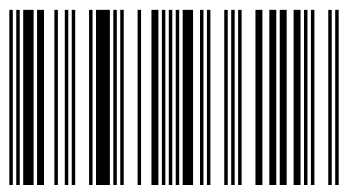


Изготовление электрических машин с широким диапазоном выходных характеристик связано с применением ферромагнитных материалов с заданным уровнем технологических характеристик (структуры, пористости, химического состава, формы и размера частиц), достижение которых возможно лишь применяя в технологическом процессе производства автоматизированную систему управления. Одним из прогрессивных методов получения ферромагнитного порошка является процесс плазменной эрозии стального анода в парогазовом разряде с жидким электродом, производительность которого в десятки раз превышает все известные способы получения ферромагнитного порошка. В работе представлены экспериментальные данные, позволяющие решить оптимизационную задачу по определению технологических параметров получения ферромагнитного порошка заданной дисперсности, разработаны структурные и блок-схемы системы автоматического управления плазменной электротермической установкой, получены результаты исследований, служащие основой для физического понимания процессов, происходящих в парогазовом разряде с жидким катодом с целью применения в плазменной технике и технологии.



Родился в 1979 году, гражданин Российской Федерации. В 2001 году получил квалификацию «инженер». В 2006 году присуждена учёная степень кандидата технических наук. В 2012 году присвоено ученое звание доцента. Стаж научно-педагогической работы составляет 12 лет. Область научных исследований – электротехнология, порошковая металлургия.



978-3-330-03611-6

Автоматизация процесса получения порошковых материалов

Рамиль Ильясович Ахметсагиров
Айрат Завдатович Гумеров
Эдуард Мухаматзакиевич Мухаметдинов

**Рамиль Ильясович Ахметсагиров
Айрат Завдатович Гумеров
Эдуард Мухаматзакиевич Мухаметдинов**

Автоматизация процесса получения порошковых материалов

**Рамиль Ильясович Ахметсагиров
Айрат Завдатович Гумеров
Эдуард Мухаматзакиевич Мухаметдинов**

**Автоматизация процесса
получения порошковых
материалов**

LAP LAMBERT Academic Publishing RU

Impressum / Выходные данные

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek: Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Alle in diesem Buch genannten Marken und Produktnamen unterliegen warenzeichen-, marken- oder patentrechtlichem Schutz bzw. sind Warenzeichen oder eingetragene Warenzeichen der jeweiligen Inhaber. Die Wiedergabe von Marken, Produktnamen, Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen u.s.w. in diesem Werk berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, dass solche Namen im Sinne der Warenzeichen- und Markenschutzgesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Библиографическая информация, изданная Немецкой Национальной Библиотекой. Немецкая Национальная Библиотека включает данную публикацию в Немецкий Книжный Каталог; с подробными библиографическими данными можно ознакомиться в Интернете по адресу <http://dnb.d-nb.de>.

Любые названия марок и брендов, упомянутые в этой книге, принадлежат торговой марке, бренду или запатентованы и являются брендами соответствующих правообладателей. Использование названий брендов, названий товаров, торговых марок, описаний товаров, общих имён, и т.д. даже без точного упоминания в этой работе не является основанием того, что данные названия можно считать незарегистрированными под каким-либо брендом и не защищены законом о брендах и их можно использовать всем без ограничений.

Coverbild / Изображение на обложке предоставлено: www.ingimage.com

Verlag / Издатель:

LAP LAMBERT Academic Publishing

ist ein Imprint der / является торговой маркой

OmniScriptum GmbH & Co. KG

Bahnhofstraße 28, 66111 Saarbrücken, Deutschland / Германия

Email / электронная почта: info@omniscryptum.com

Herstellung: siehe letzte Seite /

Напечатано: см. последнюю страницу

ISBN: 978-3-330-03611-6

Zugl. / Утверд.: Набережные Челны, Камская государственная инженерно-экономическая академия, Дисс., 2006

Copyright © Рамиль Ильясович Ахметсагиров, Айрат Завдатович Гумеров, Эдуард Мухаматзакиевич Мухаметдинов
Copyright © 2017 OmniScriptum GmbH & Co. KG

Alle Rechte vorbehalten. / Все права защищены. Saarbrücken 2017

**Автоматизация плазменной установки производства
порошковых материалов**

Содержание	
Введение	4
Глава 1. Обзор достижений в порошковой металлургии и состояние исследований парогазового разряда между металлическим и жидким электродами	9
1.1. Анализ способов получения и использования металлических порошков	9
1.2. Технологические процессы получения металлических порошков методами распыления	15
1.2.1. Метод распыления водой высокого давления или сжатым воздухом	15
1.2.2. Метод распыления вращающейся заготовки	17
1.2.3. Метод распыления падающей струи расплавленного цинка струей воздуха	18
1.3. Особенности электрического разряда между металлическими и жидкими электродами	20
1.4. Особенности и перспективы применений электрического разряда с нетрадиционными электродами в современной технике	32
1.5. Выводы по 1 главе	36
Глава 2. Экспериментальная плазменная электротермическая установка и методика измерений	38
2.1 Функциональная схема экспериментальной плазменной электротермической установки	38
2.2 Система электрического питания экспериментальной установки	40
2.3 Электролитическая ванна	41
2.4. Системы охлаждения и подачи электролита	41
2.5 Измерительная аппаратура. Методика проведения экспериментов и оценка точности измерений	42
2.6 Особенности парогазового разряда, его вольт – амперные характеристики и падение напряжения в электролите	44
2.7. Исследование распределения плотности тока на электролитическом катоде и на металлическом аноде	57
2.8. Исследование распределения напряженности электрического поля	60
2.9. Выводы по 2 главе	64
Глава 3. Построение моделей процесса получения ферромагнитного порошка для создания АСУ	65
3.1 Обобщённые характеристики парогазового разряда между	

металлическим анодом и электролитическим катодом	65
3.2 Решение оптимизационной задачи методом полного факторного эксперимента	68
3.2.1. Постановка задачи	68
3.2.2. Общий подход метода оптимизации	68
3.2.3. Построение плана эксперимента	69
3.2.4. Определение уравнения регрессии для дисперсности и производительности процесса получения ферромагнитного порошка	73
3.3. Обработка результатов прямых измерений	80
3.4. Выводы по 3 главе	87
Глава 4. Разработка автоматизированной системы управления для получения ферромагнитных порошков.	88
4.1.Способ получения ферромагнитного порошка с помощью плазменной электротермической установки с электролитическим катодом при атмосферном давлении	88
4.2.Сравнительный анализ характеристик полученного ферромагнитного порошка с известными ферритами	89
4.3. Разработка технологии и системы управления процессом получения ферромагнитного порошка заданного качества	92
4.4. Расчет показателей качества каналов регулирования	96
4.4.1. Контур управления общим напряжением	96
4.4.2. Контур управления по току	99
4.5. Выводы по 4 главе	101
Заключение	101
Список литературы	104

Введение

Автоматизированные системы управления, базирующиеся на современных научных достижениях в области технической кибернетики, применении экономико-математических методов, широком использовании средств вычислительной техники, являются мощным средством повышения производительности труда и качества выпускаемой продукции, значительной экономии материальных, энергетических и трудовых ресурсов.

Развитие современной техники нуждается в широком применении более дешевого и экологичного энергоносителя – электричества. Высокая надежность работы и эффективность электрических машин зависит от максимальной отдачи при минимальных энергетических потерях, что возможно обеспечить благодаря оптимизации технологических параметров и автоматизации производства комплектующих.

Изготовление электрических машин с широким диапазоном выходных характеристик связано с применением ферромагнитных материалов с заданным уровнем технологических характеристик (структуры, пористости, химического состава, формы и размера частиц), достижение которых возможно, применив в технологическом процессе производства автоматизированную систему управления.

Создание новых материалов с заданными характеристиками — важнейшая научно-техническая проблема. Прогресс в области энергетики, электроники, микропроцессорной техники, ракетостроения и других важнейших отраслей базируется сегодня на новых материалах, способных обеспечить высокие служебные характеристики и надежную работу оборудования.

Развитие технологии изготовления электромагнитных сердечников базируется на производстве высококачественных, обладающих набором заданных технологических свойств магнитных материалов. По мере того, как число новых, все более прогрессивных технологий быстро возрастает, все более актуальными становятся задачи повышения качества этих материалов, расширения их номенклатуры, снижения стоимости изготовления.

Мировое производство сердечников электрических машин характеризуется высокими темпами роста. В течение последнего десятилетия произошли серьезные качественные изменения в конструкции электрических машин. Высокая надежность работы и широких диапазон выходных характеристик обеспечивается благодаря использованию ферромагнитных сердечников и оптимизации технологических параметров ферромагнитного порошка. Этой цели служит также широкая система контрольных и контрольно-измерительных приборов, экспресс-методы оценки готовой

продукции, осуществляемые с высокой степенью надежности. Эти меры позволили получить с высоким уровнем технологических характеристик (структуры, пористости, химического состава, формы и размера частиц).

Высокие темпы развития производства металлических порошков достигнуты благодаря; разработке более дешевых и простых способов их получения, прежде всего железа, меди и сплавов на их основе — основного сырья для порошковой технологии, а также порошков, алюминия. Основными промышленными методами производства порошков на основе железа являются восстановление и распыление. В целом эти методы развиваются пропорционально, хотя соотношение их неодинаково в разных странах. До недавнего времени отечественное производство порошков железа было основано на трех технологических схемах: восстановлении оксидов железа углеродом по методу несмешивающихся слоев в тоннельных печах, комбинированном восстановлении сыпучей шихты в горизонтальных муфельных печах и восстановлении брикетированной шихты в вертикальных печах. Для производства железных порошков восстановлением используют окалину кипящих углеродистых марок стали. На отечественных металлургических предприятиях, как правило, не проводят селективного отбора окалины, поэтому она не имеет стабильного химического состава, что в значительной степени влияет на качество порошка.

В последнее время все больше внимания привлекают к себе электрические разряды в парогазовой среде с нетрадиционными электродами, в которых одним из электродов являются различные электролиты. Применение этого метода связано с простыми способами управления режимами горения парогазового разряда путем изменения входных электрических параметров, а также концентрации и состава электролита, что позволяет легко осуществить автоматизацию производства.

Существующий способ получения ферромагнитного порошка методом плазменного распыления, требует применения дорогостоящей вакуумной камеры и электролита.

Применение же более дешевого способа связано с некоторыми трудностями. Использование технической воды с ненормируемыми характеристиками в качестве жидкого катода и установки, работающей при атмосферном давлении, приводит к разбросу по дисперсности и нестабильности характеристик ферромагнитного порошка.

Характеристики ферромагнитного порошка имеют сложную зависимость от технологических параметров процесса, что усложняет настройку режимов работы, снижает стабильность показателей качества и требует более глубокого исследования физико-технологических процессов, возникающих при производстве ферромагнитного порошка в парогазовом разряде при

атмосферном давлении.

С увеличением таких факторов, как усложнение технологических процессов, повышение скорости работы оборудования растет сложность управления технологическими процессами, насыщенность их средствами автоматизации, что ведет к необходимости создания автоматизированных систем управления технологическим процессом (АСУ ТП), которые являются мощным средством повышения производительности труда и качества выпускаемой продукции, значительной экономии материальных, энергетических и трудовых ресурсов.

Таким образом, качество порошка имеет сложную зависимость от технологических параметров процесса, что вызывает необходимость управления процессом посредством поддержания этих параметров в требуемых пределах.

Поэтому исследование зависимостей технологических параметров процесса и оптимизация параметров получения ферромагнитного порошка для создания системы автоматического управления плазменной электротермической установкой с жидким катодом (техническая вода с ненормируемыми характеристиками), способной получать ферромагнитный порошок с заданными свойствами при атмосферном давлении является актуальной задачей.

В первой главе представлен обзор способов получения ферромагнитных порошков и их практического применения, а также некоторых методов спекания ферромагнитных порошков.

Рассмотрены некоторые технологические процессы производства металлических порошков.

Показана возможность разработки технологического процесса для получения ферромагнитных порошков из углеродистых и инструментальных сталей, целесообразность разработки автоматической системы управления технологическим процессом.

Проведен анализ известных экспериментальных и теоретических исследований парогазовых разрядов, горящих между электролитическим (непроточные и проточные) и металлическим электродами, а также обсуждаются области их некоторых практических применений.

Во второй главе представлено описание экспериментальной установки и аппаратуры для исследования электрофизических процессов в электрических разрядах горящих между электролитическим и металлическим электродами.

Установка, предназначенная для изучения электрического разряда при атмосферном давлении, состоит из системы электрического питания; оборудования предназначенного для хранения, очистки, подачи и регулирования параметров электролита; сменных электролитических ячеек - ванн;

аппаратуры контроля и управления работой установки и измерения параметров электрических разрядов.

Представлены результаты экспериментальных исследований пароголового разряда с жидким катодом: вольтамперные характеристики и падение напряжения в электролитах, плотности тока на электролитическом катоде и металлическом аноде, распределение потенциала и напряженности электрического поля, катодное и анодное падения потенциала для выявления технологических параметров электрофизических процессов происходящих при получении ферромагнитных порошков.

В третьей главе приведены результаты обобщения вольт – амперных характеристик пароголового разряда жидким катодом при атмосферном давлении. Приведены описания методик проведения экспериментов. Определены оптимальные режимы получения порошков и оптимизированы параметры для разработки автоматизированной системы управления плазменной электротермической установкой по получению ферромагнитных порошков для создания электромагнитных сердечников с более плавной характеристикой намагничивания.

Рассмотрена методика обработки результатов. Получены зависимости производительности ферромагнитного порошка и дисперсности частиц от плотностей тока; даны оценки погрешности измерений и вычислений параметров разряда и термических процессов.

В четвертой главе описаны разработанные способы получения ферромагнитных порошков в плазме разряда между металлическим и электролитическим катодом. Описаны автоматическая система управления, функциональные и структурные схемы установки, а также структурно – фазовые особенности образования ферромагнитного порошка под воздействием низкотемпературной плазмы высоковольтного разряда на сталь. Приведена математическая модель переходных процессов.

В заключении

В работе решена оптимизационная задача по нахождению оптимальных технологических параметров плазменной электротермической установки, определены уравнения регрессии для дисперсности и производительности ферромагнитного порошка для получения заданного качества изделия.

Качество получаемого изделия определяется его дисперсностью, сферичностью и химическим составом, а также его электрофизическими параметрами. Поддержание заданного качества ферромагнитного порошка, вызывает необходимость управления процессом посредством контролирования оптимальных технологических параметров в требуемых пределах. Поэтому разработка системы автоматического управления технологическими параметрами плазменной электротермической установки, позволяющей

получать высококачественные ферромагнитные порошки заданных свойств с помощью математической модели технологического процесса является актуальной задачей.

Методы исследований. При разработке теоретических аспектов для определения основных технологических параметров процесса получения парогазового разряда и ферромагнитного порошка были использованы положения теплофизики, плазмохимии, физики плазмы, математического анализа; метод теории подобия для решения задач математического моделирования, методы полного факторного эксперимента для оптимизации, методы планирования эксперимента, методы статистического анализа, методы обработки результатов прямых измерений.

Глава 1

Обзор достижений в порошковой металлургии и состояние исследований парогазового разряда между металлическим и жидким электродами

1.1. Анализ способов получения и использования металлических порошков

Последние годы интенсивно ведутся работы, направленные на совершенствование известных и создание новых методов получения металлических порошков. Наряду с широко применяемыми восстановлением оксидов, распылением расплавов, электролизом, разложением карбонатов разрабатываются такие способы, как получение порошков осаждением из паровой фазы, распыление расплава с применением ультразвука, размол стружки и использование порошковых шламов, механическое измельчение и другие [3]. В 1951 году был осуществлен процесс изготовления железного порошка восстановлением прокатной окалины твердым углеродом. Поступающую на завод окалину подвергали грохочению, сушке при температуре 300 – 500 С° для освобождения от масел и других горючих примесей, магнитной сепарации, затем размолу. В зависимости от марки порошки содержали 94-98 % Fe и 0,4 – 0,15 % C. В 1958 году был разработан метод восстановления железной руды или окалины конвертированным природным газом [4]. Был организован выпуск железного порошка четырех марок: АПЖМ – для изготовления железистографитовых металлокерамических изделий; АПЖВ – для восстановления при получении красителей; АПЖФ – для использования в сварочной технике при кислородно – флюсовой резке; АПЖД – для применения при магнитной дефектоскопии. В 70-х годах был получен новый метод изготовления легированных порошков, который получил название метод диффузного насыщения из точечных источников [4]. Принципиальное отличие нового способа изготовления предварительно легированных порошков состояло в совмещении насыщаемого порошка с насыщающими металлами или их оксидами и хлористым аммонием.

Высокой производительностью отличается процесс получения порошков распылением расплавов. В 1985 году канадская фирма "Квебек Метал Паудерд" ввела мощности по производству 37 тыс.т. железного порошка в год распылением водой расплава чугуна. Процесс включает такие операции, как распыление, размол порошка в шаровой мельнице, восстановление и обезуглероживание в конвейерной печи, размол спека в порошок [5,6].

Существенный прогресс достигнут в разработке методов получения порошков легированных сталей и сплавов. Броварский завод порошковой металлургии (ВЗПМ) Минчермета СССР уже много лет изготавливает порошки

хромистых сталей методом диффузионного насыщения. Завод "Днепрспецсталь" методом распыления получает порошки быстрорежущих сталей.

Зарубежные Фирмы применяют различные методы изготовления порошков легированных сталей. В частности, фирма "Кавасаки сэйтеиукк." использует два метода: распыление расплава легированных сталей и смешение порошков чистого железа с порошками легирующих элементов и диффузионный обжиг в восстановительной атмосфере. При получении порошков сталей, легированных хромом и марганцем, для устранения оксидов применяют три способа: распыление расплава струей масла; водоструйное распыление и последующий отжиг в вакууме с целью восстановления оксидов углеродом, содержащимся в стали; и наконец, водоструйное распыление и высокотемпературное восстановление водородом [7].

К новым методам относится и безокислительное распыление в таких средах, как минеральные и растительные масла, циркулирующие в замкнутом контуре; Для осуществления безокислительного распыления расплавов разработана технология распыления в вакууме и в инертных газовых средах [8].

Один из путей повышения качества изделий из порошков - обеспечение их высокой чистоты и строго заданного состава. Фирма "Крут Пулверметалл" (ФРГ) получает порошки сплавов на основе титана распылением вращающегося электрода, а порошки сплавов никеля, кобальта, железа - распылением расплавов инертным газом [9].

Большое количество работ посвящено проблеме разработки методов получения сверхтонких и аморфных порошков и материалов на их основе с использованием сверхбыстрого охлаждения расплавов.

Значительный интерес представляет изготовление порошков сплавов методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС). Методом СВС можно получить карбиды вольфрама, молибдена, хрома, силицид ванадия, никелид титана и другие соединения, а также композиционные материалы [10,11].

В [12,13] описаны способы и устройства получения металлического порошка электролизом из растворов. Производительность составляет 0,07 г порошка в I час. Известны способы, в которых рабочие электроды предварительно работают 3-5 часов в условиях двухслойной ванны при поляризации переменным током силой 100 - 200 мА. Кроме того электроды вращают со скоростью 2 об/мин. В процессе электролиза с поверхности рабочих электродов непрерывно удаляют продукты электролиза при помощи постоянных магнитов, заключенных в полиэтилен. Производительность составляет 0,1017 г порошка в 1 час [14]. Однако, эти способы из-за низкой производительности и высокой себестоимости порошка не нашли широкого

применения. Для дальнейшего развития порошковой металлургии необходимо обеспечить повышение производительности и экономичности технологических процессов путем компьютеризации и автоматизации и снизить стоимость исходных порошков.

Качество покрытий зависит от геометрической формы, дисперсности и материала частиц порошка. Частицы порошка, используемые для нанесения покрытий на поверхности, должны иметь сферическую или комкообразную форму. В связи с этим получение металлических порошков определенной геометрической формы, дисперсности и из тугоплавких материалов и повышение производительности получения порошков является актуальной задачей.

В последние годы интенсивно используется электроэрозионный метод диспергирования металлов и сплавов в жидкой среде, в которой осуществляются импульсные искровые разряды. Все больше при электроэрозионной обработке металлов в качестве рабочей жидкости применяется вода. При электроэрозионной обработке серого чугуна образуется отход, который представляет собой порошок из сферических частиц [15]. Микроструктура материала частиц коренным образом отличается от структуры исходного чугуна, имеет дендритный характер и очень высокую дисперсность. Основной фазой в полученном порошке является γ -железо с содержанием углерода 1,7%. Второй фазой в порошке является α -железо, в котором содержание углерода не превышает 0,1 %. Цементит и графит отсутствуют. Полученный порошок слабо окислен. Состоит из вюстита FeO (6-7%) и магнетита Fe_3O_4 .

Металл частиц порошка, получаемого электроэрозионным диспергированием железоуглеродистых сплавов в воде, находится в особом состоянии [16]. Это проявляется при выдерживании порошка в воде при комнатной температуре. При такой выдержке в порошке возрастает количество Fe_3O_4 . Это происходит в результате реакции железа с водой, сопровождаемой выделением водорода и образованием магнетита. До сих пор предполагалось, что окисление железа по такой реакции может происходить только в парах воды при высоких температурах. Протекание этой реакции в воде при комнатной температуре обусловлено особым состоянием металла частиц электроэрозионного порошка.

В [17] описан способ получения металлического порошка (сталь, вольфрам) в плазме разряда с жидким электродом. Заданные параметры частиц порошка и производительность их получения зависят от давления в камере, тока разряда, концентрации и химического состава электролита и межэлектродного расстояния. Дисперсность частиц порошка меняется от 0,2

мкм до 300 мкм. Получение порошков необходимой дисперсности достигалось путем просеивания порошка через сетки с заданными размерами ячеек.

Порошковые материалы с размерами частиц в десятки-сотни ангстрем обладают большой удельной поверхностью и представляют значительный интерес, как с точки зрения их непосредственного использования, так и изготовления из них различных изделий. Наиболее просто способ получения таких порошков реализуется путем испарения в высокочастотной плазме стандартных металлических порошков с последующей конденсацией. Эксперименты проводили на установке ЛГД –12 с применением кварцевой водоохлаждаемой разрядной камеры, требующей для достаточного охлаждения стенок (при помощи 20 кВт) 4–6 м³/час плазмообразующего газа. Полученные высокочастотным плазменным методом порошки железа и никеля были использованы в качестве компоненты для ферромагнитных твердых смазок.

В [18–22] показаны возможности использования разряда с жидким электродом для получения металлического порошка ионно-плазменным распылением. Описывается высокоэффективный и достаточно простой метод получения порошка в плазме разряда с жидким электродом. В качестве жидкого электрода используются водные растворы NaCl и CuSO₄. На электроды воздействует переменный ток $I = 0,7 - 2,0$ А при давлениях $P = 2660 - 13300$ Па, межэлектродном расстоянии $l = (10 - 20) \times 10^{-3}$ мм. В этих режимах горения разряда плотность тока j на твердом электроде находится в пределах от 3 до 30 А/см². Порошок получается за счет нагрева поверхности твердого электрода. В дальнейшем этот процесс был упрощен и усовершенствован путем повышения плотности тока на металлическом электроде и использованием технической воды в качестве жидкого электрода. Образование порошка происходит в диапазоне j от 0,5 до 20 А/см², как при переменном токе, так и при постоянном. Оптимальным условием получения порошка является $l / d = 0,4 - 2$. Этот метод получения ферритных порошков из стальных электродов, содержащих углерод, позволяет избежать многих недостатков, которыми обладают другие технологии. В [19] проведены исследования также по снятию заусенцев с деталей сложной конфигурации разрядом с жидким неметаллическим катодом. Разряд происходит в парогазовом слое толщиной 0,2 - 0,5 мм, который состоит из пара и водорода, выделяющегося из электролита. В качестве электролита используются водные растворы NaCl, KCl, CuSO₄ и техническая вода. Ток разряда в зависимости от обрабатываемой площади может достигать 50 - 70 А, напряжение 450 В. Обработка изделий проводилась при атмосферном давлении $P = 10^5$ Па. Мощность установки составляла 60 кВт.

В [23] рассматривается влияние характеристик разряда на интенсивность получения порошка и его дисперсность. Было установлено, что с повышением плотности тока на катоде и уменьшением концентрации углерода в стальных

электродах (ниже 0,8 %) интенсивность образования и размер частиц порошка увеличиваются.

В [24] для получения порошка разряд зажигался между пористым электролитным катодом и металлическим стержнем, которые устанавливались вдоль одной оси. Межеlectродное расстояние поддерживалось в пределах 30-40 мм. Использовались, стержни из углеродистой стали марок: сталь 20, сталь 45 и инструментальной стали марки У8 с диаметром 10, 15 и 20 мм. Электролитом служил водный раствор NaCl с массовой концентрацией 0,5 %. Растворы солей имеют малое электролитическое сопротивление. Поэтому они предпочтительнее, чем техническая вода, так как чем меньше сопротивление электролита, тем меньше выделяется джоулево тепло внутри пористого электролитного катода, следовательно, уменьшаются тепловые потери. Оптимальный диапазон плотности тока в металлическом аноде составляет 1,5-4 А/см². При малых плотностях тока, уменьшается производительность процесса, а при больших плотностях появляется капельный срыв материала стержня. Представлена зависимость от плотности тока удельной массовой производительности $m_{уд}$, которая представляет собой отношение массового выхода порошка за один час к площади сечения металлического стержня. С увеличением плотности тока удельная производительность процесса возрастает для всех использованных стальных стержней. При этом следует отметить, что максимальный массовый выход порошка получается примерно в 1,5 раза больше того значения, которое было достигнуто авторами работ [22]. По-видимому, одним из основных параметров, приводящих к увеличению массового выхода порошка, является увеличение диаметра стального стержня, так как чем больше сечение стержня, тем больше активная поверхность, на которой идут процессы распыления материала. Исследования показали, что свойства получаемого порошка практически не отличаются от свойств порошка, полученного в работах [18,22]. В составе порошка основную долю (70 - 90 % по объему) занимает магнетит Fe₃O₄. Остальная часть в основном состоит из оксида железа - вюстита FeO. Частицы получаемого порошка сферические. Отклонения от сферической формы встречаются крайне редко. Диаметр примерно 50% частиц находится в интервале от 100 до 300 мкм. Наименьший диаметр частиц - около 1 мкм. Максимальный размер частиц зависит от плотности тока. В режимах с большими плотностями тока появляются частицы с диаметром 1 мм и более.

Таким образом, применение пористого электролитного катода позволяет увеличить производительность процесса получения порошка из сталей плазмохимическим способом.

В последние годы мартенситно – стареющие стали привлекают к себе все больший интерес благоприятным сочетанием высоких прочностных и

пластических свойств, хорошей тепло- и хладостойкостью, повышенным сопротивлением хрупкому разрушению и размерной стабильностью при термической обработке. К сожалению этот класс порошковых сталей остается недостаточно изученным. Дело в том, что порошки мартенситно – стареющих сталей получают механическим смешиванием компонентов, не обеспечивающим гомогенность сплава при спекании.

В настоящее время получение порошков мартенситно – стареющих сталей достигается путем синтеза и восстановления сложных оксидов [25]. Этот метод обеспечивает любое сочетание элементов в легированных порошках. Для получения порошковых сталей Fe-Ni-Co-Mo использовали оксиды Fe_2O_3 марки ЧДА (ТУ 6-09-3600-78), NiO марки Ч (ТУ 6-09-4125-80), CoO марки Ч (ТУ 6-09-2645-78) и MoO_3 марки ЧДА (ТУ 6-09-4471-77). С целью активации и ускорения процесса синтеза в шихту вводили хлористый аммоний NH_4Cl марки ЧДА (ГОСТ 3773-72). В его присутствии реализуется массоперенос через газовую фазу, что благоприятствует твердофазной диффузии, которая является условием полной гомогенизации составов. Свойства порошков ПВ-Н18М5К10 отвечают основным технологическим требованиям: пикнометрическая плотность – $8,12 \text{ г/см}^3$, удельная поверхность – $0,39 \text{ м}^2/\text{г}$, насыпная плотность – $1,9 \text{ г/см}^3$, текучесть – $3,4 \text{ г}$, уплотняемость (при $P=700 \text{ МПа}$) – $6,5 \text{ г/см}^3$.

В области физического материаловедения оксидокерамических систем сформировались основные направления разработки новых материалов с уникальным комплексом физико–химических характеристик. Наиболее перспективный метод основан на использовании нанокристаллических порошков. Нанокристаллические порошки оксидной керамики могут быть получены различными методами. Один из них – это испарение мишени из оксидной керамики концентрированными потоками энергии. Испарение происходит при нагреве мишени электронным пучком или лучом лазера на воздухе либо в среде инертного газа [26]. Второй способ – плазмохимический синтез, основанный на сгорании металла в среде кислорода с образованием частиц оксидной керамики [27]. Существуют и другие методы получения металлических порошков, такие как (золь – гель) – технология [26], лазерно – химическое парофазное осаждение. В работе [26] рассмотрен достаточно широко применяемый в промышленности лазерный синтез нанокристаллических и квазикристаллических порошков оксида алюминия. При воздействии лазерного луча на мишень образуется эрозионный факел, длина которого определяется мощностью излучения. Увеличение длины эрозионного факела, являющееся следствием изменения градиента температуры среды, а значит, скорости охлаждения, влияет на формирование структуры образующихся частиц.

Основной задачей получения металлических порошков является получение

на их основе методами спекания плотных материалов с оптимальной зернистостью и гетерофазной структурой, необходимой для обеспечения определенного комплекса их физико-технических характеристик. Микроструктура спеченного материала зависит от характеристик исходного порошка, микроструктуры сырой формовки, а также от процессов массопереноса при спекании. К характеристикам исходного порошка относят чистоту, форму и размер зерен, их распределение по размерам, наличие агломератов, спекающих добавок и т.д. Разработаны различные методы производства ультрадисперсных порошков на основе ZrO_2 , которые обеспечивают их рафинирование на стадии получения [27].

Для спекания ультрадисперсных порошков на основе ZrO_2 применяются следующие методы:

1. Гидротермальное спекание. Позволяет получать плотную керамику М - ZrO_2 ($\gamma = 5,85 \text{ г/см}^3$ при размере зерна $r=1-5 \text{ мкм}$) из порошка металлического циркония и воды при $t=1000 \text{ C}^\circ$; 3ч; $P=98 \text{ МПа}$).
2. Микроволновое (СВЧ) спекание обеспечивает высокую степень однородности нагрева материала, снижение температуры и времени процесса, быстрое удаление связей, влаги и газов без разрушения заготовок при $t=900 \text{ C}^\circ$.
3. Горячее прессование порошков на основе ZrO_2 , как правило, проводят при температуре 1500 C° под давлением 10 МПа , достигая при этом высокой плотности. Однако используемые при этом графитовые пресс-формы загрязняют материал углеродом, вследствие чего возникают пустоты, снижающие прочность изделий.
4. Спекание – штамповка является новой технологией, основанной на спекании под давлением в условиях интенсивных деформаций сдвига. Этот процесс позволяет в один этап производить практически готовые керамические изделия довольно сложной формы с ультратонкозернистостью структурой. ($t=1400 \text{ C}^\circ$, скорость деформации 10^{-3} с^{-1} и времени 10 мин).
5. Спекание под давлением газа проводится без контейнера под небольшим давлением, позволяет снизить эксплуатационную стоимость процесса и предотвратить изменение состава, а также испарение материала.

1.2. Технологические процессы получения металлических порошков методами распыления

1.2.1. Метод распыления водой высокого давления или сжатым воздухом

Институт проблем материаловедения АН Украины разработал

технологии производства распыленных порошков железа и сталей [28].

Схема распыления воздухом в воду широко применяется для производства порошков и технического железа, распыление воздухом в воду (рисунок 1.1) используется, как правило, для производства порошков сплавов меди, легированных сталей, где требуется быстро зафиксировать структуру расплава и получить неправильную форму частиц. Основное конструктивное преимущество камеры распыления в воду – значительно меньший объем.

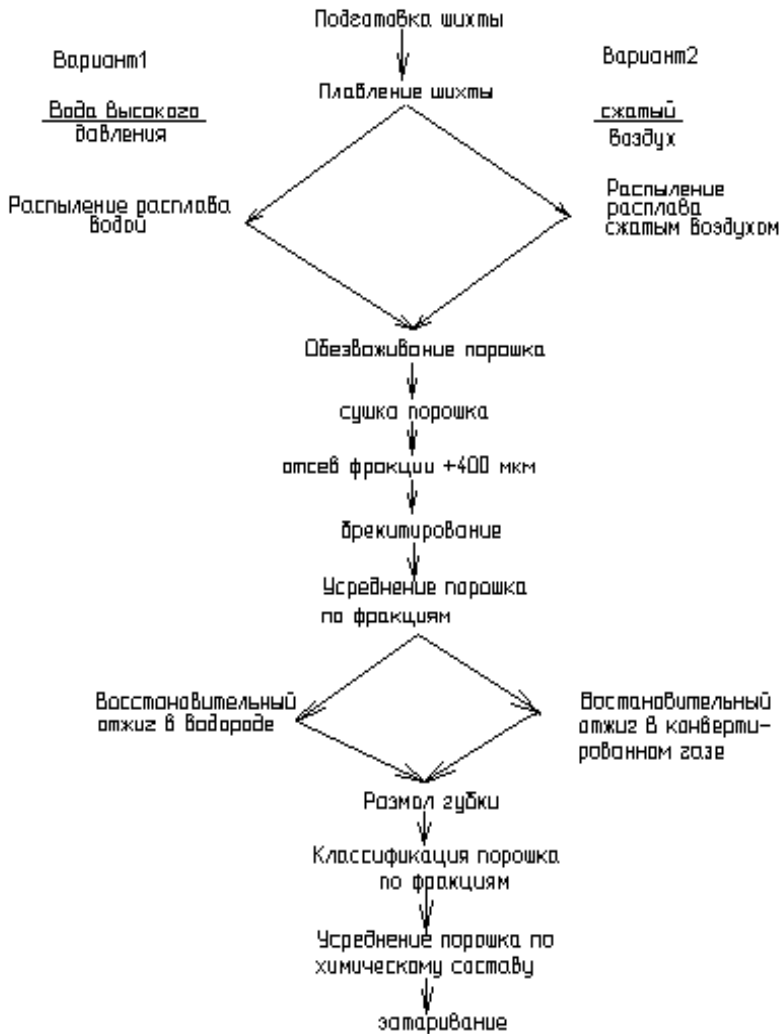


Рисунок 1.1 - Технологический процесс получения металлических порошков методом распыления водой высокого давления или сжатым воздухом

Процесс диспергирования расплава внешним энергоносителем имеет два технологических варианта – распыление сжатым газом или воздухом и распыление водой высокого давления. Выбор технологической схемы распыления в каждом конкретном случае производится в соответствии с технологическими условиями производства и требованиями к порошку. Тем не менее, каждая технологическая схема имеет свои преимущества и недостатки. Так, при распылении газом или воздухом в воздушную среду технологическая линия получается более простой, как по количеству технологических операций, так и по количеству единиц оборудования, однако размеры камеры распыления, в частности ее высота, для этого технологического варианта значительно больше, чем для способа распыления в воду.

