13

Электроды вакуумной камеры под действием дуги в зоне взрывного плавления

© А.И. Кудюкин, М.Н. Махмудов, Е.Н. Моос, В.А. Степанов

Рязанский государственный университет им. С.А. Есенина, 390000 Рязань, Россия e-mail: a.kudykin@365.rsu.edu.ru

Поступило в Редакцию 11 декабря 2019 г. В окончательной редакции 11 декабря 2019 г. Принято к публикации 27 января 2020 г.

Сплавные системы Cu(60%) - Cr(40%) после многократного воздействия дугового вакуумного разряда обнаруживают изменение атомной концентрации меди (с 53.7 до 71.8 at.%) и соответственно хрома. Масс-спектрометрия показала наличие в остаточной атмосфере диффузионных приборов фрагментов молекул типа $C_x H_y^+$ и молекул, десорбируемых со всех деталей камеры, ионы остаточного газа (CO_2^+ , H_2O^+ , N_2^+ , N^+ и их полиатомные композиции). Обнаружено наследование технологических примесей от предшествующих операций в масс-спектре.

Ключевые слова: вакуум, технологии, дугогасительная камера, масс-спектр, дуга, электроды, эрозия.

DOI: 10.21883/JTF.2020.07.49458.396-19

Введение

Известны работы как по исследованиям вакуумной дуги, ее свойств в зависимости от токов и материала электродов, так и по эрозии поверхности различных сплавов под действием этой дуги [1-13]. При возникновении дуги в вакуумной дуговой камере (ВДК) контакты подвергаются сильному перегреву (до 3000°C) [4], в особенности поверхностные слои, что провоцирует мгновенное (взрывное) расплавление и испарение металлов с поверхности контактов. Очевидно, что при температурах, в несколько раз превышающих температуры плавления материалов (Си — 1083°С, Сг — 1615°С), на электродах следует ожидать необратимых изменений элементного состава, что, в свою очередь, должно сказаться на работоспособности самой дугогасительной камеры. В настоящей работе рассмотрены особенности перераспределения материалов электродных компонент и примесей в остаточной атмосфере ВДК, чтобы определить, что происходит со структурой электродов и составом окружающей газовой среды в условиях дугового вакуумного разряда.

1. Методы исследования и образцы

Для сплавных композиций вакуумных прерывателей неизвестно, в частности, как изменяется морфология поверхности контактов и состав в условиях интенсивных энергетических потоков. Последнее определило направленность настоящей работы, в которой указанная сплавная композиция изучалась методом атомносиловой микроскопии (ACM) и электронного микрозондового анализа (PCMA) совместно с растровым исследованием морфологии поверхности образцов с помощью электронного микроскопа JEOL JSM-6610LV.

В литературе отсутствуют сведения по встраиванию квадрупольных систем масс-анализа в технологию производства вакуумных высоковольтных дугогасительных камер, что составило особенность исследований настоящей работы. Нами применялась квадрупольная система КМС-250 (разработка Рязанского предприятия "Шибболет"), которая зарегистрировала состав остаточных и рабочих газов на различных технологических этапах и после их завершения. В данной системе регистрации применен метод ионизации электронным ударом (при различных ускоряющих электроны напряжениях ионизатора).

При анализе ВДК, имеющей дефекты (некачественная пайка, поры или трещины в оболочке и т.п.), масс-спектрометрометр фиксировал изменение интенсивности гелия (при проверке герметичности оболочки) за счет его проникновения внутрь камеры (рис. 1).



Рис. 1. График формирования пиков масс-спектрометра при дефекте ВДК.

В процессе пайки и отжига в технологической среде водорода происходит обезгаживание металлов и очистка от поверхностных окислов. Режиму непосредственно самой пайки оболочки предшествовали два режима выдержки приборов в атмосфере водорода (при температуре 700°C в течение 10 min и при температуре 750°C в течение 15 min).

После выдержки приборов в водородной печи при температуре 810°С продолжительностью 5 min изделие нагревалось до температуры порядка 815°С (температуры плавления припоя). После того как металлокерамические узлы оболочки дугогасительной камеры соединялись, устанавливался режим, направленный на постепенное охлаждение изделия.

