

УСТАНОВКА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНТАКТНОГО ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫХ МАТЕРИАЛОВ

© 2023 г. А. В. Костановский^{а,*}, М. Г. Зеодинов^{а,**},
А. А. Пронкин^а, М. Е. Костановская^а

^аОбъединенный институт высоких температур РАН
Россия, 125412, Москва, ул. Ижорская, 13, стр. 2

*e-mail: kostanovskiy@gmail.com

**e-mail: mz64@mail.ru

Поступила в редакцию 16.12.2022 г.

После доработки 20.02.2023 г.

Принята к публикации 08.03.2023 г.

Описана установка для определения контактного электрического сопротивления, измеряемого с использованием двух поверхностных точечных потенциальных зондов, установленных на одинаковом расстоянии от контактной поверхности. Общее число парных зондов, расположенных на различном расстоянии от контактной поверхности, равно четырем. Диапазон температуры отнесения составляет 380–1500 К. Измерения могут проводиться в вакууме и на воздухе. Установка позволяет исследовать контактное сопротивление при постоянном токе, сила тока может меняться от 20 до 120 А. Первые тестовые эксперименты показали, что смена полярности тока не влияет на вольт-амперную характеристику, измеренную как на монокристаллическом образце, так и на образце, имеющем одну неподвижную контактную поверхность.

DOI: 10.31857/S0032816223050300, EDN: LDRYZC

ВВЕДЕНИЕ

Контактное электрическое сопротивление изучается на протяжении почти ста лет. За это время опубликовано несколько монографий [1–3], в которых основное внимание уделяется механической трактовке физики контактного сопротивления, основанной на видах шероховатости поверхности, изменению контактного сопротивления при внешней нагрузке, поиску зависимости реальной площади контакта от площади соединяемых образцов, описанию материалов, которые встречаются в контактных элементах, и их свойств [3]. При этом экспериментальным исследованиям уделяется крайне мало внимания, сравнительный анализ полученных эмпирических результатов не проводится. Первые эксперименты, посвященные измерению контактного электрического сопротивления (КЭС), проводились, по видимому, в начале прошлого века и получили развитие при изучении процесса сварки [1]. В более поздний период времени интерес к физике КЭС стимулировался научно-исследовательскими работами в области микроэлектроники, где используются многослойные покрытия, и экономико-технологическими задачами передачи энергии в сетях постоянного и переменного тока [2, 4]. Необходимо отметить, что до сих пор понятие “кон-

тактное электрическое сопротивление”, которое возникает в месте соприкосновения двух образцов, составленных из разных или одинаковых материалов, трактуется по-разному, что проявляется в размерности этой величины. Используются размерность удельного электрического сопротивления ом-метр [5], размерность сопротивления ом [1, 3, 6] и размерность ом-квадратный метр (сопротивление умножается на площадь контакта) [7, 8]. Данное обстоятельство затрудняет сравнительный анализ полученных результатов. Изучение КЭС проводится в двух направлениях – подвижные и неподвижные контакты. Мы ограничим свое рассмотрение случаем неподвижного КЭС. Неподвижные контакты, как правило, изучают на примере одной контактной поверхности, но известны работы [5, 7], в которых были исследованы многослойные образцы. Критический анализ результатов работы [5] мы провели в работе [9].

Рассмотрим основные недостатки экспериментальной реализации измерения КЭС. В нашей стране первые патенты относятся к прошлому веку [10–12] и посвящены способам фиксации образца в пространстве и подведения к нему электрического тока, а также решению задачи осуществления внешней нагрузки на контактную поверхность. И в патентах, и в научных статьях,

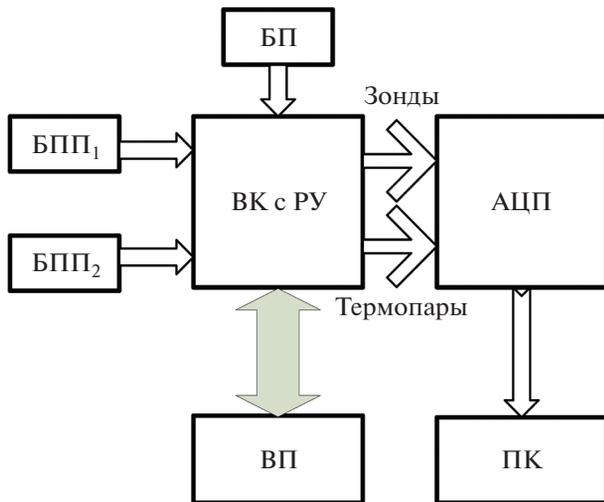


Рис. 1. Принципиальная схема установки. ВК – вакуумная камера; РУ – рабочий участок; ВП – вакуумный пост; БП – основной блок питания; БПП₁ и БПП₂ – дополнительные блоки питания для выравнивания поля температур по длине образца; АЦП – аналого-цифровой преобразователь для измерения падения напряжения между зондами и значений термо-ЭДС термопар; ПК – персональный компьютер.