Технологическая схема распыления в газовую (воздушную) среду выбирается в большинстве случаев и является пригодной, когда требуется получить порошок без окисной пленки.

1.2.2. Метод распыления вращающейся заготовки

Одним из методов получения металлических порошков сплавов является способ вращающегося электрода [28]. Установка для осуществления этого способа распыления изготовлена и успешно эксплуатируется.

Как показала практика трехлетней эксплуатации установки, получение порошков никелевых, титановых и железных сплавов методом центробежного распыления быстровращающейся заготовки имеет ряд неоспоримых достоинств перед способом распыления струи металла аргоном. Достоинства эти следующие:

- сравнительная простота конструкции установки, небольшие затраты на ее изготовление; быстрота наладки, удобство в обслуживании, надежность в работе;
- стабильность результатов при определенных параметрах работы;
- простота регулирования параметров;
- легкость регулирования желаемой крупности порошка в пределах от 1,5-2 мм до 100 мкм.

Основной недостаток - необходимость изготовления распыляемых заготовок, что связано с выплавкой металла, деформацией слитков (титановых и железных), механической обработкой прутков, что ведет к увеличению удельного расхода металла и повышению трудоемкости процесса в целом. Этот способ является единственно возможным для получения порошков титановых сплавов.

Суть метода заключается в том, что под действием центробежных сил тонкая пленка жидкого металла с торца быстровращающейся заготовки,

оплавляемого электрической или плазменной дугой, срывается в виде мелких капель; последние под влиянием сил поверхностного натяжения образуют идеальную сферу, в виде которой металл застывает в процессе полета до стенки камеры в атмосфере гелия.

Химический состав порошка определяется содержанием элементов в расплавленной заготовке. Скорость вращения заготовки оказывает основное влияние на гранулометрический состав порошка, время распыления, а следовательно, и производительность установки, расход газа и др.

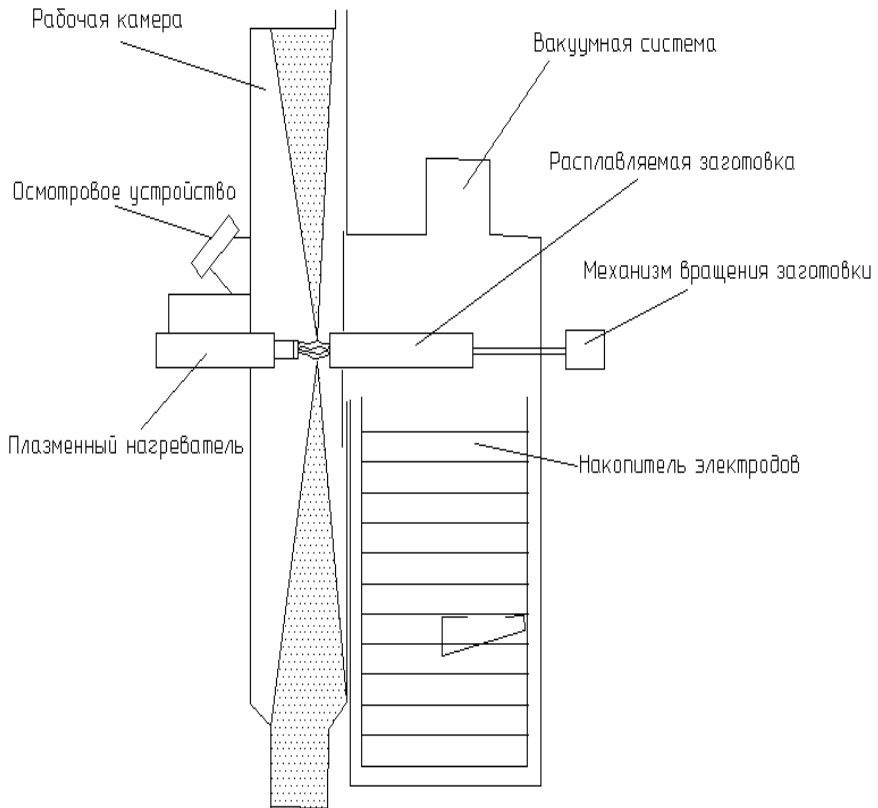


Рисунок 1.2 - Схема установки по получению металлических порошков ВГУ-2М методом плазменного нагрева и вращением заготовки

1.2.3. Метод распыления падающей струи расплавленного цинка струей воздуха

На Усть-Каменогорском свинцово-цинковом комбинате получение

цинкового порошка осуществляется распылением расплавленного цинка [28]. Порошок используется в цинковом производстве: цементационной очистке цинкового электролита от более электроположительных примесей меди, кадмия, свинца, никеля, кобальта, сурьмы, таллия; при получении металлического кадмия в аппаратах оригинальной конструкции (ЦРС) и получении медного порошка из промышленных продуктов комбината методом цементации. Производство порошка на комбинате осуществлялось распылением падающей струи расплавленного цинка струей воздуха, истекающего под давлением 4-6 атм.

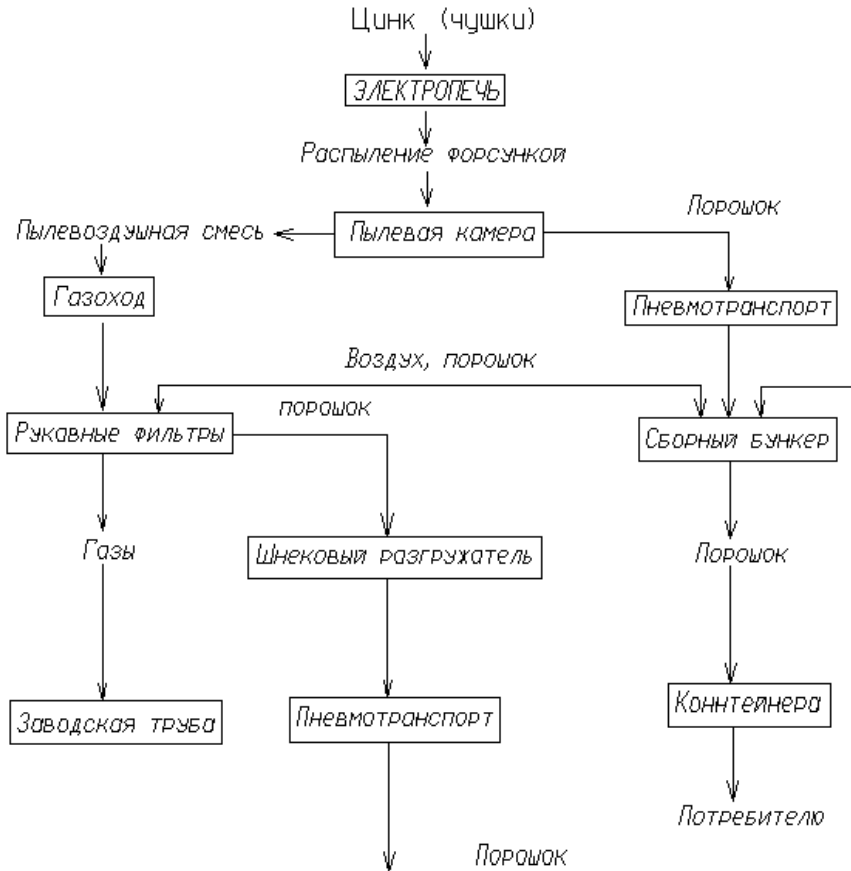


Рисунок 1.3 - Принципиальная технологическая схема производства цинкового порошка из электролитного цинка

Распыление цинка производится при температуре расплава 400-640° С воздухом с давлением 5-6,5 атм и температурой 40-80° С.

Основными факторами, влияющими на гранулометрический состав

порошка, являются температура расплавленного цинка и производительность форсунки. Установлено, что при прочих равных условиях крупность оседающего в пылевой камере порошка зависит ОТ; скорости воздушного потока.

1.3. Особенности электрического разряда между металлическими и жидкими электродами

Явление электрического пробоя газов исследуется с середины XIX века. 20 – 30 лет назад наиболее интенсивно развивалось направление, связанное с дугowymi разрядами и плазмотронами [1,29 - 32], а в последние годы внимание исследователей привлечено к распределенному разряду диффузионного типа в потоке газа. В литературе такие разряды имеют различные названия: парогозовый, тлеющий, диффузионный, высоковольтный тлеющий, объемный, однородный, самостоятельный, неконтагированный. Среди большого разнообразия видов газового разряда – парогозовый разряд отличается легкостью осуществления сильно неравновесного состояния плазмы.

Одним из способов получения низкотемпературной плазмы является использование разряда, возникающего между твердым и жидким электродами (электролит, дистиллированная вода и т.д.). Низкотемпературная плазма представляет собой объект, интересный для целого ряда приложений, для которых наиболее важно, что средняя энергия электронов, дрейфующих в электрическом поле, как правило, на порядок и более превышает тепловую энергию. Данное обстоятельство определяет высокую эффективность генераторов низкотемпературной плазмы с тлеющим разрядом.

Впервые разряд между электролитом и твердым анодом был получен Плантэ [33]. В его опытах анодом служил заостренный уголь, катодом - раствор хлористого натрия. Он предполагал связь наблюдаемого явления с разрядами типа шаровой молнии. В работе [34] описаны условия, при которых наблюдается указанное явление в процессе нагрева металлов в электролите. В [35,36] изучалось влияние состава электролита на шаровой слой в разряде.

Однако до сих пор нет законченной теории пробоя, согласующейся с экспериментальными данными в широком диапазоне параметров. Это объясняется чрезвычайной сложностью явления пробоя, в котором участвуют процессы ионизации электронным ударом, фотоионизации, рекомбинации при тройных столкновениях, фоторекомбинацией, термоэлектронной вторичной эмиссии, диффузии заряженных частиц в электрическом поле и т. д. В связи с этим расчеты пробоя главным образом базируются на экспериментальных данных и полуэмпирических формулах, справедливых в определенных узких диапазонах параметров. Обычно экспериментальные данные при нормальной температуре обобщаются в критериальной форме. Вид критериального

уравнения можно установить путем подстановки выражения для коэффициента ионизации в условие перехода несамостоятельного разряда в самостоятельный. Такая подстановка позволяет вывести закон Пашена [37]

$$U_c = f(P \cdot l) \quad (1.1)$$

Этот закон (закон подобия) устанавливает, что величина напряжения пробоя не меняется, если произведение длины межэлектродного промежутка на давление остается постоянным.

В работе [38] показано, что на границе раздела раствор-газ наблюдается интенсивное образование гидроокисла, который в реакции $\text{OH}^- + \text{OH}^- \rightarrow \text{H}_2\text{O} + \text{O}$ образует в газовой среде свободные молекулы воды. Они, как диэлектрики с большой диэлектрической постоянной, притягиваются к аноду в область максимальной напряженности поля и поляризуются на нем, постепенно все больше и больше блокируя его. При достаточной концентрации гидроокисла в газовой среде анод может быть полностью экранирован слоем поляризованных молекул воды, что способствует образованию вокруг анода промежуточного раствора. В этом случае электрические микроразряды происходят между жидкими слоями. Образование промежуточного раствора может происходить не в любом электролите, а только в концентрированных растворах солей щелочных металлов и щелочах [33], т.е. тогда, когда концентрация ионов OH^- значительна. Поэтому можно считать, что образование промежуточного раствора обуславливается окислительным процессом ионов OH^- на границе раздела газ-электролит и связано с образованием вокруг анода тонкого адсорбированного слоя из поляризованных молекул воды. Адсорбированный слой молекул воды вокруг анода образуется за счет свободных молекул, находящихся в газовой среде с высокой напряженностью поля (между раствором и анодом). Качественный химический анализ собранных с анода растворов показал, что они представляют собой не чистую воду, а раствор с определенной концентрацией различных ионов. Вокруг анода не может образоваться капля чистой воды в связи с тем, что в ней и основном растворе происходят микроразряды, которые сопровождаются выделением тепла, нагревающего каплю. Температура промежуточных растворов во время образования равна 343°K . Это вызывает определенную деполаризацию молекул воды, адсорбированных вокруг анода, и обеспечивает протекание электрохимических реакций между анодом и промежуточным раствором, что подтверждается наличием ионов анода в растворе. Кроме того, электрические разряды между основным и промежуточным растворами переносят некоторую долю основного раствора в промежуточный слой за счет механического катодного распыления электролита [39].

В работе [40] описаны результаты качественных спектрографических

исследований свечений на аноде, возникающих при контактном электролизе тлеющим разрядом. Для снятия спектров свечения была использована электролитическая ячейка, которая является источником света. Дно ячейки изготовлено из тонкой прозрачной пленки. Над пленкой находится слой электролита толщиной 10 мм. Свечение на аноде всегда окружено раствором, поэтому был снят только спектр видимой части излучения.

Эксперименты с разрядом между металлическим катодом и поверхностью раствора азотно-серебрянной соли при различных давлениях проводились Губкиным [41]. В [42] приведено описание визуальных наблюдений разрядов в воздухе при атмосферном давлении, возникающих между металлическим острием и поверхностью электролита. Авторы работы [42] полагают, что дуговой разряд возможен только при металлическом катоде и только в этом случае катод может быть нагрет до высокой температуры. Когда металл служил анодом при напряжении, превышающем 500 В, наблюдалось подобие тлеющего разряда. Эксперименты со слабыми растворами кислоты и "горячими" и "холодными" электродами, находящимися на некотором расстоянии (1-10 мм) от поверхности, показали, что существенной разницы в процессе между "горячим" и "холодным" анодом не обнаруживается [43]. Разряд имел вид слабо светящегося столба, оканчивающегося на поверхности электролита сиреневым пятном. Эту форму разряда автор называет "тлеющей дугой". При изменении полярности обнаружили, что разряд загорается при меньших напряжениях. От полярности металла зависело количество выделившихся веществ. В работе [44] отмечен различный характер свечения и химических реакций в зависимости от полярности электрода из раствора йодистого калия. Эти явления объяснили механическим действием летящих от катода и врывающихся в электролит электронов. Обширные исследования химических реакций в зоне разряда между металлическим и жидким электродами проведены в [44,45]. В результате исследований отмечено влияние концентрации электролита и полярности электродов. Когда металл служил анодом, содержание окисленных продуктов во много раз превосходило то количество, которое получалось, когда металл был катодом. Автор работы [46,47] считает возможным проникновение газовых ионов внутрь электролита и образование там новых молекул. Разряд между металлом-анодом и электролитом-катодом назван "присосавшейся искрой".

В [48] изучено поведение метана в газовом разряде с жидким электродом. Явление перебрасывания электролита на металлический анод объясняется закономерностями переноса вещества в дуговом разряде, установленными авторами работы [49]. При отрицательной полярности пластинчатого электрода явление переноса электролита не наблюдалось. В данном случае была большая эрозия катода. На этом основании сделано заключение, что между металлическим анодом, находящимся в газовой фазе, и жидким катодом

(электролит) имеет место дуговая форма разряда. Причину незначительного нагрева анода автор видел в специфичности влияния жидкого катода. Однако при этом неизвестно, влияло ли охлаждающее действие перебрасываемого на анод электролита или сам тепловой эффект разряда меньше, чем при разряде между двумя металлическими электродами. В работе [50] отмечается, что одной из причин снижения температуры анода является интенсивное испарение электролита и связанное с этим значительное поглощение тепла. Такие исследования проводились и в [51,52], где получены ВАХ для стационарного разряда между никелевым диском и растворами KCl, NaCl, H₂SO₄, CH₃COOH различных концентраций при различных температурах и разрядных промежутках.

В работе [53] показано, что с увеличением логарифма концентрации водного раствора ZrCl₂, который используется как катод, линейно уменьшается напряжение пробоя очищенного бензола. При этом предполагается, что имеет место ионная эмиссия из электролита в жидкий диэлектрик и плотность эмиссионного тока пропорциональна концентрации ионов в катоде.

Разряды с водными растворами, используемыми в качестве катода, изучены в [54]. Отмечено, что процессы в разрядах с водными капельками или частичками льда, являющимися катодами, имеют существенное значение для понимания механизма образования молнии в грозовых тучах, цель работы [54] состоит в выяснении механизма электронной эмиссии диэлектрического катода. Излагаются результаты экспериментального исследования спектра шумов разряда при использовании в качестве катода растворов Na₂SO₄ различной концентрации. При увеличении концентрации раствора обнаружены возрастание шума и возникновение неустойчивости разряда. Исследование спектра светового излучения слоя жидкости, являющейся катодом, показало наличие интенсивных линий молекул водорода. Все это свидетельствует о том, что внутри катода возникают плазменные пузырьки с температурой около 5000 К. Появление свободных электронов внутри жидкости связано с фотоионизацией молекул воды. При достаточно высокой плотности тока электрическое поле, проникающее в электролит, вытягивает электроны из микропузырьков плазмы, находящихся внутри жидкости.

К настоящему времени опубликовано много работ, посвященных изучению электрического разряда с жидким металлическим катодом, в качестве которого используется ртуть. Детальные исследования процессов, происходящих на поверхности катода, были проведены И.Г.Кесаевым [55]. Данный разряд представляет собой дугу низкого давления с холодным катодом. Условия опыта приобретают сравнительно простой характер, так как разряд происходит в парах металла катода без участия посторонней среды. По своей структуре дуга низкого давления представляет собой соединение двух областей, резко

отличающихся по внешнему виду и по роли, которую они выполняют. Первая область тесно прижата к катоду и имеет вид ярко светящегося пятна, совершающего беспорядочное перемещение по катоду (катодное пятно). Другая область занимает большую часть пространства между катодом и анодом, имеет вид не очень яркого диффузного свечения, распространяющегося на все сечение трубки с разреженным газом или парами металла. Эта часть разряда - положительный столб. Катодное пятно имеет способность распадаться на ряд автономных пятен, количество которых увеличивается с ростом тока.

Жидкий катод влияет как на развитие разряда, так и на характеристики стационарного разряда. Рассмотрим сначала особенности развития разряда. Электрический пробой в газе представляет сложный, быстропротекающий процесс. Исследованию пробоя газов при нормальной температуре между твердыми электродами посвящено большое число экспериментальных и теоретических работ [56], но до сих пор отсутствует полная теория, которая могла бы объяснить все известные экспериментальные факты и позволяла бы проводить расчеты в широком диапазоне параметров с удовлетворительной для практики точностью. Вопросы зажигания разряда между нетрадиционными электродами до последнего времени оставались практически не изученными.

Особенности зажигания разряда между металлическим и электролитическими электродами обусловлены действием электрического поля на электролит, влиянием поверхностного натяжения и силы тяжести жидкости.

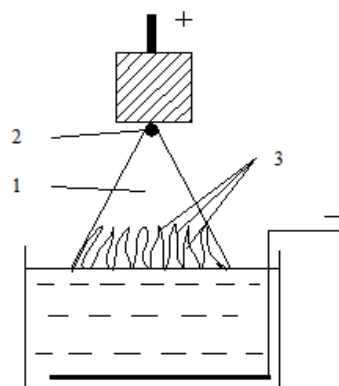
В работе [57] впервые приведены результаты исследований низковольтного разряда в электролите, проведенных еще в конце прошлого века [41].

В последнее время большинство авторов [58 и др.] склоняется к тому, что для разряда с электролитным катодом характерен тлеющий режим. Между тем, в ряде работ применялись термины: "присосавшаяся искра", "тлеющая дуга", "дуга" и т. д. Причиной путаницы в классификации таких разрядов послужила, вероятно сильная контракция положительного столба тлеющего разряда с электролитным катодом. Однако еще в 1905 году Миткевич считал неоспоримой невозможность зажигания дугового разряда, когда катодом является раствор электролита [59]. В [58] визуальное наблюдение структуры разрядного промежутка разряда с электролитным катодом обнаруживает зоны, характерные именно для тлеющего разряда - катодный слой и область отрицательного тлеющего свечения. Вплоть до предельно высоких токов разряда (10^4 А) на электролитном катоде устойчив тлеющий режим разряда. В [58] также приводятся результаты исследований разряда между жидким неметаллическим катодом и металлическим анодом в диапазоне $P = (532 - 10^4)$ Па. $I = (1 - 15 \cdot 10^4)$ мА и $l = (1 - 150)$ мм для различного состава и концентрации

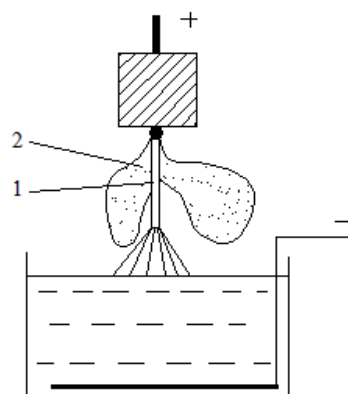
жидкого катода. При атмосферном давлении плазменный столб 1 (рисунок 1.4) от твердого анода до жидкого неметаллического катода принимают вид усеченного конуса. Вершина конуса - пятно 2 малого размера на поверхности металлического анода. Основание конуса - почти точечные пятна 3 на поверхности жидкого катода. В теории тлеющего разряда его опорные пятна не принято называть катодными и анодными пятнами. Эти термины применяются для краткости. Непосредственно у поверхности катода имеется ярко светящийся слой фиолетового цвета с резкими границами. В исследованном диапазоне параметров цвет этого слоя не зависит от концентрации соли и величины тока. Когда катодом служила техническая вода, свечение положительного столба было фиолетовое и в направлении оси почти не менялось. В случае катода из раствора соли NaCl нижняя часть столба имеет желтый цвет, характерный для паров натрия. По мере удаления от катода появляется красный цвет, который затем переходит в фиолетовый. В прианодной области цвет свечения зависит от материала твердого анода. Если в качестве анода используется медь, то в прианодной области имеет место зеленое свечение. Это объясняется проникновением паров меди в положительный столб из анодного пятна. Анодное пятно имеет ярко-красный цвет. Его диаметр увеличивается с ростом тока. При атмосферном давлении (рисунок 1.4 в) $l=9.5$ мм и $I = 100$ мА разряд состоит из центрального токопроводящего плазменного столба (ПС) фиолетового цвета 1 и ореола 2. Цвет ореола зависит от состава жидкого катода. ПС на расстоянии 5 мм от анода имеет почти цилиндрическую форму диаметром 2 мм и опирается на контрагированное пятно. На расстоянии 4.5 мм от катода он постепенно расширяется и приобретает форму усеченного конуса. Вблизи поверхности жидкого катода ПС распадается на множество микроразрядов опирающихся на точечные пятна 4. При малых I от каждого точечного пятна формируются отдельные микроразряды. На рисунке 1.4 с они направлены к твердому аноду. С ростом тока число микроразрядов увеличивается. Плазменный столб расширяется до тех пор, пока не заполнится пятном вся поверхность анода. Если увеличивать поверхность твердого анода, то ПС разряда постепенно начинает принимать форму объемного усеченного конуса. Число точечных пятен на жидком катоде продолжает расти. Формируется высоковольтный разряд, состоящий из множества микроразрядов.

Наиболее важной интегральной характеристикой разряда является его вольтамперная характеристика. По ней можно узнать о процессах, происходящих внутри разряда, и о свойствах плазмы.

a)



б)



в)

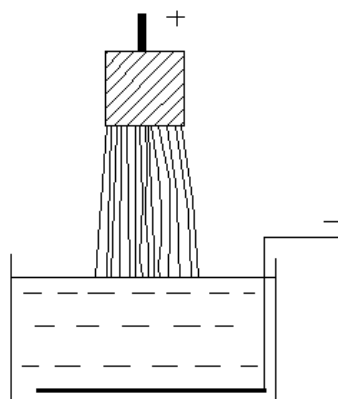


Рисунок 1.4 - Виды плазменных столбов парогозового разряда между металлическим анодом и жидким катодом

Наиболее важной интегральной характеристикой разряда является его вольтамперная характеристика. По ней можно узнать о процессах, происходящих внутри разряда, и о свойствах плазмы.

В [37] обсуждается механизм электронной эмиссии из электролитических катодов. Исследования разрядов с водными растворами различных солей в качестве катода показали, что при низких и средних давлениях разряды этого типа ведут себя подобно тлеющему разряду [60], в которых самоподдерживание разряда обеспечивается в основном фотоэмиссией электронов. С увеличением амплитуды тока происходит довольно большое увеличение плотности тока на катоде. Зондовые измерения не обнаружили резкого уменьшения катодного падения потенциала, характерного для дуговых разрядов. Поэтому предполагается, что реализуется режим интенсивного тлеющего разряда даже при токах выше 100 А. В [37] предполагается, что с увеличением плотности тока образуется переходная область, которая содержит плазменные пузырьки внутри электролита и сильное электрическое поле пространственного заряда, проникающее внутрь электролита. Допускается, что сильное электрическое поле извлекает электроны из этих микроплазменных пузырьков. Важная информация получена при изучении зависимости шума, генерируемого в разряде, от состава электролита, давления и величины тока. При $P > 9975$ Па частота шума увеличивается с ростом давления. Шум возникает вследствие микропробоев внутри электролитического катода, сопровождаемых излучением света. Форма и распределение интенсивности света зависят от прикатодного поля пространственного заряда, которое на поверхности электролита имеет порядок 10^8 В/м [61]. Плотность тока на катоде при атмосферном давлении меняется от $3 \cdot 10^4$ А/м² до $4 \cdot 10^6$ А/м² при токах соответственно 0,1 А и 300 А.

В работе [62] представлены результаты экспериментального исследования электрического разряда в воздухе при атмосферном давлении между твёрдым анодом и жидким катодом в виде электролита, который смачивает пористый диэлектрик. Электролитом служили техническая вода и водные растворы NaCl различной концентрации. Исследования проводились в следующих диапазонах изменения параметров: ток $I = 0,2 \dots 3,5$ А, межэлектродное расстояние $l = 5 \dots 50$ мм, диаметр пористого диэлектрика $d = 40 \dots 90$ мм. Разряд зажигался взрывом тонкой медной проволоки.

В работе [63] показана возможность использования высоковольтных электрических разрядов между металлическим анодом и жидким электролитным катодом для изменения химического состава жидкостей. В основном, исследования проведены в области малых токов (в пределах от несколько десятков до несколько сот миллиампер) при мощности разряда до

одного киловатта для исследования характеристик разряда при больших токах и мощностях. В качестве анода были использованы медные и стальные стержни диаметром d от 5 до 30 мм с различной геометрической формой рабочего торца. Катодом служили сильно разбавленные растворы NaCl , NaHCO_3 и CuSO_4 в технической воде и сама техническая вода. Ток менялся от 0,3 до 3,0 А. Разряд зажигался и поддерживался при межэлектродном расстояниях l от 1 до 15 мм. Разряд горел при атмосферном давлении.

В [64] изучен разряд, ток которого протекает через парогазовый пузырек. Авторы этой работы предполагают, что пузырек образуется как за счет Джоулева тепловыделения, так и в результате электролиза. По мнению некоторых исследователей [65] имеет место пробой "слабых" мест диэлектрического слоя на аноде. В [66] изложены результаты исследований поверхностных разрядов в электролите, которые показывают, что при изменении синусоидального напряжения между электродами от 0 до 400 В разряд проходит последовательно четыре стадии. При малых концентрациях $C < 70\%$ эти стадии чередуются с определенной цикличностью. Подобное чередование различных стадий вполне обоснованно связано с процессами образования парогазовой прослойки между электролитом и поверхностью анода и ее разрушением. При концентрациях $C > 70\%$ характер чередования различных стадий изменяется. Анализ осциллограмм свидетельствует об устойчивости парогазового слоя между электролитом и анодом. Показано, что все прикладываемое на электролитическую ячейку напряжение падает на прианодном участке. Аналогичные результаты были получены в работе [65]. В [67-69] исследованы физико-химические процессы в водных растворах, инициируемые анодными микроразрядами. Установлен тлеющий характер газовых микроразрядов на аноде, погруженном в электролит. Показано образование в приразрядном объеме раствора валентно-несвязанных электронов в количестве, достаточном для поддержания разряда, и обоснован механизм эмиссии электронов из электролитического катода в газовый разряд.

В работе [70,71] исследуется механизм плазменно-электролитного нагрева металлических электродов. Определены динамические вольт-амперные характеристики низковольтного электрического разряда и баланс тепла, выделявшегося в электрическом разряде, в электролите и в электроде в стадии стационарного нагрева. С использованием измеренных значений, температур электрода и электролита рассчитаны доля мощности разряда, идущая на нагрев электролита, а также потери энергии на излучение электродами и за счет теплопроводности металла.

На рисунке 1.5 приведены ВАХ электролитической ячейки при разных полярностях активного электрода и для разных электролитов [72].

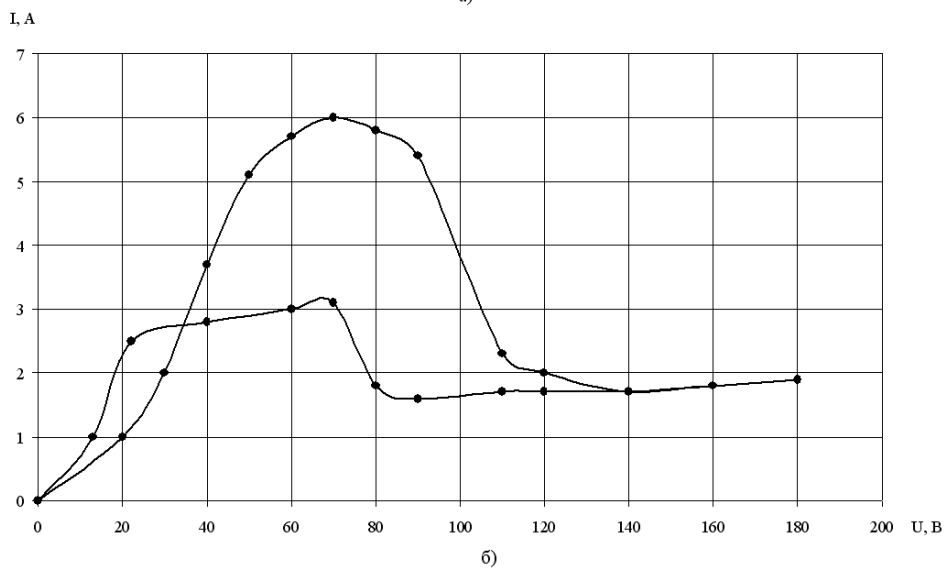
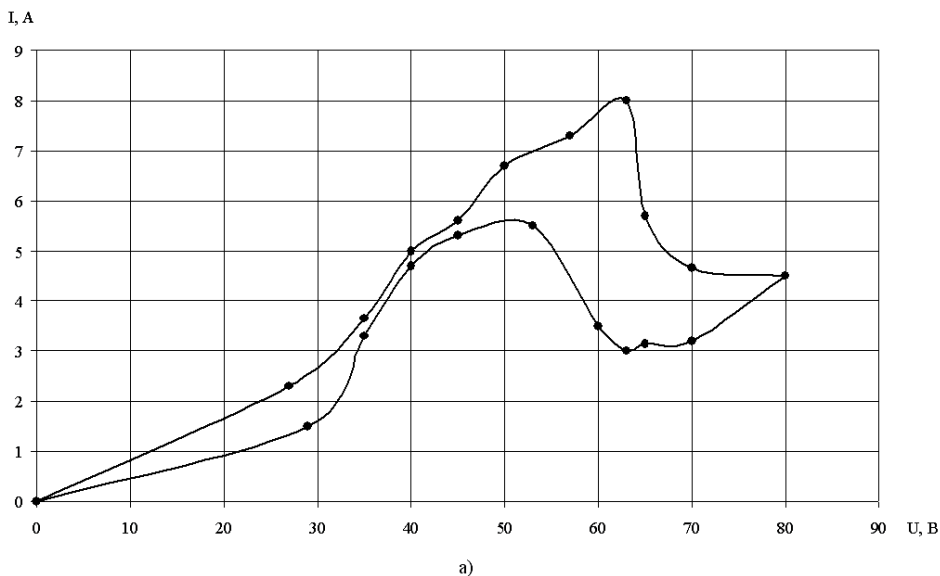


Рисунок 1.5 – Вольт – амперные характеристики электролитической ячейки при активных катоде (а) и аноде (б). Диаметр электродов 5 мм, глубина погружения в электролит 6 мм

Зондовые измерения потенциала в устойчивых режимах горения разряда показали, что уменьшение тока сопровождается резким перераспределением потенциала в межэлектродном зазоре. В этих областях падение напряжения на электролите соответствует падению при нормальном электролизе с заданным

током. Разность напряжений для двух ветвей ВАХ в пределах погрешности измерений равна падению напряжения на разряде в парогазовом слое. Это даст возможность построить ВАХ разряда (рисунок 1.6) в разряде вблизи катода увеличение напряжения на ячейке приводит к снижению тока до тех пор, пока не установится стабильная газопаровая оболочка. В случае, когда электролитом является Na_2CO_3 (рисунок 1.5 а) ее установление практически совпадает с быстрым нагревом электрода. Этому моменту соответствует излом ВАХ разряда и в дальнейшем снижение напряжения сопровождается уменьшением силы тока. Аналогичные возрастающие ВАХ стационарного разряда вблизи катода наблюдались и в других электролитах (водных растворах Na_2SO_4 , NaSO_3 , $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, NH_4Cl , KOH).

