

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ УСТАНОВКА ДЛЯ МОДЕЛИРОВАНИЯ ПРОЦЕССОВ ЭЛЕКТРОИСКРОВОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ

© 2020 г. В. А. Кудряшов<sup>a,b</sup>, С. М. Годин<sup>b</sup>, С. Г. Вадченко<sup>a</sup>, А. С. Рогачев<sup>a,\*</sup>

<sup>a</sup> Институт структурной макрокинетике и проблем материаловедения им. А.Г. Мерджанова РАН  
Россия, 142432, Черноголовка Московской обл., ул. Академика Осипяна, 8

<sup>b</sup> ООО “Интеллектуальные электрические сети”

Россия, 142411, д. Молзино Ногинского р-на Московской обл., ул. Советская, 85

\*e-mail: rogachev@ism.ac.ru

Поступила в редакцию 29.08.2019 г.

После доработки 09.09.2019 г.

Принята к публикации 11.09.2019 г.

Разработана и изготовлена экспериментальная установка для моделирования процессов электроискрового плазменного спекания. Установка позволяет проводить прямое наблюдение и высокоскоростную видеосъемку цепочек порошковых частиц в каналах диэлектрической матрицы при пропускании коротких импульсов электрического тока. Проведенные испытания установки на примере цепочек сферических частиц титана диаметром до 300 мкм показали существование значительных перегревов области контакта в момент пропускания короткого (~1 мс) импульса электрического тока, характерного для искрового плазменного спекания. Таким образом, разработанная методика и установка открывают возможность исследования механизмов современных технологий консолидации порошковых материалов, основанных на импульсном электрическом воздействии.

DOI: 10.31857/S0032816220010164

### ВВЕДЕНИЕ

Электроискровое плазменное спекание (э.п.с.), основанное на пропускании коротких импульсов тока через порошковую заготовку, нашло широкое применение в научных лабораториях и в промышленности благодаря тому, что оно позволяет консолидировать порошковые материалы при более низкой температуре и за более короткое время по сравнению с традиционными методами спекания и горячего прессования [1–4]. Существует несколько объяснений этой уникальной особенности метода э.п.с., которые включают быстрый темп нагрева заготовки, влияние электрического тока и напряжения на диффузию, а также локальный перегрев вблизи границ порошковых частиц, связанный с повышенной плотностью тока и микроискровыми разрядами на контактах между частицами [5]. Последнее объяснение, которое и дало название методу, привлекает большое внимание исследователей, но до сих пор не получило экспериментального подтверждения или опровержения.

Работы, направленные на прямое наблюдение и регистрацию светового излучения от электрических микроискров посредством введения волоконных световодов внутрь заготовки, дали отрицательный результат — вспышки света не были

зарегистрированы. Это привело к тому, что в ряде работ отрицается существование электрических разрядов и плазмы при электроискровом плазменном спекании [6, 7]. Кроме искровых разрядов, повышенная температура на контактах порошковых частиц может возникать вследствие неравномерной плотности электрического тока и электрического нагрева в электропроводящей порошковой заготовке. Сечение контакта намного меньше сечения частиц, а удельное электрическое сопротивление на границе между частицами повышено вследствие присутствующих на поверхности частиц примесей и оксидных слоев, поэтому плотность тока и удельная мощность тепловыделения на контакте выше, чем в объеме частицы. Однако моделирование, выполненное для интерметаллида TiAl в рамках предположения о том, что контакты шарообразных частиц имеют радиус, равный 0.06 от радиуса шара, показало, что при плотности тока 50000 А/см<sup>2</sup> локальный перегрев не превышает 1°C; отсутствие перегрева было подтверждено металлографическим анализом [8]. Измерение электрического сопротивления порошковых металлических заготовок (Fe, Ni и Cu) непосредственно в процессе э.п.с. показало, что электросопротивление контактов уменьшается при нагреве до температуры, равной 0.3 от температуры плавления металла, при которой происхо-

дит диэлектрический пробой оксидных слоев, и при дальнейшем нагреве оно остается примерно постоянным [9].

Модельные эксперименты по припеканию медных шариков к медной подложке выявили влияние импульсного электрического тока на формирование шейки между частицей и подложкой, но заметного перегрева области контакта не наблюдалось [10]. Правда, используемые в работе [10] сферические частицы имели диаметр 3 мкм, т.е. они не могут быть квалифицированы как частицы порошка.