Из-за различия теплофизических свойств фаз в системе сплава Cu-Cr и их температурных изменений при фазовых трансформациях, сопровождающих плавление и испарение, нагрев зоны катодного пятна дугового разряда рассчитать затруднительно. Поэтому экспериментально исследовались изменения морфологии (методом АСМ) и состава поверхности электродов (метод РСМА) после воздействия на них вакуумного дугового разряда. Изменением величины ускоряющего напряжения электронов зонда, изменяющего глубину его проникновения (при анализе методом РСМА глубина сбора информации о составе составляла $2\mu m$ при напряжении 1.30 kV), скрайбированием участков поверхности выявлялись изменения в атомных концентрациях основных и примесных составляющих контактов как по глубине, так и по поверхности. В частности, методом РСМА изучалось перераспределение атомных компонент в зоне взрывного расплавления электродов. Полученные результаты атомного состава электродов усреднялись программно для каждого спектра сканирования, и представлены в работе в виде усредненных значений.

2. Результаты и их обсуждение

Развитие дуговой стадии разряда обусловлено полевой эмиссией в зоне и в окрестности поверхности эмиттера с большими факторами усиления поля в области прикатодного падения потенциала (электрическое поле в этой зоне концентрируется на малом межэлектродном пространстве дугового разряда, примыкающего к катоду). Поэтому даже при падении напряжения в дуге величиной порядка 10-20 V, напряженность электрического поля у катодов достигает порядка $10^5 \,\mathrm{V} \cdot \mathrm{cm}^{-1}$ и более. Формирование дуги обеспечивается превышением пороговых значений токов и напряжений для данных условий вследствие ионизации и зависит от параметров цепи и условий, а гашение дуги переменного тока достигается деионизацией плазмы между электродами и нулевыми мгновенными значениями тока в цепи дугового разряда. Высокая плотность тока приводит к разогреву центров эмиссии электронов вплоть до их расплавления, что сопровождается ростом десорбции и ионизации атомов —

сначала атомов и молекул поверхностных адсорбированных слоев, а затем материалов контактов с выходом атомов в межэлектродное пространство и значительным нарастанием термоэлектронной составляющей тока.

2.1. Результаты РСМА-исследования

Из полученных методом РСМА результатов следует, что в момент плавления происходит перераспределение атомов меди от центра (точки воздействия плазменной дуги) к периферийным зонам с более низкой температурой. Наиболее существенные изменения поверхности электрода наблюдаются в зонах взрывного оплавления. Эта область принимает на себя энергетические потоки за счет воздействия ионов, ускоренных в прикатодном пространстве, и инициирования дугового разряда автоэлектронами. В центрах термоэмиссии (выступах поверхности) формируются высокие плотности тока,



Рис. 2. Морфология оплавленной зоны (*a*) и распределение ее атомного состава (*b*).

стимулирующие нагрев этой зоны. Энергия этих двух потоков, вызванных авто- и термоэлектронной эмиссиями, приводит к резистивному нагреву в зоне плавления. Этот процесс сопровождается резким увеличением объема, что приводит к разбрызгиванию поверхностной зоны. Отметим, что в области плавления (рис. 2) концентрация кислорода уменьшается более, чем в 2 раза (от 4.9 до 2.2 at.%).

Этот результат, очевидно, связан с плавлением вещества в условиях вакуума, что приводит к сублимации окисных поверхностных соединений. Их распад происходит, когда скорость поступления тепловой энергии превышает скорость теплоотведения в поверхностном слое композиционного сплава. Медь обладает меньшим поверхностным натяжением и температурой плавления по сравнению с компонентой хрома в жидком состоянии, что позволяет атомам хрома, концентрируясь преимущественно в центре зоны плавления, выталкивать атомы меди на края этой зоны.