U, В

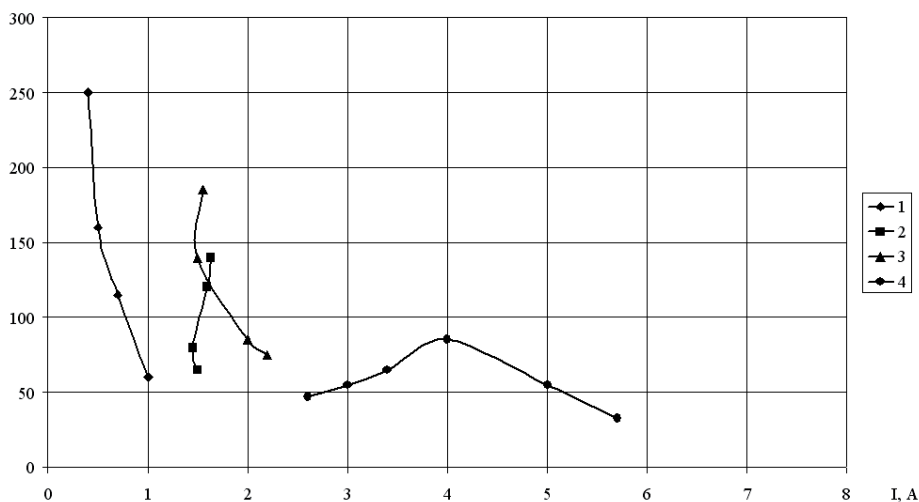


Рисунок 1.6 – Вольт – амперные характеристики разряда в парогазовом слое около активного электрода в 15%-м водном растворе Na_2CO_3 (1-3) и 15%-м водном растворе NH_4NO_3 (4). Активные электроды – катод (1,2) и анод (3,4). Диаметр электрода 5 мм, глубина погружения 6 мм

Сравнение ВАХ плазменно-электролитных разрядов с ВАХ известных типов разрядов показывает, что в газопаровой оболочке имеет место разряд нового типа. Минимальное напряжение горения составляет 50 - 80 В, что не характерно ни для искрового разряда (напряжение пробоя в воздухе - 16 кВ/см, горение в виде стримеров), ни для тлеющего разряда (минимальное напряжение выше суммы приэлектродных падений и составляет несколько сотен вольт).

Такое низкое напряжение характерно для дугового разряда, однако в случае плазменно-электролитного разряда отсутствуют катодное и анодное сужения и разряд скорее имеет вид диффузного разряда с распределенной

анодной и катодной областями [51]. Это обеспечивает равномерный нагрев и эффективную электротермическую обработку катода или анода.

Следует заметить, что падение напряжения на электролите в режиме горения разрядов на активных катоде или аноде может достигать 30% от полного падения напряжения на электродах в зависимости от типа и концентрации электролита, геометрии и размеров электродов. Эти результаты согласуются с данными [73-75]. Предложенный механизм плазменно-электролитического нагрева позволяет объяснить наблюдающиеся на практике явления: наличие или отсутствие нагрева в стационарном разряде в зависимости от полярности электродов и состава, электролита, скачкообразные и плавные изменения температуры электродов и причины не воспроизводимости результатов.

В [76-79] экспериментально исследован высоковольтный разряд в воздухе при атмосферном давлении между электролитом и медным анодом в диапазоне тока 25 - 500 мА и межэлектродного расстояния 1 - 100 мм. Определены ВАХ разряда, распределения потенциала и напряженности электрического поля, зависимости катодного и анодного падений потенциала от тока, потери тепла через катод и анод и тепло, выносимое струей плазмы. Проанализировано влияние различных физических процессов на энергетический баланс прикатодной области. В описываемых экспериментах разряд имеет форму усеченного конуса. Нижнее, большее основание, служило катодным пятном, а верхнее - анодным. В результате воздействия разряда электролит испаряется и его пары через катодное пятно поступают в положительный столб. Реактивная сила паров несколько деформирует катодное пятно, поэтому поверхность жидкости не является плоской, ее выпуклость обращена в глубину жидкости (центр кривизны поверхности электролита в области катодного пятна расположен выше поверхности жидкости). Как показали эксперименты, диаметр катодного пятна увеличивается с ростом тока. При повышении тока от 35 до 160 мА диаметр пятна в случае технической воды увеличивается от 2,5 до 4,7 мм, а в случае 0,5%-ного раствора NaCl находится в диапазоне 2-3,5 мм. Непосредственно у поверхности катода имеется ярко светящийся слой с резкими границами. Его цвет фиолетовый и в исследованном диапазоне параметров не зависит от концентрации соли и величины тока. В направлении к аноду положительный столб сужается. Когда катодом служила техническая вода, свечение положительного столба было фиолетовым и в направлении оси почти не менялось. В случае катода из раствора соли NaCl нижняя часть столба имеет желтый цвет, характерный для паров натрия. По мере удаления от катода появляется цвет, который затем переходит в фиолетовый. В прианодной области имеет место зеленое свечение, что объясняется проникновением паров меди в положительный столб из анодного пятна. Анодное пятно имеет ярко-

красный цвет, его диаметр увеличивается с ростом тока.

Описанные выше особенности разряда согласуются также с результатами исследования распределения спектра излучения [79].

В [76] предложено устройство для получения тлеющего разряда в трубке при атмосферном давлении с электролитическим катодом. Определены ВАХ разряда, распределение потенциала и потери тепла через стенку трубки. Экспериментальные данные показывают, что в длинных трубках мощность разряда достигает 1 кВт.

В [80] изложены некоторые результаты исследования разряда с жидким катодом. Выявлено, что исследуемое явление носит автоколебательный характер. Период колебаний зависит от состава электролита и материала анода, а также от электрических параметров внешнего контура цепи. По полученным осциллограммам построены графики тока и напряжения для различных периодов автоколебательного процесса.

Из проведенного обзора можно сделать следующие выводы. В настоящее время еще нет теории разряда в газе между жидким катодом и металлическим анодом, которая была бы в состоянии объяснить все известные экспериментальные факты и позволяла бы производить расчеты с удовлетворительной для практики точностью. Очень мало экспериментальных данных о характеристиках электрического разряда с жидким катодом из различных электролитов. Далеко недостаточно изучены структура разряда, распределения потенциала и напряженности электрического поля, анодное и катодное падения потенциала, плотность тока на электродах. Не изучены физические процессы на границе раздела жидкого катода и плазмы. Мало данных о взаимодействии плазмы такого разряда с поверхностями твердых тел. Все это задерживают разработку электротермических установок, основанных на применении плазмы разрядов с жидким катодом.

1.4. Особенности и перспективы применений электрического разряда с нетрадиционными электродами в современной технике

В последнее время появился интерес к нетрадиционным источникам плазмы, в которых одним из электродов является электролит. Такие разряды могут использоваться в плазменной технологии для нанесения высококачественных теплозащитных, антифрикционных, диэлектрических и противокоррозионных покрытий [70,81-91].

Например, существует возможность легко управлять режимом горения, изменением концентрации и состава электролита [92,93]. Плазменная обработка различных изделий с помощью разряда между твердым и электролитическим электродами целесообразна в тех случаях, когда другие

методы более трудоемки или их применение невозможно по экологическим причинам.

Электрические разряды с электролитическим электродом использовались еще сто лет назад для электролиза водных растворов, где один из электродов выносился из электролита в газовую фазу для того, чтобы избежать реакций на поверхности электрода [88]. С середины сороковых годов нашего столетия эти разряды начали использовать для нагрева металлов и сплавов в электролите [11,94]. Указанные разряды представляют большой интерес и с точки зрения использования для электротермической обработки материалов [81,86,88]. Это связано с тем, что при больших плотностях тока возникают различные явления в электролите. Нагрев металлов и сплавов в электролитной плазме в анодном процессе позволяет плавно изменять температуру детали от 450 до 1000 С. Благоприятное сочетание высокой температуры нагрева и наличия в парогазовой оболочке элементов водного раствора в возбужденном и ионизированном состоянии открывает возможность ускорения электротермической обработки [11,70]. В работе [85] исследовалась специфика закалки металлов после химико-термической обработки с нагревом в электролите.

В настоящее время получение анодных оксидных покрытий, используемых в микроэлектронике и радиотехнике, возможно не только в электролите, но и в плазменной среде. Оксидируемая деталь помещается чуть ниже поверхности электролита, катод находится над поверхностью электролита. Полярность может быть обратной, но при этом толщина анодного слоя будет меньше. В результате анодированные изделия обладают достаточно антифрикционными свойствами и износостойкостью. Достоинствами плазменно-электролитического метода нанесения оксидных покрытий являются: высокая скорость нанесения и достаточно большая толщина (сотни нм) слоя. Диэлектрические оксидные пленки обладают высоким пробивным напряжением (до 9300 В) и могут быть использованы при изготовлении высоковольтных прецизионных конденсаторов.

В [95] рассматривается окисление красителей в одном растворе под действием «тлеющего» и диафрагменного разряда. Используются «тлеющий» разряд при атмосферном давлении с электролитным катодом и так называемый диафрагменный разряд. Металлические детали электронных узлов были изготовлены из нержавеющей стали. В случае «тлеющего» разряда металлический катод погружался в электролит. При обратной полярности металлический анод находился над поверхностью на расстоянии нескольких миллиметров. В этом случае напряженность поля в положительном столбе тлеющего разряда постоянного тока составляла около 10^3 В/м, а катодное падение потенциала у поверхности раствора в зависимости от свойств раствора и тока разряда в пределах 400-900 В. Для установления зависимости

эффективности газоразрядной активации растворов электролитов от вида и параметров используемого разряда были проведены исследования кинетики гомогенного процесса окисления водного раствора окислителя. С целью изучения этого процесса была использована ячейка, позволяющая зажигать как «тлеющий», так и диафрагменный разряд с электролитными электродами. Ток «тлеющего» разряда варьировался в пределах 20 - 50 мА, ток диафрагменного разряда составлял 70 - 250 мА. В ячейку объемом 300 мл. добавляли 1 мл. 2% раствора серной кислоты для обеспечения необходимой проводимости. Опыты показали, что в обоих случаях процесс окисления красителя протекает через стадию образования коллоидной фазы. На изменение интенсивности проходящего через раствор излучения оказывают влияние два фактора. Во-первых, прозрачность раствора растет вследствие уменьшения концентрации молекул красителя, во-вторых, рассеяние света возрастает из-за образования коллоидных частиц. Максимальная скорость деструкции красителя наблюдалась при воздействии на раствор диафрагменным разрядом. Такой вид газоразрядной активации растворов, по мнению авторов, может быть использован для очистки воды и водных растворов от органических и неорганических загрязнений, стерилизации растворов и помещаемых в раствор объектов, обработки природных и синтетических полимерных материалов.

Приведен способ модифицирования (отбеливания) льняных волокон в плазменно-растворном реакторе при иницировании процесса контактным разрядом. Экспериментально доказывается иницирование окислительных процессов в растворах плазмой при атмосферном давлении на примере окисления галогенид ионов (J^- , Br^-) и окислительной деструкции водного раствора красителя. Целью экспериментов являлась оценка возможностей различных типов разряда (контактного, коронного и тлеющей дуги) и сравнение их с другими способами окисления. Исследования показали наличие двух основных стадий процесса в растворе - накопление генерируемого плазмой окислителя и непосредственно окисления молекул красителя. Механизм окисления зависит от кислотности раствора и наличия в нем ионов металлов. Отмечается образование промежуточных продуктов положительно заряженных коллоидных частиц. При длительной газоразрядной обработке окисление приводит к образованию низкомолекулярных продуктов с очисткой воды. Отмечается, что достаточно сложно создать плазменно-иницированные процессы, обладающие высокой селективностью воздействия на материалы, так как имеет место сильная обратная связь между химическими процессами, иницируемые плазмой, и ее физическими свойствами. Тем не менее, плазменная обработка водных растворов позволяет иницировать гетерогенные окислительные процессы и может быть использовано в технических целях. Эти возможности были проверены в экспериментах по отбеливанию льняной

ровницы и пряхи. Таким образом, показана перспективность технологического применения активируемых плазмой процессов в растворах.

Электрический разряд с жидким металлическим катодом широко используется в ртутных выпрямителях [68]. Их выпрямляющее действие основано на поддержании около катода постоянного маломощного разряда между ртутью-катодом и так называемым ртутным анодом.

В [72] на основе результатов экспериментального исследования описан механизм плазменно-электролитного нагрева. Поверхностный слой активного электрода при бомбардировке заряженными частицами нагревается и упрочняется. При этом охлаждение его за счет теплообмена с окружающей жидкостью через парогазовую оболочку предотвращает возможность изменения структуры металла в объеме.

В [96] отмечено, что традиционные способы очистки металла в металлургии отличаются существенными недостатками: химическое травление связано с потерей металла и загрязнением окружающей среды; механические способы - с высоким износом инструмента и образованием налета на поверхности металла. Этим объясняется большой интерес к исследованию новых электрофизических способов очистки с применением плазмы газового разряда. Однако газовые разряды имеют свои особенности. Очистка тлеющим разрядом и ионной бомбардировкой проката требует высокого вакуума в зоне очистки и сложного вакуумного оборудования.

Большое количество исследований посвящено проблеме очистки и обеззараживания воды с помощью различных типов газовых разрядов. Предполагается, что обеззараживающее действие импульсного электрического разряда в воде связано с несколькими факторами влияния на микроорганизмы [97]. Под действием свободных атомов и радикалов происходит распад аминокислот и белка, деполяризация нуклеиновых кислот, расщепление других биологически активных веществ. Кроме этого, непосредственное действие на микроорганизмы оказывает ударная волна и ультрафиолетовое излучение разряда в жидкости. Обеззараживающее действие продолжается длительное время после прекращения разрядной обработки (сутки, неделя и более), что вызвано действием продуктов разложения микроорганизмов в активной фазе процесса. Явно выраженное бактерицидное действие на микробную клетку отмечается при энергии разряда $(0,6 - 0,8) \cdot 10^2$ Дж.

В [98] разработаны технологические процессы повышения долговечности, качества и надежности медицинских инструментов путем модификации поверхностного слоя плазмой разряда с жидким катодом. Обработке подвергались изделия из коррозионно-стойких и износостойких сталей, титановых сплавов. Показано, что плазма данного разряда может быть наиболее эффективно использована для очистки, полировки, с одновременным

удалением трещиноватого и рельефного слоев, упрочнения, газонасыщения, активации поверхности, улучшения механических и других служебных характеристик обрабатываемого изделия.

При разработке технологических процессов очистки плазмой разряда с жидким катодом, объектом исследования были выбраны стальные изделия медико-инструментальной промышленности: иглодержатели и микрохирургические инструменты. Оптимальные режимы очистки данных изделий следующие: $q = 7,3 \cdot 10^3 \text{ Вт} \cdot \text{м}^{-2}$, $l = 2 \text{ мм}$, $t = 10 \text{ мин}$. Температура изделия контролировалась с помощью платинородиевых термопар. Показано, что очистка микрохирургических инструментов и иглодержателей плазмой разряда с жидким катодом может быть использована перед нанесением на них покрытий нитрида титана ионно-плазменным методом.

При плазменной полировке разрядом с жидким катодом коробчатого замка зажима, коробчатого замка иглодержателя, микрохирургических игл и ультразвуковых инструментов максимальный результат достигается за определенный промежуток времени. Например, при плазменном воздействии на исходную поверхность с шероховатостью не менее 8-9 класса за 30 - 40 мин обработки достигается $R_a = 0,25 - 0,2 \text{ мкм}$. Поверхность после плазменной обработки становится более однородной, и удаляются примесные дефекты. Установлено, что снижение шероховатости максимально при воздействии с тепловым потоком $7,4 \cdot 10^3 \text{ Вт} \cdot \text{м}^{-2}$ и $8,2 \cdot 10^3 \text{ Вт} \cdot \text{м}^{-2}$. Сделаны следующие выводы: для достижения 10 класса шероховатости необходимо производить обработку при Q_a соответствующей «дождевой форме разряда», при этом термический КПД составляет 20-21%. Существенную роль при выборе режима плазменной полировки играет межэлектродное расстояние l . Для каждого металла найдены оптимальные l . Они находятся в интервале от 1,5 до 2,5 мм.

1.5. Выводы по 1 главе

До недавнего времени отечественное производство порошков железа было основано на трех технологических схемах: восстановлении оксидов железа углеродом по методу несмешивающихся слоев в тоннельных печах, комбинированном восстановлении сыпучей шихты в горизонтальных муфельных печах и восстановлении брикетированной шихты в вертикальных печах [32]. Как видно из изложенного обзора, разряд с жидким катодом широко используется в плазмохимии, электронике, машиностроении и в других отраслях промышленности. Область его применений быстро расширяется, в последние годы наметились новые перспективные направления внедрения в производство. Несмотря на это электротермические процессы в таких разрядах остаются малоизученными.

К настоящему времени стал очевидным тот факт, что метод плазменного

распыления по сравнению с другими методами обладает рядом существенных преимуществ а именно: сравнительно низкими энергозатратами, высокой производительностью и технологичностью, широкими возможностями автоматизации и механизации отдельных технологических операций, в первую очередь поддержание технологических параметров, влияющих на дисперсность порошка.

Глава 2

Экспериментальные исследования характеристик парогазового разряда

В этой главе представлено описание экспериментальной установки и аппаратуры для исследования электрофизических процессов в парогазовых разрядах горящих между жидким и металлическим электродами. Приведены описания методик проведения экспериментов и обработки результатов; даны оценки погрешности измерений и вычислений параметров разряда. Представлены результаты экспериментальных исследований парогазового разряда, его вольтамперные характеристики и падение напряжения в электролитах, плотности тока на электролитическом катоде и металлическом аноде, распределение потенциала и напряженности электролитического поля, катодное и анодное падения потенциала, характеристики парогазового разряда.

2.1 Функциональная схема экспериментальной плазменной электротермической установки

Экспериментальная установка предназначена для исследования электрического разряда в диапазоне параметров напряжений разряда $U_p=0\div3$ кВ, токов $I=0,01\div8$ А, межэлектродных расстояний $l=0,1\div100$ мм. Функциональная схема установки, реализующая перечисленные условия, представлена на рисунке 2.1.

Электротермическая установка с твердым и жидким электродами состоит из систем электрического питания, электролитической ванны, контрольно-измерительной аппаратуры, устройство для перемещения твердого электрода относительно электролита.

Источник питания 1 обеспечивает подачу регулируемого стабилизированного постоянного напряжения по токоподводам 2 на разрядный промежуток. Электрод 4 обеспечивает токоподвод к жидкому электроду 6 разрядной камеры. Оборудование 5 служит для сбора и хранения (бак, обратный клапан 11), очистки (фильтры и центрифуга), подачи и регулирования (насосы 13 и вентили 10) параметров электролита 6. Межэлектродное расстояние регулируется при атмосферном давлении устройством 7. Вентиляторы 8 и 14 служат для отсоса из рабочей зоны паров воды и газов. С помощью змеевика 12 можно регулировать температуру электролита подавая воду по трубопроводу 15. По трубопроводу 16 эта вода отводится в канализацию. Координатное устройство 7 также служит для измерения размеров электродных пятен и при зондовых измерениях.

Рассмотрим структуру и работу отдельных систем экспериментальной

установки более подробно.

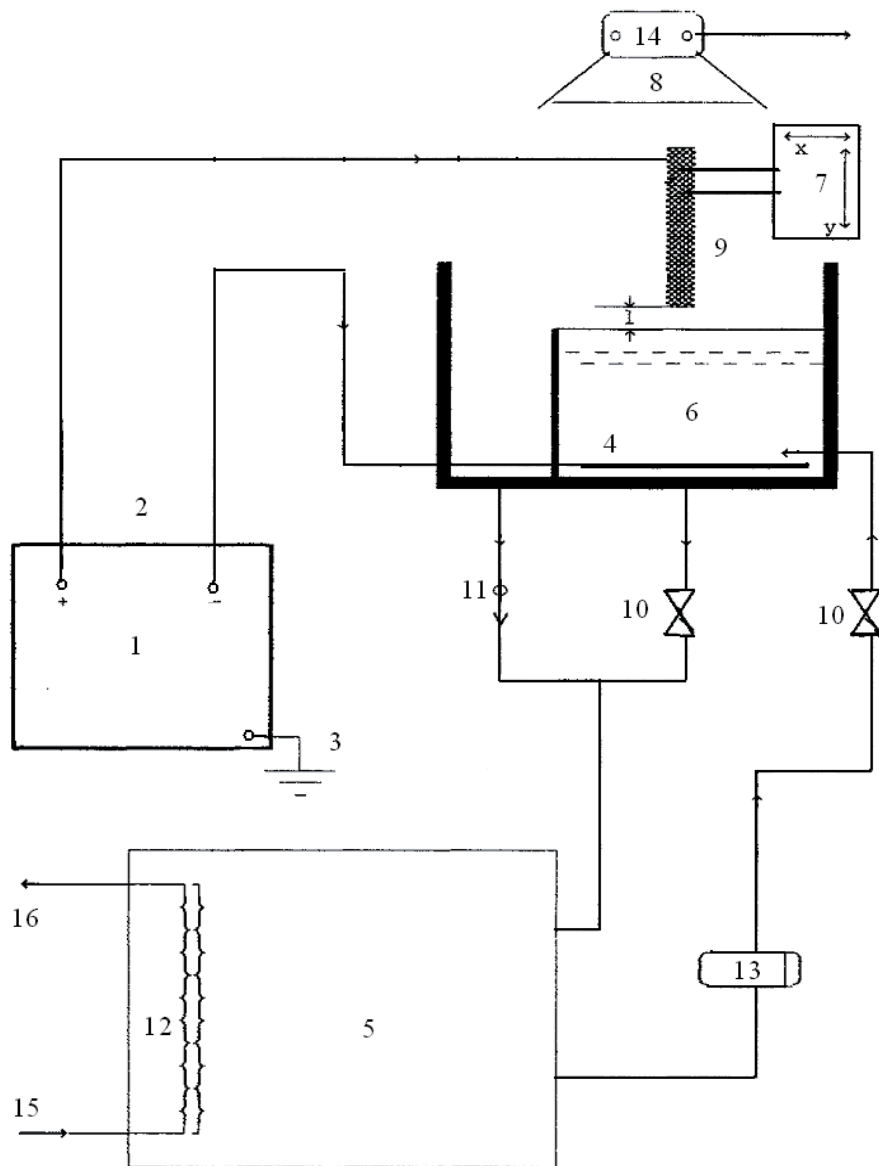


Рисунок 2.1 – Функциональная схема экспериментальной электротермической установки:

1 – источник питания; 2 – токоподвод; 3 – заземлитель; 4 – токоподводящая пластина; 5 – емкость для хранения электролита; 6 – электролитная ячейка; 7 – координатное устройство; 8 – вытяжной кожух; 9 – твердый металлический электрод (анод); 10 – вентили; 11 – обратный клапан; 12 – змеевик; 13 – насос; 14 – вентилятор; 15, 16 – трубопровод охладителя.

2.2 Система электрического питания экспериментальной установки

Эта система (рисунок 2.2) предназначена для питания разряда, измерительной аппаратуры и вспомогательного оборудования

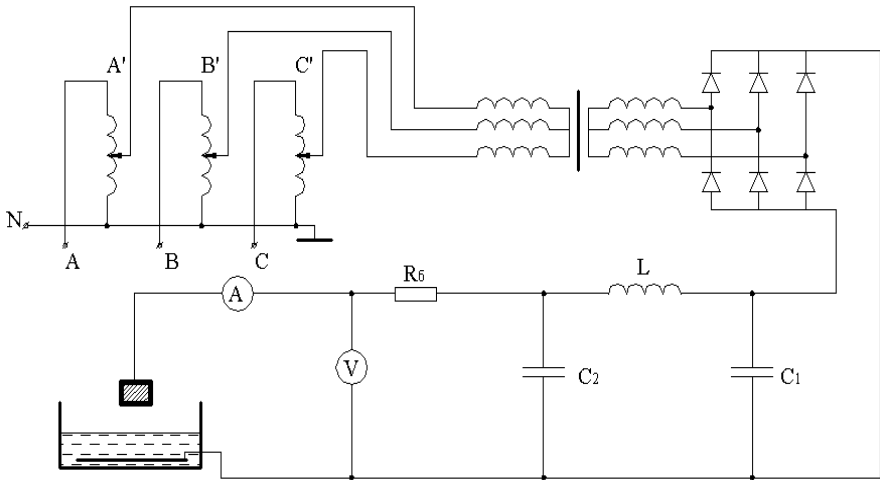


Рисунок 2.2 - Система электрического питания экспериментальной установки

Источник питания обеспечивает регулируемое постоянное напряжение до 4000 В при номинальном токе до 8 А. Трехфазное сетевое напряжение через предохранители и рубильник, подается на регулятор напряжения типа ИР 60 УХЛ4, который позволяет регулировать трехфазное напряжение от 0 до 660 В. После регулятора напряжения питание подается на повышающий трехфазный трансформатор. На выходе с трансформатора можно получить напряжение до 3000 В. Переменное напряжение подается на выпрямитель, собранный по схеме Ларионова из вентилях типа ВЛ-200. Амплитуда пульсаций выпрямленного напряжения сглаживается П-образным L-С фильтром ($C_1=C_2=100 \text{ мкФ}$, $L=50 \cdot 10^{-3} \text{ Гн}$) уменьшается от 6% до 1% от выпрямленного. Далее для регулирования напряжения и ограничения тока в случаях короткого замыкания используются балластные сопротивления. Блок этих сопротивлений позволяет получить сопротивление от 20 до 200 кОм. Токи и напряжения измеряются щитовыми приборами кл. точности 0,5 и 1,5, установленными на пульте управления. На нем же размещены кнопки пуска и выключения ИП, низковольтных выпрямителей, питающих электродвигатели вспомогательного оборудования, понижающего трансформатора, питания двигателей оснастки, координатных устройств регулирования межэлектродного расстояния и зондовых измерений (ЭД типа РД-110-Р8), кнопки включения и выключения вентиляторов отсоса паров воды и газов, и т.д., сигнальные лампочки.

Суммарная электрическая мощность, потребляемая экспериментальной установкой, не превышает 10 кВт.

2.3 Электролитическая ванна

Ванна изготовлена из оргстекла и заполняется исследуемыми электролитами необходимой концентрации. На дне ванны находится медная пластинка, соединенная с одной из клемм источника питания. Верхний твердый электрод присоединяется к другой клемме источника. Этот электрод установлен на координатном устройстве, позволяющем регулировать межэлектродное расстояние. Температура жидкости и газа измерялась ртутным термометром ТН4-М.

2.4. Системы охлаждения и подачи электролита

Система, охлаждения установки служит для охлаждения твердых электродов, электролита. Она питается из магистральной водопроводной сети, а подача электролита осуществляется из специального бака. Система охлаждения работает под напором воды водопроводной сети, и давление воды в ней регулируется с помощью водопроводной запорной арматуры. Функциональная схема снабжения электролитной ячейки электролитом показана на рисунке 2.1. Подача электролита 6 в электролитическую ячейку (рисунок 2.1) осуществляется насосом 13. Расход электролита измеряется ротаметром марки РС-7 или определяется измерением его расхода из промежуточной емкости. Предварительная тарировка ротаметра позволяет измерять расход электролита с погрешностью не более 5%. Расход электролита регулируется вентилем 10. Межэлектродное расстояние регулируется остнасткой 7 (рисунок 2.1) перемещением электрода 9 и устанавливается с точностью $\pm 0,5 \cdot 10^{-3}$ м.

Электролитическая ванна состоит из диэлектрического корпуса 1 (рисунок 2.3), медной пластинки 2, служащей для подвода напряжения к электролиту 3, медного или стального охлаждаемого электрода 4. Электрод 4 закрепляли на координатном устройстве 7 (рисунок 2.1), позволяющем регулировать межэлектродное расстояние. В качестве электролита использовались дистиллированная или техническая вода, электролиты различной природы и концентрации. Температура жидкости измеряли ртутным термометром ТН4-М ценой деления шкалы $0,1^\circ\text{C}$, т. е. с погрешностью не более 1,2%. Разрядный ток изменяли регулированием напряжения источника питания регулятором напряжения типа ИР 60 УХЛ 4 или с помощью балластного сопротивления. Разрядный ток измеряли амперметром типа Ц4311 (кл. точности 1,0) и прибором марки МУ69 (кл. точности 0,5), а напряжение в разрядном промежутке измеряли емкостным киловольтметром типа С75 (кл. точности 1,5)

или щитовым прибором класса, точности 1,0.

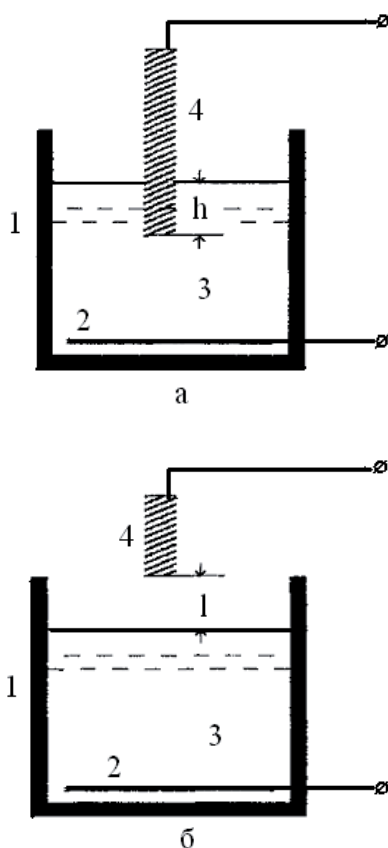


Рисунок 2.3 – Схема модификаций разрядов с жидким катодом в электролитической ячейке:

1 – электролитическая ванна; 2 – токоподвод (медная пластина); 3 – электролит; 4 – металлический анод

2.5 Измерительная аппаратура. Методика проведения экспериментов и оценка точности измерений

Экспериментально исследовался электрический разряд между жидким анодом и твердым металлическим анодами в диапазоне $l=1\div 10$ мм, $I=0,01\div 8$ А, $U=400\div 3000$ В. В качестве жидкого катода использовалась дистиллированная и техническая вода, растворы NaCl , CuSO_4 и т.д. С целью обеспечения хорошей повторяемости результатов измерений использовались твердые электроды с определенной шероховатостью поверхности R_a от 0,8 до 1,6 мкм. До начала

эксперимента они подвергались тренировке электрическим разрядом. Для тренировки выбирались режимы, когда разряд горел устойчиво и поверхность твердого электрода была покрыта свечением. В течение 10-30 минут тренировки напряжение разряда уменьшалось на 1-3%. Дальнейшее увеличение времени тренировки электродов не вызывало изменения напряжения разряда. Поэтому твердые электроды подвергались тренировке в течении не менее 30 минут. Перед каждым экспериментом ареометром определялась плотность жидкого электрода. Одной из основных характеристик электрического разряда в газе является его вольт-амперная характеристика. В экспериментах ВАХ записывалась с помощью двухкоординатного планшетного самописца ПДП-4-002. Относительная погрешность измерения напряжения и тока разряда не превышали 1,5%. При определении вольт-амперных характеристик сначала измерялось суммарное падение напряжения в разряде и электролите. Затем анод вводился в электролит так, чтобы его смоченная поверхность равнялась площади катодного пятна, и определялось падение напряжения в электролите. Падение напряжения в разряде определялось как разность вышеуказанных величин.

Для каждого набора значений давления, межэлектродного расстояния, материала, состава и диаметра электрода регистрация ВАХ разряда проводилась не менее 7 раз.

Температура среды в вакуумной камере и электролита контролировалась с помощью термометров с ценой деления $0,5^{\circ}\text{C}$.

Плавающий потенциал $U(f)$ плазмы в разряде измерялся одиночным цилиндрическим зондом. Для проведения зондовых исследований было создано координатное устройство. Оно состоит из трехкоординатника, предназначенного для передвижения зонда в пространстве и однокоординатника для перемещения электрода только вдоль оси Z . Диапазоны перемещения зонда по осям X , Y , Z составляют 100мм, 60мм, 120мм соответственно, а электрода — 100 мм. Перемещение зонда и изменение межэлектродного расстояния осуществляется с помощью реверсивных электродвигателей M_1 , M_2 , M_3 , M_4 . Координатное устройство снабжено измерительными линейками и электрическими реостатными датчиками. Координаты зонда определяются с погрешностью не более $\pm 0,5$ мм. Схемы питания и управления реверсивными двигателями координатного устройства являются стандартными. Кнопки управления выведены на лицевую панель.

Цилиндрические зонды имели диаметр от 0,05 до 0,2 мм и длину 1,5-2,5 мм. Геометрические размеры зондов измерялись при помощи микроскопа типа МПБ-1 с ценой деления 0,025 мм. Нерабочая часть зондов изолировалась кварцевым капилляром, который в свою очередь частично вставлен в керамическую трубку – оправку.