как правило, применялись вертикальное расположение образца, прямое пропускание тока и схема измерения падения напряжения между двумя точечными поверхностными потенциальными зондами. Чаще всего использовался образец в форме сплошного цилиндра, размеры которого не могут реализовать равномерное распределение температуры T по его длине. В работе [6] исследовался образец диаметром 7.5 мм и длиной 6.0 мм, в работе [7] – диаметром 10 мм и длиной 1.0 мм. В работе [13] рассматривались разные материалы, диаметр образцов составлял 8–16 мм, а длина 20–50 мм. Правильным решением считаем использование протяженных образцов (отношение длины к диаметру порядка 10) с целью получения изотермического участка и организации контактной поверхности в его центре, как это было сделано в работе [9]: образец длиной 120 мм и диаметром 8 мм. Температура, как правило, измеряется термопарами, которые могут быть установлены на участке определения падения напряжения U , что может приводить к занижению КЭС [5]. Уровень температур редко превышает 1000 К. Потенциальные зонды для измерения падения напряжения размещают на произвольно выбранном расстоянии от контактной поверхности и, как правило, используется только одна пара зондов [5, 7]. В результате в КЭС входит сопротивление монолитной части, вклад которого прямо пропорционально зависит от расстояния до контактной поверхности. Именно поэтому сравнение полученных результатов не проводится. Более правильным под-

ходом, по нашему мнению, является измерение падения напряжения несколькими парами (равноудаленных от плоскости контакта) зондов на разном расстоянии от контактной поверхности и последующая экстраполяция к плоскости контакта полученной зависимости КЭС от расстояния, как это было сделано в работах [9, 13].

Используются зонды различной формы, тем или иным способом внедренные в образцы. Охватывающие платиновые проволоочные зонды (1–3 пары) диаметром 0.2 мм использовались при изучении керамических образцов с высокой открытой пористостью [13]. Считаем, что при данной форме зондов трудно выдержать равенство расстояний между зондами по периметру образца, а использование желобков для установки зондов приводит к уменьшению площади поперечного сечения на исследуемом участке. Наиболее правильным считаем использование точечных поверхностных потенциальных зондов (4 пары) из графита [14] или металла [9].

Эксперименты проводились на воздухе [4, 9, 13], в вакууме [5], в инертной среде [7]. Считаем, что эксперименты на воздухе требуют особого внимания из-за возможности окисления поверхности зондов, а также влияния сложного конвективно-радиационного теплообмена на результаты исследований КЭС. Правильнее, по-видимому, изучать КЭС в вакууме.

Перечисленные недостатки изучения КЭС стимулировали создание установки, которая в результате использования нескольких пар потенциальных зондов и последующей экстраполяции на контактную поверхность результатов измерения сопротивления позволит более точно изучать физику данного явления, а также повысить уровень температуры отнесения.

УСТАНОВКА ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ КЭС

Основными элементами установки являются экспериментальный участок, системы питания образца, температурных и электрических измерений, камера и вакуумная система. Принципиальная схема установки приведена на рис. 1.

Экспериментальный образец представлял собой цилиндрический стержень длиной $L = 124$ мм и диаметром $d = 7.81$ мм ($L/d = 15.9$), который располагался вертикально. Геометрические размеры образца предварительно измеряли микрометром, абсолютная инструментальная погрешность которого составляла 10 мкм. Для определения среднего значения диаметра d осуществляли несколько его измерений на различных длинах стержня и проводили усреднение полученных величин. Образец с нижним токоподводом устанавливали на кварцевую пластину толщиной 15 мм, которая позволяла осуществлять токовую и тепловую изо-