Можно констатировать, что имеющиеся экспериментальные данные о процессах, происходящих на контактах частиц при прохождении импульса электрического тока через порошковую заготовку, неполны и противоречивы, и это замедляет развитие перспективного метода э.п.с. Для решения данной проблемы нами в данной работе предлагается лабораторная установка вместе с методикой, позволяющие моделировать условия э.п.с. и непосредственно наблюдать процессы, происходящие в порошковых частицах и на контактах между ними.

#### МЕТОДИКА И РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ

Экспериментальная ячейка представляла собой матрицу из диэлектрической терракотовой керамики, в которой были сделаны открытые вертикальные каналы шириной и глубиной 300 мкм, длиной до 8 мм. Керамическую часть ячейки в виде параллелепипеда размерами  $8 \times 10 \times 30$  мм вырезали из сырой прессованной голубой кембрийской глины. На узкой стороне заготовок формовали каналы путем вдавливания отрезков проволок диаметром, соответствующим диаметру сферических частиц титана. После извлечения проволок каналы имели глубину, равную диаметру проволоки, а дно их имело закругленную форму (получилиндр). Полученную заготовку отжигали в муфельной печи при температуре  $800\text{--}850^\circ\text{C}$  в течение 1 ч. Открытая сторона канала закрывалась кварцевым стеклом, которое позволяло вести наблюдения и проводить видеосъемку. Внутри канала помещалось несколько (обычно 3–5) порошковых частиц титана сферической формы  $\varnothing 250\text{--}300$  мкм (рис. 1). С торцов в канал вставлялись электроды из закаленной стали длиной 5–6 мм, которые служили также мини-пуансонами для сжатия цепочки частиц. Нижний пуансон упирался в медную пластину (рис. 1б), верхний выступал над матрицей, и на него сверху устанавливался медный электрод, на который помещался груз 140 г, что соответствовало среднему давлению сжатия около 20 МПа (рис. 1в). Для регистрации процессов внутри ячейки использовалась высокоскоростная видеокамера MIRO-310 с микроскопической оп-

тикой, скорость регистрации составляла 2000–10000 кадров/с.

Условия, моделирующие процесс э.п.с., создавались пропусканием импульса тока длительностью порядка 1 мс через цепочку частиц. Для этого было разработано устройство, схема которого приведена на рис. 2. Оно представляет собой управляемый электронный коммутатор, подключающий нагрузку (цепочку из титановых сферических порошковых частиц) к источнику постоянного тока с регулируемым напряжением 0–60 В. В качестве источника использовался накопительный конденсатор  $C_2$  (Epcos B43458) емкостью 10 мФ, позволяющий создавать большие токи на нагрузке. Блокировочный керамический конденсатор  $C_1$  уменьшал высокочастотные компоненты в цепи питания. При нагрузке с нулевым сопротивлением ток ограничивался только сопротивлением токоизмерительного шунта номиналом 0.1 Ом. Например, при напряжении питания 10 В максимальный ток в схеме составлял 100 А. В качестве основного коммутирующего элемента был выбран полевой транзистор IXFN340N07 ( $T_3$ ) с максимальным напряжением исток–сток 70 В и максимальным коммутируемым током 340 А. При токе 100 А и напряжении исток–сток 10 В внутреннее сопротивление транзистора равно 4 мОм. Постоянная емкость затвора 16.8 нФ. Относительно большая величина этой емкости не позволяет управлять транзистором непосредственно от генератора, так как в этом случае фронт импульсного сигнала будет пологим.

Для ускорения переключения в схему были добавлены два биполярных комплементарных транзистора MJD44H11 ( $n\text{--}p\text{--}n$ ,  $T_1$ ) и MJD45H11 ( $p\text{--}n\text{--}p$ ,  $T_2$ ) с максимальным напряжением 80 В и током коллектора 8 А. Питание этих транзисторов поступало от отдельной аккумуляторной батареи напряжением 12 В. Применение этих транзисторов позволило получить фронты сигнала длительностью  $<0.5$  мкс. При работе с токами в десятки ампер и короткими фронтами сигнала, приходится принимать во внимание паразитную индуктивность подводящих проводов. Для уменьшения индуктивности мы использовали провод литцендрат ЛЭЛО  $615 \times 0.071$ , состоящий из 615 изолированных медных жил  $\varnothing 0.07$  мм каждая. Это позволило увеличить длину подводящих к образцу проводов до 20 см без заметного снижения крутизны фронта и осцилляций тока.

