

## **ФОТОЭМИССИОННЫЙ МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ В ПРОЦЕССЕ ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОГО СПЕКАНИЯ ПОРОШКОВ ТУГОПЛАВКИХ МЕТАЛЛОВ**

*Минько Д.В.<sup>1</sup>, Кузнецик О.О.<sup>2</sup>*

<sup>1</sup>Белорусский национальный технический университет, г. Минск, Республика Беларусь

<sup>2</sup>Институт порошковой металлургии НАН Беларуси, г. Минск, Республика Беларусь

*Приведено описание устройства и алгоритма работы фотоэмиссионного пирометра на основе фотоэлектронного умножителя, изложен порядок его калибровки. Показана возможность применения фотоэмиссионного метода в условиях быстрого изменения температуры. Установлено, что в процессе электроимпульсного спекания максимальные значения температур достигают 5500–7500 °С, при этом скорость подъема температуры до максимальных значений составляет порядка  $10^8$ – $10^9$  °С/с, а скорость снижения до значений 2000–4000 °С может составлять  $10^6$ – $10^7$  °С/с. Рекомендовано использовать фотоэмиссионный метод при отработке технологических режимов, наладке и контроле технологических процессов, использующих современное высокоэнергетическое оборудование (плазменное, лазерное, электронно-лучевое) для получения новых материалов, покрытий и изделий для машиностроения, радиоэлектронной промышленности и медицины. (E-mail: dminko@tut.by)*

**Ключевые слова:** фотоэмиссионный пирометр, электроимпульсное спекание, градуировка.

### **Введение**

Электроимпульсное спекание (ЭИС) используется в порошковой металлургии для получения материалов и покрытий с проницаемой поровой структурой из порошков тугоплавких металлов для нужд машиностроения, радиоэлектронной промышленности и медицины [1]. Процесс ЭИС характеризуется мощным кратковременным выделением тепловой энергии, сопровождающимся яркой световой вспышкой, обусловленной пропусканием через упруго подпрессованные в диэлектрической матрице частицы порошка мощного ( $10^5$ – $10^6$  кА/м<sup>2</sup>) кратковременного (порядка 100 мкс) импульса тока [2]. Малая длительность процесса ЭИС не позволяет применять для регистрации температуры существующие методы пирометрии, быстрдействие которых на два порядка ниже [3]. Поэтому температура при ЭИС, как правило, определяется расчетными методами [2, 4], точность которых ограничивается принимаемыми модельными допущениями. Определяемая таким образом температура и динамика ее изменения носят вероятностно-предположи-

тельный характер. Поэтому экспериментальное измерение температуры, а также последующий анализ физических явлений, происходящих в процессе ЭИС, является актуальной задачей для порошковой металлургии. Как показал анализ работ [5, 6], именно фотоэмиссионный метод, основанный на зависимости распределения фотоэлектронов внешнего фотоэффекта по энергиям от распределения фотонов в спектре теплового излучения объекта, является наиболее подходящим для определения области температур, присущих ЭИС порошков тугоплавких металлов. Однако предложенный в работах [5, 6] фотоэмиссионный пирометр вследствие низкого быстрдействия позволяет производить только однократные измерения величины температуры в процессе пропускания через порошок импульса тока. Целью данной работы являлась разработка фотоэмиссионного метода и методики измерения температуры, обеспечивающих получение временного распределения температуры излучения, необходимого для исследования динамики протекания процесса ЭИС порошков тугоплавких металлов.

### Методика измерения температуры

Для практического использования фотоэмиссионного метода при измерении температуры быстротекущих высокоэнергетических процессов, к числу которых относится и ЭИС, необходимо увеличить временное разрешение с порядка одной миллисекунды до одной микросекунды. На аппаратном уровне это было достигнуто за счет введения в конструкцию фотоэмиссионного пирометра, в котором в качестве первичного преобразователя физических величин используются фотоэлектронный умножитель (ФЭУ) и усилитель анодного тока (УАТ), генератора тактовых импульсов (ГТИ), аналого-цифрового преобразователя (АЦП), устройства внешней синхронизации (УВС) и микропроцессорной системы, выполняющей функции персонального компьютера (ПК). Для передачи светового потока от источника излучения к фоточувствительному катоду ФЭУ используется световод (СВ). При этом к самой конструкции ФЭУ предъявляются дополнительные требования: кроме фоточувствительного катода (К), динодов и анода (А), такое электронное устройство должно содержать дополнительные электроды, выполняющие роль энергетического (Э) анализатора в зависимости от величины и знака амплитуды напряжения импульсного тока, подаваемого с выхода ГТИ (рисунок 1).