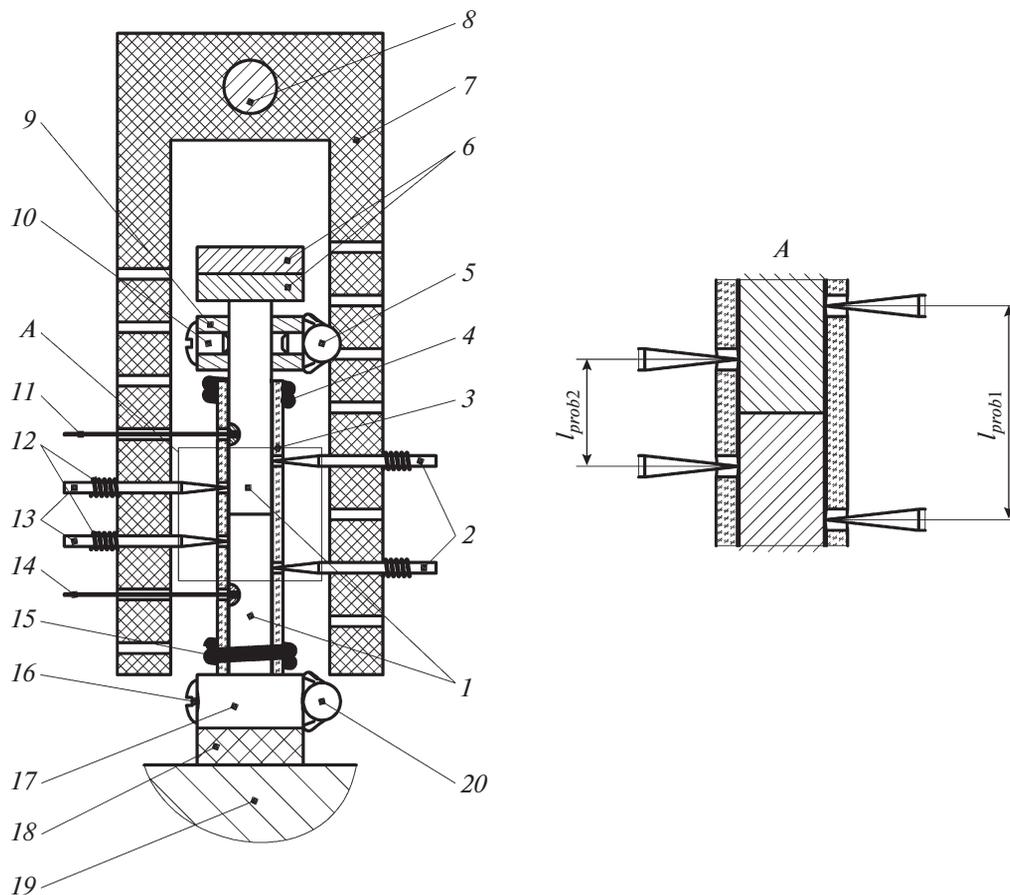


Рис. 2. Схема рабочего участка. 1 – элементы образца с контактной поверхностью между ними; 2 – правые измерительные зонды; 3 – фиксирующая кварцевая трубка; 4 – верхний охранный нагреватель; 5 – клемма провода питания верхнего образца; 6 – грузы; 7 – подвесная рамка с зондами; 8 – держатель рамки; 9 – токоподвод; 10 – упорный винт токоподвода верхнего образца; 11 – термопара для верхнего образца; 12 – прижимная пружина для каждого потенциального зонда; 13 – левые измерительные зонды; 14 – термопара для нижнего образца; 15 – нижний охранный нагреватель; 16 – упорный винт токоподвода нижнего образца; 17 – токоподвод к нижнему образцу; 18 – токо- и теплоизолятор нижнего токоподвода; 19 – основание камеры; 20 – клемма провода питания нижнего образца.

ляцию. Верхний торец образца с токоподводом служил основой для грузика заданной массы, который обеспечивал внешнюю нагрузку на контактную поверхность (рис. 2).

Мы использовали электрическое питание образца постоянным током (пропускается через токовые контакты), который формировался из сети переменного тока напряжением 220 В (рис. 3). Блок питания включал в себя регулирующий элемент мощностью 1.76 кВт, понижающий трансформатор с выходным напряжением 14 В и током 200 А, двухполупериодный выпрямитель, собранный на четырех диодах В-200, и блок электролитических конденсаторов общей емкостью 0.5 Ф. Система питания могла обеспечивать значения тока I , протекающего через образец, в диапазоне 10–120 А. Столь высокие значения тока потребовали использования блока воздушно-принудительного охлаждения, в результате работы кото-

рого максимальная температура диодного моста не превышала 310 К, блока конденсаторов – 300 К, а силового выходного трансформатора – 330 К. Силу тока I , проходящего по образцу, определяли с помощью эталонного сопротивления-шунта 75ШСМОМЗ 200 А, включенного во вторичную цепь, падение напряжения на шунте измеряли вольтметром марки GDM-8246 с приборной погрешностью 0.01%.