В процессе эксперимента на вход схемы подавался одиночный импульс от цифрового генератора прямоугольных импульсов Tektronix AFG1022 амплитудой +10 В и задаваемой на генераторе длительностью. Генератор запускался в ручном режиме нажатием кнопки триггера на передней панели генератора. Ток в схеме измерялся с помощью шунта  $R_{ш}$  сопротивлением 0.1 Ом, собранного из вклю-

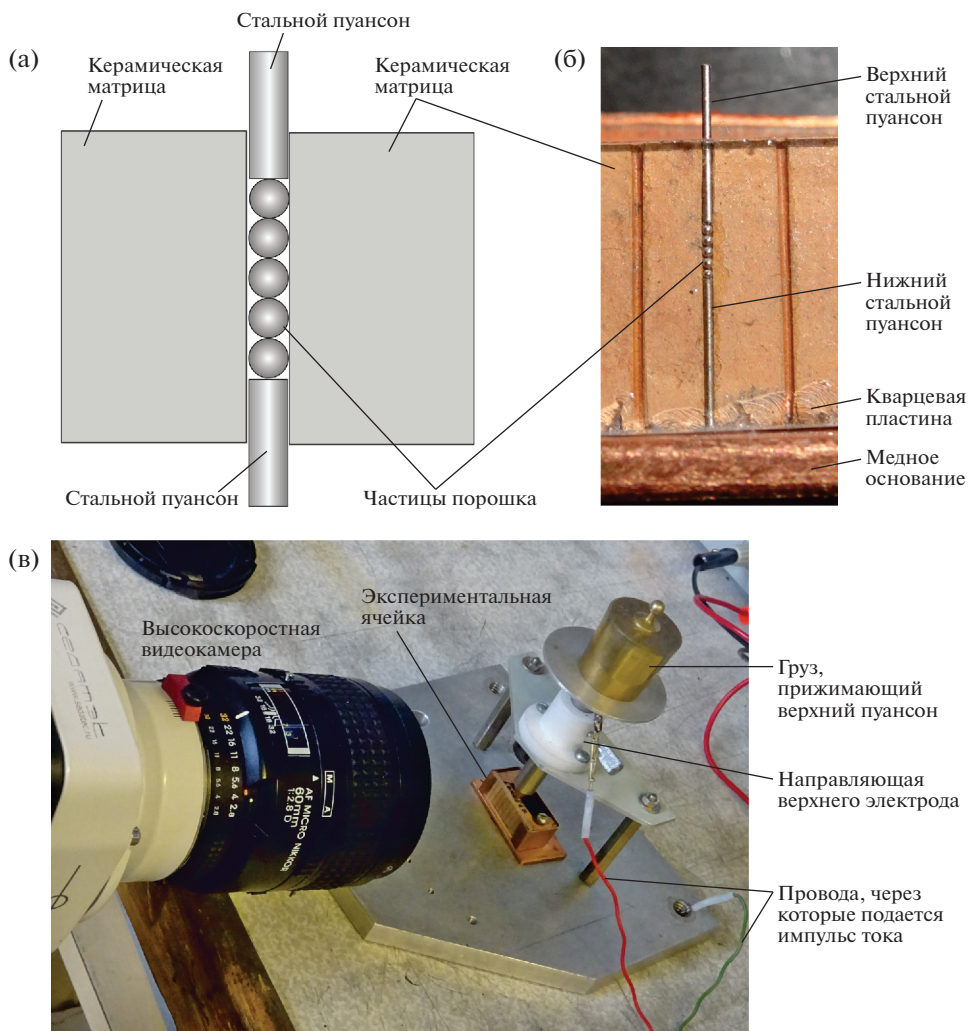


Рис. 1. Принципиальная схема (а) и макрофотография (б) экспериментальной ячейки; в – внешний вид установки при проведении эксперимента.