2.2. Результаты исследования электронным зондированием

Электронное зондирование образцов выявило зоны, содержание меди в которых снижается с 92.4 до 78.2 at.% с увеличением глубины, что указывает на резко выраженный процесс ее сегрегации на поверхность. Это можно объяснить меньшей величиной поверхностного натяжения атомной компонентой меди по сравнению с хромом, что обеспечивает понижение энергии сплавной композиции в целом. Переход же в жидкое состояние приводит к процессу расслаивания сплава. Очевидно, что кинетически значительное увеличение коэффициента диффузии атомов меди в жидком виде (составляющего $10^{-5}-10^{-4}$ cm² · s⁻¹) способствует данному перераспределению основных составляющих сплава.

Рельеф, полученный при сканировании поверхности электродов вакуумной дуговой камеры в местах локального взрывного плавления, дополнялся растровым исследованием морфологии (в разных режимах ускоряющих напряжений) для анализа состава поверхности и объема образцов. Благодаря этому, можно было наблюдать результаты перераспределения атомов в зоне катодных пятен в электродах на основе системы Cu–Cr с превышением атомной концентрации меди (71.8 вместо 53.7 at.%) против начального ее значения. Очевиден факт сегрегации атомов материала электродов не только в системе объем-поверхность, но и в пятне взрывного расплавления электродов.

Кроме того, изучение морфологии поверхности и ее состава показывает на крайне неоднородный характер атомного состава верхнего слоя, особенно в местах расплавления электродов, что подтверждают также данные по составу основных и сопутствующих примесей. Установлено двукратное снижение концентрации кислорода в процессе деградации электрода (с 5.0 до 2.2 at.%) и

его уход из объема электродов. Кислород предпочтительно сконцентрирован в зонах с преобладанием легко окисляемых компонентов (в анализируемой системе это медь). Медь при протекании физико-химических реакций раньше и в большей степени стремится к окислению, что объясняет, в том числе, одну из причин выхода (сегрегацию) атомов Си из объема электрода на поверхность.

2.3. Результаты масс-спектрометрических исследований

В настоящей работе авторы предлагают уточненную картину развития дуги с определением значимости роли поверхностных адсорбированных атомных слоев в процессе развития дугового вакуумного разряда. В частности, в работах Е.М. Окса с сотрудниками [14-17] регистрировались молекулы водорода в модификации H₂⁺ (в ходе развития разряда). Они наблюдались для особого состояния вакуумной дуги при увеличенных значениях тока и давления в разрядном промежутке. Нами же в ходе тестирования герметичности устройств в поверхностных слоях были обнаружены в рабочей среде молекулы остаточного гелия Не⁺ и молекул Н₃⁺ уже после проведения операций по проверке качества герметичности оболочки и водородного отжига деталей ВДК, а также после коммутационных испытаний. Хотя молекулы H₂⁺, вероятно, формируются предположительно на стадии водородного отжига деталей ВДК и регистрируются в дальнейших процедурах анализа остаточной атмосферы квадруполем, следует предположить, что они входят в состав поверхностных атомных слоев всех деталей вакуумного прерывателя. Поэтому из факта наблюдения в спектре квадрупольного масс-спектрометра линий Не⁺ и Н₃⁺ следует, во-первых, вывод об эффекте наследования технологических примесей от предшествующих операций; во-вторых, можно высказать предположение,



Рис. 3. Масс-спектр камеры до (a) и после (b) прогрева.

что инициатором дугового разряда в вакуумном промежутке на начальной стадии, скорее всего, служат не только атомные составляющие материала электродов, но и компоненты поверхностных адсорбированных слоев, накопленные в ходе предшествующих технологических воздействий.

Помимо этого, в спектрах (рис. 3) найдены как ионные линии технологических газов, так и линии, соответствующие диффузионным маслам типа $C_x H_y^+$, молекулам, десорбируемым со всех деталей ВДК, и ионам остаточного газа (CO_2^+ , H_2O^+ , N_2^+ , N^+ и их полиатомных композиций). Большая массовая доля водорода объясняется применяемой технологией при производстве вакуумных камер, включающей, в частности, операции пайки и отжига в водородной печи.