В каждой серии экспериментов четыре точечных поверхностных потенциальных зонда устанавливали попарно на одинаковом расстоянии $l_{probe}(i)$ от контактной поверхности, что позволяло одновременно определять падение напряжения $U(i)$ на двух участках разной длины. Схема экспериментального участка приведена на рис. 2. Полный эксперимент состоял из двух серий, которые отличались друг от друга только расстояниями от контактной поверхности до зондов, эти расстоя-

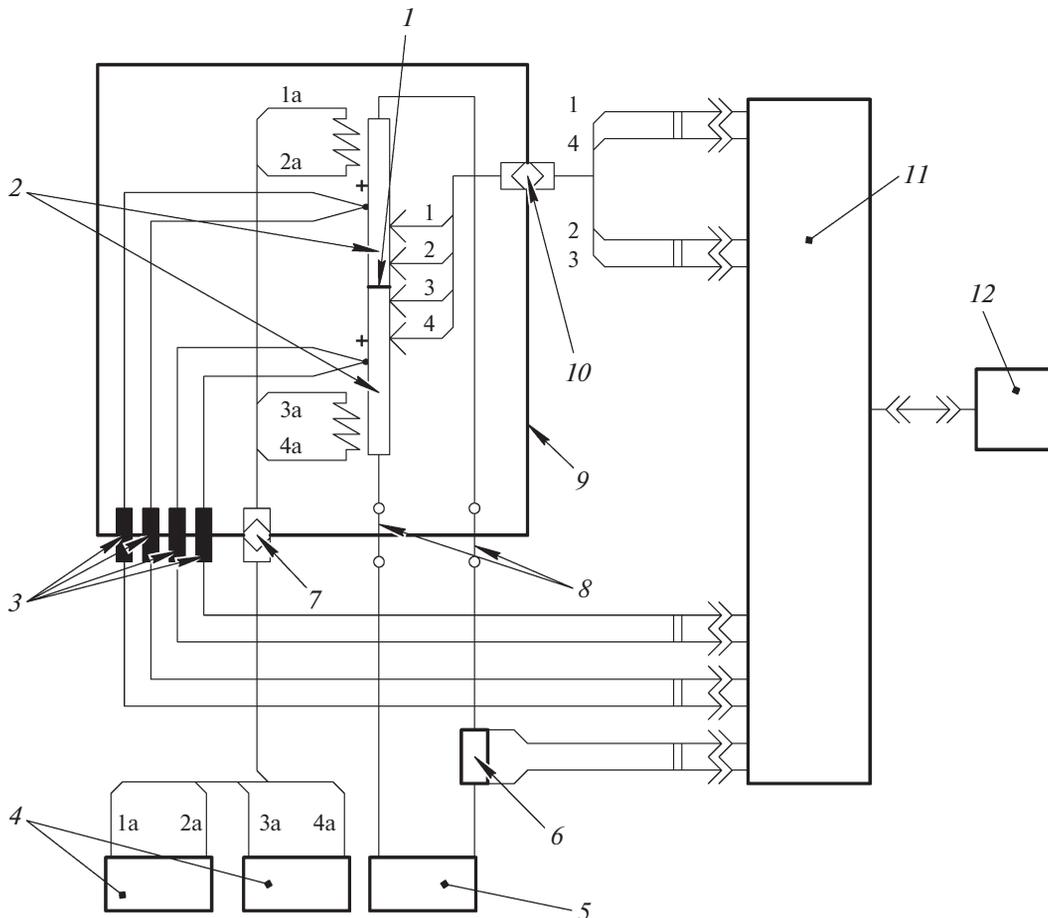


Рис. 3. Измерительно-силовая схема установки. 1 – контактная поверхность; 2 – составной образец; 3 – вакуумный безразрывный термопарный ввод; 4 – дополнительные блоки питания охранных нагревателей; 5 – основной блок питания; 6 – токовый шунт; 7 – высоковакуумный многостырьковый силовой разъем; 8 – вакуумный ввод изолированной шины; 9 – вакуумная камера с рабочим участком; 10 – высоковакуумный многостырьковый разъем для каналов измерения; 11 – аналого-цифровой преобразователь; 12 – персональный компьютер.