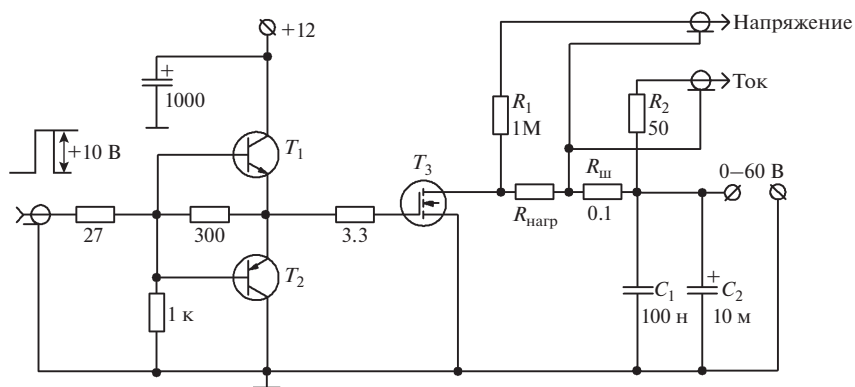
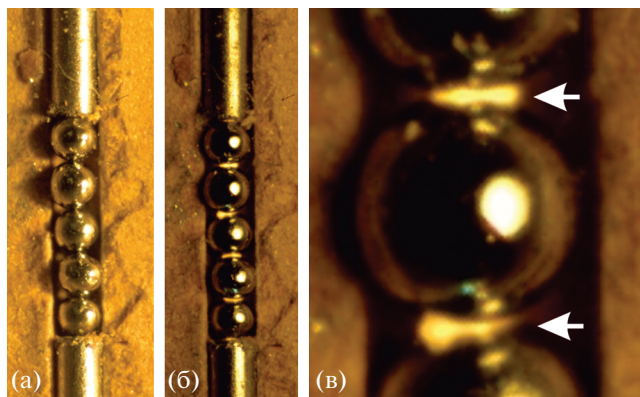


Рис. 2. Электрическая схема установки.  $T_1$  – MJD44H11,  $T_2$  – MJD45H11,  $T_3$  – IXFN340N07.



**Рис. 3.** Видеокadres эксперимента перед пропусканием импульса тока (а) и во время прохождения импульса (б, в). Стрелки указывают на светящиеся раскаленные области вблизи контактов между частицами.

ченных параллельно 10 резисторов номиналом 1 Ом. Для согласования с подводящим кабелем с волновым сопротивлением 50 Ом перед кабелем на входе был установлен резистор  $R_2$  номиналом 50 Ом. Напряжение на нагрузке (образце) измерялось стандартным осциллографическим щупом (резистор  $R_1$  номиналом 1 МОм). Для наблюдения формы и величины тока и напряжения на образце использовался двухканальный цифровой осциллограф “Актаком ADS-2111М” с полосой пропускания 200 МГц. Осциллограф был гальванически изолирован от сети с помощью развязывающего трансформатора, чтобы не допустить образования короткозамкнутых контуров по общим проводам.

Результаты экспериментов показали, что данная установка позволяет непосредственно наблюдать процессы, происходящие в области контактов между порошковыми частицами в условиях, аналогичных условиям электроискрового плазменного спекания. В качестве примера рассмотрим экспериментальную ячейку с цепочкой из пяти частиц титана (рис. 3а). При пропускании импульса тока области контактов между частицами начинали ярко светиться желто-оранжевым цветом, в то время как сами частицы оставались темными (рис. 3б). Форма светящихся областей более ясно видна на увеличенном фрагменте видеокadres (рис. 3в). После остывания образцов на месте светящихся областей были обнаружены очевидные следы плавления титана, и это указывает на то, что температура в точках контактов в течение короткого времени (порядка 1 мс) превышала 1670°C. Эти результаты более подробно представлены в недавней работе [11]. Таким образом, доказана возможность существования значительных перегревов области контакта при пропускании короткого импульса электрического тока. Сравнение полученных результатов с ре-

