

# РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ МИКРО-, ТЕРМО-, ЭДС ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ ПОРОШКОВЫХ СПЛАВОВ

*Аль Жебур Х.Х., Карина А.Г., Шелохвостов В.П.*  
ФГБОУ ВО «Тамбовский государственный технический университет»  
[ShelokhvastovVP@yandex.ru](mailto:ShelokhvastovVP@yandex.ru)

Процесс синтеза материалов из порошков связан с различными механизмами формирования структуры на различных стадиях спекания, что определяет конечную структуру и свойства получаемого изделия. В этой связи в работе предложена методика оценки однородности структуры по результатам локального измерения термоЭДС на образцах после различных температур спекания. Используемое термоэлектрическое явление базируется на эффекте Зеебека. Сущность его заключается в том, что в замкнутой электрической цепи, составленной из разных проводников, возникает электрический ток (термоЭДС) в условиях, когда места контактов поддерживаются при разных температурах. В небольшом интервале температур термоЭДС  $U$  можно считать пропорциональной разности температур с коэффициентом пропорциональности  $\alpha$  (коэффициент термоЭДС):

$$U = \alpha (T_1 - T_2). \quad (1)$$

Коэффициент  $\alpha$  определяется материалами проводников, оценивается обычно относительно свинца и составляет величины в пределах единиц и десятков милливольт на градус (нихром  $-18$  мВ/°С; платинородий  $-2$  мВ/°С; алюмель  $-17,3$  мВ/°С; константан, копель  $-38$  мВ/°С), но зависит также от температуры.

В качестве разработанного устройства использовался стандартный индентор твердомера ПМТ-3 (рис. 1), через центральное отверстие которого пропусклась керамическая втулка 5, на которую наматывалась нихромовая спираль печи 3 диаметром 100 мкм с питанием от блока 4 и измерением температуры термопарой 7 с измерительным прибором 8. ТермоЭДС создается в цепи «игла 1 – образец 2 – измерительный прибор 6» в момент контакта иглы и образца при наличии разницы температур контактирующих поверхностей.

Выбор материала иглы-зонда производился практически таким образом, чтобы при допустимых нагревах иглы показания гальванометра находились в пределах 30 мВ (обычно – константа).

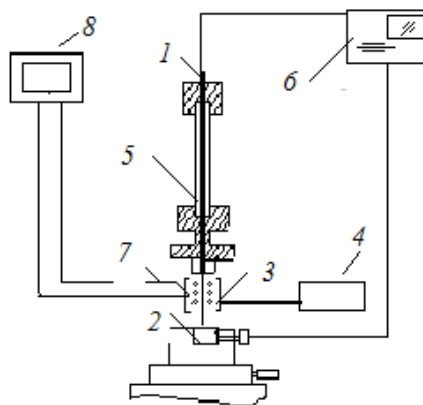


Рисунок 1. Схема приспособления к ПМТ-3 для измерения термоЭДС: 1 – зонд-игла; 2 – образец; 3 – печь нагрева иглы; 4 – блок питания печи; 5 – корпус иглы-зонда (керамическая трубка); 6 – прибор измерения термоЭДС; 7 – термопара в печи; 8 – измерительный прибор тока термопары.

Техника измерения включала: выбор и установку груза в момент контакта иглы (от 0,5 до 20 граммов); вывод печи на выбранный режим (80–150 °С); просмотр структуры образца в оптической системе микроскопа и выбор места измерения; поворот стола на 180°; опускание измерительной иглы до контакта с поверхностью образца на короткое время (1–2 секунды); отсчет максимального заброса стрелки измерительного гальванометра 6. В каждом процессе проводили 50–100 измерений. При обратном повороте стола место измерения обнаруживалось по изменению цвета (желтоватый). Точность прицельного измерения находится в пределах долей микрона. Это позволяет производить измерения в пределах одного зерна.

Весьма характерными представляются кривые для чистых железа, никеля и литого пермаллоя (рис. 2). Так как литой пермаллой представляет собой твердый однородный раствор, термоЭДС получаются почти одного и того же значения. Максимум распределения очень острый.

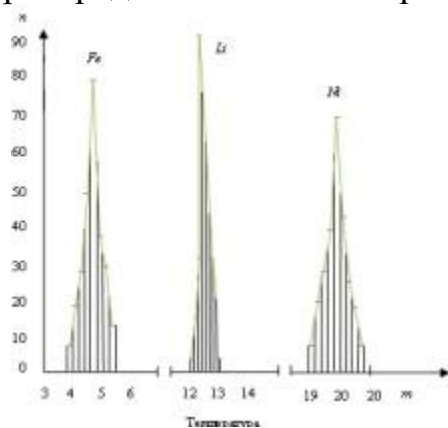


Рисунок 2. Распределение значений термоЭДС для чистых железа, никеля и литого пермаллоя.

Напротив, после спекания при невысоких температурах (1100 °С), наблюдаются два отдельных, соответствующих двум разным твердым растворам пика: на основе железа и никеля (рис. 3).

По мере повышения температуры нагрева, когда интенсивность процесса спекания увеличивается, т.е. существенно возрастает диффузия элементов, гомогенность твердого раствора растет, максимумы для термоЭДС сближаются и постепенно сливаются. Действительно, спекание при 1300 °С в течение 9 часов характеризуется одним лишь четко выраженным пиком. Другой пик практически не выделяется, хотя единого однородного твердого раствора еще нет.

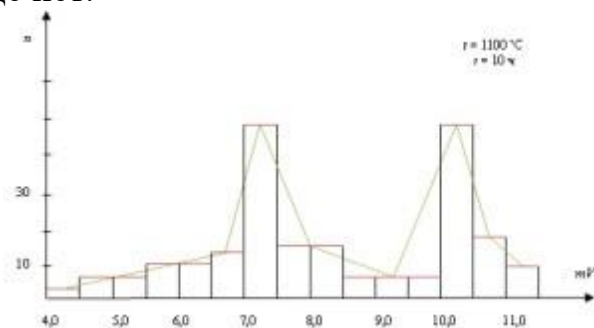


Рисунок 3. Распределение термоЭДС после различных стадий спекания (1100 С, 10 ч).

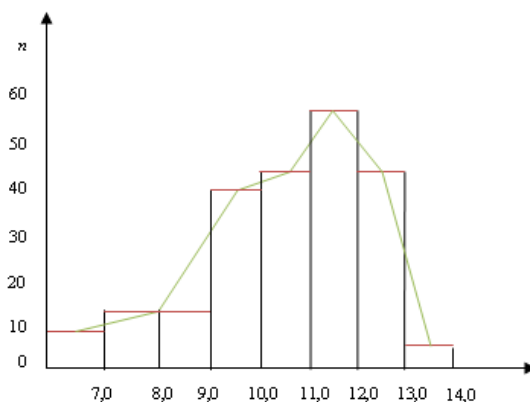


Рисунок 4. Распределение термоЭДС после различных стадий спекания (1300 С, 9 ч).

В работе рассмотрена методика измерения микротермоЭДС основанная на взаимодействии измерительного зонда с поверхностью материала. Установлена возможность исследования формирования твердого раствора в двухкомпонентных системах при спекании.

#### Список используемых источников

1. Глазов, В.М. Микротвердость металлов / В.М.Глазов, В.Н. Вигдорovich.- М.: Государственное научно-техническое издательство литературы по черной и цветной металлургии, 1962. — 224 с.
2. Панченко, Е.В. Лаборатория металлографии: учеб. Пособие / Е.В. Панченко, Ю.А. Скаков, Б.И. Криммер. — М.: Металлургия, 1965. — 440 с.