Использование ГТИ позволяет за один рабочий цикл измерения организовать в течение первого полупериода тактовой частоты подачу импульсного тока на вход «Э» с амплитудой напряжения, вызывающей появление на выходе ФЭУ модулированного до состояния насыще-

ния анодного тока. При этом вторая половина периода тактовой частоты позволяет на выходе ФЭУ регистрировать немодулированный анодный ток, который соответствует анодному току ФЭУ в режиме счета фотонов. Благодаря УАТ, АЦП, УВС и ПК создается возможность не только фиксировать значения модулированного и немодулированного анодного тока ФЭУ, но и получать его соотношение. Как показано в работах [5, 6], такой алгоритм определения температуры при калибровке по эталонному источнику непрерывного свечения [7], позволяет определять температуру источника излучения с методической погрешностью не более 0,3 %. При этом рекомендуется использовать нейтральный светофильтр при калибровке до температур 2 583 °С для ослабления светового потока от источника излучения, а свыше указанной температуры – соответствующие светофильтры, преобразующие источник излучения типа А в источник излучения типа В или С (ГОСТ 7721–89). Длина СВ подбирается таким образом, чтобы снизить до минимума влияние случайных факторов, например таких, как электромагнитное излучение и вибрация, влияющих как на точность калибровки, так и на точность измерения температуры. При калибровке фотоэмиссионного пирометра тактовая частота импульсного тока подбирается таким образом, чтобы в течение ее одного периода АЦП с минимально-присущей погрешностью измерения производил до десяти выборок значений модулированного и немодулированного анодного тока ФЭУ, а ПК получал их соотношение, соответствующее значению установленной на эталонном источнике температуры.

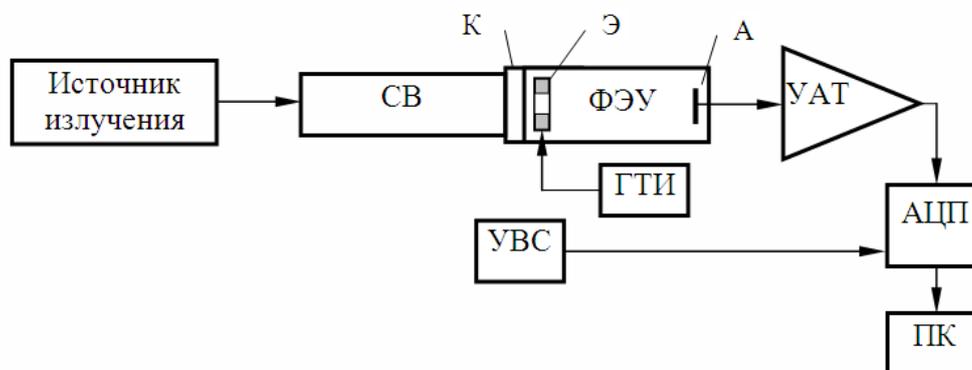


Рисунок 1 – Блок-схема фотоэмиссионного пирометра: СВ – световод; ФЭУ – фотоэлектронный умножитель; УАТ – усилитель анодного тока; ГТИ – генератор тактовых импульсов; АЦП – аналого-цифровой преобразователь; УВС – устройство внешней синхронизации; ПК – персональный компьютер; К – катод; А – анод; Э – энергетический анализатор

При таком алгоритме работы фотоэмиссионного пирометра измерения можно считать прямыми и с учетом закона нормального распределения возможная статистическая погрешность в этом случае определяется следующим образом:

$$\Delta T = \sqrt{\left[ k_s \sqrt{\sum_{i=1}^n \frac{(T_i - T_0)^2}{n(n-1)}} \right]^2 + \left[ \frac{T_{max}}{2^N} \right]^2}, \quad (1)$$

где  $k_s$  – коэффициент Стьюдента;  $T_i$ ,  $T_0$ ,  $T_{max}$  – температуры: текущая, эталонная, максимальная;  $N$  – разрядность АЦП;  $n$  – количество измерений.