ния примерно равнялись 3, 6, 9, 14 мм. Расстояние между зондами измеряли до и после эксперимента оптическим микроскопом ИМЦ 100, абсолютная инструментальная погрешность которого составляла 5 мкм. Падение напряжения между каждой парой зондов измеряли вольтметрами GDM-8135 с приборной погрешностью не более 0.5%. Каждый зонд представлял собой молибденовый пруток диаметром 2.0 мм (МЧ 99.9%), заточенный на конце до диаметра 0.02–0.03 мм. Зонд устанавливали внутри латунной втулки, которая, в свою очередь, вставлялась в рамку из спеченного и предварительно прогретого шамотного кирпича. Специальная пружинка (сдвоенные титановые пластины толщиной 0.1 мм каждая) обеспечивала надежный контакт конца зонда с образцом в процессе эксперимента. Между титановыми пластинами были закреплены потенциальные провода из вольфрамовой проволоки, скрученной из четырех ниток толщиной 0.13 мм

каждая. Чтобы не нарушить положение продольной оси элементов образца, участок, прилегающий к контактной поверхности, помещали в тонкостенную кварцевую трубку. Предварительные эксперименты показали, что кварцевая трубка не оказывает влияния на результаты определения удельного электрического сопротивления и КЭС. В кварцевой трубке были вырезаны узкие пазы для установки термопары и поверхностных потенциальных зондов.

Система температурной диагностики состояла из двух хромель-алюмелевых термопар, узла вывода проводов из камеры, сосуда Дьюара и милливольтметра, созданного на основе аналого-цифрового преобразователя (АЦП) двойного интегрирования ICL7107. Такие АЦП обеспечивают высокий уровень точности снимаемого сигнала в результате снижения суммарной погрешности до величины менее единицы младшего разряда и дрейфа нулевого уровня, составляющего менее

1 мкВ/°С. Как следствие, приборная погрешность АЦП ICL7107 не превышала 0.05%. Термопары были изготовлены из проволоки диаметром 0.18 мм с диаметром королька 0.5 мм, последние размещали внутри образца в специально просверленных на расстоянии примерно 40 мм друг от друга отверстиях, которые затем вновь заполняли графитом. Расстояние между термопарами определяли в предварительных экспериментах, целью которых являлось определение длины изотермического участка при различных режимах (силах тока). В основном эксперименте температура измерялась в двух сечениях, симметричных относительно контактной поверхности и центра образца. Оценка значения числа Био такова: $Bi = \alpha_{эфф} d / \lambda_{МПГ-7} < 0.01$ ($Bi \approx 0.0015$ при $T = 400$ К, $Bi \approx 0.004$ при $T = 700$ К, $\alpha_{эфф}$ – эффективный (конвекция и излучение) коэффициент теплоотдачи, $\lambda_{МПГ-7}$ – теплопроводность графита), что означает равномерное распределение температуры по радиусу цилиндра. Следовательно, глубина размещения королька термопары в материале образца может быть выбрана произвольно.

Все измеряемые электрические сигналы дублировались на персональном компьютере с использованием АЦП L-Card.

В качестве рабочей камеры установки использована камера вакуумного универсального поста ВУП-5, которая представляет собой герметичный полый цилиндр с внутренним диаметром 250 мм, изготовленный из нержавеющей стали. Для создания вакуума использовали форвакуумный насос 2НВР-5ДМ и диффузионный насос Н160/700. Давление в камере определяли с помощью ламп ПМТ-2 и ПМИ-2. Вакуумная система была способна обеспечить вакуум не хуже 10^{-4} Па. Внутри камеры на вертикальной стойке была расположена подвесная рамка, вырезанная из шамотного кирпича, которая использовалась для установки потенциальных зондов. С целью расширения и поддержания изотермического поля температур по длине образца в его верхней и нижней частях между основными токовыми контактами (токоподводами) дополнительно были установлены охранные нагреватели, которые представляли собой спиралевидно намотанную на кварцевую трубку вольфрамовую проволоку диаметром 0.35 мм. Основные токоподводы, подводящие провода зондов и охранных нагревателей, выводились из камеры через исходные разъемы, имеющиеся в нижней плите камеры ВУП-5. Для вывода из камеры проводов двух термопар был специально изготовлен “термопарный” патрон из винипласта, установленный на нижней поверхности камеры. На внешней цилиндрической поверхности камеры была размещена водоохлаждаемая “рубашка”,

что позволяло поддерживать температуру внутренней стенки камеры не выше 320 К.