Плавающий потенциал плазмы измерялся с помощью электростатических вольтметров, практически исключающих утечку тока в измерительной цепи. Этот метод хорошо известен и опробован в ряде работ. Для приближенной оценки разности потенциалов зонда и плазмы можно пользоваться формулой:

$$\frac{l * (U_S - U_F)}{k * T * e} = \frac{1}{2} \ln \left(\frac{\pi}{2} * \frac{m_E}{m_M} \right) \quad (2.1)$$

Она выведена Ченом для плазмы без магнитного поля [105]. Оценка разности $U_S - U_F$ с учетом условий в разряде ($kTe \sim 1-2$ эВ) дает величину 7-15 В. Измерения показали, что потенциал электрического поля в диапазоне $P=1,3-15$ кПа меняется от 100 В до 4500 В при движении от анода к катоду. Ясно, что относительная погрешность измерения потенциала плазмы максимальна у анода. Она составляет 10-15% и уменьшается в направлении катода. Анодное и катодное падение потенциала были получены графической экстраполяцией измеренных значений потенциала на граничные поверхности электродов. По измеренным распределениям потенциала U_F проведены расчеты распределения напряженности электрического поля в межэлектродном пространстве с использованием формулы

$$\vec{E} = -grad U_F$$

Средненную плотность тока на электродах определяли по формуле

$$-j = \frac{I}{S}$$

Площади сплошных катодных и анодных пятен определяли путем определения их диаметров с помощью зондов и координатника. Погрешность измерения диаметра пятна достигает 0,5 мм. Катодные пятна сложной структуры спроектировались на экран с миллиметровой сеткой, как это было сделано в [75].

2.6 Особенности парогазового разряда, его вольт – амперные характеристики и падение напряжения в электролите

При атмосферном давлении электрический разряд имеет форму усеченного конуса с некоторым бочкообразным расширением в средней части. Анодное пятно занимает всю торцевую или несколько меньшую поверхность цилиндрического электрода. Катодное пятно имеет несколько большую площадь и принимает в основном форму сечения твердого электрода. При атмосферном давлении и малых межэлектродных расстояниях на поверхности электролитического катода наблюдается сплошное пятно синего цвета, а на

поверхности металлического анода пятно имеет фиолетовый цвет (рисунок 2.4).

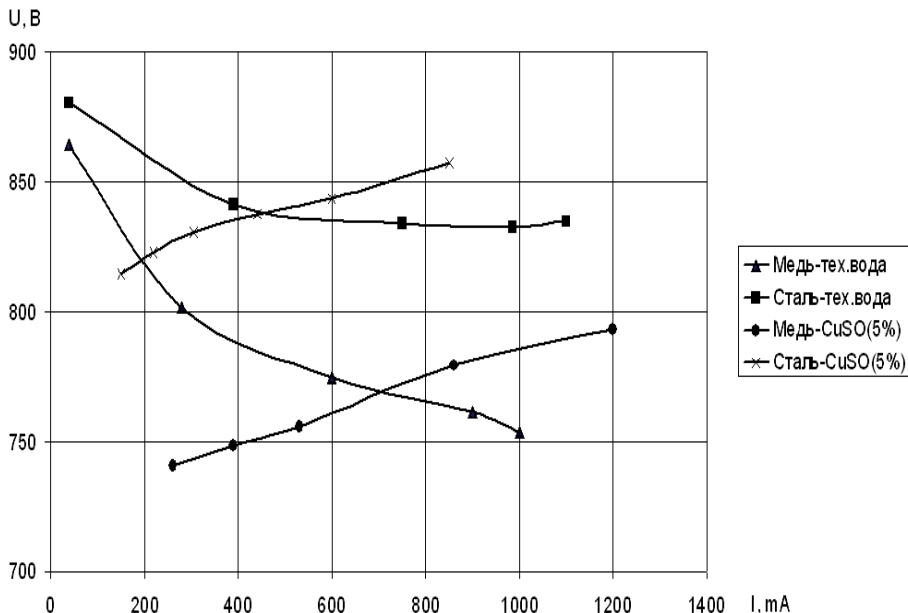


Рисунок 2.4 - ВАХ пароголового разряда между металлическим анодом ($d=10mm$) и жидким катодом при межэлектродном расстоянии $L=3$ мм и атмосферном давлении.

Состав и концентрация электролита существенно влияет на цвет плазменного столба пароголового разряда. В случае использования в качестве электролита раствор $NaCl$ в технической воде при больших токах ПС пароголового разряда становится жёлтым, а в случае использования в качестве электролита раствор Cu_2SO_4 в технической воде – зеленый с синим оттенком.

С увеличением силы тока цвет пароголового разряда становится желтым и в последующем – ослепительно белым, а металлический анод накаливается докрасна. В данном случае взаимодействие пароголового разряда с электролитическим катодом вызывает на поверхности жидкого неметаллического электрода волны.

В прикатодной области после темного катодного пространства появляется желтое свечение, а положительный столб имеет фиолетовый цвет. С дальнейшим увеличением тока выше $0,2$ А форма катодного пятна изменяется, положительный столб желтеет, тускнеет и исчезает сплошное катодное пятно. При токах более $0,6$ А около анода формируется положительный столб в виде яркого ослепительного шара и начинается распыление анода. При увеличении межэлектродного расстояния наблюдается диффузный разряд с визуальным

невидимым плазменным столбом.

Разряд в парогазовой среде при атмосферном давлении между жидким катодом и твердым анодом имеет форму усеченного конуса только при небольших межэлектродных расстояниях ($L = 1 - 4$ мм). В данном случае на твердом аноде наблюдается яркое пятно малого размера, которое приводит к испарению поверхности металла. Исследования с помощью микроскопа СП-52 показали, что ярко светящийся слой у катода с резкими границами состоит из уплотненных почти точечных пятен. С этих пятен в направлении к аноду простираются микроархивы, которые вблизи твердого анода образуют сплошной плазменный столб. Внутри объёма разряда наблюдаются ярко-белые контрагированные каналы, опирающиеся на анод. Количество каналов зависит от формы и размеров анода, а также от тока. При повышении тока эти каналы удлиняются в сторону катода. Они непрерывно меняют своё положение и со стороны катода не имеют чёткой границы. Когда катодом служит техническая вода вокруг этих каналов видны сферические образования, движение и изменение размеров которых напоминает бурное пузырьковое кипение жидкости. Эти сферы прозрачные. В центральной части разряда они молочно-белого цвета, а в периферии разряда имеют жёлто-красную поверхность, причём здесь их размеры намного больше, чем в центре разряда. С увеличением тока “пузырьковая” область расширяется. С внешней стороны эта область окружена жёлто-красным пламенем, размеры которой тоже возрастают при повышении тока. Когда катодом служат растворы солей разрядная область интенсивно светится и “пузырьки” еле заметны. Контрагированные каналы пробиваются до электролита и издаётся треск. В случае неохлаждаемого анода он быстро нагревается. Сначала контрагированные каналы появляются на острых кромках. При дальнейшем нагревании анода они располагаются по всей площади рабочего торца анода и беспорядочно перемещаются. При этом одни исчезают, другие появляются заново.

При $L > 4$ мм и атмосферном давлении положительный столб цилиндрической формы занимает большую часть межэлектродного промежутка, а вблизи жидкого катода имеет форму усеченного конуса. В случае, когда в качестве жидкого катода используется дистиллированная вода, расслоение положительного столба доходит почти до поверхности твердого анода.

Анализ экспериментальных данных показывает, что погружение катода в электролит приводит к уменьшению напряжения разряда U_0 на величину падения напряжения ΔU_0 . Как видно, с увеличением диаметра электрода d величина ΔU_0 уменьшается. Для дистиллированной воды U_0 возрастает примерно в 5 – 6 раз по сравнению со значением U_0 для технической воды.

Характерные зависимости падения напряжения в электролите от тока для

различных значений диаметра и геометрической формы металлического анода, состава и концентрации электролита приведены на рисунке 2.5.-2.10, где h - глубина погружения металлического анода.

В качестве анода использовались сталь и медь. Как видно, падение напряжения от тока зависит линейно и уменьшается с увеличением диаметра анода. Анализ экспериментальных данных показывает, что падение напряжения существенно зависит от состава и концентрации электролита.

На рисунке 2.11 приведены ВАХ тлеющего разряда между электролитическим анодом и металлическим анодом при атмосферном давлении и малых межэлектродных расстояниях L для различного состава и концентрации электролита. Здесь в качестве анода используется медный стержень и стальная трубка. Из анализа кривой 1 следует, что ВАХ парогазового разряда имеет три участка. В интервале тока разряда от 40 до 70 мА напряжение разряда меняется мало. Этот интервал тока соответствует нормальному тлеющему разряду.

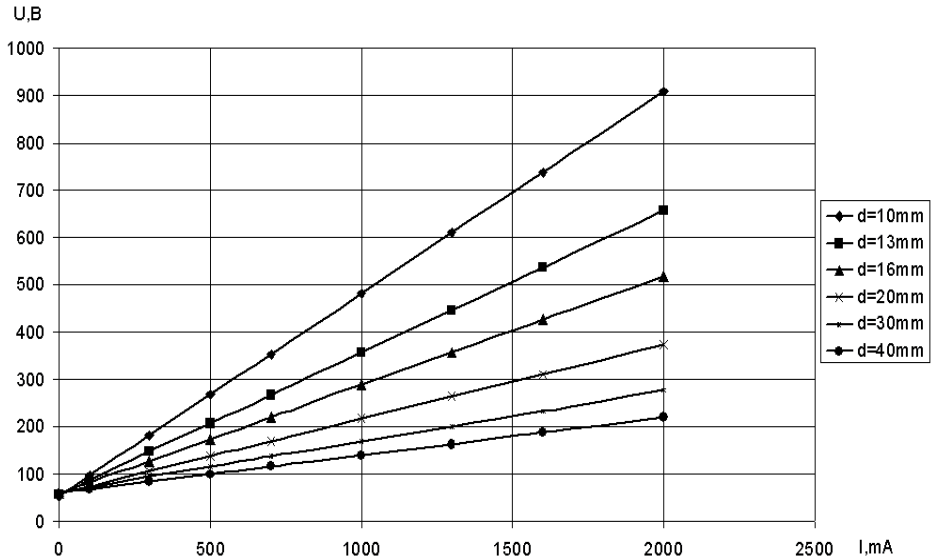


Рисунок 2.5 - Падение напряжения в парогазовом разряде между медным анодом и жидким катодом (водопроводная вода) при атмосферном давлении

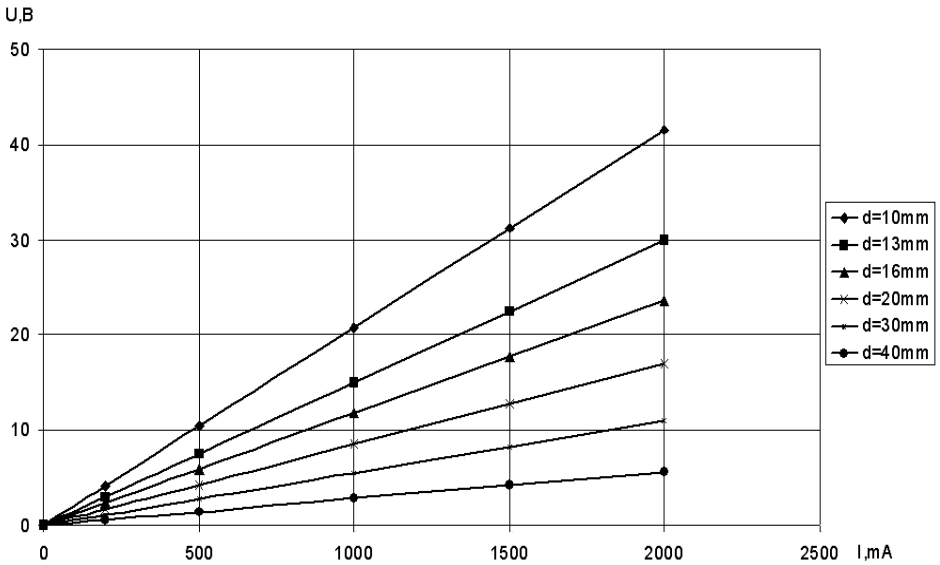


Рисунок 2.6 - Падение напряжения в парогазовом разряде между медным анодом и жидким катодом ($CuSO_4$) при атмосферном давлении

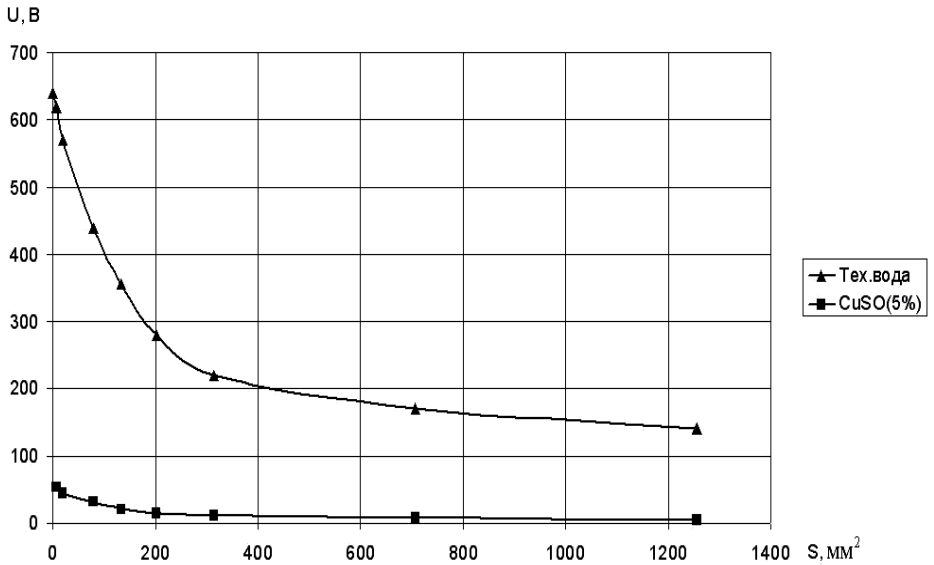


Рисунок 2.7 - Зависимость падения напряжения в парогазовом разряде медным анодом и жидким катодом (тех.вода, $CuSO_4$) от площади катодного пятна при силе тока $I=1A$ и атмосферном давлении

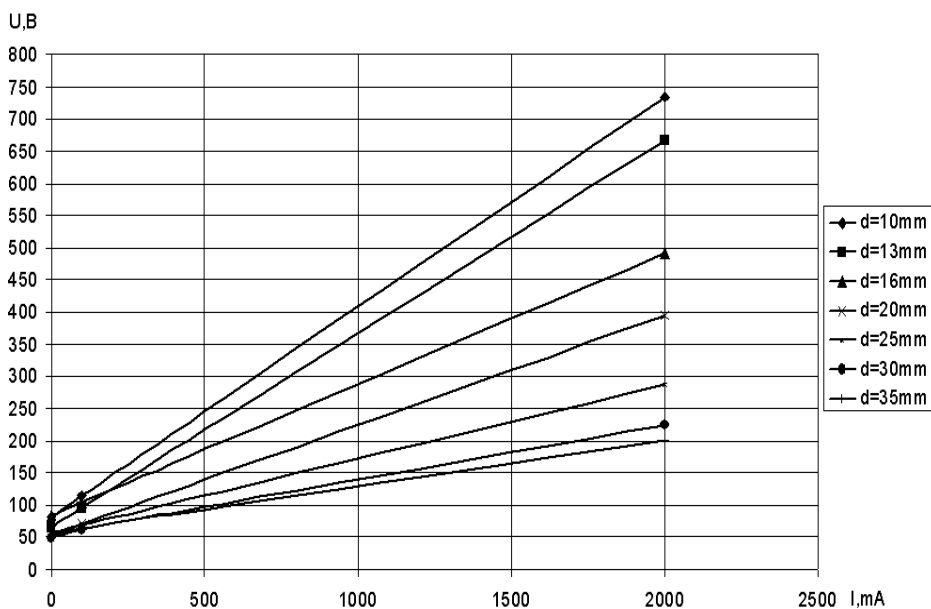


Рисунок 2.8 - Падение напряжения в парогазовом разряде между стальным анодом и жидким катодом (тех.вода) при атмосферном давлении

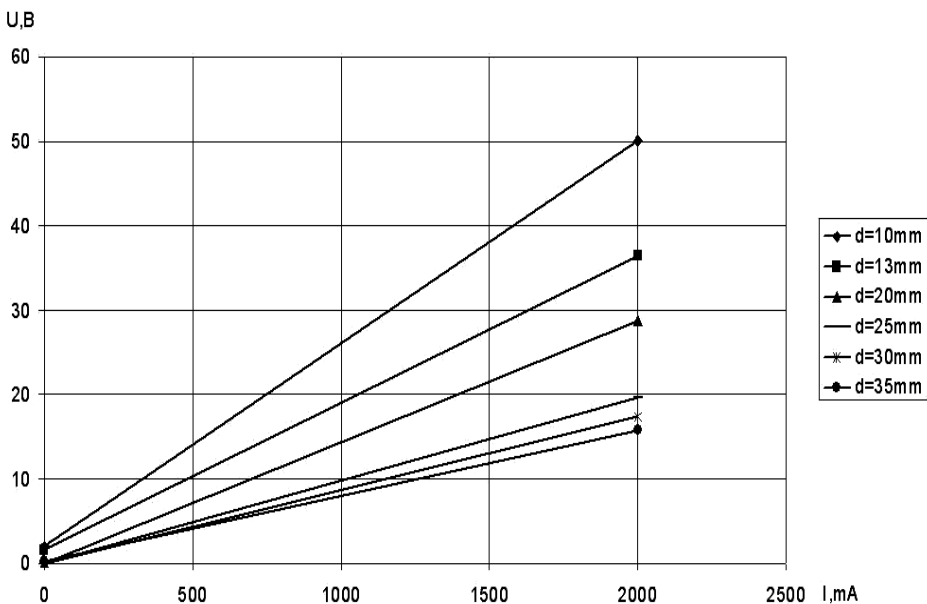


Рисунок 2.9 - Падение напряжения в парогазовом разряде между стальным анодом и жидким катодом (CuSO_4) при атмосферном давлении

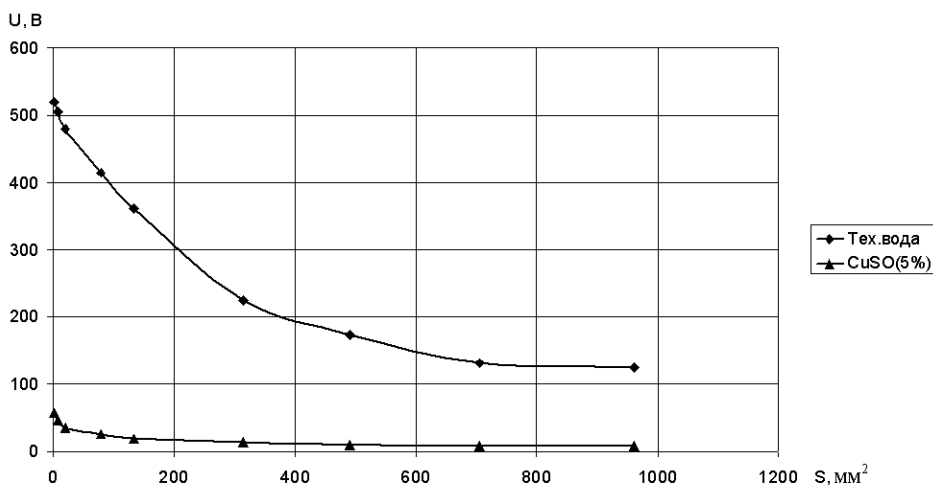


Рисунок 2.10 - Зависимость падения напряжения в парогозовом разряде медным анодом и жидким катодом (тех. вода, CuSO_4) от площади катодного пятна при силе тока $I=1\text{А}$ и атмосферном давлении

С ростом тока от 70 до 220 мА величина напряжения разряда возрастает. При $I=225\text{ мА}$ величина U достигает максимума, а затем с ростом тока напряжение разряда начинает уменьшаться. Этот участок развития разряда соответствует аномальному тлеющему разряду. В данном случае техническая вода служит большим балластным сопротивлением и поэтому горит устойчивый аномальный тлеющий разряд.

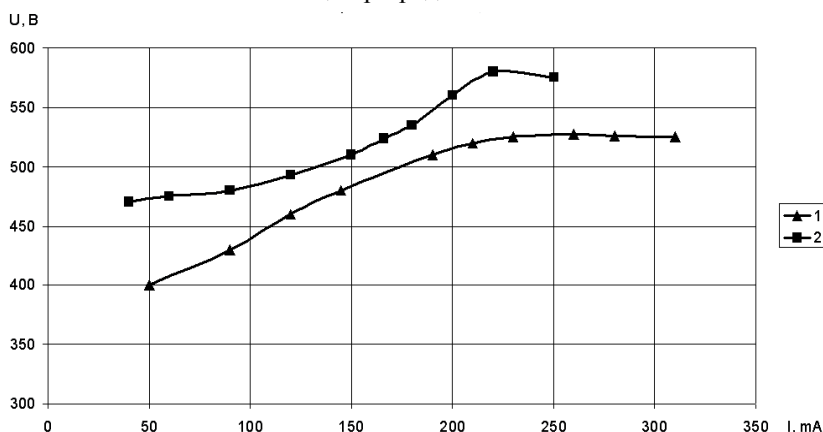


Рисунок 2.11 - ВАХ парогозового разряда между металлическим анодом и жидким катодом при атмосферном давлении:

1 - катод - техническая вода, анод - медный стержень $d = 3\text{ мм}$;

2 - катод - 5% Cu_2SO_4 в очищенной воде, анод - стальная трубка $d = 2\text{ мм}$

На рисунке 2.12 приведены ВАХ тлеющего разряда между электролитическим катодом и металлическим анодом для различного состава концентрации электролитического анода при малых межэлектродных расстояниях.

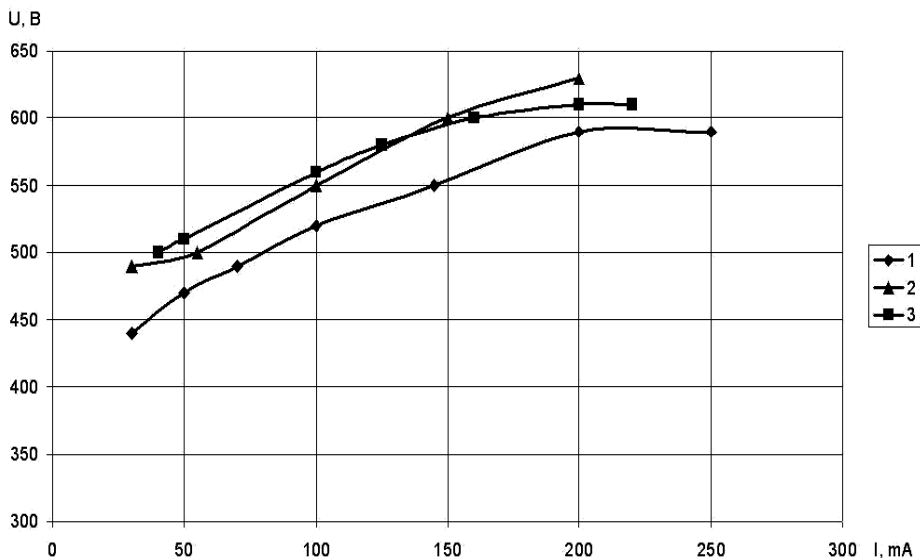


Рисунок 2.12 - ВАХ парогазового разряда между жидким катодом и металлическим анодом при атмосферном давлении:

1,2 - сплошной металлический анод и катод - 1% раствор CuSO_4 в очищенной воде;

3 - медный полый анод и катод - 2% раствор NaCl в технической воде

Как видно ВАХ тлеющего разряда имеет аналогичный характер как и на рисунке 2.11. Сравнение кривых 1 и 3 рисунок 2.12 показывает, что при $L=0,1$ мм и $L>100$ мА величина U повышается.

На рисунке 2.13 представлены ВАХ парогазовых разрядов при атмосферном давлении. Кривые 1 и 2 соответствуют тлеющему разряду сплошным пятном на электролитическом катоде и металлическом аноде. Анализ этих кривых показывает, что при малых межэлектродных расстояниях с ростом тока нормальный тлеющий разряд переходит в аномальный ТР, который был описан выше (рисунок 2.11 и 2.12). С дальнейшим ростом межэлектродного расстояния и тока разряда аномальный ТР переходит в тлеющий разряд с контрагированным пятном на металлическом аноде и распределенными пятнами на электролитическом катоде (кривая 3). Если межэлектродные расстояния и ток разряда увеличить ещё больше, то наблюдается неустойчивый парогазовый разряд (вид III рисунок 2.13). В данном случае наблюдается контрагированный плазменный столб, который в

сторону электролитического катода расширяется и на поверхности жидкости опирается на точечные пятна. В зависимости от состава и концентрации электролита и материала анода вокруг парогозового разряда образуется ореол соответствующего цвета. Естественная конвекция воздуха приводит затуханию разряда, однако не происходит переход в контрагированный или дуговой разряд. Происходит лишь контракция ПС. Изучение парогозовых разрядов указанных типов показало, что при атмосферном давлении между электролитическим катодом и металлическим анодом не горит контрагированный разряд с точечными пятнами на жидком катоде и металлическом аноде.

Тлеющий разряд между электролитическим катодом и металлическим анодом не переходит в дуговой разряд как между металлическими электродами. Если неустойчивый парогозовый разряд при атмосферном давлении, больших межэлектродных расстояниях и токах гаснет, то при малых межэлектродных расстояниях всё происходит наоборот. В данном случае тлеющий разряд между электролитическим катодом и металлическим анодом переходит в многоканальный разряд. Разновидности многоканального разряда при малых межэлектродных расстояниях представлены на рисунке 2.13 линии 4 и 5, кривая 6. При $L=0$ наблюдаются два вида многоканального разряда: конусообразные и микроканальные. Многоканальный разряд при атмосферном давлении и малых межэлектродных расстояниях может гореть до больших величин тока разряда (400А) [106]. В данном случае происходит увеличение числа микроканалов между электролитическим катодом и металлическим анодом. При больших межэлектродных расстояниях и токах можно также получить многоканальный разряд, если увеличить вкладываемую мощность и ограничить естественную конвекцию воздуха. Таким образом, на основе анализа и обобщения экспериментальных данных построена единая картина парогозовых разрядов и установлен их взаимный переход.

ВAX парогозовых разрядов между электролитическим катодом (водопроводная вода, CuSO_4) и металлическим анодом (сталь, медь) различного диаметра при атмосферном давлении показаны на рисунке 2.14 - 2.15. На рисунке 2.14 показано сравнение ВAX для различного рода материала металлического анода и электролитического катода. ВAX разряда, в котором электролитическим катодом является водопроводная вода, имеет падающий характер, в связи с тем что для этого случая характерно значительное увеличение падения напряжения в электролите при увеличении силы тока нежели в случае, когда электролитом является водный раствор медного купороса CuSO_4 (см. рисунок 2.7, 2.10).

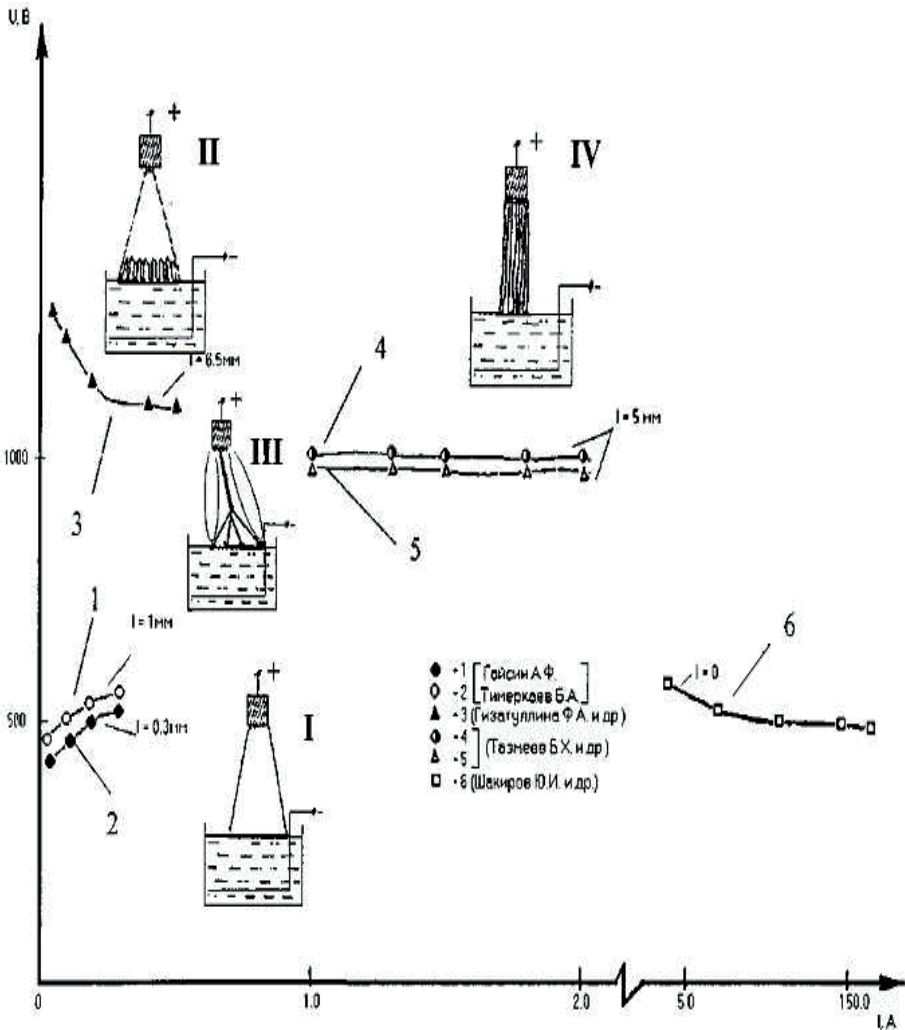


Рисунок 2.13 - ВАХ основных видов парогазовых разрядов при атмосферном давлении:

1,2 - тлеющий разряд сплошным пятном на электролитическом катоде и металлическом аноде (1 - техническая вода - катод, анод - медный стержень $d = 3\text{ мм}$; 2 - 5% Cu_2SO_4 в очищенной воде - катод, анод - стальная трубка $d = 2\text{ мм}$);

3 - тлеющий разряд с распределенными пятнами на электролитическом катоде и контрагированным пятном на металлическом аноде (3 - техническая вода - катод, анод - медный стержень $d = 5\text{ мм}$);

4,5 - многоканальный разряд (4 - техническая вода - катод, анод - медный сплошной цилиндр $d = 30\text{ мм}$; 5 - катод - пористое тело $d = 90\text{ мм}$, анод - техническая вода);

многоканальный разряд (катод - насыщенный раствор NaCl в очищенной воде, анод - медный сплошной цилиндр)

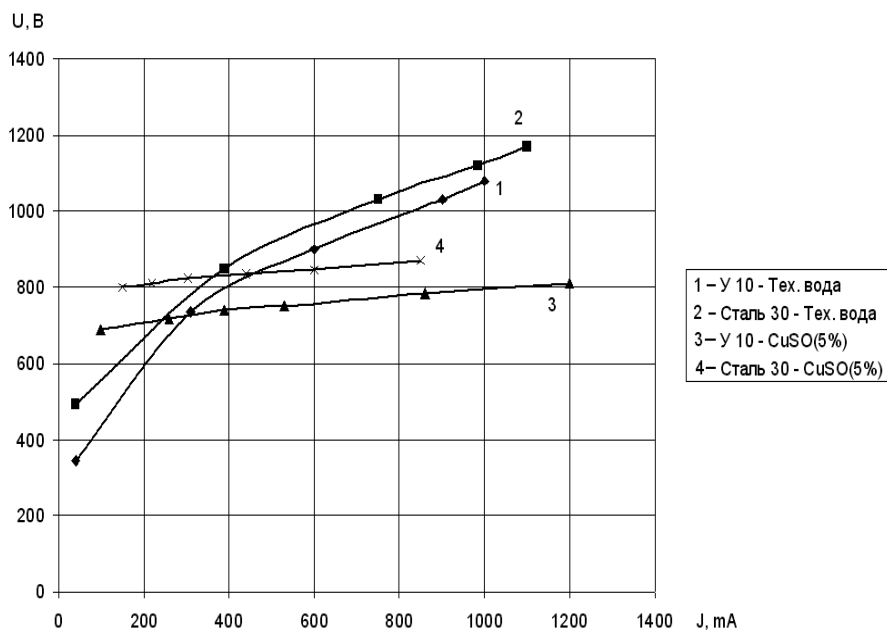


Рисунок 2.14 - ВАХ парогозового разряда между металлическим анодом ($d=10\text{mm}$) и жидким катодом при межэлектродном расстоянии $L=3\text{ мм}$ и атмосферном давлении

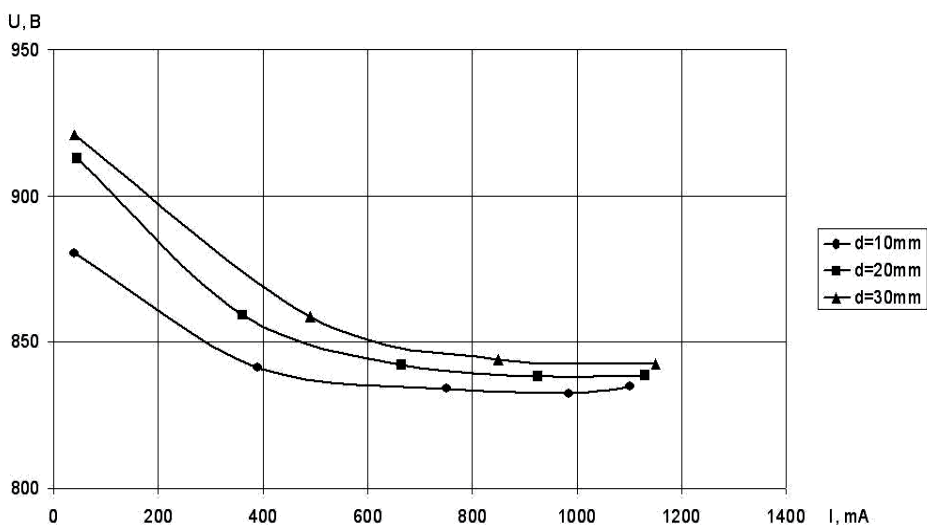


Рисунок 2.15 - ВАХ парогозового разряда между стальным анодом и жидким катодом (водопроводная вода) при межэлектродном расстоянии $L=3\text{ мм}$ и атмосферном давлении

На рисунок 2.15 показано сравнение ВАХ парогозового разряда при различных диаметрах металлического анода. Видно, что для достижения определенной силы тока для электродов меньшего диаметра требуется приложить меньшее напряжение, так как чем больше диаметр металлического электрода, тем больше диаметр плазменного столба и соответственно больше его сопротивление.