Учитывая то, что ЭИС является быстропротекающим высокоэнергетическим процессом, кроме статистической погрешности измерения температуры, возникнет необходимость в оценке динамической погрешности ( $\epsilon$ ):

$$\frac{\Delta T}{T} = \frac{\tau_{изм}}{\tau_{имп}}, \quad (2)$$

где  $\Delta T$  – абсолютная погрешность измерения температуры;  $T$  – ожидаемое значение температуры;  $\tau_{изм}$  – длительность измерения температуры;  $\tau_{имп}$  – длительность импульса тока высоковольтного разряда.

Ожидаемое временное разрешение для фотоэмиссионного пирометра можно оценить следующим образом:

$$\tau_{изм} = k \sqrt{\sum_{i=1}^{N=6} (\Delta t_i)^2}, \quad (3)$$

где  $k = 1,1$  при доверительной вероятности  $P = 0,95$  или  $k = 1,4$  при  $P = 0,99$ ;  $\Delta t_1$  – временное разрешение ФЭУ;  $t_2$  – время срабатывания УВС;  $\Delta t_3$  – период генерируемой частоты ГТИ;  $\Delta t_4$  – период предельной частоты верхней полосы пропускания УАТ;  $\Delta t_5$  – время преобразования аналогового сигнала в цифровой код АЦП;  $\Delta t_6$  – время занесения цифрового кода аналогового сигнала в запоминающее устройство ПК.

Необходимо отметить, что если быстродействие таких функциональных элементов, как ФЭУ, УВС, УАТ, АЦП и ПК, превышает на 1–2 порядка период тактовых импульсов,

задаваемых ГТИ, то можно считать, что временное разрешение фотоэмиссионного пирометра определяется частотой тактовых импульсов. Исходя из этого, дальнейшая калибровка с учетом значений погрешности, определяемых зависимостями (1) и (3), осуществляется следующим образом.

В разрешенном для эталонного источника диапазоне температур в запоминающем устройстве ПК фотоэмиссионного пирометра формируются промежуточные массивы данных модулированного  $U_m[i]$  и немодулированного  $U_n[i]$  анодного тока с последующим их делением и сопоставлением массива относительных величин  $m_i$  определенным эталонным значениям температуры  $T_i$ . Затем с помощью ПК фотоэмиссионного пирометра получают матричное соответствие  $T_j = T(m_j)$  с шагом менее  $1/4$  от  $\Delta T$ , определяемого с помощью зависимости (1). Устанавливается это соответствие следующим образом [8, 9].

Пусть температура объекта определяется на основании градуировки фотоэмиссионного пирометра по эталонному температурному излучателю, в результате которой получается определенный набор линейных зависимостей, одним из параметров которых является значение анодного сигнала  $U_n$  при нулевом напряжении на входе «Э» ФЭУ, а другим – значение анодного сигнала  $U_m$  при напряжении, вызывающем насыщение анодного тока ФЭУ. На основании этого можно получить семейство градуировочных прямых, устанавливающих связь между температурой и анодным напряжением ФЭУ с помощью выражений:

$$T = -AU_m + BU_n = \text{const}, \quad (4)$$

где:

$$A = \frac{T_{max} - T_{min}}{U_m(T_{max}) - U_0(T_{min})} = -\frac{\Delta T}{\Delta U}, \quad (5)$$

$$B = \frac{T_{min} \Delta U + U_0(T_{max}) \Delta T + \Delta U \Delta T}{\Delta U}, \quad (6)$$

$U_0$  – амплитуда напряжения импульсного тока ГТИ.

Если, например, при проведении измерений полученное значение анодного напряжения лежит в интервале градуировочных значений

$U_{M1}$  и  $U_{M2}$ , то установить связь с измеренной температурой, можно с помощью линейной интерполяции:

$$T_i = -A_x U_M(x) + B_x \quad U_n(x) = \text{const}, \quad (7)$$

где:

$$A_x = - \left[ A_2 + \frac{U_n(x) - U_{n2}}{U_{n1} - U_{n2}} (A_1 - A_2) \right] = -[A_2 + M(A_1 - A_2)], \quad (8)$$