ТЕСТОВЫЕ ЭКСПЕРИМЕНТЫ

Тестирование созданной установки проводили на графите, так как данный материал характеризуется высокими значениями удельного электрического сопротивления и КЭС. Эксперименты осуществляли на монолитном образце в стационарном тепловом режиме с временем выдержки не менее 10 мин. Диапазон исследуемых температур составлял 350–1500 К, переход между режимами измерения проводили последовательным повышением или понижением температуры с шагом 50–100 К.

Тестовые эксперименты на монолитном образце позволили оценить вклад от подводящих к потенциальным зондам проводов в общее падение напряжения, снимаемое на зондах. Оценки показали, что вкладом подводящих проводов в измеряемое падение напряжения между зондами можно пренебречь.

Далее было проверено влияние направления прохождения тока на вольт-амперную характеристику, измеренную как на монолитном образце (рис. 4а), так и в случае, когда между зондами размещена контактная поверхность (рис. 4б). Применение теоремы сравнения двух средних генеральных совокупностей, дисперсии которых известны, показало, что для всех трех случаев средние значения тока для прямого и обратного направлений не различаются значимо [15]. Следовательно, вольт-амперные характеристики не зависят от направления тока. Последнее означает, что установка обладает требуемой работоспособностью.

Сравнение с литературными данными для величины удельного электрического сопротивления ρ графита марки МПГ-7 в диапазоне изменения температур $T \cong 400$ –1500 К для монолитного образца приведено на рис. 5. Диаметр образца составлял $d = 7.55$ мм, общая длина – 136.5 мм, расстояние l между зондами равнялось 10.25 мм. На рис. 5 также приведены данные для графита марок МПГ-6 и МПГ-8 [16]. Согласно рис. 5, удельное электрическое сопротивление графита в диапазоне температур 800–1500 К начинает возрастать при увеличении температуры. Известно, что КЭС прямо пропорционально связано с удельным электрическим сопротивлением, поэтому при температурах выше 800 К следует ожидать возрастания КЭС. Этот факт определяет актуальность создания данной установки для графита.

Суммарная неопределенность удельного электрического сопротивления $\hat{U}(\rho)$ рассчитывалась