На рисунок 2.16 – 2.17 видно, что прилагаемое напряжение при одних и тех же условиях для достижения определенной силы тока обратно пропорционально проводимости материала металлического электрода. На рисунок 2.16 приведены ВАХ парогозового разряда при различных межэлектродных расстояниях, по которым можно заключить, что прилагаемое напряжение значительно увеличивается с ростом межэлектродного расстояния L (мм) от 1 до 7 мм в разряде не зависимо от материала металлического анода и электролитического катода

Были проведены исследования разряда между жидким катодом (Cu_2SO_4 , NaCl , техническая вода) и твердым анодом (медный или стальной цилиндр различного диаметра) при $U_{\text{общ}}=500 - 2500$ В, $I=0,03 - 2$ А.

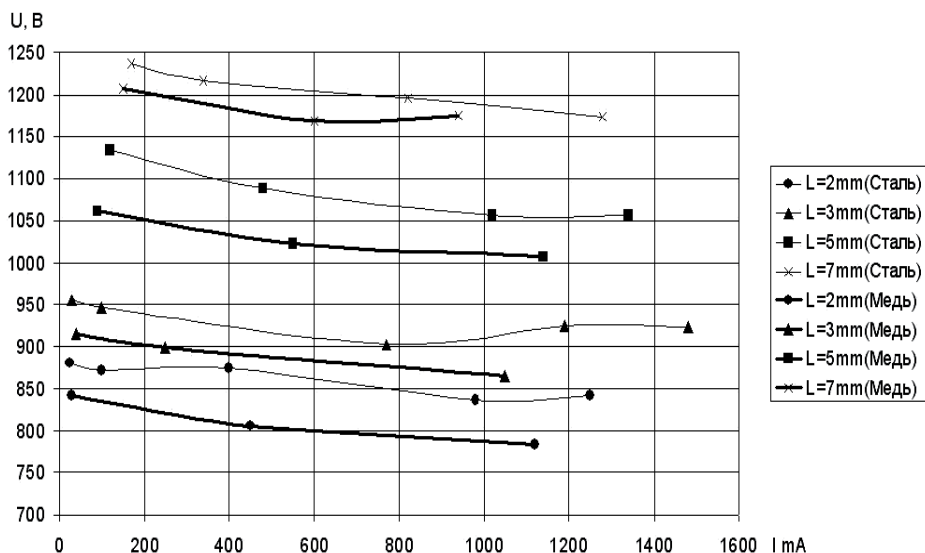


Рисунок 2.16 - ВАХ парогозового разряда между металлическим анодом ($d=35$ мм) и жидким катодом (водопроводная вода) при атмосферном давлении

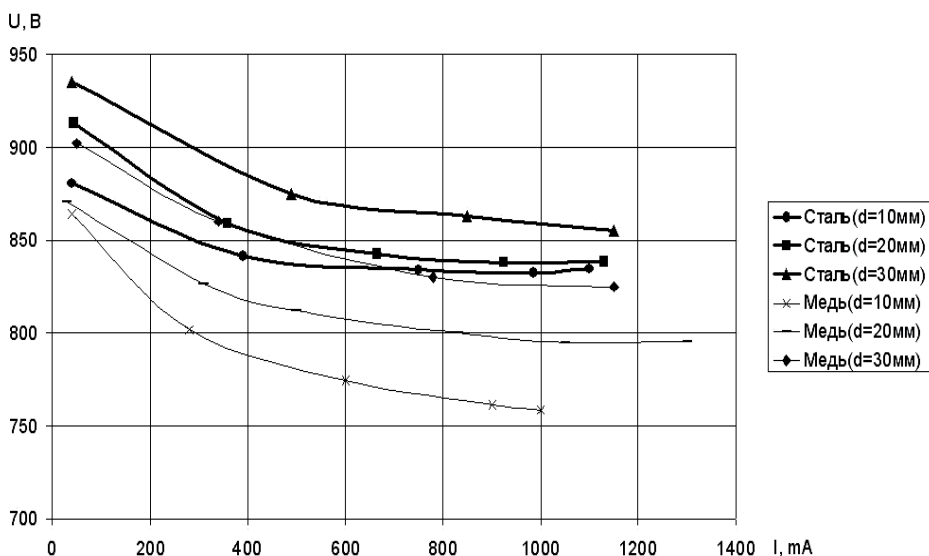


Рисунок 2.17 - ВАХ парогозового разряда между металлическим анодом и жидким катодом (водопроводная вода) при межэлектродном расстоянии $L=3$ мм и атмосферном давлении

На основе полученных вольт – амперных характеристик для медных и стальных электродов были получены следующие графики зависимости: напряжения разряда между металлическим анодом и жидким катодом от диаметра электрода при силе тока $I=400$ мА и межэлектродном расстоянии $L=3$ мм (рисунок 2.18);

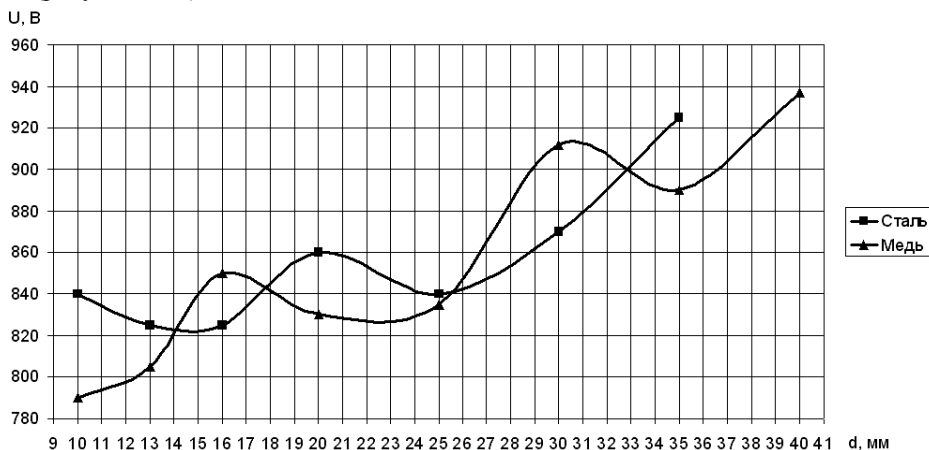


Рисунок 2.18 - График зависимости напряжения разряда между металлическим анодом и жидким катодом (тех.вода) от диаметра электрода при силе тока $I=400$ мА, межэлектродном расстоянии $L=3$ мм и атмосферном давлении

напряжения разряда между стальным анодом и электролитическим катодом от межэлектродного расстояния при силе тока $I=400$ мА (рисунок 2.19).

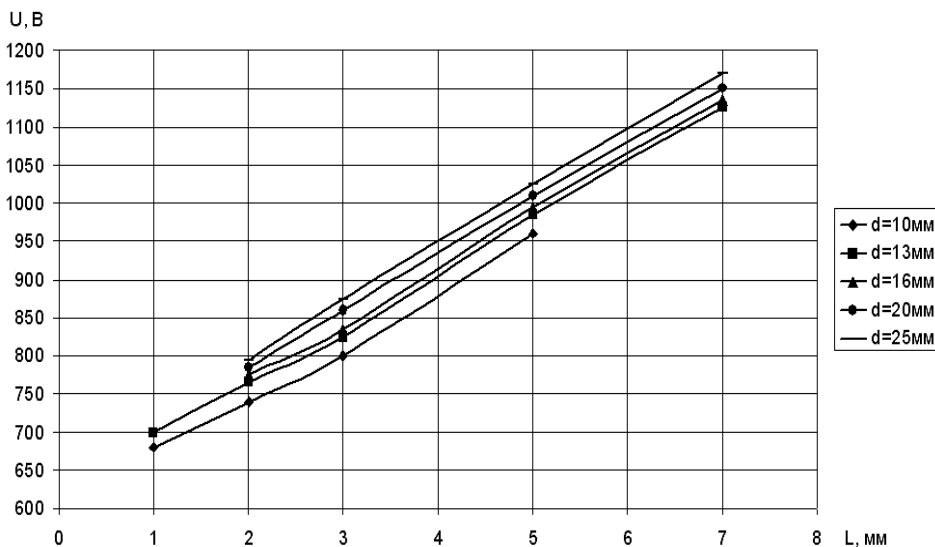


Рисунок 2.19 - График зависимости напряжения разряда между стальным анодом и жидким катодом (тех.вода) от межэлектродного расстояния при силе тока $I=400$ мА и атмосферном давлении

2.7 Исследование распределения плотности тока на жидком катоде и на металлическом аноде

Важнейшими параметрами парогазового разряда являются плотности тока на электролитическом катоде и металлическом аноде. Анализ кривых 1 и 2 (рисунок 2.20) показали, что при атмосферном давлении и малых межэлектродных расстояниях для сплошного медного анода с ростом тока разряда величина плотности тока $j_{жк}$ сначала уменьшается, при $I=150$ мА достигает минимума. С дальнейшим ростом тока величина $j_{жк}$ возрастает, а при $I=175$ мА достигает максимума. С дальнейшим увеличением тока разряда плотность тока на электролитическом катоде уменьшается. Всё это можно объяснить особенностями расширения катодного пятна на поверхности электролитического электрода.

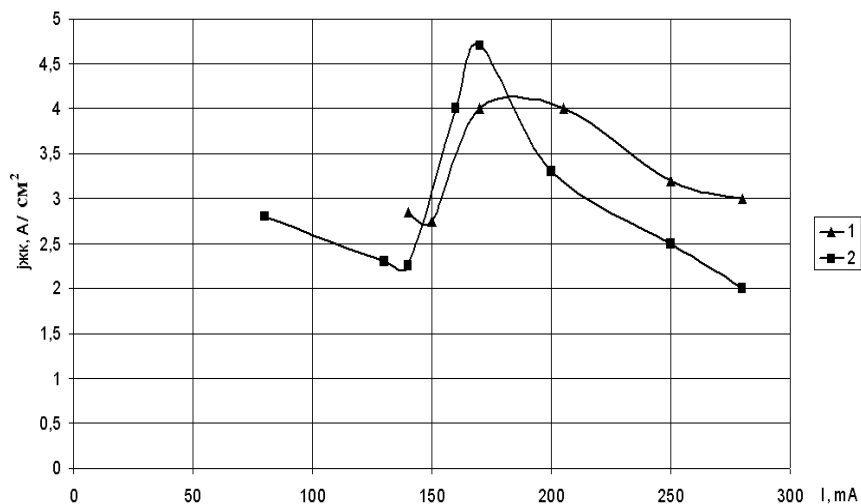


Рисунок 2.20 - Зависимость плотности тока на жидком катоде (0,68 % - ый раствор CuSO_4 в технической воде) от тока разряда при атмосферном давлении, (сплошной медный анод $d=3\text{мм}$) для различных межэлектродных расстояний: 1) $l=0,4\text{ мм}$, 2) $l=1\text{ мм}$

На рисунок 2.21 представлены зависимости плотности тока на электролитическом катоде от тока разряда при атмосферном давлении для различных межэлектродных расстояний. Металлическим анодом служит заострённый медный анод.

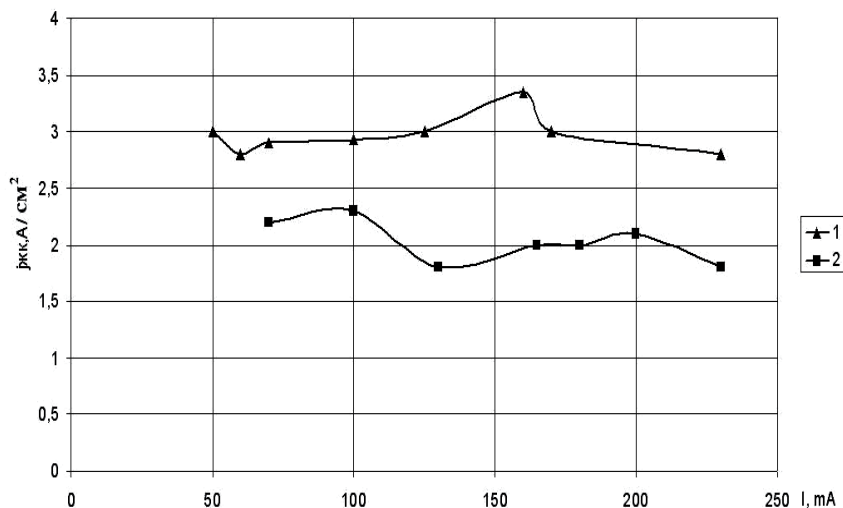


Рисунок 2.21 - Зависимость плотности тока на жидком катоде (0,68 % - ый раствор CuSO_4 в технической воде) от тока разряда при атмосферном давлении (заостренный медный анод $d = 3\text{ мм}$) для различных межэлектродных расстояний: 1 - $l = 0,4\text{мм}$, 2 - $l = 1,1\text{мм}$

Из сравнения кривых (рисунок 2.20 и 2.21) следует, что характер зависимости плотности тока на электролитическом аноде от тока разряда подобны. Однако в случае использования заострённого медного анода наблюдаются слабо выраженные максимумы и минимумы величины плотности тока на электролитическом катоде.

Сравнение кривых 1 и 2 (рисунок 2.22) показывает уменьшение величины $j_{жк}$ с ростом межэлектродного расстояния. Зависимость плотности тока на электролитическом аноде от межэлектродного расстояния при атмосферном давлении для различной геометрической формы медных анодов показаны на рисунке 2.22.

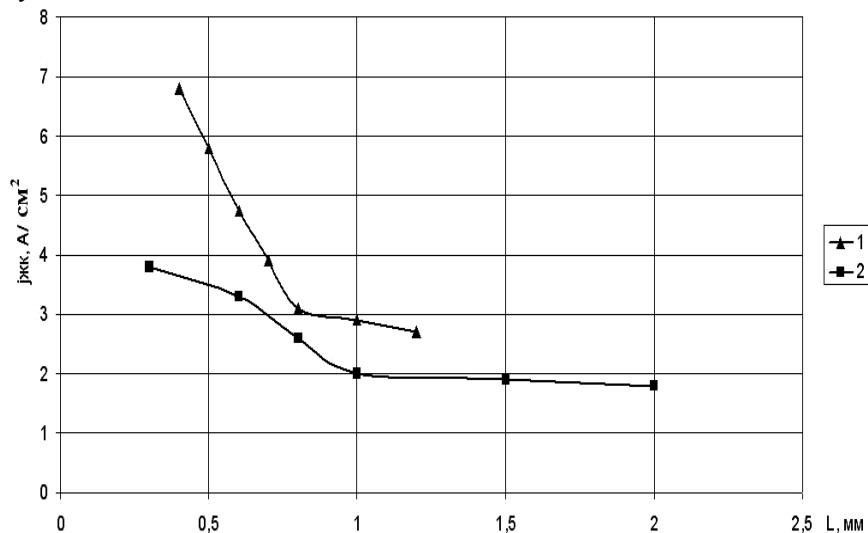


Рисунок 2.22 - Зависимость плотности тока на жидком катоде (0,68 % - ый раствор $CuSO_4$ в технической воде) от межэлектродного расстояния при атмосферном давлении $I=80mA$ и $d=3mm$: 1 – заостренный; 2 – сплошной медный анод

Как видно из рисунка с ростом l , величина $j_{жк}$ значительно уменьшается. Из равнения кривых 1 и 2 следует, что геометрическая форма анода влияет на плотность тока на электролитическом катоде. Величина $j_{жк}$ для сплошного медного анода при $l=0,5mm$ в два раза меньше, чем для заострённого анода.

На рисунок 2.23 приведены зависимости плотности тока на медном аноде от межэлектродного расстояния. Как видно из рисунка величина j_a , в интервале l от 0,25 до 1 мм, почти резко уменьшается, а с дальнейшим ростом межэлектродного расстояния не меняется. Из сравнения кривых 1 и 2 следует, что для сплошного медного анода величина j_a , в интервале от 0,25 до 2мм не меняется. Сравнение кривых 1 и 2 (рисунок 2.23) показывает, что величина j_a

при малых $l=0,5$ мм для сплошного анода цилиндрической формы уменьшается почти в 2,5 раза, а при $l=1$ мм в 1,5 раза.

Таким образом, исследования плотности тока на электролитическом катоде и металлическом аноде при атмосферном давлении и малых межэлектродных расстояниях показали существенную зависимость величины $j_{\text{жк}}$ и $j_{\text{а}}$ от тока разряда и геометрической формы металлического анода.

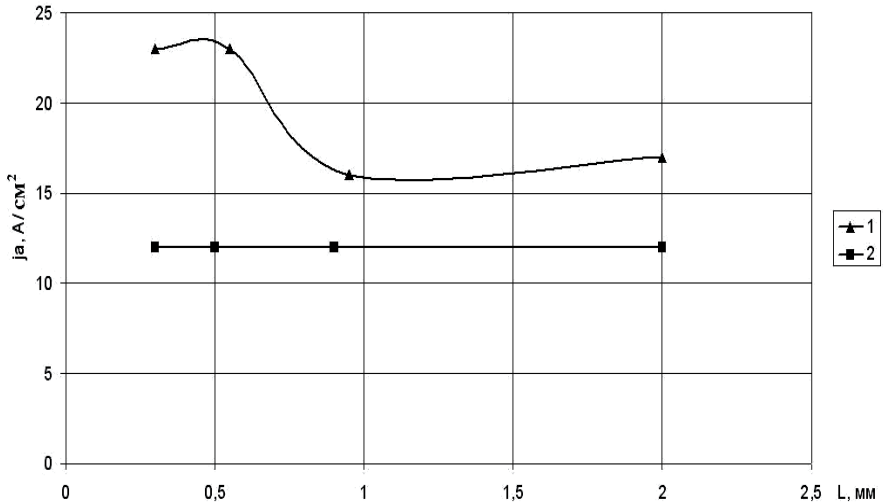


Рисунок 2.23 - Зависимость плотности тока на медном аноде (катод - 0,68 % - ый раствор CuSO_4 в технической воде), от межэлектродного расстояния при атмосферном давлении и $I = 80$ мА: 1 - заостренный, $d = 3$ мм, 2 - сплошной медный анод $d = 3$ мм

2.8. Исследование распределения напряженности электрического поля в плазменном столбе.

Изучение напряженности электрического поля имеет огромное значение для понимания физических процессов, происходящих как в плазменном столбе, так и в приэлектродных областях парогазового разряда. В данной работе представлены результаты исследования напряженности электрического поля при атмосферном давлении и малых межэлектродных расстояниях для различной геометрической формы металлического анода и концентрации электролитического катода.

Зависимости напряженности поля (E , В/мм) от диаметров медного и стального анода при атмосферном давлении показаны на рисунке 2.24 - 2.25 .

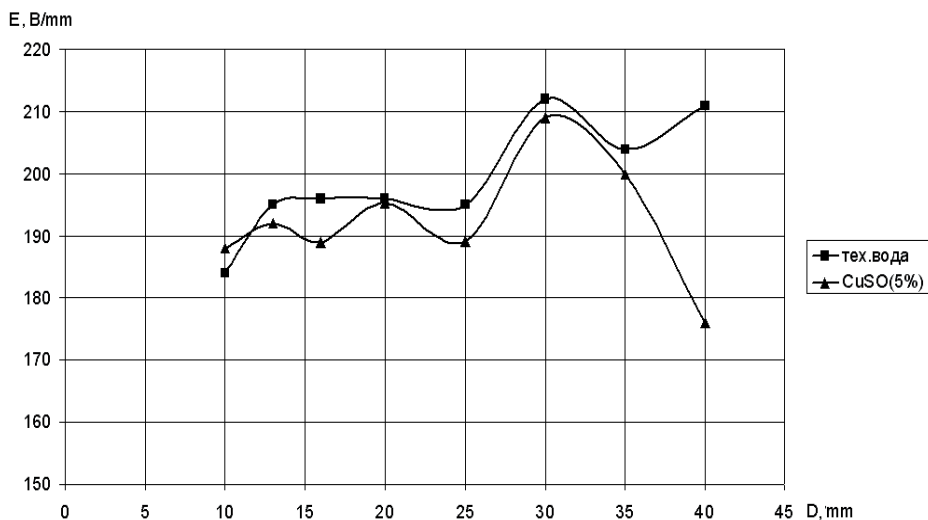


Рисунок 2.24 - Зависимость напряженности поля от диаметра медного анода при атмосферном давлении, $I = 800$ мА, $L = 5$ мм для различных электролитов

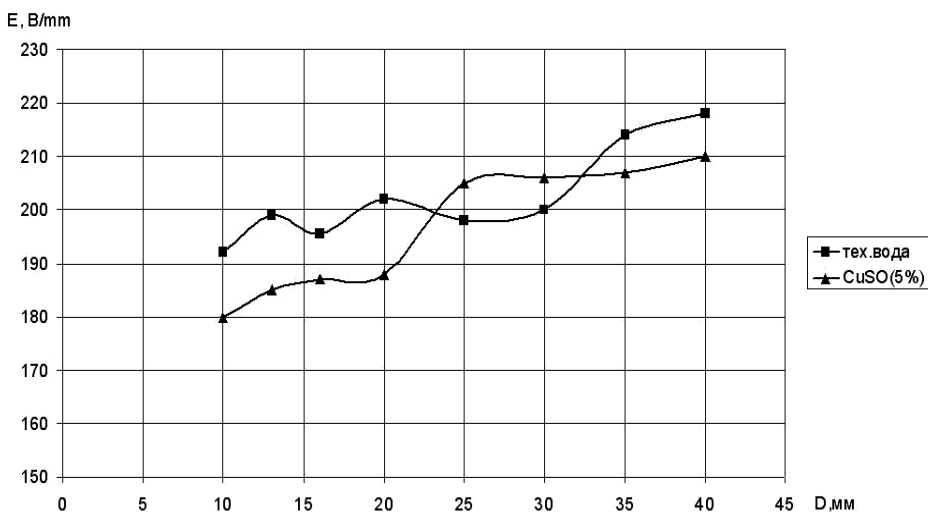


Рисунок 2.25 - Зависимость напряженности поля от диаметра стального анода при атмосферном давлении, $I = 800$ мА, $L = 5$ мм для различных электролитов

Зависимости напряженности поля (E , В/мм) для диаметра медного и стального анода ($d = 35$ мм) от межэлектродного расстояния при атмосферном давлении показаны на рисунке 2.26 - 2.27.

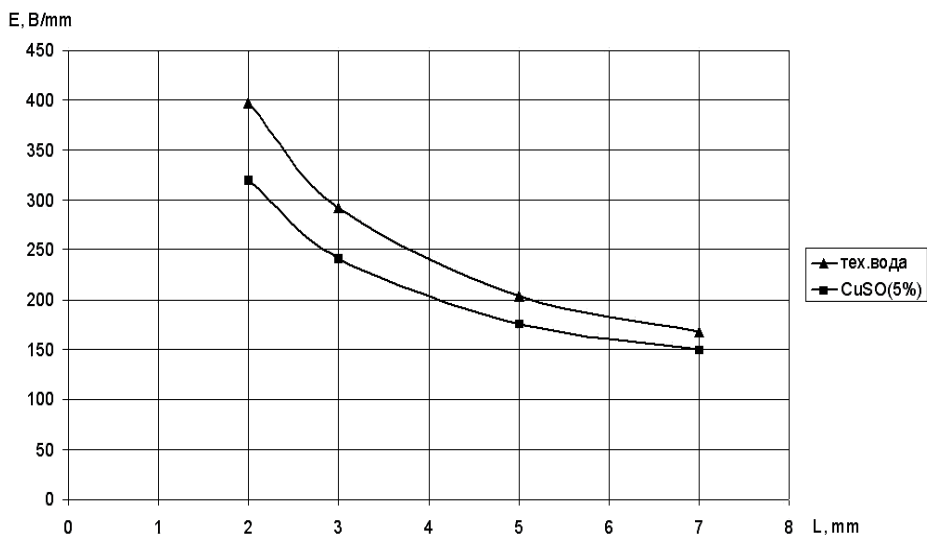


Рисунок 2.26 - Зависимость напряженности поля от межэлектродного расстояния медного анода диаметра $d=35\text{мм}$ при атмосферном давлении, $I = 800$ мА для различных электролитов

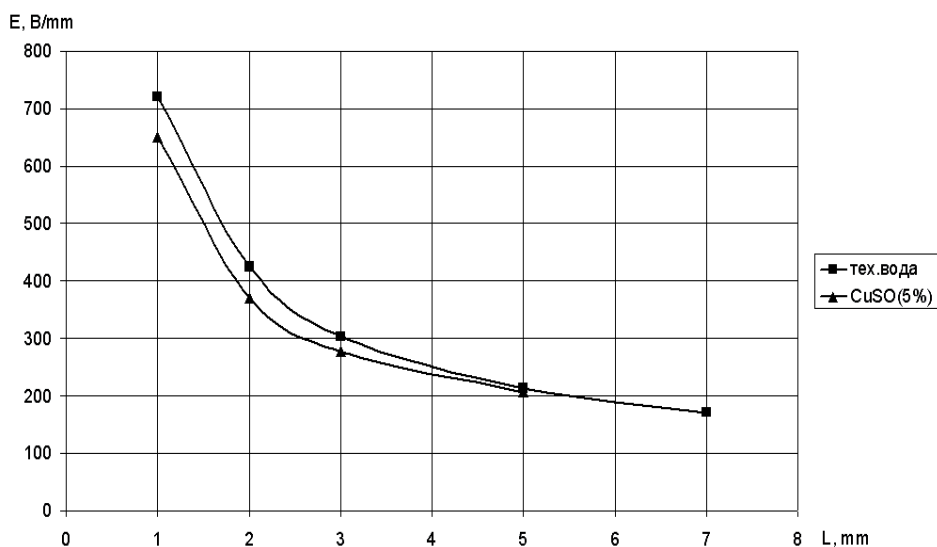


Рисунок 2.27 - Зависимость напряженности поля от межэлектродного расстояния стального анода диаметра $d=35\text{мм}$ при атмосферном давлении, $I = 800$ мА для различных электролитов

Сравнение кривых на рисунке 2.24 - 2.27 для различных материалов электродов показывает, что напряженность электрического поля между твердым анодом и электролитическим катодом зависит от рода электролита, причем чем выше проводимость электролита, тем меньше напряженность электрического поля.

Зависимости напряженности поля E (В/мм) для различных диаметров медного и стального анода от межэлектродного расстояния при атмосферном давлении показаны на рисунке 2.28 - 2.29.

Сравнение кривых на рисунок 2.28 - 2.29 для различных материалов электродов показывает, что напряженность электрического поля между твердым анодом и электролитическим катодом зависит от диаметров твердого электрода и чем больше диаметр электрода, тем выше напряженность электрического поля.

Таким образом, из анализа экспериментальных данных следует, что при атмосферном давлении и при малых межэлектродных расстояниях распределение напряженности электрического поля между электролитическим катодом и металлическим анодом носит неоднородный характер.

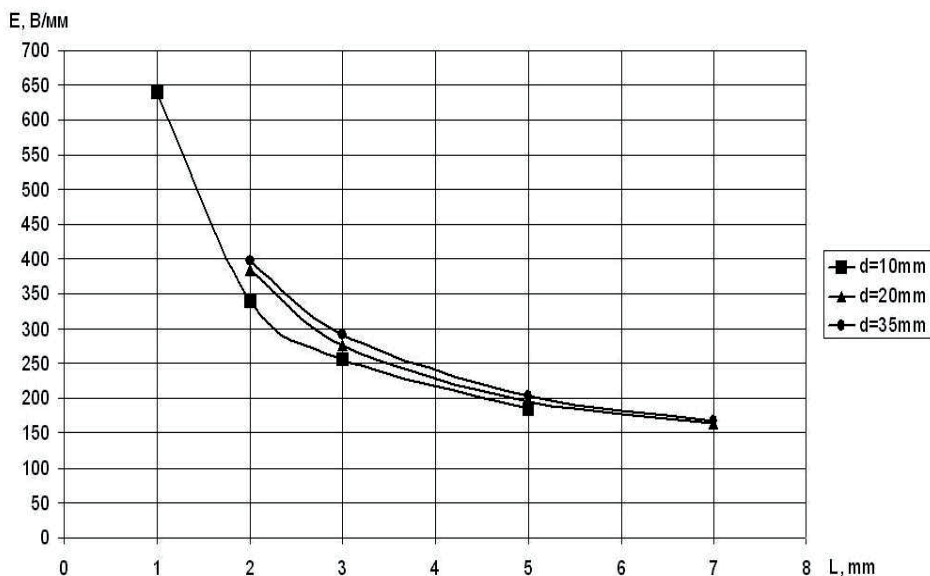


Рисунок 2.28 - Зависимость напряженности поля от межэлектродного расстояния между медным анодом и жидким катодом (вода) при атмосферном давлении, $I = 800$ мА для различных диаметров анода

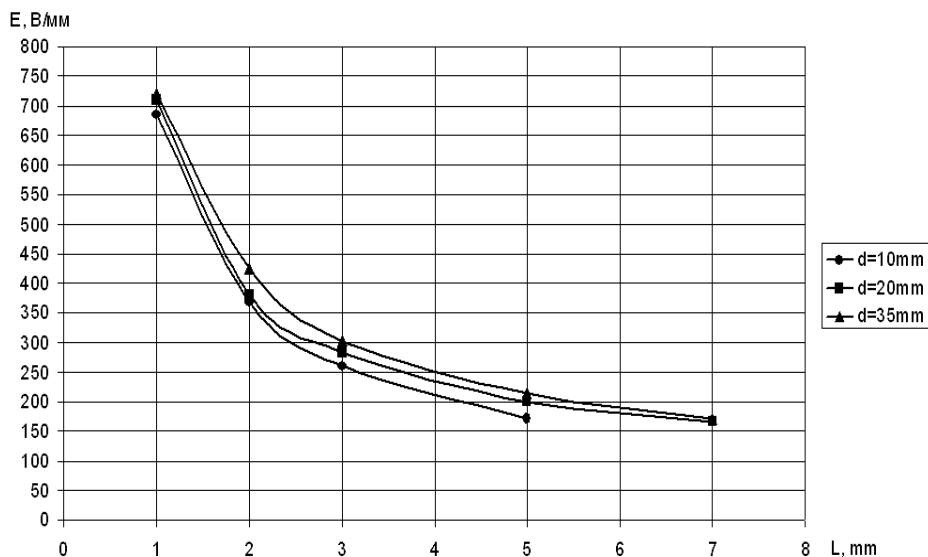


Рисунок 2.29 - Зависимость напряженности поля от межэлектродного расстояния между стальным анодом и жидким катодом (вода) при атмосферном давлении, $I = 800$ мА для различных диаметров анода

Напряженность электрического поля E между электролитическим катодом и металлическим анодом существенно отличаются от напряженности электрического поля между металлическими электродами и при пониженных давлениях.

2.9. Выводы по 2 главе

1. Создана функциональная схема экспериментальной плазменной электротермической установки.
2. Разработана система электрического питания экспериментальной установки.
3. Рассмотрены измерительная аппаратура и методика проведения экспериментов и оценка точности измерений.
4. Представлены результаты экспериментов, построены вольт – амперные характеристики, выведены зависимости падения напряжения в электролите, распределения плотностей тока и напряженности поля для построения модели процесса парогазового разряда с жидким катодом, необходимой для системной реализации автоматизированного технологического процесса получения ферромагнитного порошка и создания на его базе плазменной электротермической установки.

Глава 3

Построение моделей процесса получения ферромагнитного порошка для создания АСУ

В данной главе представлены результаты анализа экспериментальных исследований парогазового разряда. Приведены результаты обобщения характеристики парогазового разряда между металлическим анодом и электролитическим катодом при атмосферном давлении, качественный механизм парогазового разряда между жидким неметаллическим катодом и металлическим анодом. Получены зависимости производительности порошка и дисперсности частиц от плотностей тока. Определены оптимальные режимы получения порошков и оптимизированы параметры для разработки автоматизированной плазменной электротермической установки по получению ферромагнитных порошков для создания электромагнитных сердечников с более магнитомягкой характеристикой.

3.1. Обобщённые характеристики парогазового разряда между металлическим анодом и жидким катодом

Закон Пашена об электрическом пробое является результатом применения методов теории подобия к газовому разряду в неподвижном газе между металлическими, плоскими электродами [33,38]. Эти методы применяются к обобщению результатов экспериментальных исследований электрических дуг в потоке газа [17,74-77]. В последние годы эти методы начали применять к обобщению результатов экспериментальных исследований парогазовых разрядов между металлическим и электролитическим электродами [10,68,72,78].

Рассмотрим критериальные уравнения, необходимые для обобщения характеристик свободного разряда в газе между электролитическим катодом и металлическим анодом при отсутствии вынужденной конвекции. Будем считать, что у сравниваемых разрядов межэлектродные промежутки являются электрически подобными, т.е. $\Omega/l = \text{const}$, Ω - характерный размер электрода, l - межэлектродное расстояние.

Металлические электроды изготовлены из одинакового материала. Электродами служат электролиты с одинаковыми свойствами. Температуры окружающих газов сравниваемых разрядов и температуры одноименных электродов одинаковы. Эти допущения позволяют исключить из рассмотрения ряд постоянных критериев подобия.

В этих условиях безразмерные интегральные характеристики разряда Ψ_1 в первом приближении являются функциями определяющих критериев подобия и

записываются в виде

$$\Psi_1 = f[I^2 / l^{1.5} g^{0.5} \alpha_R T_R, lPQ_{ea} / kT_R], \quad (3.1)$$

где g - ускорение свободного падения; α_R - теплопроводность газа при температуре T_R ; T_R - температура окружающего газа; k - постоянная Больцмана, Q_{ea} - сечение плазменного канала.