$$B_x = B_2 + M(B_1 - B_2). \quad (9)$$

Правомерность использования в рассматриваемом случае линейного интерполирования основана на линейности световой характеристики ФЭУ и линейной зависимости  $U_M = U(U_n)$ . Таким образом, с помощью вычислений, производимых ПК фотоэмиссионного пирометра, с использованием выражений (4)–(9) определяется конечное множество значений  $m_i$  и  $T_i$  и устанавливается между ними зависимость  $T = T(m)$ , позволяющая по сигналам с УВС определять временное распределение температуры. Возможная инструментальная погрешность измерения температуры в этом случае определяется используемой разрядностью АЦП и программными возможностями ПК фотоэмиссионного пирометра. Если вносимая погрешность от программных вычислений на порядок меньше величины младшего разряда АЦП, то погрешность измерений в этом случае с учетом ранее установленного шага матричного соответствия температур не превысит погрешность измерения температуры, определяемой с помощью зависимости (1), более чем на 3 %.

Предложенные аппаратные и алгоритмические требования направлены на реализацию возможности получения в течение одного периода тактовой частоты соотношения модулированного к немодулированному значению анодного тока ФЭУ и установлению связи этого соотношения с одним из множества возможных значений температуры, полученных на основе калибровки от источников излучения типа А (2583 °С), В (4601 °С) и С (6501 °С) с использованием предложенных зависимостей, относящихся к разновидности линейной интерполяции. При этом с учетом закона нормального распределения предложено в течение одного периода тактовой частоты определять возможную статистическую погрешность, ко-

торую при измерении быстропротекающих высокоэнергетических процессов, сопровождающихся световым излучением, длительностью превосходящую более чем на два порядка период тактовой частоты, следует считать инструментальной погрешностью. В других случаях, наряду с этой погрешностью, рекомендовано учитывать также и динамическую погрешность измерения по предложенной формуле.

Из вышеизложенного следует, что разработанный фотоэмиссионный метод измерения температуры быстропротекающих высокоэнергетических процессов, сопровождающихся характерным световым излучением, включает в себя аппаратные и алгоритмические требования, позволяющие по распределению фотоэлектронов внешнего фотоэффекта по энергиям в зависимости от распределения фотонов в спектре излучения, получать значения температуры с погрешностью не более 3 %.

### Методика проведения исследований

При проведении исследований температуру определяли согласно приведенной методике. При этом в качестве функциональных элементов в конструкции фотоэмиссионного пирометра использовали ФЭУ-175М, электронный двухканальный блок аналого-цифровой обработки сигналов типа *ADC 100M/12-2*, содержащий широкополосный (до 300 МГц) УАТ и УВС, а также ПК типа *IBM P-166* с встроенным ГТИ. Используемая элементная база фотоэмиссионного пирометра позволила получить следующие показатели:

- временное разрешение УВС и ФЭУ-175М составило менее  $10^{-8}$  с;
- апертурное время входящего в *ADC 100M/12-2* 12-ти разрядного АЦП составило  $10^{-7}$  с;
- при проведении калибровки и исследований тактовая частота ГТИ составила 500 кГц, что обеспечило получение десяти значений температуры за один период измерений для статистической обработки.

Передачу светового потока излучения из зоны ЭИС порошков тугоплавких металлов на фоточувствительный катод ФЭУ осуществляли по световоду марки ГВОЖ диаметром 5 мм на расстоянии 2 м.

При проведении калибровки в качестве эталонных источников использовали лампы с

ленточным телом накала ТРШ-2850-3000 с максимальной температурой теплового излучения 2640 °С. Для определения более высоких температур использовалась экстраполяционная часть градуировочной кривой, построенная по дополнительным точкам. Температура 3140 °С (температура плавления вольфрама) определялась по пережиганию вольфрамовой нити вакуумной лампы накаливания. Температуры 4601 °С и 6501 °С определялись как коррелированные светофильтром типа В и С температуры источника типа А (ГОСТ 7721–89). Результатом проведенной калибровки явился занесенный в виде матрицы массив данных, позволяющих выбрать значение температуры, соответствующее полученному в ходе измерения соотношению анодного модулированного и немодулированного тока ФЭУ. Анализ полученных результатов калибровки показал, что при измерении температуры от источников излучения длительностью более 500 мкс погрешность получаемых значений должна быть не более 1,5 %, если эти значения не превышают 2640 °С. В диапазоне измерений от 2640 °С до 6501 °С данная погрешность не должна превысить 2,5 %.