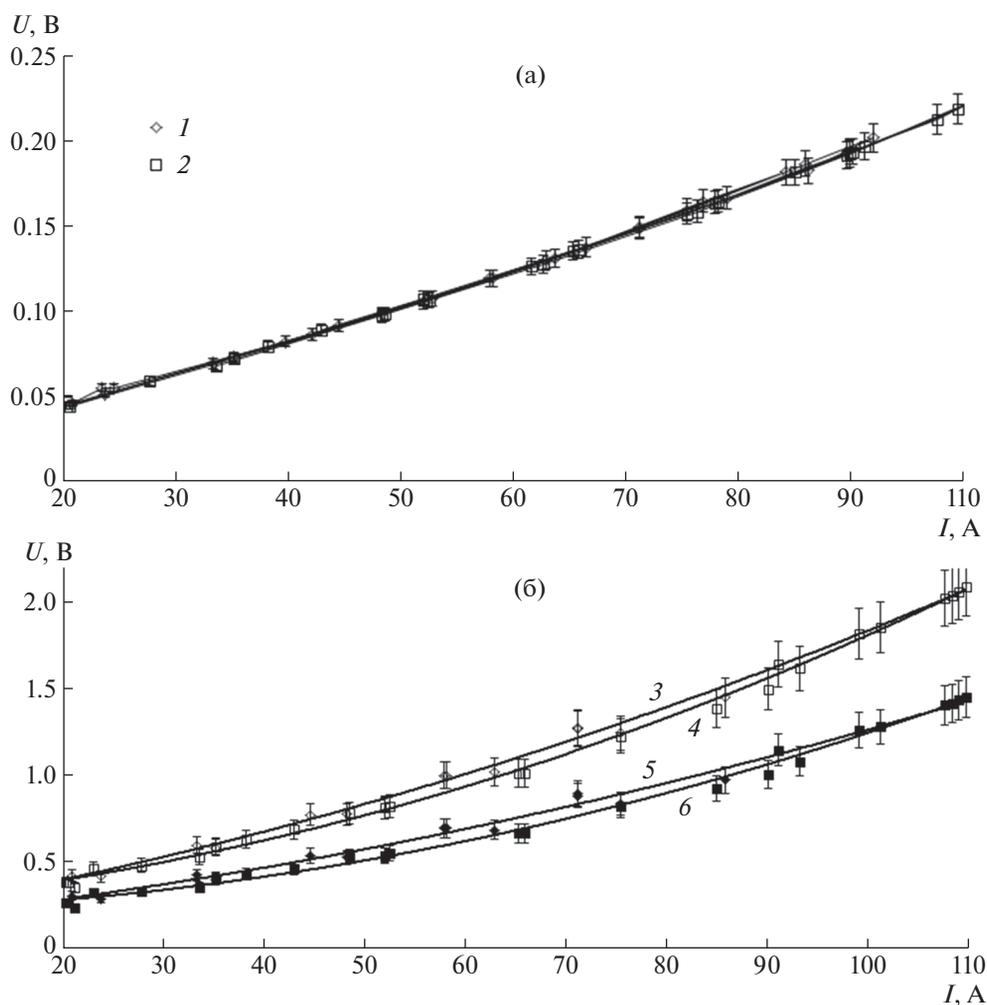


Рис. 4. Вольт-амперная характеристика: **а** – монолитного образца графита МПГ-7 при прямой полярности (направлении тока) (1) и обратной полярности (2); **б** – графита МПГ-7 при наличии одной контактной поверхности при прямой (3, 5) и обратной (4, 6) полярности для расстояний между зондами 32.18 мм (3, 4) и 8.28 мм (5, 6).

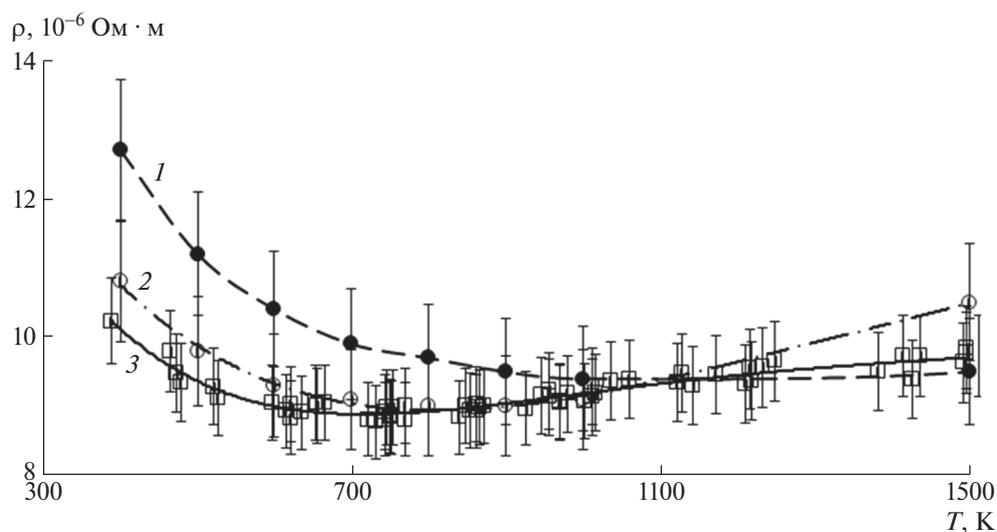


Рис. 5. Зависимость удельного электрического сопротивления от температуры для графита различных марок: 1 – МПГ-6; 2 – МПГ-8 [16]; 3 – МПГ-7 (данная работа).

Таблица 1. Бюджет неопределенности типа А для удельного электрического сопротивления монолитного образца

Входная величина	U , В	I , А	d , м	l , м
Математическое ожидание	0.10026	52.6	$7.55 \cdot 10^{-3}$	$10.25 \cdot 10^{-3}$
Тип неопределенности	А	А	А	А
Распределение	Нормальное	Нормальное	Нормальное	Нормальное
Стандартная неопределенность	$3.5 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-1}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$
Коэффициент чувствительности	$8.31 \cdot 10^{-5}$	$1.58 \cdot 10^{-7}$	$2.21 \cdot 10^{-3}$	$8.13 \cdot 10^{-4}$
Вклад, %	10	52.64	27.14	10

для определяющей температуры $T = 747$ К (это примерно середина интервала T), давления в камере $P = 10^{-4}$ Па и расстояния между зондами 10.25 мм. Табл. 1 показывает вклад в неопределенность типа А каждой входной величины: напряжения, силы тока, диаметра и расстояния между зондами.