Локальные безразмерные характеристики разряда зависят и от размерных координат $r = r/l$, $y = y/l$, где r и y расстояние до данной точки соответственно от оси разряда и поверхности электролитного катода. Поэтому распределения безразмерных параметров разряда Ψ_1 , описывается критериальными уравнениями.

$$\Psi_1 = f[I^2 / l^{1.5} g^{0.5} \alpha_R T_R, lPQ_{ea} / kT_R, r/l, y/l], \quad (3.2)$$

критерия подобия

$$I^2 / l^{1.5} g^{0.5} \alpha_R T_R$$

подробно рассмотрено в [77]. В [77] было использовано обобщение ВАХ открытых дуг и в [78] - для обобщения ВАХ разряда между металлическим анодом и электролитическим катодом. Критерии подобия

$$lPQ_{ea} / kT_R$$

представляют собой обратное значение числа Кнудсена для электронов. Это следует из того, что средняя длина свободного пробега электрона определяется

$$\lambda_e = l / n_a Q_{ea} = kT_R / PQ_{ea}$$

В [77] значение давления P было постоянным, а величина l изменялась незначительно. Поэтому влияние числа Кнудсена на обобщённые характеристики разряда осталось не выявленным. В экспериментах данной работы дело Кнудсена изменялось, что должно позволить установить его роль в обобщенных характеристиках. Безразмерное напряжение можно определить как

$$U = Ul^{0.5} g^{0.5} / I, \quad (3.3)$$

В первом приближении величины g , α_R , T_R , Q_{ia} , можно считать постоянными. Отбросив их в (3.1) и (3.3), для напряжения разряда получим упрощенную структуру уравнения

$$U_p l^{0.5} / I = f(I^2 / l^{1.5}, pl)$$

На рисунке 3.1 показана обобщенная ВАХ разряда при атмосферном давлении для различных межэлектродном расстоянии. Экспериментальные точки 1 и 3 получены для катода из тех. воды, а точки 2 и 4 – для катода из 5%-

ного раствора CuSO_4 . Как видно, обобщенные характеристики двух электролитов практически совпадают и в указанном диапазоне изменения межэлектродного расстояния экспериментальные точки ложатся почти на одну линию, определяемую уравнением

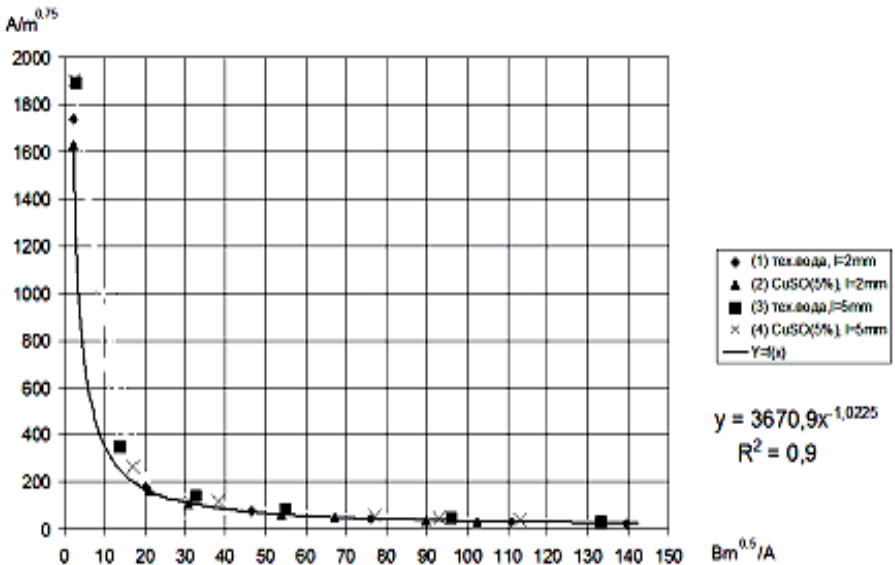
$$U_p l^{0,5} / I = a_1 (I / l^{0,75})^{-1,1}, \quad (3.4)$$

где $a_1 = 1480 \text{ A}^{0,1} \text{ Bm}^{-0,325}$

Обобщенные характеристики позволяют описать математическую модель процесса пароголового разряда с жидким катодом,

$$Y = 3670,9 X^{-1,0225} \quad (3.5)$$

позволяющая определить его электрофизические параметры, для определения рабочего напряжения технологической установки по производству порошковых материалов с доверительной вероятностью $R^2 = 0.9$.



Рисунке 3.1 - Обобщенная вольт-амперная характеристика разряда с жидким катодом при атмосферном давлении для медного анода.

На основе математической модели разработана последовательность расчета оптимальных параметров технологического процесса получения ферромагнитного порошка заданной дисперсности:

1. Экспериментально определяются зависимости геометрического размера частиц (D , $\mu\text{м}$) ферромагнитного порошка от плотности тока на аноде (j_A , $\text{A}/\text{см}^2$).

2. Экспериментально определяются зависимости производительности процесса получения (P , $г/ч$) ферромагнитного порошка от плотности тока на аноде (j_A , A/cm^2).
3. Получение функциональных зависимостей D от j_A при ($I = 0.6 \div 1 A$), D от j_A при ($d = 0.003 \div 0.085 A$), P от j_A при ($I = 0.6 \div 1 A$), P от j_A при ($d = 0.003 \div 0.085 A$).
4. Выбор исследуемых факторов: X_1 – межэлектродное расстояние; X_2 – сила тока разряда; X_3 – площадь торцевой поверхности металлического электрода.
5. Определение целевой функции (разброс по дисперсности)

$$\Delta D = 20.521e^{2(0.015I)} - 26.122e^{0.015I}$$
6. Определение уравнений регрессии полнофакторным методом для диаметра частиц порошка.
7. Определение уравнений регрессии полнофакторным методом для производительности процесса получения порошка.
8. Решение оптимизационной задачи.

3.2. Решение оптимизационной задачи методом полного факторного эксперимента.

3.2.1. Постановка задачи

Суть оптимизации заключается в минимизации затрат на ПЭТУ при внедрении его в серийное производство. Необходимо создать структуру системы, настроенную на выполнение любого возможного, для данного оборудования, технологического процесса. При этом необходимо оценить взаимосвязь параметров звеньев, их стоимости с показателями качества ТП. Параметры звеньев при этом являются независимыми.

3.2.2. Общий подход метода оптимизации

ПЭТУ состоит из совокупности взаимосвязанных звеньев, выполняющих заданные функции с определенной точностью. Оптимизация работы такого комплекса сводится в основном к оптимизации режимов работы отдельных звеньев и комплекса в целом в установленном динамическом диапазоне изменения параметров звеньев.

Наличие оптимизационных задач является одной из особенностей построения автоматизированных систем управления, важнейшим отличием АСУ от традиционных систем управления. Особенностью технологических комплексов является наличие в них переменных параметров.

Под переменными параметрами комплексов понимаются такие параметры ТП, варьируя которыми в допустимых пределах, можно влиять на

количественные и качественные характеристики получаемых ферромагнитных порошков.

На целом ряде звеньев комплекса имеется область допустимых значений параметров, которыми можно задавать и затем с определенной точностью выдерживать требуемые режимы горения разряда.

Режим работы всего ПЭТУ характеризуется группой параметров, которые позволяют выбрать такие их значения, что ведет к повышению эффективности работы всего ПЭТУ. Однако это ведет к усложнению задачи оптимизации, увеличивая ее размерность, и делая ее нелинейной. Нелинейность проявляется из-за наличия большой группы искомых величин, характеризующих режим работы каждого звена, и из-за появления дополнительных условий, накладываемых на эти величины и связи между ними.

Необходимость выбора не только структуры комплекса, но и режимов работы каждого звена, входящей в комплекс, и возникающие при этом трудности, является актуальной проблемой оптимизации комплексов с переменными параметрами.

Технико-экономическая сущность задачи оптимизации комплекса с переменными параметрами заключается в нахождении режимов работы каждого звена, наиболее эффективных для выполнения заданного ТП.

Задача оптимизации работы комплекса сводится к решению системы зависимостей заданных величин дисперсности и производительности ферромагнитного порошка от переменных параметров.

Для определения уравнений регрессии дисперсности и производительности порошка воспользуемся методом полного факторного эксперимента.

3.2.3 Построение плана эксперимента.

Для осуществления вычислительного эксперимента использовался метод планируемого эксперимента [105], позволяющий достаточно быстро и экономно приблизиться к поставленной цели эксперимента и упростить статистическую обработку результатов. В качестве исследуемых факторов было принято сила тока, межэлектродное расстояние и диаметр твердого электрода. Для реализации полного факторного эксперимента, в котором реализуются все возможные комбинации рассматриваемых уровней факторов, каждый из которых варьируется на двух уровнях, и определения зависимости:

$$t = f(T_{\text{ленты}}, T_{\text{среды}}, \%Sn), \quad (3.6)$$

необходимо было бы провести 3-х факторный эксперимент с количеством опытов, равным $2^3 = 8$.

Для упрощения записи условий эксперимента и обработки экспериментальных данных факторы представляют в кодированной форме:

$$X_i = 2(\tilde{x}_i - \tilde{x}_{i0}) / (x_i^{\max} - x_i^{\min}), \quad (3.7)$$

где $\tilde{x}_i = x_i^{\max}$ или $x_i^{\min}$; $\tilde{x}_{i0} = (x_i^{\max} + x_i^{\min}) / 2$ - среднее значение фактора в интервале его изменения от $x_i^{\min}$ до $x_i^{\max}$.

Кодированное значение факторов, при которых осуществляют эксперименты, следующие: нижний уровень соответствует -1 , верхний уровень $+1$.

В общем случае связь между входными контролируемыми факторами можно представить в виде (для трехфакторной зависимости):

$$y = a_0 + \sum_{i=1}^3 a_i x_i + \sum_{i < j} a_{ij} x_i x_j + a_{123} x_1 x_2 x_3, \quad (3.8)$$

где a_0 - свободный член, характеризующий средний уровень;

a_i - коэффициенты регрессии, показывающие силу и направленность влияния изучаемых факторов;

a_{ij} , a_{123} - коэффициенты, учитывающие эффекты взаимодействия факторов;

Выходная переменная y – продолжительность процесса, которая должна быть минимизирована.

Условия проведения опытов в кодированном масштабе представлены в виде таблицы 3.1.

Таблица 3.1 - Матрица планирования эксперимента

Номер (k) опыта	Планирование		
	X_1	X_2	X_3
1	+	+	+
2	-	+	+
3	+	-	+
4	-	-	+
5	+	+	-
6	-	+	-
7	+	-	-
8	-	-	-

Расчет коэффициентов уравнения регрессии

Обработка результатов эксперимента включает в себя вычисление

коэффициентов, статистический анализ полученного уравнения регрессии. Расчет коэффициентов регрессии производится по формуле:

$$a_i = \left(\sum_{k=1}^8 X_{ik} \bar{y}_k \right) / 8, \quad (3.9)$$

где k – номер опыта в матрице планирования;

X_{ik} – кодированное значение i -того фактора в k -том опыте;

$\bar{y}_k$ – среднее значение выходного параметра в k -том опыте.

$$a_0 = \left(\sum_{k=1}^8 \bar{y}_k \right) / 8, \quad (3.10)$$

$$a_{ij} = \left(\sum_{k=1}^8 X_{ik} X_{jk} \bar{y}_k \right) / 8, \quad (3.11)$$

где X_{jk} – кодированное значение j -того фактора в k -том опыте.

$$a_{123} = \left(\sum_{k=1}^8 X_{1k} X_{2k} X_{3k} \bar{y}_k \right) / 8. \quad (3.12)$$

Статистическая обработка результатов эксперимента проводится по формулам:

а) среднеквадратичное отклонение выходного параметра:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{k=1}^r (y_{jk} - \bar{y}_j)^2}{r-1}}, \quad (3.13)$$

где r – число параллельных наблюдений в j -том опыте;

б) оценка значимости максимального и минимального средних значений выходного параметра в отдельных опытах:

$$t_{\text{эк}} = \frac{\bar{y}_{\text{max}} - \bar{y}_{\text{min}}}{S \sqrt{\frac{2}{r}}}, \quad (3.14)$$

где $t_{\text{эк}}$ – экспериментальное значение критерия Стьюдента;

$\bar{y}_{\text{max}}$, $\bar{y}_{\text{min}}$ – выборочные средние значения выходного параметра в сравниваемых опытах.

Вычисленное значение $t_{\text{эк}}$ сравнивается с табличным t_{α} для числа степеней свободы f и надежности α . Если $t_{\text{эк}} < t_{\alpha}$, то следует считать, что различие в

результатах опытов не является существенным и не имеет смысла строить математическую модель.

в) проверка однородности построчных дисперсий по критерию Кохрена:

$$G_{расч} = \frac{S_{\max}^2}{\sum_{k=1}^8 S_k^2}, \quad (3.15)$$

где $S_{\max}^2$ - максимальная дисперсия выходного параметра;

S_k^2 - дисперсия значения выходного параметра в каждом опыте.

Вычисленное значение $G_{расч}$ сравнивается с табличным G для числа опытов k , степеней свободы f и надежности α . $G_{расч} < G$.

г) общая дисперсия:

$$S_y^2 = \frac{\sum_{k=1}^8 \sum_{r=1}^3 (y_{kr} - \bar{y}_k)^2}{k(r-1)}, \quad (3.16)$$

д) проверка значимости коэффициентов регрессии:

$$S_{a_i}^2 = \frac{S_y^2}{k(r-1)}, \quad (3.17)$$

е) расчет значения t-критерия:

$$t_{i\alpha} = \frac{|a_i|}{\sqrt{S_{a_i}^2}}, \quad (3.18)$$

если $t_{i\alpha} > t_{\alpha}$, то коэффициент считается значимым.

ж) для значимых коэффициентов рассчитывается доверительный интервал:

$$\Delta a_i = \pm t_{\alpha} S_{a_i}. \quad (3.19)$$

з) проверка гипотезы адекватности модели по критерию Фишера:

$$F_{расч} = \frac{S_{a\theta}^2}{S_y^2}, \quad (3.20)$$

где $S_{a\theta}^2$ - дисперсия адекватности;

$$S_{a\theta}^2 = \frac{r}{k-\lambda} \sum_{k=1}^8 (\bar{y}_k - y_{kрасч})^2, \quad (3.21)$$

где $y_{kрасч}$ – расчетное значение выходного параметра по уравнению регрессии для данного сочетания факторов в j -том опыте;

λ - число членов аппроксимирующего уравнения, включая свободный член.

Критическое значение F выбирается исходя из надежности α , числа степеней свободы для дисперсии адекватности (f_{ad}) и числа степеней свободы для целевой функции (f_y). $F_{расч} < F$ – полученное уравнение адекватно результатам наблюдений.

В результате проведения факторного эксперимента будут получены уравнения регрессии, связывающие время процесса с технологическими параметрами технологии и составом исследуемых материалов. Полученную целевую функцию необходимо оптимизировать – для повышения производительности процесса необходимо ее минимизировать. Для этого может быть использован метод покоординатного спуска.

3.2.4 Определение уравнения регрессии для дисперсности и производительности процесса получения ферромагнитного порошка.

В качестве исследуемых факторов принимаем технологические параметры процесса и геометрия исследуемых материалов, т.е. переменные x_1 , x_2 , x_3 – входные контролируемые факторы:

x_1 – межэлектродное расстояние;

x_2 – ток дуги плазмотрона;

x_3 – площадь торцевой поверхности металлического электрода.

Исходный материал, принятый в исследованиях: цилиндрический образец из стали У10.

Перед началом технологического процесса получения ферромагнитного порошка в разряде низкотемпературной плазмы между металлическим и электролитическим электродами производится подготовка электродов.

Эта операция включает в себя:

1. Подготовка торцевой поверхности стального электрода путем очистки от механических загрязнений и жиров машинной или ручной промывкой растворителями и обдувкой сжатым воздухом, удаления заусенцев и шлифования.
2. Подготовка электролитического электрода путем очистки сосуда от механических загрязнений и заливки фильтрованной водопроводной воды.

После проведения предварительных опытов были определены условия эксперимента: к реализации принят полный трехфакторный эксперимент (ПФЭ – 2^3). Основные характеристики и условия проведения его приведены в таблице 3.2.

Таблица 3.2 - Основные характеристики ПФЭ

Характеристики	Факторы		
	X ₁ , мм	X ₂ , А	X ₃ , см ²
Основной уровень	8,5	0,8	0,332
Интервал варьирования	3,5	0,2	0,235
Верхний уровень +1	12	1	0,5671
Нижний уровень -1	5	0,6	0,096

Дисперсность. В качестве основного изучаемого параметра (функция отклика) была принята дисперсность ферромагнитного порошка D, мкм. Диапазон изменения D (40 ÷ 230) мкм.

Таблица 3.3 - Матрица планирования, условия опытов и результатов

№ серии опытов	Значения факторов									
	Дисперсность D, мкм			кодированные			Взаимодействия			
	D ₁	D ₂	D ₃	X ₁	X ₂	X ₃	X ₁ X ₂	X ₁ X ₃	X ₂ X ₃	X ₁ X ₂ X ₃
1	71	75	78	1	1	1	1	1	1	1
2	73	80	86	-1	1	1	-1	-1	1	-1
3	41	45	49	1	-1	1	-1	1	-1	-1
4	45	50	55	-1	-1	1	1	-1	-1	1
5	164	174	182	1	1	-1	1	-1	-1	-1
6	212	226	246	-1	1	-1	-1	1	-1	1
7	61	65	72	1	-1	-1	-1	-1	1	1
8	91	95	110	-1	-1	-1	1	1	1	-1

Статическая обработка результатов.

Обработку опытных данных проводили в следующей последовательности:

1. Определяли среднее значение функции отклика по формуле:

$$\bar{y}_j = \frac{1}{k} \sum_{i=1}^k y_{ji} \quad (j = 1, 2, 3). \quad (3.22)$$

2. Вычислили оценку дисперсии для каждой серии параллельных опытов:

$$S_j^2 = \frac{1}{k-1} \sum_{i=1}^k (y_{ji} - \bar{y}_j)^2 \quad (3.23)$$

3. Для проверки воспроизводимости опытов рассчитывали критерием Кохрена

$$G_{\mathcal{O}} = \frac{\max S_j^2}{\sum_{j=1}^N S_j^2} = 0,471 \quad (3.24)$$

Из таблицы (Приложение 1) [105] находим G_T для доверительной вероятности $P = 0,95$, $f = \gamma - 1 = 3 - 1 = 2$ и $K = N = 2^3 = 8$, $G_T = 0,516$.

Так как $G_{\mathcal{O}} < G_T$, то гипотеза о воспроизводимости принимается.

4. Оценку дисперсности эксперимента или ошибку эксперимента находим по формуле:

$$S_y^2 = \sqrt{\frac{\max S_i^2}{8N}} = 73,53 \quad (3.25)$$

5. Вычисляли коэффициенты уравнения регрессии

$$b_0 = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N y_j = 102,46 \quad (3.26)$$

$$b_i = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N x_{ji} y_j, \quad (3.27)$$

$$b_1 = -12,2318; b_2 = 36,886; b_3 = -39,65;$$

$$b_{lm} = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N x_{jl} x_{jm} y_j, \quad (3.28)$$

$$b_{12} = -2,7469; b_{13} = 9,647; b_{23} = -22,278; b_{123} = 2,713$$

$$\begin{aligned}
D = & 102,46 - 12,2318 \frac{x_1 - 8,5}{3,5} + 36,886 \frac{x_2 - 0,8}{0,2} - 39,65 \frac{x_3 - 0,3315}{0,235} - \\
& - 2,747 \frac{x_1 - 8,5}{3,5} \times \frac{x_2 - 0,8}{0,2} + 9,647 \frac{x_1 - 8,5}{3,5} \times \frac{x_3 - 0,33}{0,235} - 22,278 \frac{x_2 - 0,8}{0,2} \times \\
& \times \frac{x_3 - 0,33}{0,235} + 2,713 \frac{x_1 - 8,5}{3,5} \times \frac{x_2 - 0,8}{0,2} \times \frac{x_3 - 0,33}{0,235}
\end{aligned} \quad (3.29)$$

6. Проводили проверку значимости коэффициентов b .

Из таблицы (Приложение 2) [105] находили значение критерия Стьюдента (t) при уровне значимости $\alpha = 0,05$ и степенях свободы

$$\begin{aligned}
f &= N(\gamma - 1) = 8(3 - 1) = 16; \\
t(\alpha = 0,05, f = 16) &= 2,12
\end{aligned} \quad (3.30)$$

Принято считать, что коэффициент регрессии значим, если выполняется условие:

$$|b| \geq 2,12 \quad (3.31)$$

Таким образом, значимыми признаются все коэффициенты, кроме b_{12} , b_{123} .

$$\begin{aligned}
D = & 102,46 - 12,2318 \frac{x_1 - 8,5}{3,5} + 36,886 \frac{x_2 - 0,8}{0,2} - 39,65 \frac{x_3 - 0,3315}{0,235} + \\
& + 9,647 \frac{x_1 - 8,5}{3,5} \times \frac{x_3 - 0,33}{0,235} - 22,278 \frac{x_2 - 0,8}{0,2} \times \frac{x_3 - 0,33}{0,235}
\end{aligned} \quad (3.32)$$

Доверительный интервал коэффициентов регрессии $\delta_i = 3,71$.

7. Осуществляли проверку гипотезы об адекватности уравнения регрессии описанному процессу.

Уравнение регрессии считается адекватным, если выполняется условие:

$$F_{\mathcal{O}} \leq F_T \quad (3.33)$$

где

$$F_{\gamma} = \frac{\max S_{ad}^2}{S(\bar{y})} = 2,432 \quad (3.34)$$

Значение критерия Фишера F_T находим из таблицы (Приложения 3), зная что число степеней свободы для числителя $f_1 = N - K = 8 - 6 = 2$ и знаменателя $f_2 = N(\gamma-1) = 8(3 - 1) = 16$,

$F_T = 3,16$, т.е. $F_{\gamma} \leq F_T$, следовательно уравнение (3.32) адекватно исследуемому процессу.

Производительность порошка

В качестве основного изучаемого параметра (функция отклика) была принята производительность ферромагнитного порошка P , г/час. Диапазон изменения P (10÷170) г/час.

Таблица 3.4 - Матрица планирования, условия опытов и результатов

№ серии опытов	Значения факторов									
	Производительность P , мкм			кодированные			Взаимодействия			
	P_1	P_2	P_3	X_1	X_2	X_3	X_1X_2	X_1X_3	X_2X_3	$X_1X_2X_3$
1	93	95	99	1	1	1	1	1	1	1
2	112	108	117	-1	1	1	-1	-1	1	-1
3	9	15	12	1	-1	1	-1	1	-1	-1
4	18	23	16	-1	-1	1	1	-1	-1	1
5	155	158	151	1	1	-1	1	-1	-1	-1
6	159	162	165	-1	1	-1	-1	1	-1	1
7	53	57	55	1	-1	-1	-1	-1	1	1
8	65	68	70	-1	-1	-1	1	1	1	-1

Статическая обработка результатов.

Обработку опытных данных проводили в следующей последовательности:

1. Определяли среднее значение функции отклика по формуле:

$$\bar{y}_j = \frac{1}{k} \sum_{i=1}^k y_{ji} \quad (j = 1, 2, 3). \quad (3.35)$$

2. Вычислили оценку дисперсии для каждой серии параллельных опытов:

$$S_j^2 = \frac{1}{k-1} \sum_{i=1}^k (y_{ji} - \bar{y}_j)^2 \quad (3.36)$$

3. Для проверки воспроизводимости опытов рассчитывали критерием Кохрена

$$G_{\mathcal{O}} = \frac{\max_j S_j^2}{\sum_{j=1}^N S_j^2} = 0,244 \quad (3.37)$$

Из таблицы (Приложение 1) [105] находим G_T для доверительной вероятности $P = 0,95$, $f = \gamma - 1 = 3 - 1 = 2$ и $K = N = 2^3 = 8$, $G_T = 0,516$.

Так как $G_{\mathcal{O}} < G_T$, то гипотеза о воспроизводимости принимается.

4. Оценку дисперсности эксперимента или ошибку эксперимента находим по формуле:

$$S_y^2 = \sqrt{\frac{\max_i S_i^2}{8N}} = 10,416 \quad (3.38)$$

5. Вычисляли коэффициенты уравнения регрессии

$$b_0 = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N y_j = 84,79 \quad (3.39)$$

$$b_i = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N x_{ji} y_j, \quad (3.40)$$

$$b_1 = -5,458; b_2 = 46,375; b_3 = -25,041;$$

$$b_{lm} = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N x_{ji} x_{jm} y_i, \quad (3.41)$$

$$b_{12} = -0,541; b_{13} = -0,458; b_{23} = -2,125; b_{123} = -1,875$$

$$\begin{aligned}
 P = & 84,791 - 5,4583 \frac{x_1 - 8,5}{3,5} + 46,375 \frac{x_2 - 0,8}{0,2} - 25,041 \frac{x_3 - 0,3315}{0,235} - \\
 & - 0,541 \frac{x_1 - 8,5}{3,5} \times \frac{x_2 - 0,8}{0,2} - 0,458 \frac{x_1 - 8,5}{3,5} \times \frac{x_3 - 0,33}{0,235} - 2,125 \frac{x_2 - 0,8}{0,2} \times \\
 & \times \frac{x_3 - 0,33}{0,235} - 1,875 \frac{x_1 - 8,5}{3,5} \times \frac{x_2 - 0,8}{0,2} \times \frac{x_3 - 0,33}{0,235}
 \end{aligned}
 \tag{3.42}$$

6. Проводили проверку значимости коэффициентов b .

Из таблицы (Приложение 2) [105] находили значение критерия Стьюдента (t) при уровне значимости $\alpha = 0,05$ и степенях свободы

$$f = N(\gamma - 1) = 8(3 - 1) = 16;$$

$$t(\alpha = 0,05, f = 16) = 2,12 \tag{3.43}$$

Принято считать, что коэффициент регрессии значим, если выполняется условие:

$$|b| \geq 2,12 \tag{3.44}$$

Таким образом, значимыми признаются все коэффициенты, кроме b_{12} , b_{13} .

$$\begin{aligned}
 P = & 84,791 - 5,458 \frac{x_1 - 8,5}{3,5} + 46,375 \frac{x_2 - 0,8}{0,2} - 25,041 \frac{x_3 - 0,3315}{0,235} - \\
 & - 2,125 \frac{x_2 - 0,8}{0,2} \times \frac{x_3 - 0,33}{0,235} - 1,875 \frac{x_1 - 8,5}{3,5} \times \frac{x_2 - 0,8}{0,2} \times \frac{x_3 - 0,33}{0,235}
 \end{aligned}
 \tag{3.45}$$

Доверительный интервал коэффициентов регрессии $\delta_i = 1,39$.

7. Осуществляли проверку гипотезы об адекватности уравнения регрессии описанному процессу.

Уравнение регрессии считается адекватным, если выполняется условие:

$$F_{\mathcal{O}} \leq F_T \quad (3.46)$$

где

$$F_{\mathcal{O}} = \frac{\max S_{a\partial}^2}{S(\bar{y})} = 0,58 \quad (3.47)$$

Значение критерия Фишера F_T находим из таблицы (Приложения 3) [103], зная что число степеней свободы для числителя $f_1 = N - K = 8 - 6 = 2$ и знаменателя $f_2 = N(\gamma-1) = 8(3 - 1) = 16$,

$F_T = 3,642$, т.е. $F_{\mathcal{O}} \leq F_T$, следовательно уравнение (3.45) адекватно исследуемому процессу.

Система полученных уравнений регрессии зависимостей дисперсности и производительности порошка позволяет определять оптимальные параметры автоматизированной ПЭТУ для получения ферромагнитного порошка строго заданной дисперсности и производительности.

$$\begin{cases} D = -51,933 - 7,371x_1 + 340,96x_2 + 109,984x_3 + 11,728x_1x_3 - 472,99x_2x_3 \\ P = -65,956 + 1,46x_1 + 249,015x_2 - 64,923x_3 - 51,766x_2x_3 - 3,772x_1x_2 - \\ - 9,118x_1x_3 + 11,398x_1x_2x_3 \\ x_3 = S \end{cases} \quad (3.48)$$

где x_1 – межэлектродное расстояние;

x_2 – ток дуги плазмотрона;

x_3 – площадь торцевой поверхности металлического электрода ($S, \text{см}^2$)

Параметр x_3 зависит от диаметра металлического электрода ($d, \text{см}$), который принимается из диапазона $0,3 - 1 \text{ см}$.

В результате решения данной системы при подстановке требуемых D и P , а также диаметра d металлического электрода должен производиться расчет искомых оптимальных параметров x_1 и x_2 в реальном масштабе времени. Для обеспечения заданных свойств показателей качества производится регулировка требуемого режима горения плазменного столба.

3.3. Обработка результатов прямых измерений [105].

Предположим, что истинное значение измеряемой величины равно a и выполнено n аналогичных измерений, результаты которых равны $x_1, x_2, \dots, x_n$. Каждый из результатов x_i , подлежащих совместной обработке для получения

результата измерения, называют результатом наблюдения.

Результатом измерения является оценка $\hat{a}$ значения измеряемой величины, вычисленная на основании всей совокупности результатов наблюдений $x_1, x_2, \dots, x_n$. Разность $\Delta_i = x_i - a$ есть погрешность i -го наблюдения. Относительно этой погрешности сделаем следующие допущения:

1) погрешность Δ_i является случайной величиной с нормальным законом распределения;

2) математическое ожидание погрешности $M[\Delta_i] = 0$, т. е. отсутствует систематическая погрешность;

3) погрешность Δ_i имеет дисперсию σ^2 , одинаковую для всех измерений, т. е. измерения равноточные;

4) погрешности отдельных наблюдений независимы. Допущение о нормальности закона распределения погрешности основано на том, что случайная погрешность обычно вызывается целым рядом различных причин, а следовательно, какие бы законы распределения ни имели отдельные ее составляющие, при одинаковом порядке их малости закон распределения результирующей погрешности будет близок к нормальному.

Тогда плотность распределения любого результата x_i запишется в виде

$$f(x_i, a) = e^{-(x_i - a)^2 / 2\sigma^2} / \sqrt{2\pi\sigma^2} \quad (3.49)$$

Так как результаты отдельных наблюдений независимы, то плотность распределения системы случайных величин $x_1, x_2, \dots, x_n$.

$$f(x_1, x_2, \dots, x_n, a) = \prod_{i=1}^n f(x_i, a) \quad (3.50)$$

Плотность распределения (2.19) системы случайных величин и представляет собой функцию правдоподобия, которую обозначим

$$L(x_1, x_2, \dots, x_n, a) = \prod_{i=1}^n f(x_i, a) = (2\pi)^{-n/2} \sigma^{-n} \exp \left[-\frac{1}{2\sigma^2} \sum_{i=1}^n (x_i - a)^2 \right] \quad (3.51)$$

Используя метод максимального правдоподобия, найдем оценку $\hat{a}$ таким образом, чтобы при $a = \hat{a}$ достигалось

$$L(x_1, x_2, \dots, x_n, \hat{a}) = \max \quad (3.52)$$

Из (3.51) следует, что для выполнения (3.52) необходимо, чтобы

$$\sum_{i=1}^n (x_i - \hat{a})^2 = \min \quad (3.53)$$

Условие (3.53) является формулировкой критерия наименьших квадратов. Отсюда следует, что при нормальном законе распределения случайной величины оценки по методам максимального правдоподобия и наименьших квадратов совпадают. Обозначим $\sum_{i=1}^n (x_i - \hat{a})^2 = Q$, тогда оценку $\hat{a}$ найдем из условия

$$\partial Q / \partial \hat{a} = -2 \sum_{i=1}^n (x_i - \hat{a}) = 0 \quad (3.54)$$

Отсюда получим

$$\hat{a} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i = \bar{x} \quad (3.55)$$

т. е. наилучшей оценкой является среднее значение $\bar{x}$ результатов наблюдений.

Из (3.55) следует, что оценка $\bar{x}$ является случайной величиной с нормальным законом распределения, причем

$$M[\bar{x}] = a, \sigma^2[\bar{x}] = \sigma^2 / n \quad (3.56)$$

Таким образом, оценка $\bar{x}$ имеет более высокую точность, так как ее дисперсия в n раз меньше дисперсии отдельных измерений. Неопределенность результатов измерений характеризуется значением среднего квадратического отклонения погрешности, поэтому из (3.56) следует, что при усреднении результатов n наблюдений случайную погрешность уменьшают в $\sqrt{n}$ раз.

Следует отметить, что эффект уменьшения случайной погрешности при усреднении результатов n наблюдений снижается при наличии корреляции между этими результатами. Дисперсия оценки $\bar{x}$ для коррелированных результатов наблюдений

$$\sigma^2[\bar{x}] = \frac{\sigma^2}{n} \left(1 + \frac{2}{n} \sum_{i < j} \rho_{ij} \right)$$

где ρ_{ij} - коэффициент корреляции между результатами i -го и j -го наблюдений.

Полученная оценка $\hat{a} = \bar{x}$ является состоятельной, несмещенной и эффективной.