Для осуществления ЭИС порошков тугоплавких металлов использовалась установка «Импульс-БМ» с конденсаторным накопителем энергии, позволяющая формировать высоковольтные разряды с регулируемой начальной амплитудой напряжения от 1 до 6 кВ [2].

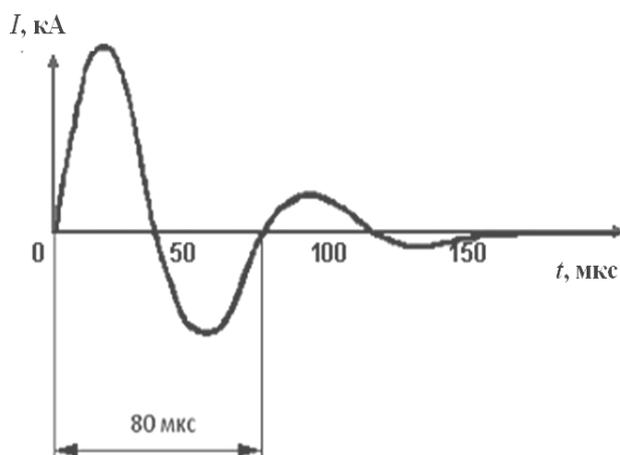


Рисунок 2 – Осциллограмма тока при электроимпульсном спекании

В качестве объектов исследований были выбраны порошки ниобия, тантала и титана. Спекаемые порошки насыпали в цилиндриче-

скую пресс-форму из оптически прозрачного кварцевого стекла с внутренним диаметром 6 мм высотой 12 мм и упруго подпрессовывали электродами-пуансонами. Начальное напряжение разряда  $U_0$  устанавливали в зависимости от материала, размера и формы частиц порошка. Значения тока и длительности электрического разряда определяли с помощью пояса Роговского и запоминающего осциллографа С8-14 (рисунок 2). Для регистрации процесса ЭИС и фиксации вспышки, возникающей в спекаемом порошке при высоковольтном разряде, использовали цифровую камеру «Nikon-Coolpix SQ» (выдержка 1/1, диафрагма 4,8).

### Анализ результатов измерений

При высоковольтном разряде в спекаемых тугоплавких порошках ниобия, тантала и титана зафиксированы вспышки с разной интенсивностью и длительностью свечения. Полученные с помощью фотоэмиссионного пирометра кривые временного распределения температуры (рисунок 3) показывают, что максимальные значения температур исследуемых порошков при ЭИС лежат в пределах 5500–7500 °С.

Максимальные значения температуры достигаются в течение первых 5 мкс импульсного тока, т.е. раньше, чем заканчивался первый полупериод высоковольтного разряда. В конце второго полупериода разряда зарегистрировано уменьшение температуры до значений 2000–3500 °С.

Анализ полученных результатов показал, что при ЭИС порошков тугоплавких металлов скорость подъема температуры до своего максимального значения составляет порядка  $10^8$ – $10^9$  °С/с, а скорость снижения до значений 2000–4000 °С достигает  $10^6$ – $10^7$  °С/с.

Поскольку период импульсного тока высоковольтного разряда в экспериментах составлял 80 мкс (рисунок 2), наряду с имеющейся инструментальной погрешностью, возникла дополнительная динамическая погрешность вычислений температуры, которая может быть оценена в 2,5 %. При этом статистический разброс максимальных значений температуры спекаемых порошков достигал 6–8 % вследствие влияния точности воспроизводимости технологических параметров ЭИС.