Суммарная неопределенность $\dot{U}(\rho) = 8.3 \cdot 10^{-6} \pm 4.5 \cdot 10^{-7}$ Ом · м оценивается примерно в 6%, что меньше погрешности определения удельного электрического сопротивления углеграфитовых материалов (составляющей примерно 8%) [16]. Вклад неопределенности типа В существенно превышает вклад неопределенности типа А. Однако при повышении температуры вклад неопределенности типа В будет уменьшаться за счет увеличения всех входных величин и, как следствие, будет уменьшаться суммарная неопределенность $\dot{U}(\rho)$. При наличии контактной поверхности аппроксимация зависимости $\rho_{кэ}$ от расстояния между потенциальными зондами и экстраполяция данной зависимости к контактной поверхности приведут к повышению неопределенности КЭС $\dot{U}(\rho_{кэ})$ как минимум в 2 раза. Отметим, что в работах, посвященных измерению КЭС, как правило, отсутствует анализ неопределенности.

В созданной установке предполагается использовать четыре пары зондов для аппроксимации зависимости КЭС от расстояния между зондами, что позволит повысить точность экстраполяции полученных результатов к контактной поверхности (в работе [13] для экстраполяции использована простейшая линейная зависимость, построенная при использовании двух пар зондов). Следовательно, установка позволит повысить точность определения КЭС. Кроме того, проведение экспериментов в вакууме минимизирует окисление зондов, что также приведет к повышению точности измерения КЭС. Обобщение результатов тестовых экспериментов позволяет сделать вывод, что установка может считаться работоспособной, а получаемые на ней результаты

повышают область значений температуры отнесения до 1500 К.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В работе приведены описание установки для определения КЭС и результаты первых тестовых экспериментов по измерению удельного электрического сопротивления графита марки МПГ-7 в сравнении с графитом марок МПГ-6 и МПГ-8. Показано, что созданная установка в результате использования четырех пар точечных поверхностных потенциальных зондов и проведения экспериментов в вакууме может повысить точность определения КЭС и расширить диапазон измерения температуры до 1500 К. Актуальность создания данной установки продиктована возрастанием КЭС с ростом температуры в диапазоне 800–1500 К.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Хольм Р. Электрические контакты. М.: Иностранная литература, 1961.
2. Чунихин А.А. Электрические аппараты. М.: Энергоатомиздат, 1988.
3. Braunović M., Konchits V.V., Myshkin N.K. Fundamentals of Electrical Contacts. Part I. 6000 Broken Sound Parkway NW, Suite 300. CRC Press Taylor & Francis Group LLC, 2006. <https://doi.org/10.1201/9780849391088>
4. Мышкин Н.К., Кончиц В.В., Браунович М. Электрические контакты. Долгопрудный: Издательский дом “Интеллект”, 2008.
5. Лутков А.И. Тепловые и электрические свойства углеродных материалов. М.: Металлургия, 1990. С. 176.
6. Song Q., Zhang W., Bay N. // Welding Journal. 2005. V. 84. № 5. P. 73-s.
7. Pradille C., Bay F., Mocellin K. // 2010 Proc. of the 56th IEEE Holm Conference on Electrical Contacts. Charleston, USA, 2010. P. 1. <https://doi.org/10.1109/HOLM.2010.5619522>

8. Карвацкий А.Я., Пулинец С.В., Лазарев Т.В., Педченко А.Ю. // Восточно-европейский журнал передовых технологий. 2014. Т. 71. № 5. С. 45.
9. Зеодинов М.Г., Костановский А.В., Костановская М.Е., Пронкин А.А. // ТВТ. 2022. Т. 60. № 4. С. 519. <https://doi.org/10.31857/S0040364422040081>
10. Радыш Л.Н., Полумиенко К.К., Еременчук Л.М., Музиченко А.Д. А.с. № 156241 СССР // Оpubл. 1963.
11. Коросько Н.М., Лернер Ю.Н. А.с. № 455297 СССР // Оpubл. 24.03.1973.
12. Согомонов Э.Р., Баулин Ю.Н. А.с. № 917126 СССР // Оpubл. 1982.
13. Пахомов Е.П., Сурков Г.М., Тихонов П.А., Чернышов Г.П. // ТВТ. 1990. Т. 28. № 2. С. 34.
14. Rason S., McClelland J.D. // The Rev. of Science Instruments. 1960. V. 31. №. 6 P. 595.
15. Гмурман В.Е. Теория вероятностей и математическая статистика. М.: Высшая школа, 2001.
16. Соседов В.П. Свойства конструкционных материалов на основе углерода. М.: Metallurgia, 1975.