Для оценки неопределенности величины $\hat{a}$ необходимо, используя те же экспериментальные данные, оценить значение дисперсии (или среднего квадратического отклонения) погрешности измерений. Для этого воспользуемся функцией правдоподобия (3.52), представив ее в виде

$$L(x_1, x_2, \dots, x_n, a, \sigma^2) = (2\pi)^{-\frac{n}{2}} (\sigma^2)^{-\frac{n}{2}} \exp \left[-\frac{1}{2\sigma^2} \sum_{i=1}^n (x_i - a)^2 \right] \quad (3.57)$$

На основе метода максимального правдоподобия найдем оценку σ^2 из условия

$$L(x_1, x_2, \dots, x_n, a, \sigma^2) = \max \quad (3.58)$$

Для упрощения вычислений прологарифмируем (3.57):

$$\ln L(x_1, x_2, \dots, x_n, a, \sigma^2) = -\frac{n}{2} \ln(2\pi) - \frac{n}{2} \ln \sigma^2 - \frac{1}{2\sigma^2} \sum_{i=1}^n (x_i - a)^2 \quad (3.59)$$

Так как логарифм является монотонной функцией, то значения σ^2 , при которых функции (3.57) и (3.59) достигают экстремума, совпадают. Поэтому оценку дисперсии найдем из условия

$$\partial \ln L(x_1, x_2, \dots, x_n, a, \sigma^2) / \partial \sigma^2 = 0 \quad (3.60)$$

Продифференцировав (3.60) по σ^2 , получим

$$-\frac{n}{2} \frac{1}{\sigma^2} + \frac{1}{2\sigma^4} \sum_{i=1}^n (x_i - a)^2 = 0 \quad (3.61)$$

Отсюда найдем оценку, которую обозначим σ_*^2 :

$$\sigma_*^2 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_i - a)^2 \quad (3.62)$$

Так как истинное значение a неизвестно, то воспользуемся его оценкой $\bar{x}$, а соответствующую оценку дисперсии обозначим S^2 :

$$S^2 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \quad (3.63)$$

Рассмотрим вопрос о смещенности полученной оценки S^2 .

Предварительно преобразуем (3.63):

$$S^2 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i^2 - 2\bar{x} \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i + (\bar{x})^2 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i^2 - (\bar{x})^2 \quad (3.64)$$

Математическое ожидание оценки S^2

$$M[S^2] = M\left[\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i^2\right] - M[(\bar{x})^2] = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n M[x_i^2] - M[(\bar{x})^2] = \sigma^2 \frac{n-1}{n} \quad (3.65)$$

Таким образом, оценка S^2 является смещенной оценкой дисперсии σ^2 , однако

$$\lim_{n \rightarrow \infty} M[S^2] = \sigma^2$$

Такая оценка называется асимптотически несмещенной.

Из (3.65) следует, что для ликвидации смещенности оценки достаточно ввести поправочный множитель $n/(n-1)$. Полученную несмещенную оценку обозначим $\hat{\sigma}^2$:

$$\hat{\sigma}^2 = \frac{n}{n-1} S^2 = \frac{n}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \quad (3.66)$$

Используя (3.34) и (3.66) получим более удобную формулу для вычислений:

$$\hat{\sigma}^2 = \frac{n}{n-1} \left[\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i^2 - (\bar{x})^2 \right] \quad (3.67)$$

Полученные выше оценки значений измеряемой величины и дисперсии погрешности являются точечными оценками. Рассмотрим оценивание этих величин с помощью доверительных интервалов. Для этого сначала сформируем общий подход к интервальному оцениванию параметров.

Предположим, что необходимо получить доверительный интервал для некоторого параметра θ , для которого вычислена точечная оценка $\hat{\theta}_b$ и известна плотность распределения этой оценки $f(\hat{\theta})$ - распределение Гаусса.

Пусть задана доверительная вероятность P . Построить доверительный

интервал — это значит найти его границы $\hat{\theta}_1$ и $\hat{\theta}_2$, причем такие, что

$$\int_{\hat{\theta}_1}^{\hat{\theta}_2} f(\hat{\theta}) d\hat{\theta} = P \quad (3.68)$$

Чтобы указанная задача имела единственное решение, сделаем следующие логически обоснованные допущения:

1) математическое ожидание $\hat{\theta}$ равно вычисленной точечной оценке $\hat{\theta}_B$;

2) вероятность того, что истинное значение θ оцениваемого параметра лежит выше верхней границы $\hat{\theta}_2$ или ниже нижней границы $\hat{\theta}_1$ доверительного интервала, одинаковы и равны $(1 - P)/2$.

Очевидно, что последнее условие приводит к тому, что при симметричном относительно математического ожидания законе распределения границы $\hat{\theta}_1$ и $\hat{\theta}_2$ также симметричны относительно $\hat{\theta}_B$.

Определим доверительный интервал для истинного значения a измеряемой величины. Границы этого интервала зависят не только от оценки $\hat{a} = \bar{x}$ измеряемой величины, но и от оценки σ^2 среднего квадратического отклонения погрешности. Поэтому для построения доверительного интервала необходимо воспользоваться распределением случайной величины

$$t_{n-1} = \frac{\bar{x} - a}{S} \sqrt{n-1} = \frac{\bar{x} - a}{\hat{\sigma}} \sqrt{n} \quad (3.69)$$

При нормальном распределении погрешности величина t_{n-1} распределена по закону Стьюдента с $n-1$ степенями свободы (t -распределение). Распределение Стьюдента зависит от числа опытов n и при $n \rightarrow \infty$ асимптотически приближается к нормальному. В приложении (распределение Стьюдента) приведены значения t_a для величины t , имеющей распределение Стьюдента с $k=n-1$ степенями свободы, определяемые из условия

$$\int_{t_a}^{\infty} f_{n-1}(t) dt = \alpha \quad (3.70)$$

где $f_{n-1}(t)$ - плотность t -распределения. Полагая $\alpha = (1-P)/2$ (P — доверительная вероятность) и зная $k=n-1$, по таблице находим границу t_a .

Подставив в (3.69) граничные значения $\pm t_a$, получим границы доверительного интервала для измеряемой величины:

$$\bar{x} - t_a S / \sqrt{n-1} < a < \bar{x} + t_a S / \sqrt{n-1} \quad (3.71)$$

или

$$\bar{x} - t_a \hat{\sigma} / \sqrt{n} < a < \bar{x} + t_a \hat{\sigma} / \sqrt{n} \quad (3.72)$$

Построим доверительный интервал для дисперсии σ^2 случайной погрешности. Доказано, что при нормальном законе распределения случайной погрешности величина

$$u = nS^2 / \sigma^2 = (n-1)\hat{\sigma}^2 / \sigma^2 \quad (3.73)$$

распределена по закону χ^2_{n-1} с $n - 1$ степенями свободы. В приложении (процентные точки χ^2 – распределения) приведены значения χ^2_{α} для величины u , имеющей χ^2 – распределение с $k=n - 1$ степенями свободы, определяемые из условия

$$\int_{\chi^2_{\alpha}}^{\infty} f_{n-1}(u) du = \alpha \quad (3.74)$$

где $f_{n-1}(u)$ – плотность χ^2 -распределения. Так как это распределение несимметрично, то по таблице необходимо найти значения верхней $\chi^2_{\alpha_1}$, и нижней $\chi^2_{\alpha_2}$ границ интервала, соответствующие вероятностям $\alpha_1 = (1 - P)/2$ и $\alpha_2 = 1 - (1 - P)/2$, где P — доверительная вероятность.

Подставив в (3.73) вместо u найденные граничные значения $\chi^2_{\alpha_1}$ и $\chi^2_{\alpha_2}$, получим границы доверительного интервала для дисперсии:

$$nS^2 / \chi^2_{\alpha_1} < \sigma^2 < nS^2 / \chi^2_{\alpha_2} \quad (3.75)$$

или

$$(n-1)\hat{\sigma}^2 / \chi^2_{\alpha_1} < \sigma^2 < (n-1)\hat{\sigma}^2 / \chi^2_{\alpha_2} \quad (3.76)$$

В результате проведенных экспериментов были получены графические зависимости показателей качества ферромагнитного порошка (размеры частиц) и установки (производительность).

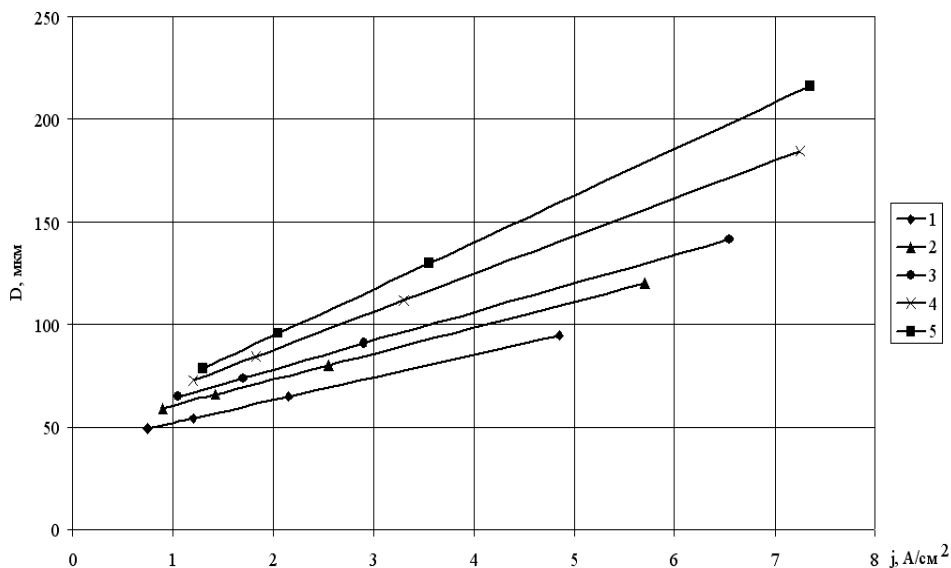


Рисунок 3.2 – Зависимость дисперсности получения ферромагнитного порошка D , мкм от плотности тока на металлическом аноде j , А/см²

Аппроксимировав результаты экспериментальных данных, получены следующие функциональные зависимости:

Зависимость дисперсности ферромагнитного порошка (D , мкм) от плотности тока (j , A/cm^2) при различных силах тока:

$$\begin{aligned}
 I=0,6 \text{ A: } D &= 11 * j + 41,2; \\
 I=0,7 \text{ A: } D &= 12,7 * j + 47,6; \\
 I=0,8 \text{ A: } D &= 14 * j + 50; \\
 I=0,9 \text{ A: } D &= 18,5 * j + 50,6; \\
 I=1 \text{ A: } D &= 22,7 * j + 49,3.
 \end{aligned}
 \tag{3.77}$$

Зависимость дисперсности ферромагнитного порошка (D , мкм) от плотности тока (j , A/cm^2) при различных диаметрах электрода:

$$\begin{aligned}
 d=8,5 \text{ мм: } D &= 26,122 * e^{0,8359j}; \\
 d=7 \text{ мм: } D &= 23,827 * e^{0,674j}; \\
 d=5 \text{ мм: } D &= 21,588 * e^{0,5046j}; \\
 d=3,5 \text{ мм: } D &= 20,521 * e^{0,3072j}.
 \end{aligned}
 \tag{3.78}$$

P , г/час

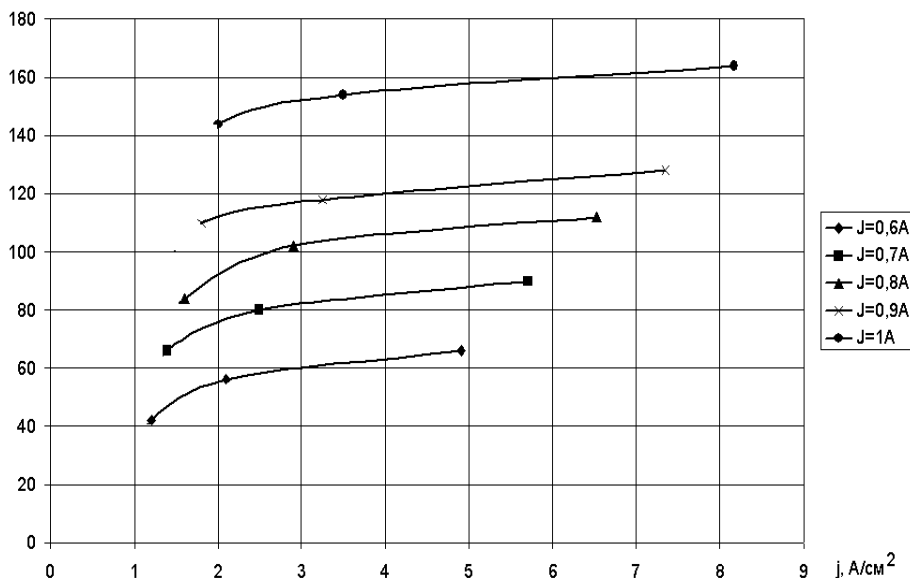


Рисунок 3.3 – Зависимость дисперсности получения ферромагнитного порошка P , г/час от плотности тока на металлическом аноде j , A/cm^2 .

Зависимость производительности ферромагнитного порошка (P , г/час) от плотности тока (j , A/cm^2) при различных силах тока и диаметрах

металлического электрода:

$$\begin{aligned}
 I=0,6 \text{ A: } P &= 11,802 * \ln(j) + 47,243 ; \\
 I=0,7 \text{ A: } P &= 12,133 * \ln(j) + 68,882 ; \\
 I=0,8 \text{ A: } P &= 12,32 * \ln(j) + 88,883 ; \\
 I=0,9 \text{ A: } P &= 12,254 * \ln(j) + 103,56 ; \\
 I=1 \text{ A: } P &= 11,805 * \ln(j) + 139,21 .
 \end{aligned}
 \tag{3.80}$$

Зависимость производительности ферромагнитного порошка (P , г/час) от плотности тока (j , А/см²) при различных диаметрах электрода:

$$\begin{aligned}
 d=8,5 \text{ мм: } P &= 51,612 * j^{3,1311} ; \\
 d=7 \text{ мм: } P &= 27,514 * j^{2,3811} ; \\
 d=5 \text{ мм: } P &= 13,486 * j^{1,9205} ; \\
 d=3,5 \text{ мм: } P &= 4,1642 * j^{1,7507} .
 \end{aligned}
 \tag{3.81}$$

Полученные уравнения аппроксимации результатов исследований и решение оптимизационной задачи позволяют разработать автоматизированную плазменную электротермическую установку по получению ферромагнитных порошков требуемой дисперсности.

3.4. Выводы по 3 главе

1. Экспериментально исследовано влияние электрофизических характеристик парогазового разряда, возникающего между металлическим анодом и жидким катодом при атмосферном давлении, на качественные характеристики ферромагнитного порошка.
2. Математическая модель процесса парогазового разряда с жидким катодом, основанная на взаимосвязи между его электрофизическими параметрами, отличающейся более широким диапазоном исследований при атмосферном давлении для определения рабочего напряжения технологической установки по производству порошковых материалов.
3. Математическая модель, служащая для формирования управляющих воздействий, обеспечивающих оптимальные параметры процесса получения ферромагнитного порошка на плазменной электротермической установке с автоматизированной системой управления.
4. Получены функциональные зависимости показателей качества технологического процесса от электрофизических характеристик парогазового разряда, возникающего между металлическим анодом и жидким катодом при атмосферном давлении, позволяющие определить оптимальные параметры процесса получения порошковых материалов.

Глава 4

Разработка автоматизированной системы управления для получения ферромагнитных порошков

В этой главе описаны разработанные способы получения ферромагнитных порошков в плазме разряда между твердым и электролитическим катодом. Описаны система управления и структурные схемы установки, а также структурно – фазовые особенности образования ферромагнитного порошка под воздействием низкотемпературной плазмы высоковольтного разряда на сталь.

4.1. Способ получения ферромагнитного порошка с помощью плазменной электротермической установки с жидким катодом при атмосферном давлении

Известные способы получения металлического порошка отличаются сложностью и имеют низкую производительность [25-27]. В предлагаемом способе получение ферромагнитного порошка достигается тем, что между электролитическим электродом (тех.вода, CuSO_4 , NaCl) и твердым электродом зажигают разряд, устанавливается ток в пределах $I=0,7\text{-}2\text{A}$, напряжение $U=500\text{-}1500\text{ В}$ при атмосферном давлении, межэлектродное расстояние $l=3\text{-}10\text{мм}$. При этом плотность тока на твердом электроде изменяется в пределах $j_3=0,5\text{-}4\text{ А/см}^2$.

Получение порошка осуществляли методом плазменной эрозии. После работы в течении одного часа собирали весь образовавшийся порошок в сборную емкость и проводили промывку этиловым спиртом. Избыток спирта удаляли, порошок сушили на воздухе до постоянного веса. Затем определяли вес порошка посредством взвешивания на аналитических весах. При атмосферном давлении, $j_3=1,6\text{ А/см}^2$, $U=1300\text{В}$, производительность порошка составляет 40 г/час . Уменьшение диаметра электрода приводит к увеличению производительности порошка.

Таким образом, предлагаемый способ позволяет увеличить производительность получения порошка в 300 раз по сравнению с известным способом [27].

Экспериментальные исследования с помощью микроскопа типа МБС-9 показали, что частицы порошка имеют форму сферы, и диаметр их меняется в пределах от 1 до 300 мк. В зависимости от режима и условий можно получить металлический порошок определенного диаметра.

Исследования показали, что использование в качестве жидкого электрода технической воды позволяет упрощать процесс, повышать производительность получения порошка снизить его стоимость. Физически этот интересный

результат объясняется повышением плотности тока на металлическом электроде под действием свойств жидкого электрода.

4.2. Сравнительный анализ характеристик полученного ферромагнитного порошка с известными ферритами

В основном синтезирование порошка осуществляется путем ввода металлической заготовки в поток низкотемпературной плазмы.

В этом случае дисперсные частицы образуются из материала электрода в разряде с электролитическим электродом. В экспериментах в качестве металлического электрода использовались стальные электроды из углеродистых сталей с содержанием углерода 0,2; 0,35; 0,45 и 0,8% (по весу).

Синтез порошка произведен при нормальных атмосферных условиях.

Гранулометрический состав был определен путем просеивания пробы через набор сит с размерами стороны ячейки от 0,05 до 2,5 мм. Для анализа формы и размера частиц использовали металлографический микроскоп ММР-2. Фазовый состав порошка изучен с применением рентгеновского дифрактометра ДРОН-3 и спектрометра ЯГРС-4М.

Образование порошка начинается с возникновением парогазового разряда между металлическим (стальным) и электролитическим (техническая вода) электродами. С повышением плотности тока на электроде j_0 интенсивность синтеза порошка увеличивается, а при значении $j_0 = 10 \text{ А/см}^2$ достигается насыщение. Дальнейшее повышение плотности тока приводит к тому, что процесс становится нестабильным и сопровождается образованием металлических шариков с диаметром 1-2 мм. Когда $j_0 > 20 \text{ А/см}^2$, синтез порошка прекращается, а диаметр образующихся при этом стальных шариков достигает 5 мм. Переход от синтеза порошка к образованию крупных частиц обусловлен, по-видимому, сильным нагревом электрода и воздействием плазмы при больших плотностях тока.

Порошок, полученный в плазме между стальным электродом и технической водой при атмосферном давлении в наиболее стабильном режиме (при $j_0 = 2,5 \dots 5 \text{ А/см}^2$), состоит из частиц с поперечным размером от 1 до 500 мкм. В основном, имеют сферическую форму, что может быть обусловлено явлением поверхностного натяжения и быстрым охлаждением частиц в электролите в процессе их образования.

Размеры частиц и интенсивность их образования зависят от применяемого материала электрода. Полученные из разных углеродистых сталей, порошки отличаются по дисперсности. Она повышается с увеличением углерода в стали, но при этом снижается производительность синтеза порошка, что особенно заметно при малых плотностях тока. Влияние концентрации углерода на процесс образования порошка, по-видимому, обусловлено

изменением фазового состава: с повышением содержания углерода в стали увеличивается количество карбида железа Fe_3C твердой и тугоплавкой фазы.

Рентгенограммы исследуемых порошков представляют собой суперпозицию дифракционных картин от двух фаз: магнетита Fe_3O_4 и вюстита FeO . Как показывает количественный рентгенофазовый анализ методом градуировочной кривой, основной фазой в порошке является магнетит (до 90% по объему) вещества, входящего в группу ферритов со структурой спинели. При малых плотностях тока с повышением содержания углерода количество магнетита увеличивается. Однако, с повышением плотностей тока это различие уменьшается.

Как показывает фазовый анализ фракции с разной дисперсностью, полученных при определении гранулометрического состава, содержание магнетита в частицах зависит от их диаметра. Наибольшее количество магнетита в своем составе имеют фракции, составляющие основную массу полученного продукта. Для порошков, синтезированных из сталей 20 и У8А при плотностях тока 5 А/см^2 , таковыми являются частицы с диаметром 100-300 мкм и 50-150 мкм соответственно.

При распылении электрода в режиме дугового разряда дискретность частиц резко возрастает вплоть до образования рентгеноаморфного порошка. Мессбауэровский спектр этого вещества представляет собой магнитный дублет с сильно уширенными линиями, близкий по своим параметрам к спектру гидроксида железа β – FeOOH .

После термического отжига порошка в атмосфере воздуха при $t=400^\circ\text{C}$ сверхтонкая структура мессбауэровского спектра, измеренного при комнатной температуре образца до 78 К с одновременным наложением внешнего магнитного поля напряженностью 3 кЭ приводит к появлению магнитной сверхтонкой структуры в измеряемом спектре.

Презеционные измерения с использованием графической экстраполяции показали, что от размера частиц зависит также и период кристаллической решетки вюстита, имеющегося в порошке. Величина этого параметра в фракции порошка тем больше, чем ниже ее дисперсность. Известно, что низкий оксид железа является соединением переменного состава и представляет собой твердый раствор вычитания кислорода в FeO [27]. Содержание железа в вюстите ниже 50% атомных, и в зависимости от его концентрации параметр решетки изменяется в пределах от 0,42816 нм при 47,7% до 0,43010 нм при 48,6%. Изменение химического состава вюстита в порошке в зависимости от его дисперсности может быть обусловлено тем, что образование частиц с разными диаметрами происходит при различных соотношениях концентрации железа и кислорода.

Основной фазой в порошке, полученном распылением стали в

высоковольтном разряде при нормальных атмосферных условиях, является фаза со шпинельной структурой Fe_3O_4 . Большое количество (до 90% по объему) этого вещества, входящего в группу ферритов со структурой шпинели, представляет практический интерес для порошковой металлургии магнитных материалов. Особый интерес вызывает также сферичность формы частиц магнетитного порошка, что является главным условием изотропности его магнитных свойств (рисунок 4.1).

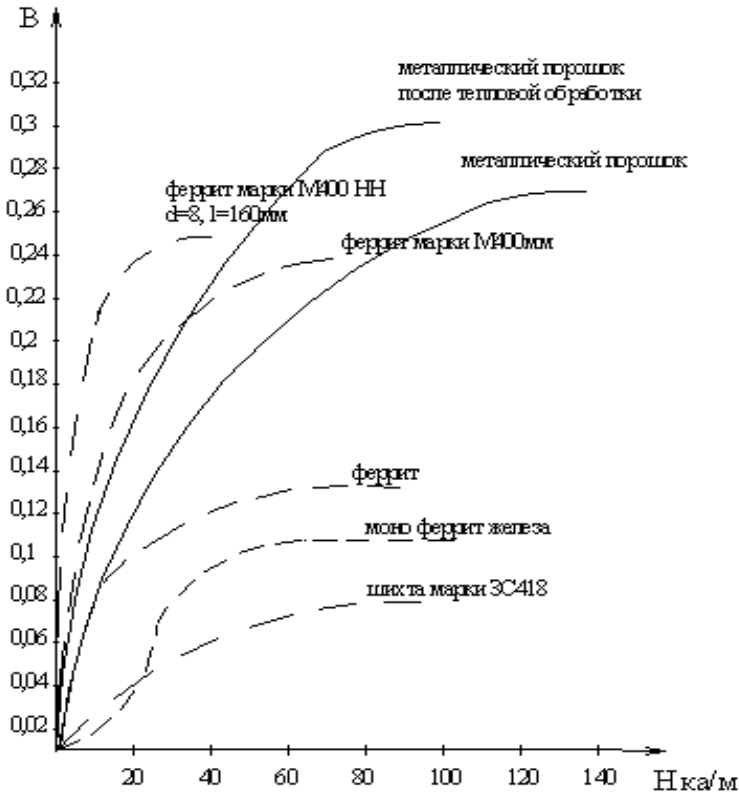


Рисунок 4.1 - Кривые намагничивания некоторых ферритных порошков

Синтезированные частицы ферромагнитного порошка Fe_3O_4 имеют сферическую форму, что может быть объяснено явлением поверхностного натяжения и быстрым охлаждением частиц в электролите в процессе их образования.

Размеры частиц и интенсивность их образования зависят от природы материала твердого электрода и плотности тока.

Полученные из углеродистых сталей разных марок порошки отличаются

по дисперсности. Она повышается с увеличением содержания углерода в углеродистой стали, но при этом снижается интенсивность синтеза порошка, что особенно заметно при малых плотностях тока.

Исследование полученного порошка в сравнении с эталонными ферритами показывает его существенно более высокие магнитные свойства. Возможность получения больших значений магнитной индукции в порошке, в сочетании с сферичностью формы его частиц, говорит о перспективности порошков для использования в машиностроительной промышленности.

4.3 Разработка технологии и системы управления процессом получения ферромагнитного порошка заданного качества.

Сочетанием управляющих воздействий на параметры технологии можно устанавливать разнообразные режимы процесса получения ферромагнитных порошков и обеспечения качества и требуемых оптимальных свойств. Варьируемыми управляющими параметрами при этом могут быть: межэлектродное расстояние, сила тока, общее напряжение, диаметры металлического электрода.

Качество получаемого порошка может быть оценено дисперсностью порошка:

$$D=f(L,I,d),$$

где L – межэлектродное расстояние;

I – сила тока разряда;

d – диаметр металлического электрода.

Поиск требуемых технологических параметров производится при помощи таблиц экспериментальных результатов исследований процесса получения ферромагнитного порошка в разряде с жидким катодом, математической модели и анализа графических зависимостей, выявленных в результате исследований.

Полученные уравнения аппроксимации результатов исследований и решение оптимизационной задачи позволяют разработать автоматизированную плазменную электротермическую установку по получению ферромагнитных порошков требуемой дисперсности (рисунок 4.2).

Разброс дисперсности ферромагнитного порошка однозначно связан с граничными условиями параметров установки, которые определяются межэлектродным расстоянием, силой тока, диаметром металлического электрода и общим напряжением. Сравнив значения критериев качества ферромагнитного порошка, соответствующих различным граничным условиям, получим оптимальные режимы получения ферромагнитного порошка.

Сложность технологического процесса приводит к необходимости наличия автоматического и полуавтоматического режимов с функцией остановки, которая дает возможность прерывать процесс для сбора полученного порошка и проверки его на требуемую дисперсность. Для получения качественной продукции модуль может быть оборудован системой измерений, контроля и диагностики.

Для управления плазменной электротермической установкой обычно применяют мини-ЭВМ или специальные микропроцессорные цикловые устройства, оптимизированные для автоматизации ТП.

Микропроцессорное СУ отличается наличием МП - электронных компонентов, которые в отличие от других электронных компонентов не обладают фиксированным набором функций. Его характеристики определяются во время проектирования системы с помощью процесса, называемого программированием.

Первый шаг цикла проектирования системы включает определение набора требований пользователей. Требования пользователей определяют, что пользователь хочет от системы и что она должна или не должна делать.

После выявления этих требований разрабатывается функциональная спецификация. Она включает описание форматов сигналов на входе и на выходе, а также внешние условия, управляющие действиями системы.

Следующим шагом является проектирование системы на основе функциональной спецификации.

Функциональная спецификация включает:

- а) описание форматов сигналов (на входе и выходе)
- б) внешние условия, управляющие действиями системы
- в) перечень функций аппаратных и программных, которые должна выполнять МП система для реализации функций объекта управления.

Для системы с МП требуется проектирование как аппаратных, так и программных средств. Необходимо определить аппаратную и программную конфигурации, определить из каких частей должна состоять система и как эти части должны быть взаимосвязаны. Аппаратная часть проектируется с использованием стандартной методологии проектирования аппаратуры. Программное обеспечение строится путем преобразования алгоритма (формального описания функционирования) в язык программирования МП. Цикл проектирования программных и аппаратных средств может идти параллельно.

После того как определена функциональная спецификация, строят предварительный набросок, начальный проект системы, путем декомпозиции системы на модули. Функциональное назначение модулей и их состав определяют из функциональной спецификации.

Как только система расчленена на модули, надо отделить аппаратные модули от программных. Аппаратные модули проектируются и реализуются с использованием стандартных электронных компонентов. Программные модули разбиваются на множество процедур, каждая из которых соответствует отдельной функции (подфункции).

Построенная таким образом структура системы, должна соответствовать функциональной спецификации и называется функциональной моделью системы.

В соответствии с разработанной моделью, структурная схема системы автоматического управления будет выглядеть следующим образом:

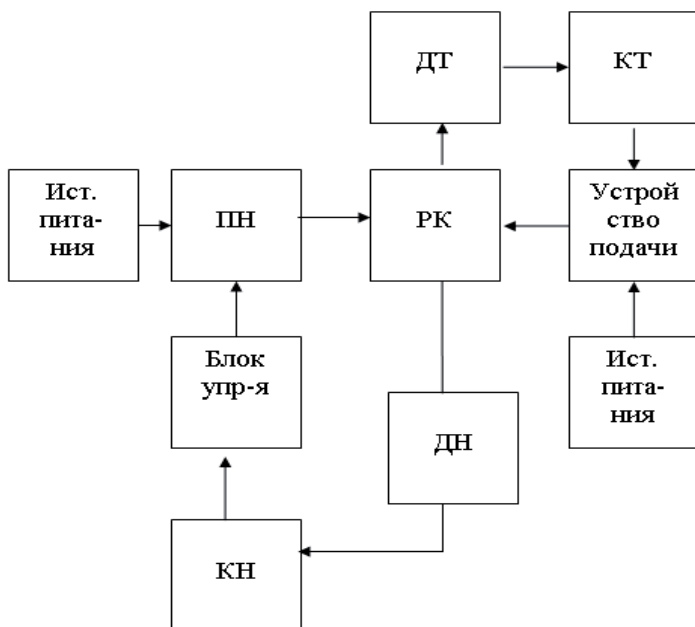


Рисунок 9 - Функциональная схема автоматизированной плазменной электротермической установки:

РК - разрядная камера; IGBT – преобразователь напряжения; АЦП – аналогово-цифровой преобразователь; КН - контроллер напряжения; ДН – датчик напряжения; ДТ – датчик тока; КТ - контроллер тока.

Технологический процесс работы автоматизированной ПЭТУ

1. Заправляется в барабан бобину электрод диаметром ($d=3,5; 5; 7; 8,5$ мм);
2. Используя зависимость дисперсности ферромагнитного порошка (D , мкм) от плотности тока (j , А/см²) при данном диаметре электрода определяется необходимую плотность тока;

3. Для данного диаметра электрода и плотности тока определяется силу тока разряда I_p ;
4. Для данного диаметра электрода по уравнению $U_B = (0,0003 * d_{эл}^2 - 0,0258 * d_{эл} + 0,5534) * I_p$ определяется падение напряжения в электролитическом катоде, глубиной 50 мм;
5. Определяется рабочее общее напряжение $U_{общ} = U_p + U_B$, где U_p – напряжение разряда (1300 В) для номинального режима работы;
6. Включается автоматический режим работы установки;
7. В контроллере KEMEK 5PEB16 посредством датчика напряжения увеличивается общее напряжение до номинального, параллельно в контроллере PIC16C781 при помощи датчика тока опускается электрод до тех пор, пока не произойдет поджиг, далее система начинает поднимать электрод до достижения номинальных параметров.
8. При достижении системой номинальных параметров напряжение и силы тока, останавливается перемещение электрода и начинается процесс получения ферромагнитного порошка;
9. Включается работа контроллера PIC16C781 в следящем режиме посредством датчика тока и электрического привода ЭПУ1-2М двигателя постоянного тока M1-2ПБВ100М, который контролирует межэлектродное расстояние, сравнивая сигнал по току с опорным сигналом (номинальная сила тока), изменяемое вследствие плазменной эрозии металлического электрода;
10. Для отключения системы нажимается кнопка на блоке управления «ВЫКЛ.».
11. Извлекается полученный порошок при помощи магнита, далее промывается раствором этилового спирта и сушится.
12. При помощи сита необходимой дисперсии производится просев порошка.

4.4. Расчет показателей качества каналов регулирования

Простейшая математическая модель следящего привода соответствует системе подчиненного регулирования двух замкнутых контуров: контура регулирования в следящем режиме по общему напряжению и контура регулирования в следящем режиме по току. В соответствии с принятыми допущениями составлены математические модели подсистем. Поведение элементов, входящих в нее, описывается дифференциальными уравнениями, на основании которых составлена структурная схема, показанная на рисунке 4.4 - 4.5.

4.4.1. Контур управления общим напряжением

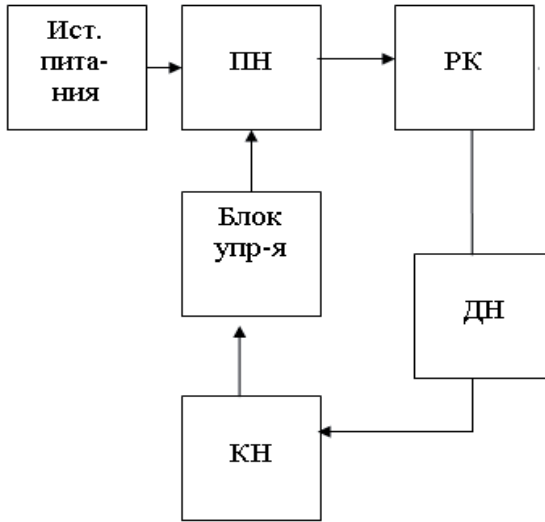


Рисунок 4.4 - Структурная схема контура управления общим напряжением:

ПК - разрядная камера; ПН – преобразователь напряжения; АЦП – аналогово-цифровой преобразователь; КН - контроллер напряжения; ДН – датчик напряжения.

1. Разрядная камера.

$$T_{PK_U} \cdot \frac{dX_1}{dt_1} + X_1 = K_{PK_U} \cdot X_2; \quad (4.1)$$

$T_{PK_U} = 0,1$ с - постоянная времени разрядной камеры;

$K_{PK_U} = 0,7$ - коэффициент передачи разрядной камеры.

2. Преобразователь напряжения

$$T_{ПН} \cdot \frac{dX_2}{dt_2} + X_2 = K_{ПН}(X_4) \cdot X_3; \quad (4.2)$$

$T_{ПН} = 0,1$ с - постоянная времени преобразователя напряжения;

$K_{ПН} = 0,98$ - коэффициент передачи преобразователя напряжения.