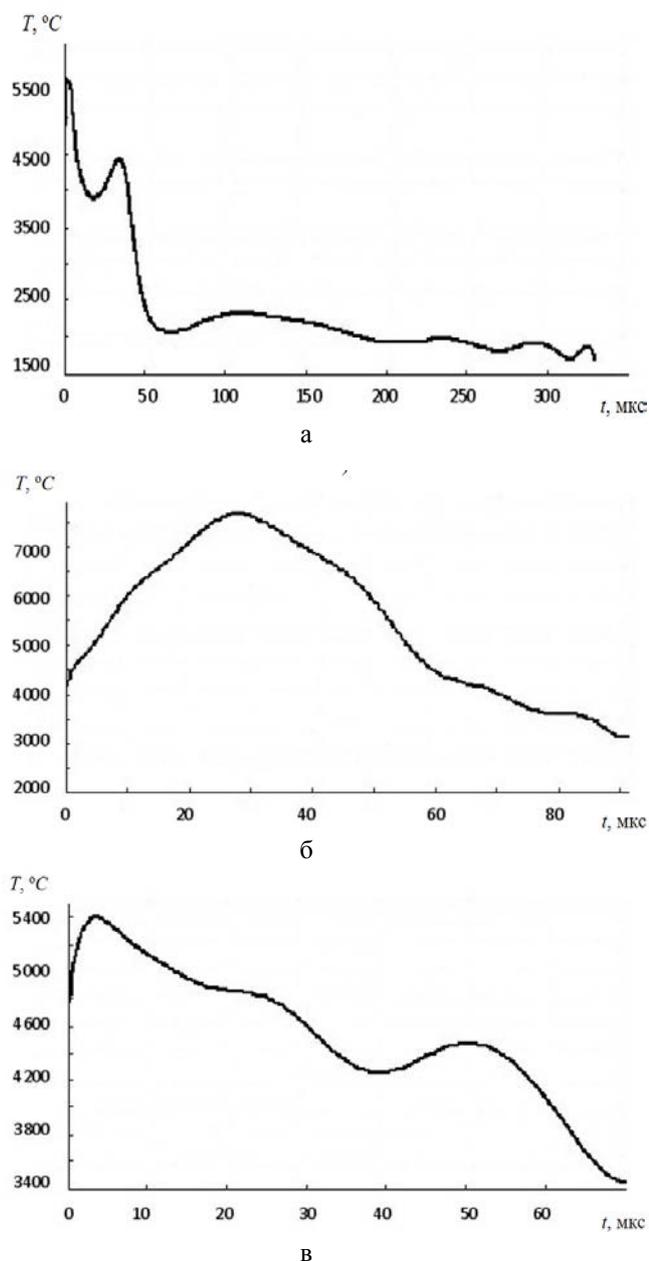


Рисунок 3 – Временное распределение температуры при электроимпульсном спекании порошков тугоплавких металлов: а – порошок ниобия ( $U_0 = 1,5 \text{ кВ}$ ,  $F = 500 \text{ Н}$ ); б – порошок тантала ( $U_0 = 2 \text{ кВ}$ ,  $F = 500 \text{ Н}$ ); в – порошок титана ( $U_0 = 1,8 \text{ кВ}$ ,  $F = 300 \text{ Н}$ )

Необходимо также отметить, что температуры, превышающие  $6501 \text{ }^\circ\text{C}$ , требуют уточнения, т.к. были получены методом экстраполяции.

Тем не менее полученные результаты измерений позволяют предположить, что температура ЭИС порошков тугоплавких металлов является результатом взаимодействия двух физических объектов, находящихся в разных фа-

зовых состояниях – поверхности частиц порошка (конденсированная фаза) и высоковольтного электрического разряда, который можно отнести к газовой фазе [10]. Это предположение не противоречит работам [11, 12], в которых исследована температура ионизированного газа в электрической дуге при атмосферном давлении, и отмечается, что в дуге между электродами ионизированный газ при температурах порядка  $6500 \text{ }^\circ\text{C}$  может иметь состояние изотермической равновесной плазмы. Таким образом, регистрируемая фотоэмиссионным методом температура порошковой насыпки в процессе ЭИС несет информацию о равновесной температуре микродуговой плазмы, которая, как показали проведенные исследования, составляет  $5500\text{--}7500 \text{ }^\circ\text{C}$ . Особенностью зарегистрированного временного распределения температуры является то, что оно отражает сложения световых потоков различного происхождения, зарождающихся при ЭИС в разных областях между частицами порошка.

### Заключение

Разработан фотоэмиссионный метод, содержащий функциональную схему фотоэмиссионного пирометра и оригинальную методику измерения температуры объектов в ходе быстропотекающих высокоэнергетических процессов, позволяющий регистрировать динамику изменения температуры с временным разрешением  $1 \text{ мкс}$  и методической погрешностью  $0,5 \%$ . На примере процесса ЭИС порошков тугоплавких металлов показана возможность измерения температуры, значения которой достигали  $5500\text{--}7500 \text{ }^\circ\text{C}$ , и зарегистрирована скорость ее изменения – порядка  $10^8\text{--}10^9 \text{ }^\circ\text{C}/\text{с}$ .