зультатами электроискрового спекания цилиндрических образцов  $\varnothing$  16.8 мм из сферических порошков титана (сферические частицы размером около 63 мкм) [12] наглядно демонстрирует возможности предложенной методики. Через образцы пропускали импульсы тока длительностью 40 мс, паузы между которыми составляли 7 мс. В результате этого образцы нагревались до температуры 800°C и далее выдерживались при этой температуре в течение 10 мин. Было показано, что пропускание тока интенсифицирует спекание, но значительных следов расплава на контактах частиц не было обнаружено. В модельной методике, несмотря на то, что сила коммутируемого тока на 2–3 порядка меньше, чем при электроискровом плазменном спекании (что обеспечивает относительную простоту устройства), условия нагрева могут быть такими же или даже более жесткими, чем в сложных и дорогостоящих установках. Например, при нагреве образцов  $\varnothing$  10 мм в установке SPS LA-BOX 650, использованной в работе [12], средняя плотность тока не может превысить 7700 А/см<sup>2</sup> (максимальная сила тока установки 6000 А), а в предложенном модельном устройстве при варьировании силы тока от 0 до 50 А средняя плотность тока в цепочке частиц может регулироваться в диапазоне 0–70000 А/см<sup>2</sup>. Большая плотность тока достигается за счет малого сечения модельной ячейки.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Предложены методика и экспериментальное устройство для моделирования процессов электроискрового плазменного спекания в широком диапазоне параметров (электрическое напряжение, сила тока, продолжительность импульса, механическая нагрузка, форма и состав частиц), что позволяет исследовать механизмы консолидации порошковых частиц различной природы при э.п.с. Экспериментально показана возможность прямого наблюдения раскаленных областей, возникающих на контактах частиц при пропускании импульса электрического тока.

## ФИНАНСИРОВАНИЕ РАБОТЫ

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант 19-03-00293).

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Grigor'ev E. G.* // Синтез и консолидация порошковых материалов: Сборник тезисов Международной конференции (23–26 октября 2018 г., Черноголовка). М.: ТОРУС ПРЕСС, 2018. С. 32. <https://doi.org/10.30826/SCPM2018008>

2. *Orrù R., Licheri R., Locci A.M., Cincotti A., Cao G.* // Mater. Sci. Eng. R. 2009. V. 63. P. 127.  
<https://doi.org/10.1016/j.mser.2008.09.003>
3. *Olevsky E.A., Aleksandrova E.V., Ilyina A.M., Dudina D.V., Novoselov A.N., Pelve K.Y., Grigoryev E.G.* // Materials. 2013. V. 6. P. 4375.  
<https://doi.org/10.3390/ma6104375>
4. *Grigoryev E.G., Olevsky E.A.* // Scripta Materialia. 2012. V. 66. P. 662.  
<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2012.01.035>
5. *Bordia R.K., Kang S.-J.L., Olevsky E.A.* // J. American Ceramic Society. 2017. V. 100. P. 2314.  
<https://doi.org/10.1111/jace.14919>
6. *Hulbert D.M., Anders A., Dudina D.V., Andersson J., Jiang D., Unuvar C., Anselmi-Tamburini U., Lavernia E.J., Mukherjee A.K.* // J. Appl. Phys. 2008. V. 104. P. 033305-1.  
<https://doi.org/10.1063/1.2963701>
7. *Hulbert D.M., Anders A., Andersson J., Lavernia E.J., Mukherjee A.K.* // Scripta Materialia. 2009. V. 60. P. 835.  
<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2008.12.059>
8. *Trzaska Z., Collard C., Durand L., Couret A., Chaix J.-M., Fantozzi G., Monchoux J.-P.* // J. American Ceramic Society. 2019. V. 102. P. 654.  
<https://doi.org/10.1111/jace.15999>
9. *Chawake N., Pinto L.D., Srivastav A.K., Akkiraju K., Murty B.S., Kottada R.S.* // Scripta Materialia. 2014. V. 93. P. 52.  
<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2014.09.003>
10. *Frei J.M., Anselmi-Tamburini U., Munir Z.A.* // J. Appl. Phys. 2007. V. 101. P. 114914-1.  
<https://doi.org/10.1063/1.2743885>
11. *Рогачев А.С., Вадченко С.Г., Кудряшов В.А., Шукин А.С., Альмов М.И.* // Доклады Академии Наук, 2019. Т. 488. № 5. С. 103.
12. *Abedi M., Moskovskikh D.O., Rogachev A.S., Mukasyan A.S.* // Metallurgical and Materials Transactions B: Process Metallurgy and Materials Processing Science. 2016. V. 47. P. 2725.  
<https://doi.org/10.1007/s11663-016-0732-8>