3. Источник питания

$$X_3 = U_1 - \text{номинальное общее напряжение.} \quad (4.3)$$

4. Контроллер КЕМЕК 5РЕВ16

$$X_4 = K_{ком1} \cdot X_5 \quad (4.4)$$

$K_{ком1} = 1$ - коэффициент передачи контроллера КЕМЕК 5РЕВ16.

5. Датчик напряжения

$$X_5 = K_{дат.напр.} \cdot X_1 \quad (4.5)$$

$K_{дат.напр.} = 1$ - коэффициент передачи датчика напряжения.

На основе уравнений отдельных звеньев структурной схемы, получается система однородных дифференциальных уравнений, описывающих динамические процессы в подсистеме.

Показатели качества процесса управления определяются с помощью переходных характеристик, построенных на основании полученной системы однородных дифференциальных уравнений. Для решения уравнений применяется численный метод интегрирования - явный метод Рунге-Кутты 4-го порядка.

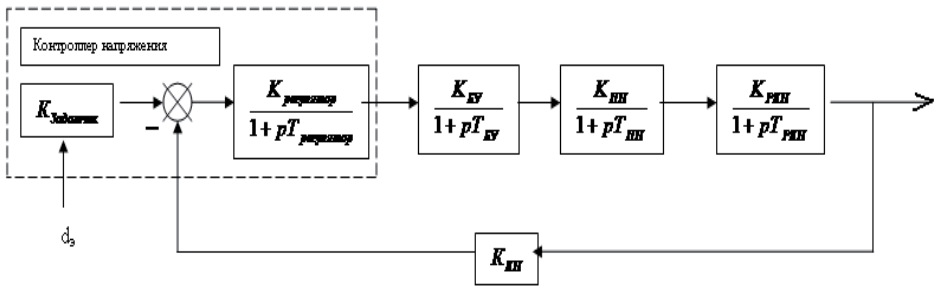


Рисунок 4.5 - Передаточная функция звеньев контура управления по напряжению

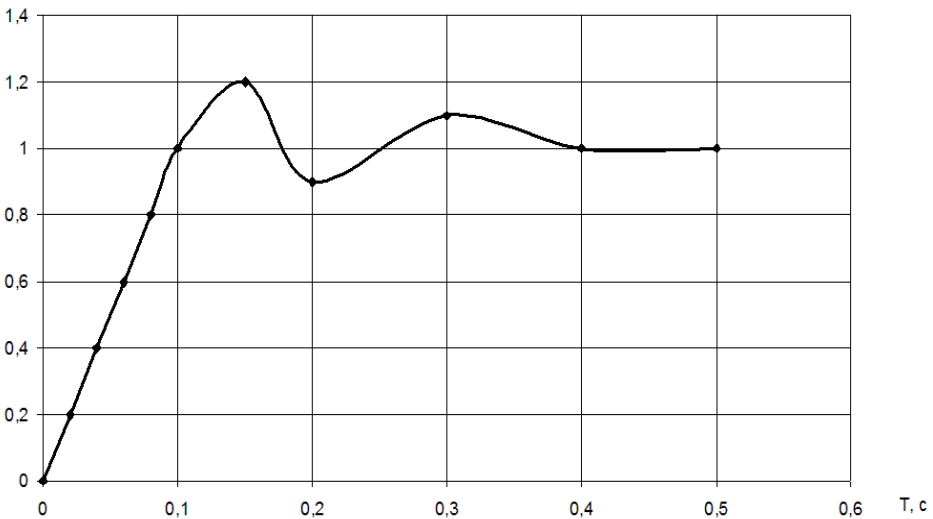


Рисунок 4.6 - График переходного процесса подсистемы управления по напряжению

4.4.2. Контур управления по току

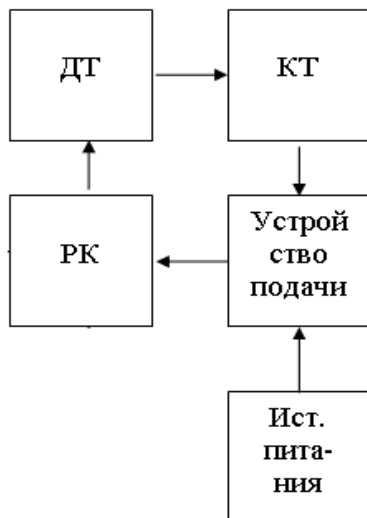


Рисунок 4.6 - Структурная схема контура управления по току:
ПК - разрядная камера; ДТ – датчик тока; КТ - контроллер тока.

1. Разрядная камера.

$$T_{PK_1} \cdot \frac{dX_1}{dt_1} + X_1 = K_{PK_1} \cdot X_5 \quad (4.6)$$

$T_{PK_1} = 0,02$ с - постоянная времени разрядная камера;

$K_{PK_1} = 0,7$ - коэффициент передачи разрядной камеры.

2. Датчик тока

$$X_2 = K_{дат.тока} \cdot X_1 \quad (4.7)$$

$K_{дат.тока} = 1$ - коэффициент передачи датчика тока.

3. Контроллер PIC16C781

$$X_3 = K_{конт2} \cdot X_2 \quad (4.8)$$

$K_{конт2} = 1$ - коэффициент передачи контроллера PIC16C781.

4. Электрический привод подачи электрода.

$$T_{Эл.прив} \cdot \frac{dX_4}{dt_4} + X_4 = K_{Эл.прив} \cdot X_3 \quad (4.9)$$

$T_{Эл} = 0,1$ с - постоянная времени электрического привода;

$K_{эл} = 0,97$ - коэффициент передачи электрического привода.

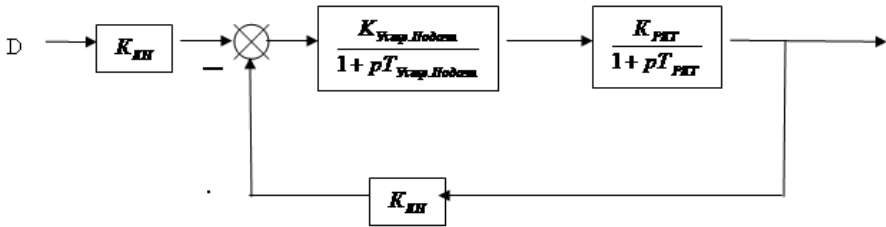


Рисунок 4.7 - Передаточная функция звеньев контура управления по току

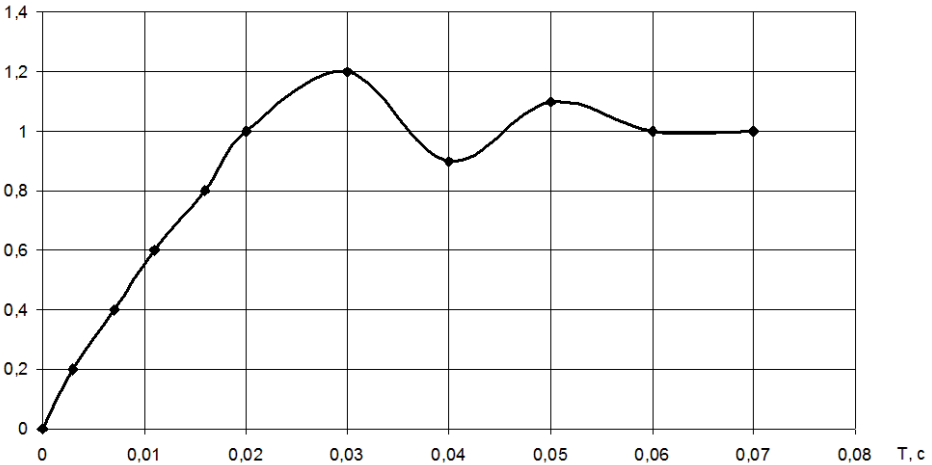


Рисунок 4.8 - График переходного процесса подсистемы управления по току

По графикам переходных процессов видно, что скорость изменения переходной характеристики и время переходного процесса удовлетворяет показателям качества технологического процесса получения ферромагнитных порошков.

Разброс дисперсности ферромагнитного порошка однозначно связан с граничными условиями параметров установки, которые определяются межэлектродным расстоянием, силой тока, диаметром металлического электрода и общим напряжением. Для выполнения требований технологического процесса время переходного процесса должно быть: $t_{пл} \leq 3T$,

где $T = 0,3 \frac{d}{v}$ d – диаметр анода (5-10 мм); v-скорость перемещения анода относительно катода, 0,5 мм/с.

Передаточная функция разрядной камеры имеет следующий вид:

$$0,01 \cdot \frac{dY_{PK}}{dt_{PK}} + Y_{PK} = 0,7 \cdot X_{\text{ЭЛ,ПРИВОД}} \quad (4.10)$$

где Y_{PK} – переменная звена (разрядная камера) входящего в подсистему регулирования по току; $X_{\text{ЭЛ,ПРИВОД}}$ – переменная звена (электрический привод) входящего в подсистему регулирования по току.

Полученные временные характеристики и передаточные функции подсистем регулирования по напряжению и току, позволяющие проследить по времени реакцию системы на изменение энергетических параметров процесса плазменного распыления и определить ее устойчивость.

4.5. Выводы по 4 главе

1. Исследован способ получения ферромагнитного порошка в парогазовом разряде между металлическим и жидким электродами при атмосферном давлении.
2. Исследованы характеристики полученного ферромагнитного порошка и построен гистерезис магнитных свойств.
3. Разработана автоматизированная плазменная электротермическая установка по получению ферромагнитного порошка, представлены структурные схемы технологического процесса и описана работа контроллеров по контролю общего напряжения и тока.
4. Разработаны структурные и блок-схемы автоматизированной системы управления плазменной установкой, поддерживающей оптимальные параметры процесса получения ферромагнитного порошка, отличающегося однородностью химического состава и геометрических характеристик его частиц.
5. Получены временные характеристики и передаточные функции подсистем регулирования по напряжению и току, позволяющие проследить по времени реакцию системы на изменение энергетических параметров процесса плазменного распыления и определить ее устойчивость.

Заключение

Развитие систем автоматизации производства по получению металлических порошков, привело к необходимости создания совершенных автоматизированных систем управления на основе электронных вычислительных машин, которые являются одним из наиболее действенных средств мобилизации резервов и дальнейшего повышения технико-экономических показателей процессов производства получения ферромагнитных порошков, что обусловлено уникальностью его

электрофизических свойств.

Одним из прогрессивных методов получения ферромагнитного порошка является процесс плазменной эрозии стального анода в парогазовом разряде с жидким электродом, производительность которого в десятки раз превышает все известные способы получения ферромагнитного порошка.

В работе решена оптимизационная задача по нахождению оптимальных технологических параметров плазменной электротермической установки, определены уравнения регрессии для дисперсности и производительности ферромагнитного порошка для получения заданного качества изделия.

Качество получаемого изделия определяется его дисперсностью, сферичностью и химическим составом, а также его электрофизическими параметрами. Поддержание заданного качества ферромагнитного порошка, вызывает необходимость управления процессом посредством контролирования оптимальных технологических параметров в требуемых пределах. Поэтому разработка системы автоматического управления технологическими параметрами плазменной электротермической установки, позволяющей получать высококачественные ферромагнитные порошки заданных свойств с помощью математической модели технологического процесса является актуальной проблемой.

В результате решения поставленных задач получены следующие результаты:

1. Полученная математическая модель процесса парогазового разряда, достоверность которой подтверждается экспериментальными данными с точностью до 90 %, позволяет определить его электрофизические параметры, отличающаяся более широким диапазоном исследований при атмосферном давлении для определения рабочего напряжения технологической установки по производству порошковых материалов.
2. Экспериментально исследовано влияние электрофизических характеристик парогазового разряда, возникающего между металлическим анодом и жидким катодом при атмосферном давлении, на качественные характеристики ферромагнитного порошка для вывода функциональных зависимостей между электрофизическими параметрами технологического процесса производства порошковых материалов.
3. Разработана математическая модель, служащая для поддержания оптимальных параметров процесса получения ферромагнитного порошка на плазменной электротермической установке с автоматизированной системой управления, обеспечивает заданные показатели качества и позволяет снизить время производства в 6-7 раз.
4. Разработаны структурные и блок-схемы автоматизированной системы управления плазменной электротермической установкой,

поддерживающей оптимальные параметры процесса получения ферромагнитного порошка, отличающегося однородностью химического состава и заданными геометрическими характеристиками частиц.

5. Получены временные характеристики и передаточные функции подсистем регулирования по напряжению и току, позволяющие проследить по времени реакцию системы на изменение энергетических параметров процесса плазменного распыления и определить ее устойчивость.

Список литературы

1. Физика и техника электрического разряда в газах. В 2 т. Т.2. / Энгель А.Н. – М.: ОНТИ, 1936. – 532 с.
2. Леб, Л.И. Основные процессы разрядов в газах / Л.И. Леб; под общ. ред. Н.А. Капцова – М.: Гостехиздат, 1950. – 672 с.
3. Капцов, Н.А. Электрические явления в газах и вакууме / Н.А. Капцов – 2 – е изд. – М.: Гостехиздат, 1950. – 836 с.
4. Капцов, Н.А. Электроника / Н.А. Капцов. – М.: Гостехиздат, 1956. – 459 с.
5. Энгель, А.Н. Ионизованные газы / А.Н. Энгель. – М.: Физматгиз, 1959. – 332 с.
6. Мик, Дж. Электрический пробой в газах / Дж. Мик. – М.: Мир, 1960. – 601 с.
7. Браун, С.С. Элементарные процессы в плазме газового разряда / С.С. Браун. – М.: Госатомиздат, 1961. – 323 с.
8. Ретер, Г.Р. Электронные лавины и пробой в газах / Г.Р. Ретер. – М.: Мир, 1968. – 390 с.
9. Райзер, Ю.П. Основы современной физики газоразрядных процессов / Ю.П. Райзер. – М.: Наука, 1980. – 416 с.
10. Plante, G.// Zeit. Phys. 1875. N80. S.1133.
11. Ясногородский, И.З. Нагрев металлов и сплавов в электролите / И.З. Ясногородский. – М.: Машгиз, 1949. – 128 с.
12. Сапрыкин, В.Д. О природе свечения прианодного слоя при электролизе с выносным анодом / В.Д. Сапрыкин // Электрохимия. – 1965. – Т.1, № 2. – С. 234–236.
13. Сапрыкин, В.Д. Случай образования промежуточного раствора от действия электрических разрядов между выносным анодом и концентрированный: раствором соли щелочного металла при сверхвысоких поляризациях / В.Д. Сапрыкин // Электрохимия – 1965. – Т.1, № 9. – С. 1157–1161.
14. Гайсин, Ф.М., Сон Э.Е. Электрофизические процессы в разрядах с твердыми и жидкими электродами / Ф.М. Гайсин, Э.Е. Сон – Свердловск.: Изд-во Уральский университет. – 1989. – 432 с.
15. Rodebush W.H., Walnl M.H.// J.Ghem.Phys. 1933. Vol.1. P.111–114.
16. Barret P.// Bull. Soc. Chem. 1956. N8–9. P.1243–1253.
17. Сапрыкин, В.Д. Некоторые вопросы, связанные с электролизом в присутствии низкотемпературной плазмы / В.Д. Сапрыкин // Химия и Физика низкотемпературной плазмы. МГУ. – 1971. – С.77–60.

18. Gubkin J. Electrolytische Metallabscheidung an der freien Oberfläche einer Salzlösung// Ann. Phys. 1887. Bd 32. p. 114–115.
19. Stark J., Guassuto L.// Zeit. Phys. 1904. Bd 5. 1110. 3.1212– 1213.
20. Macovetski A.// Zeit. Electroch. 1911. Bd 17. №6. S.565– 569.
21. Haber P., Klemene A.//Zeit. Phys. Chem. 1914. Bd 27.S.82– 98.
22. Klemene A., Kantor T.//Zeit. Phys. Chem. 1934. 86.S.127– 134.
23. Павлов, В.И. Проведение химических реакций газовыми ионами в электролитах / В.И. Павлов // Докл. АН СССР. – 1944. – Т.43, № 9. – С.403– 404.
24. Павлов, В.И. Получение H_2O_2 при безэлектродном электролизе воды в кислороде / В.И. Павлов // Докл. АН СССР. – 1944. – Т.43, № 9. – С.405– 406.
25. Факторович, А.А. Электрические разряды в электролитах / А.А. Факторович, Е.К. Галанина // Электрохимическая обработка металлов: под общей ред. Ю.Н.Петрова. – Кишинев, – 1971. – С.122– 130.
26. Sternberg Z.W. Rend. Confr. Int. Fenomeni d Ionizzazione nei bas. Benezia 1957. P.1061.
27. Sternberg Z.W. Int. Conf. Gas.Discharges London 1970. P. 68.
28. Гайсин, Ф.М. Исследование атмосферного многоканального электрического разряда с жидким катодом в пористом диэлектрике / Ф.М. Гайсин, Б.Х.Тазмеев // Электронный журнал ИГХТУ. – г.Иваново. – 2000 г.
29. Гайсин, Ф.М. Исследование высоковольтного электрического разряда между металлическим анодом и жидким электролитическим катодом при повышенных токах / Ф.М. Гайсин, Б.Х. Тазмиев // Электронный журнал ИГХТУ. – г.Иваново. – 2000 г.
30. Гюнтершульце, А.Т. Электролитические конденсаторы / А.Т. Гюнтершульце, Г.Р. Бетц. – М.: Оборонгиз. – 1938. – 264 с.
31. Van T.B., Brawn S.D., Wirtz S.P. – Mechanism of Anodic Spark Depositron. Amor. Ceraun Soc. Bull. 1977. V. 56 №1.
32. Дудник, Е.В. Спекание ультрадисперсных порошков на основе диоксида циркония / Е.В. Дудник, З.А. Зайцева, А.В. Шевченко, Л.М. Лопато // ст. Порошковая металлургия, – 1995 г., – №5/6. – С.11–14.
33. Поляков, О.Б. Воздействие ионизирующего излучения и света на гетерогенные системы / О.Б. Поляков. – Кемерово. – 1986. – С.196–197.
34. Поляков, О.Б. Химия высоких энергий. – 1983. – Т.17, № 4. – С.291– 295.
35. Гайсин, Ф.М. Физические процессы в газовых разрядах с твёрдыми, жидкими и плазменными электродами: дис. ... д-ра.ф.м.н.: 25.00.20: защищена 30.04.92. – М, 1992. – 317 с.

36. Тазмеев, Б.Х. Электрические и тепловые характеристики генераторов неравновесной газоразрядной плазмы с жидкими электродами: дис. ... к-та.т.н.: 29.00.14: защищена 31.05.00. – Казань, 2000. – 170 с.
37. Sternberg Z.W. Rend. Confr. Int. Fenomeni d Ionizzazione nei bas. Benezia 1957. P.1061.
38. Sternberg Z.W. Int. Conf. Gas.Discharges London 1970. P. 68.
39. Гайсин, Ф.М. Исследование атмосферного многоканального электрического разряда с жидким катодом в пористом диэлектрике / Ф.М. Гайсин, Б.Х. Тазмиев // Электронный журнал ИГХТУ. – г.Иваново. – 2000 г.
40. Гайсин, Ф.М. Исследование высоковольтного электрического разряда между металлическим анодом и жидким электролитическим катодом при повышенных токах / Ф.М. Гайсин, Б.Х. Тазмиев // Электронный журнал ИГХТУ. – г.Иваново. – 2000 г.
41. Гюнтершульце, А.Т. Электролитические конденсаторы / А.Т.Гюнтершульце. – М.: Оборонгиз. – 1938. – 264 с.
42. Van T.B., Brawn S.D., Wirtz S.P. – Mechanism of Anodic Spark Depositron. Amor. Ceraun Soc. Bull. 1977. V. 56 №1.
43. Дудник, Е.В. Спекание ультрадисперсных порошков на основе диоксида циркония / Е.В. Дудник, З.А. Зайцева, А.В. Шевченко, Л.М. Лопато // ст. Порошковая металлургия, – 1995 г., – №5/6. – С.11–14.
44. Поляков, О.В. Воздействие ионизирующего излучения и света на гетерогенные системы / О.В. Поляков. – Кемерово. – 1986. – С.196–197.
45. Поляков, О.В. Химия высоких энергий / О.В. Поляков. – 1983. – т.17, № 4. – С.291– 295.
46. Поляков О.В. Воздействие ионизирующего излучения и света на гетерогенные системы / О.В. Поляков. – Кемерово. – 1986. – С.196–199.
47. Дураджи, В.Н. Закалка стали в электролите при нагреве в электролитное плазме / В.Н. Дураджи // Электронная обработка материалов. – 1989. – № 4. – С.43– 46
48. Словецкий, Д.И. Механизм плазменно– электролитного нагрева металлов / Д.И. Словецкий, С.Д. Терентьев, В.Г. Плеханов // Теплофизика высоких температур. – 1986. – Т.24, № 2. – С.353– 363.
49. Анагорский, Л.А. Сб.Новое в электрофизической и электрохимической обработке материалов / Л.А. Анагорский . – М.: Машиностроение. – 1966. – С.124– 141.
50. Способ получения металлического порошка / а.с. №4336058/31– 02 СССР от 28.07.89 / Ф.М. Гайсин, Р.Г. Хакимов, Ю.И Шакиров.

51. Гайсин, Ф.М. Энергетические характеристики разряда в атмосфере между электролитом и медным анодом / Ф.М. Гайсин, Ф.А. Гизатуллина, Р.Р. Камалов // Физика и Химия обработки материалов. – 1985. – №54. – С.58– 64.
52. Сапрыкин, В.Д. О низковольтном электрическом разряде в электролитах/ В.Д. Сапрыкин // Изд-во. АН УЗ.ССР. Сер.физ.– мат.наук. – 1965. – №1. – С.76– 60.
53. Словецкий, Д.И. Механизм плазменно– электролитного нагрева металлов / Д.И. Словецкий, С.Д. Терентьев, В.Г. Плеханов // Теплофизика высоких температур. – 1986. – Т.24, № 2. – С.353– 363.
54. Гайсин, Ф.М. Устройство для получения тлеющего разряда при атмосферном давлении / Ф.М. Гайсин, Ф.А. Гизатуллина, Г.Ю. Даутов.– 1983.– а.с. Л 1088086 (СССР).
55. Гайсин, Ф.М. Исследование электрических и тепловых характеристик самостоятельного разряда с жидким катодом / Ф.М. Гайсин, Ф.А. Гизатуллина, Г.Ю. Даутов. – М. – 1983. – 19 с. Деп. в ВИНТИ. 4.03.83. № 1151– 83.
56. Гайсин, Ф.М. Тепловые и электрические характеристики разряда между электролитом и медным анодом / Ф.М. Гайсин, Ф.А. Гизатуллина // Тепло– и массообмен в химической технологии: Межвуз. сб. Казань, 1983. – С.55– 58.
57. Гайсин, Ф.М. Энергетические характеристики разряда в атмосфере между электролитом и медным анодом / Ф.М. Гайсин, Ф.А. Гизатуллина, Р.Р. Камалов // Физика и Химия обработки материалов, 1985. №54. – С.58– 64.
58. Петров, Г.П. Исследование разряда с жидким катодом / Г.П. Петров // Тр.Казан. авиац. ин– та, 1974. Вып.173. – С.11– 15.
59. Rellog E.N. "J.Electrochem.– Soc. 1950. V. 97. P.133..
60. Аверьянов, Е.Е. Плазменное анодирование в радиоэлектронике / Е.Е. Аверьянов. – М.: Радио и связь, 1983. – 80 с.
61. Францевича, И.И. Анодные оксидные покрытия на металлах и анодная защита / И.И. Францевича. – Киев: Наукова думка, 1985.– 278 с.
62. Дураджи, В.Н. Цементация и нитроцементация стали при нагреве в электролитной плазме / В.Н. Дураджи, И.В. Брянцев, Е.А. Пасенковский // Электронная обработка материалов, 1977. № 2. – С.15– 18.
63. Дураджи, В.Н. Химико– термическая обработка стали в электролитной плазме / В.Н. Дураджи, А.М. Мокрова, Т.С. Лаврова // Изд.АН СССР. Сер. Неорганические материалы, 1985. 21. № 9. – С.1589– 1591.
64. Интин, В.И. Получение никелида титана методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза / В.И. Интин,

- В.К. Качин, В.Э. Гюнтер и др. // Порошковая металлургия, 1983. № 83. – С.4– 6.
65. Лазаренко, Б.Р. О структуре и сопротивлении приэлектродной зоны при нагреве металлов в электролитной плазме / Б.Р. Лазаренко, В.Н. Дураджи, И.В. Брянцев // Электронная обработка материалов, 1980. № 2. – С.50– 55.
 66. Лазаренко, Б.Р. Об особенностях электролитного нагрева при анодном процессе / Б.Р. Лазаренко, В.Н. Дураджи, А.А. Факторович // Электронная обработка материалов, 1974. № 3. – С.37– 40.
 67. Мак– Тассарт, Ф. Плазмохимические реакции в электрических разрядах / Ф. Мак– Тассарт. – М.: Атомиздат, 1972. – 256 с.
 68. Мурас, В.С. Сб.научн.тр. ФТИ АН БССР / В.С. Мурас. – 1961. Вып.7. – С.75– 80.
 69. Николаев, А.З. Новое явление в электролизе / А.З. Николаев, Г.А. Марков, В.И. Пещевик // Изд. ОС АН СССР. Сер.тех.наук, 1977. №12. Вып.2. – С.145– 154.
 70. Снежко, Л.А. Импульсный режим для получения силикатных покрытий в искровом разряде / Л.А. Снежко, Ю.М. Бескровный, В.И. Невкрытый и др. // Защита металлов, 1980. – Т.16, № 3. – С.365– 367.
 71. Федорченко, И.М. Важнейшие тенденции развития порошковой металлургии / И.М. Федорченко // Порошковая металлургия, 1989. № 8. – С.23– 33.
 72. Баринев, Ю.А. Экспериментальное исследование разряда с жидкими электродами в воздухе при атмосферном давлении / Ю.А. Баринев, И.О. Блинов, Г.А. Дюхев, С.М. Школьник // Материалы конф. «Физика и техника плазмы». – Минск. Беларусь, 1994. – Т.1. – С. 123– 126.
 73. А.С. № 1199827 СССР. Электролит для получения никелевого порошка / А.Н. Андрюшенко, Е.А. Орлова, Е.М. Шалыгина, А.В. Филатов. – Бюл. №047.23.12.85
 74. Ясногородский, И.В. В сб.: электрохимическая и электромеханическая обработка металлов / И.В. Ясногородский. – М.: Машиностроение, 1971. – С.117– 121.
 75. Лазаренко, Б.Р. Химико – термическая обработка металлов электрическими разрядами в электролитах при анодном процессе / Б.Р. Лазаренко, В.Н. Дураджи, А.А. Канторович и др. // Электронная обработка материалов, 1974. № 5. – С.11– 13.
 76. Стрейкова, И.К. Окисление красителей в водном растворе под действием тлеющего и диафрагменного разряда / И.К. Стрейкова, А.И. Максимов // Материалы 9 школы плазмохимии для молодых учёных России и стран СНГ. – Иваново, 1999. – С 11 – 15.

77. Лазаренко, Б.Р. Электроразрядная очистка катанки / Б.Р. Лазаренко // Теплотехнические вопросы применения низкотемпературной плазмы в металлургии. – Свердловск, 1985. – 235 с.
78. Галимова, Р.Г. Парогазовый разряд в процессах установления механических характеристик металлических поверхностей, подвергающихся износу / Р.Г. Галимова, Р.М. Хазиев, Ф.М. Гайсин // Материалы 9 школы по плазмохимии для молодых ученых России и стран СНГ. – Иваново ИГХТУ, 1999. – 240 с.
79. Аверьянов, Е.Е. Справочник по анодированию / Е.Е. Аверьянов. – М., 1986. – 340 с.
80. Гайдученко, А.К. Развитие порошковой металлургии железа / А. К. Гайдученко, С. Г. Напара – Волгина // Порошковая металлургия, 1995 г., №7/8. – С. 11–14
81. Capus Joseph M.A. new era for iron and steel powders at Quebec Metal Powders Limited//Int. J.Dowder Met. 1987. 23. №1. P.61– 66.
82. Developing steel powders at QMP: a progress report//MPR: Metal Powder Report. 1987. 42, №1 P.7– 11.
83. Оцука, Кэнити. Порошки легированных сталей / Оцука Кэнити. // Киндзоку, K86. 56. – с.40.
84. Мамедов, Б.Ш. Вакуумно– динамическое диспергирование расплавов / Б.Ш. Мамедов, О.С. Ничипоренко // Порошковая металлургия, 1985. № 10. – С.63– 65.
85. Powder production in clean rooms at Krupp Pulvermetall// Steel Times. 1987. 215, №10. P.514
86. А.С. № 1196419 СССР. Анодное устройство для получения металлического порошка / Бондаренко А.В., Хаустов В.Л., Базалей В.П., Брусницын С.А. – Бюл. № 33, 07.12.85.
87. А.С. № 1199827 СССР. Электролит для получения никелевого порошка / Андрущенко А.Н., Орлова Е.А., Шалыгина Е.М., Филатов А.В. – Бюл. №47, 29.12.85.
88. А.С. № 1177397 СССР. Устройство для получения металлического порошка / Волосюк Ю.М., Черных С.Н. – Бюл. № 33, 07.09.85.
89. Фоминский, Л.П. Особенности порошка, получаемого электроэрозионным диспергированием чугуна в воде / Л.П. Фоминский, М.В. Левчук, А.С. Мюллер // Электрон. обр. матер., 1986.– №3.– С.11– 14.
90. Фоминский, Л.П. Газовыделение из шламов, получаемых электроэрозионным диспергированием железа и углеродистых сталей в воде / Л.П. Фоминский // Электрон. обр. матер., 1985.– №6.– С.15– 16.

91. Шакиров, Ю.И. Характеристики плазменной электротермической установки с жидким катодом.: дис. ... к-та.т.н.: 29.00.14: защищена 11.04.90. – Ленинград, 1990. – 132 с.
92. А.С. № 1441991 СССР. Способ очистки поверхности изделия / Гайсин Ф.М. –Заявл. 18.07.86.
93. А.С. № 1360244 СССР. Способ получения тонких плёнок металлов ионно–плазменным распылением / Гайсин Ф.М. – Заявл. 110685.
94. А.С. № 1582464 СССР. Способ получения металлического порошка / Гайсин Ф.М., Хакимов Р.Г., Шакиров Ю.И. – Заявл. 011287.
95. Гайсин, Ф.М Особенности порошка, полученного в разряде между стальным электродом и электролитов / Ф.М. Гайсин, Р.А. Валиев, Ю.И. Шакиров // Порошковая металлургия, 1991. № 6. – С. 4– 7.
96. Валиев, Р.А. Влияние характеристик разрядов на интенсивность образования и дисперсность порошка / Р.А. Валиев, Ф.М. Гайсин, Ю.И. Шакиров // Электронная обработка материалов. – Кишинёв 1991, № 3. – С.32– 34.
97. Тазмеев, Б.Х. Электрические и тепловые характеристики генераторов неравновесной газоразрядной плазмы с жидкими электродами: дис. ... к-та.т.н.: 29.00.14: защищена 31.05.00. – Казань, 2000. – 170 с.
98. Смирнов, Н.С. Очистка поверхности стали / Н.С. Смирнов, М.Е. Простаков. – М., 1978. – 230 с.
99. А. С. № 1231086 СССР. Способ очистки длиномерных стальных изделий / Словецкий Д.И., Терентьев С.Д., Плеханов З.Г. – Бюл.№ 18, 15.05.86.
- 100.Тельнов, Н.А. Очистка и мойка деталей машин / Н.А. Тельнов // Механизация сельскохозяйственного производства, труды Челябинского института механизации и электрофикации сельского хозяйства, вып.30, 1968, – С.113– 120.
- 101.Агбалян, С.Г. Получение порошков мартенситно – стареющих сталей / С. Г. Агбалян, Б. Ф. Бадеян, Р. Г. Самвелян, С. М. Агаян, С. А. Ассила, Н. Н. Манукян // Порошковая металлургия, 1994 г., №9/10.
- 102.Анциферов, В.Н. Лазерный синтез ультрадисперсных порошков оксида алюминия / В. Н. Анциферов, А. М. Шмаков, В. Г. Халтурин, А. Ф. Айнагос // Порошковая металлургия, 1995 г., №1/2
- 103.Дудник, Е.В. Спекание ультрадисперсных порошков на основе диоксида циркония / Е. В. Дудник, З. А. Зайцева, А. В. Шевченко, Л. М. Лопато // Порошковая металлургия, 1995 г., №5/6
- 104.Получение, свойства и применение распыленных металлических порошков / сб. статей, под редакцией д.т.н. Ничипоренко О.С., Киев – 1976.

105. Куликовский, К.П. Методы и средства измерений: учеб. пособие для ВУЗов / К.П. Куликовский, Купер В.Я. – М.: Энергоатомиздат, 1986. – 448с., ил.
106. Гайсин, Ф.М. Возникновение и развитие объёмного разряда между твёрдыми и жидкими электродами / Ф.М. Гайсин, Э.Е. Сон // Химия плазмы: под ред. Смирнова Б.М. – М.: 1991. – Т. 16. – С.120– 156.

More Books!



yes I want morebooks!

Покупайте Ваши книги быстро и без посредников он-лайн - в одном из самых быстрорастущих книжных он-лайн магазинов!
Мы используем экологически безопасную технологию "Печать-на-Заказ".

Покупайте Ваши книги на
www.morebooks.de

Buy your books fast and straightforward online - at one of the world's fastest growing online book stores! Environmentally sound due to Print-on-Demand technologies.

Buy your books online at
www.morebooks.de

OmniScriptum Marketing DEU GmbH
Bahnhofstr. 28
D - 66111 Saarbrücken
Telefax: +49 681 93 81 567-9

info@omniscrptum.com
www.omniscrptum.com

OMNIScriptum