Применение фотоэмиссионного метода перспективно как при проведении научных исследований, так и в условиях производства при отработке технологических режимов, наладке и контроле технологических процессов, использующих современное высокоэнергетическое оборудование (плазменное, лазерное, электронно-лучевое) для получения новых материалов, покрытий и изделий для машиностроения, радиоэлектронной промышленности и медицины.

Учитывая технические возможности используемых функциональных элементов фотоэмиссионного пирометра, а также используе-

мую при измерении температуры частоту тактовых импульсов 500 кГц, следует считать, что погрешность измерения температуры ЭИС исследуемых порошков составила не более 5,5 %. При этом следует отметить, что абсолютные значения температур ЭИС порошков тугоплавких металлов, превышающие значение 6501 °С, требуют уточнения, так как они определялись с использованием экстраполяционного метода.

### Список использованных источников

1. *Белявин, К.Е.* Получение пористых материалов из тугоплавких металлов методом электроимпульсного спекания / К.Е. Белявин, В.К. Шелег // Теория и практика машиностроения. – Минск : Технопринт, 2004. – № 2. – С. 68–77.
2. *Белявин, К.Е.* Теория и практика электроимпульсного спекания пористых порошковых материалов / К.Е. Белявин [и др.]. – Минск : Ремико, 1997. – 180 с.
3. *Белявин, К.Е.* Распределение температуры в порошковом материале при электроимпульсном спекании / К.Е. Белявин, Д.В. Минько, О.О. Кузнецик // Порошковая металлургия. – Минск, 2002. – Вып. 25. – С. 95–99.
4. *Белявин, К.Е.* Моделирование процесса электроимпульсного спекания металлических порошков / К.Е. Белявин, Д.В. Минько, О.О. Кузнецик // ИФЖ. – Том 77. – 2004. – № 3. – С. 136–143.
5. *Каспаров, К.Н.* Фотометрический метод измерения температуры / К.Н. Каспаров // ИФЖ. – Том 35. – 1978. – № 2. – С. 257–265.
6. *Kasparov, K.N.* Heated body temperature measurement by spectrometry of photoelectrons / K.N. Kasparov // Measurement Science and Technology. – 1998. – Vol. 9. – P. 1388–1399.
7. *Kasparov, K.N.* Measurement of the Temperature of High-Speed Processes / K.N. Kasparov, A.V. Belozeroz // Measurement Technique. – 2002. – V.45. – № 12. – P.1256–1263.
8. *Kasparov, K.N.* Photoelectric Emission Measurements of the Temperature. Effective Wavelength. / K.N. Kasparov // Measurement Technique. – 2004. – V.47. – № 6. – P. 578–584.
9. *Kasparov, K.N.* Photoemission Temperature Measurement. Two Approaches to the Determination of the Procedural Error. / K.N. Kasparov // Measurement Technique. – 2004. – V.47. – № 8. – P. 835–841.
10. *Кубо, Р.* Термодинамика / Р. Кубо. – М. : Мир, 1970. – С. 199–205.
11. *Эдельс, Х.* Определение температуры электрического разряда в газе / Х. Эдельс // Оптическая пирометрия плазмы : сб. / под ред. Н.Н. Соболева – М. : ИЛ, 1960. – С. 51–81.
12. *Бурхорн, Ф.* Температура и термическое равновесие в дуге между железными электродами / Ф. Бурхорн // Оптическая пирометрия плазмы : сб. / под ред. Н.Н. Соболева. – М. : ИЛ, 1960. – С. 212–223.

---

Minko D.V., Kuznechik O.O.

### Photoemission method of temperature measuring in the process of spark plasma sintering powders of refractory metals

Construction and algorithm of the photoemission pyrometer based on a photomultiplier are outlined; the calibration procedure is set out. The application of the photoemission method in a rapidly changing temperature is showed. It is proved that during spark plasma sintering the maximal temperature is 5500–7500 °С, while the speed of temperature increase to its maximum ~108–109 °С/s, and the rate of decrease to 2000–4000 °С may be 106–107 °С/sec. It is recommended to use photoemission method when developing technological conditions, adjustment and control of technological processes using modern high-energy equipment (plasma, laser, cathode-ray tube) to produce new materials, coatings and products for mechanical engineering, electronic industry and medicine. (E-mail: dminko@tut.by)

**Key words:** photoemission pyrometer, spark plasma sintering, calibration.

*Поступила в редакцию 31.01.2012.*