Ожидаемым результатом явилось наблюдение изменения состава газа в процессе дегазации и пайки (разогрев до 815°С). В процессе производства камеры линии остаточной атмосферы (водорода и воды) закономерно уменьшались, а линии оксидов углерода и азота увеличивались. При этом в установившемся режиме операций пайки ВДК все линии масс-спектра продолжают обнаруживать рост, что, вероятно, связано с интенсивным выделением газа уже из жидкой фазы с разрушением связей хемосорбированных состояний.

Заключение

Методом PCMA обнаружено доминирование атомов меди в характере перераспределения атомных компонент электродного материала между объемными и поверхностными слоями, а также в зоне взрывного расплавления электродов под действием вакуумного дугового разряда. Регистрация ионных составляющих масс-спектра квадрупольной системой в остаточной атмосфере вакуумной камеры на всех технологических этапах дает возможность обнаружить воздействие предшествующей обработки и по-новому интерпретировать роль адсорбированных слоев и электродных включений в развитии начальной стадии инициирования вакуумной дуги.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] Бучин В.А., Зерцер М.П. // ЖТФ. 1990. Вып. 60. № 4. С. 92.
- [2] Воронин А.В., Александров А.Е., Бер Б.Я., Брунков П.Н., Борматов А.А., Гусев В.К., Демина Е.В., Новохацкий А.Н., Павлов С.И., Прусакова М.Д., Сотникова Г.Ю., Яговкина М.А. // ЖТФ. 2016. Вып. 86. № 3. С. 51.
- [3] *Ерошкин М.В., Киселев Г.В., Моос Е.Н.* // Изв. РАН. Сер. физ. 2014. Т. 78. № 6. С. 686.

- [4] Борисовский П.А., Киселев Г.В., Киселева Л.И., Моос Е.Н., Наумкин А.В. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2017. № 5. С. 82.
- [5] Benilov M.S., Marotta A. // J. Phys. D: Appl. Phys. 1995. Vol. 28. P. 1869.
- [6] Benilov M.S. // IEEE Trans. Plasma Sci. 1994. Vol. 22. P. 73.
- [7] Смоланов Н.А. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2018. № 6. С. 83.
- [8] Духопельников Д.В., Воробьев Е.В., Ивахненко С.Г., Ахметжанов Р.В., Обухов В.А., Попов Г.А., Хартов С.А. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2016. № 1. С. 15.
- [9] Арустамов В.Н., Ашуров Х.Б., Миркаримов А.М., Пожаров С.Л., Кадыров Х.Х., Худайкулов И.Х. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2013. № 11. С. 95.
- [10] Данилов М.Е. Влияние материала контактов на отключающую способность дугогасительной камеры // Сборник статей сотрудников ВЭИ им. В.И. Ленина "Вакуумные дугогасительные камеры". 2008. С. 68.
- [11] Репин П.Б., Егоров Н.В. // ЖТФ. 2015. Т. 85. Вып. 2. С. 48.
- [12] Селикатова С.М., Лукацкая И.А. Начальная стадия вакуумной дуги отключения // Сборник статей сотрудников ВЭИ им. В.И. Ленина "Вакуумные дугогасительные камеры". 2008. С. 18.
- [13] Kudyukin A.I., Moos E.N., Rott A.T. and others. Proceeding of 11th International Vacuum Electron Sources Conference // Arc Interaction with Electrodes. 2016. P. 41.
- [14] Николаев А.Г., Окс Е.М., Фролова В.П., Юшков Г.Ю., Шмелев Д.Л., Уйманов И.В., Баренгольц С.А. // ЖТФ. 2017. Т. 87. Вып. 5. С. 681.
- [15] Казаков А.В., Медовник А.В., Бурдовицин В.А., Окс Е.М. // ЖТФ. 2015. Т. 85. № 2. С. 55.
- [16] Николаев А.Г., Окс Е.М., Юшков Г.Я. // ЖТФ. 1998. Т. 68. № 5. С. 39.
- [17] Визир А.В., Окс Е.М., Шандриков М.В., Юшков Г.Ю. // ЖТФ. 2017. Т. 87. Вып. 3.