеров по всем пятнам. Средняя из этих величин считалась глубиной кратера для данного металла. Эти значения глубин приведены в табл. 1 в столбце «Глубины».

Глубины кратеров имеют высокий коэффициент корреляции с медианными диаметрами (0.986). Между ними имеется даже прямо пропорциональная регрессионная зависимость: $h \approx 0.25 \cdot d_{med}$, где h – глубина, определенная выше.

4.4. Обсуждение результатов по диаметрам и глубинам кратеров

Будем считать, в согласии с [11–15], что основным источником тепла, поступающего на электрод, является поверхностный источник, связанный с приэлектродным падением

напряжения. Тогда глубина проплавления, связанная с глубинами кратеров, зависит от двух основных факторов: температуропроводности χ и температуры плавления T_m . Если отбросить медь, то исследованные металлы в согласии с этим представлением делятся на две группы. Fe и Ti имеют наибольшую T_m и наименьшую χ , а следовательно, имеют наименьшие диаметр и глубину кратеров. Al и Sn имеют наименьшую T_m и наибольшую χ , и поэтому имеют наибольшие диаметры и глубины кратеров.

5. Заключение

В ходе исследования электродных пятен после сильноточного искрового разряда в воздухе установлено, что поверхность пятна существенно зависит от металла. Наблюдались два вида поверхности: система кратеров и валов и ванна застывшего расплава, залившая ранее образованные кратеры. Ванна расплава возникает главным образом на металлах с низкой температурой плавления и достаточно высокой теплопроводностью. Ванна возникает, если энергия разряда достаточна для ее создания.

Кратеры имеют довольно широкое распределение по размерам, близкое к ЛНР. Медианные диаметры кратеров и их максимальные глубины коррелируют друг с другом и возрастают в ряду: Cu, Fe, Ti, Al, Sn. Наиболее крупными кратерами обладал электрод, изготовленный из олова, медианный диаметр которых составил 73.4 мкм. Напротив, наименьшие кратеры наблюдались на электроде из меди, с медианным диаметром 15.7 мкм.

Размеры кратеров главным образом зависят от теплофизических параметров материала электродов. Однако для меди такое утверждение не применимо: у нее высокая T_m и самая высокая χ , но она имеет наименьшие диаметр и глубину кратеров. Возможное объяснение: в случае меди мы имеем наименьшее время жизни активных кратеров

Благодарность

Настоящая работа выполнена в рамках госзадания, проект № 0389-2015-0025.

6. Список литературы

- [1] N.S. Tabrizi, M. Ullmann, V.A. Vons, U. Lafont, A. Schmidt-Ott, Generation of nanoparticles by spark discharge, *J. Nanopart. Res.*, vol. **11**, 315, 2009. DOI: 10.1007/S11051-008-9407-y
- [2] T.V. Pfeiffer, J. Feng, and A. Schmidt-Ott, New developments in spark production of nanoparticles, *Advanced Powder Technology*, vol. **25**, 56, 2014; doi: 10.1016/j.apr.2013.12.005
- [3] A. Schmidt-Ott (ed.), *Spark ablation: Building blocks for nanotechnology*, Jenny Stanford Publishing Pte. Ltd., 2020.
- [4] V.V. Ivanov, A.A. Efimov, D.A. Myl'nikov, A.A. Lizunova, A.V. Bagazeev, I.V. Beketov, S.V. Shcherbinin, High-efficiency synthesis of nanoparticles in a repetitive multigap spark discharge generator, *Technical Physics Letters*, vol. **42**, 8, 2016; doi: 10.1134/S106378501608023X.
- [5] C.K. Rhee, A.D. Maksimov, I.V. Beketov, A.I. Medvedev, A.M. Murzakaev, Features of nickel nanoparticles structure synthesized by the spark discharge method, *J. Korean Powder Metall. Inst.*, vol. **27**, 6, 464, 2020; doi: 10.4150/KPMI.2020.27.6.464
- [6] A.D. Maksimov, I.V. Beketov, A.I. Medvedev, A.M. Murzakaev, and S.A. Farenbrukh, Preparation of tin oxide nanopowder by spark discharge method with controlled average particle size, *8th International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects.*, 485, 2022; doi: 10.56761/EFRE2022.S4-P-050101
- [7] Б.Р. Лазаренко, Н.И. Лазаренко, *Электроискровая обработка токопроводящих материалов*, Москва: Академия Наук СССР, 1958.

-
- [8] М.К. Мицкевич, А.И. Бушик, И.А. Бакуто, В.А. Шилов, И.Г. Девойно, *Электроэрозионная обработка металлов*, Минск: Наука и техника, 1988.
- [9] Е.Ф. Немиллов, *Справочник по электроэрозионной обработке материалов*, Ленинград: Машиностроение, 1989.
- [10] В.И. Раховский, *Физические основы коммутации электрического тока в вакууме*, Москва: Наука, 1970.
- [11] Г.В. Буткевич, Г.С. Белкин, Н.А. Ведешенков, М.А. Жаворонков, *Электрическая эрозия сильноточных контактов и электродов*, Москва: Энергия, 1978.
- [12] К.К. Намитокков, *Электроэрозионные явления*, Москва: Энергия, 1978.
- [13] Н.В. Белан, Г.И. Костюк, Е.П. Мышелов, *Физические основы стойкости электродов плазменных ускорителей и технологических плазменных устройств*, Харьков: Харьковский авиационный институт, 1986.
- [14] И.Г. Кесаев, *Катодные процессы электрической дуги*, Москва: Наука, 1968.
- [15] G.A. Lyubimov, V.I. Rakhovskii, The cathode spot of a vacuum arc, *Sov. Phys. Usp.*, vol. **21**, 693, 1978; doi: 10.1070/PU1978v021n08ABEH005674
- [16] G.A. Mesyats, D.I. Proskurovsky, *Pulsed electrical discharge in vacuum*, Berlin: Springer, 1989.
- [17] G.A. Mesyats, *Cathode phenomena in a vacuum discharge: the breakdown, the spark, and the arc*, Moscow: Nauka, 2000.
- [18] R.L. Boxman, P.J. Martin, D.M. Sanders (eds.), *Handbook of vacuum arc: Science and technology*, Park Ridge: Noyes Publications, 1995.
- [19] A.D. Maksimov, E.I. Azarkevich, I.V. Beketov, and D.S. Koleukh. Comparative analysis of craters formed on cathode and anode spots of a spark discharge in air on iron electrodes, *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*, vol. **87**, Suppl. 2, S274, 2023; doi: 10.1134/S1062873823704725
- [20] V.E. Rogalin, O.M. Kugaenko, E.E. Ashkinazi, M.S. Andreeva, and S.A. Filin. Examining surfaces of oxidized aluminum exposed to CO₂ laser pulses, *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*, vol. **80**, 12, 1489, 2016; doi: 10.3103/S1062873816120170
- [21] A.D. Maksimov, I.V. Beketov, A.V. Bagazeev, E.I. Azarkevich, A.I. Medvedev, S.O. Cholah, A.M. Murzakaev, Preparation of metal oxide nanopowders by the spark discharge method, *AIP Conference Proceedings*, vol. **2174**, 1, 020037, 2019; doi: 10.1063/1.5134188
- [22] Ю.Н. Тюрин, А.А. Макаров, *Анализ данных на компьютере*, Изд. 3-е. Москва: ИНФРА-М, 2002.
- [23] Н. Кноепфел, *Pulsed high magnetic fields*, Amsterdam – London, North-Holland Publishing Company, 1970.