

*С. Г. Орловская, Т.В. Грызунова, Ф.Ф. Каримова*

*Одесский национальный университет им. И. И. Мечникова*

### **Экспериментальное исследование высокотемпературного окисления металлических проводников, нагреваемых электрическим током в воздухе**

Электротермографическим методом изучен высокотемпературный тепломассообмен вольфрамовых и молибденовых проводников с воздухом. Установлена стадийность реализации высокотемпературных состояний исследуемых образцов. Определены критические значения силы тока, определяющие зажигание проводников различных геометрических размеров. Предложена методика определения градиента температуры по длине нагреваемых электрическим током проводников.

Оксиды вольфрама и молибдена обладают уникальными свойствами (электрохромизм, газохромизм), и являются перспективными материалами для микроэлектроники, солнечной энергетики, катализа. Для получения пленок оксидов тугоплавких металлов с регулируемыми свойствами используют, в частности, метод «горячей нити»: металлический проводник нагревается электрическим током в окислительной среде, образующиеся при этом оксиды испаряются с поверхности проводника и осаждаются на подложке.

В данной работе изучены закономерности высокотемпературного окисления вольфрамовых и молибденовых проводников электротермографическим методом. Сущность данного метода заключается в программированном нагреве металлических нитей электрическим током в газообразном окислителе [1, 2]. Полученные экспериментальные термограммы позволили проанализировать механизм последовательных стадий тепломассообмена и высокотемпературного окисления металлических проводников в воздухе при атмосферном давлении  $P_{\text{атм}}=10^5$  Па. На рисунке 1 представлена термограмма нагрева вольфрамового проводника диаметром  $d=70$  мкм, длиной  $L=52$  мм, температура воздуха  $T_g$  в опытах достигала 292 К.

После включения источника тока температура проводника резко возрастает и достигает квазистационарного значения в т. А, которое определяется равенством джоулева тепловыделения и теплопотерь. Затем следует вторая относительно продолжительная стадия высокотемпературного тепломассообмена и окисления вольфрамового проводника до достижения температуры плавления его оксидов (точка В). На второй стадии температура проволоочки медленно возрастает, на поверхности проводника интенсифицируется химическая реакция окисления вольфрама. С ростом температуры скорость окисления увеличивается, что также ведет к постепенному возрастанию температуры проводника.

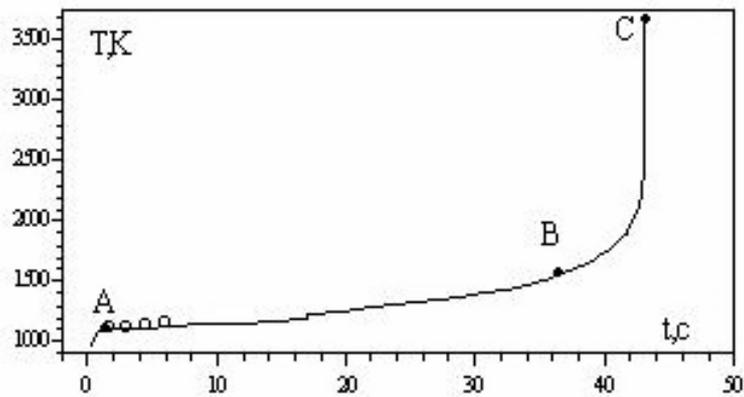


Рис.1. Временная зависимость температуры вольфрамового проводника.  
 $d=70$  мкм,  $L=52$  мм,  $I=1.1$  А,  $T_g=292$  К.  
 \_\_\_\_\_ - электротермографический метод; ооо- пирометрический метод.

Процесс сублимации оксидов приводит к некоторому уменьшению толщины окисной пленки и, как следствие, возрастанию скорости окисления. Стадия II ограничивается температурой плавления оксида  $WO_2$  (точка В). На последующей III стадии (кривая выше т.В) происходят процессы плавления и интенсивного испарения оксидной пленки с поверхности проводника. Толщина оксидной пленки уменьшается, возрастает поступление кислорода к поверхности металла, скорость окисления и температура проводника резко возрастают. Разрушение проводника связано с плавлением и испарением оксида, рекристаллизацией и, возможно, с плавлением самого металла.

Таким образом, нестационарный теплообмен и кинетику окисления вольфрамового проводника, нагреваемого электрическим током, можно представить в виде 3-х последовательных стадий: I – быстрый нагрев проводника до квазистационарной температуры; II – высокотемпературное окисление вольфрама до температуры плавления оксидной пленки; III – плавление и интенсивное испарение оксидной пленки, резкое увеличение скорости окисления и перегорание проводника.

Кружочками на зависимости  $T(t)$  обозначена температура проводника, определенная с помощью яркостного пирометра. Наблюдается хорошее согласие результатов, полученных указанными двумя методами.

Анализ термограмм нагрева молибденового проводника показал, что высокотемпературное окисление и теплообмен вольфрамовых и молибденовых проводников протекает по разным механизмам, что связано с различием температур плавления и летучести оксидов данных металлов [2, 3]. Для молибдена первая стадия включает быстрый разогрев проволоочки электрическим током до квазистационарной температуры, образования оксидной пленки  $MoO_3$  и ее плавление (рис.2). На второй, самой продолжительной стадии происходит медленное испарение оксидной пленки и достигается температура кипения оксида ( $T_{кип} = 1553$  К). Третья стадия характеризуется быстрым разогревом про-

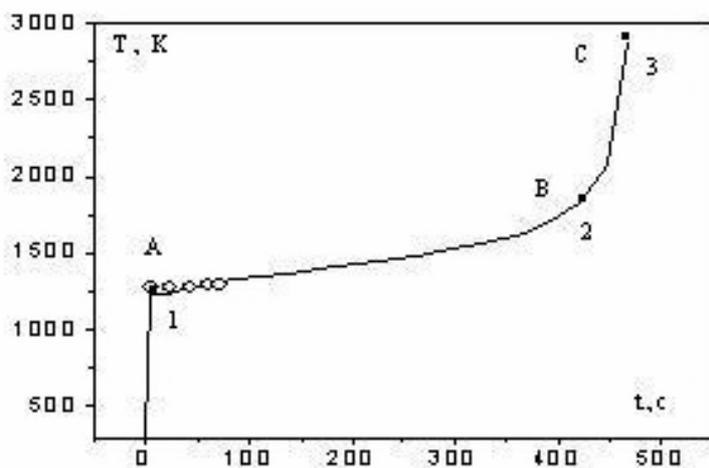


Рис.2. Временная зависимость температуры молибденового проводника.  $d=300$  мкм,  $L=100$  мм,  $I=7$  А, температура воздуха  $T_g=293$  К.  
 \_\_\_\_\_ - электротермографический метод; ооо- пирометрический метод.

водника и его перегоранием.

В работе также исследованы стационарные режимы теплообмена молибденовых и вольфрамовых образцов с воздухом. В результате определены критические значения силы тока, при которых осуществляются высокотемпературные состояния проводников различных геометрических размеров. На рис. 3 представлены зависимости температуры  $T$  от значения силы тока  $I$  для молибденовой проволоки.

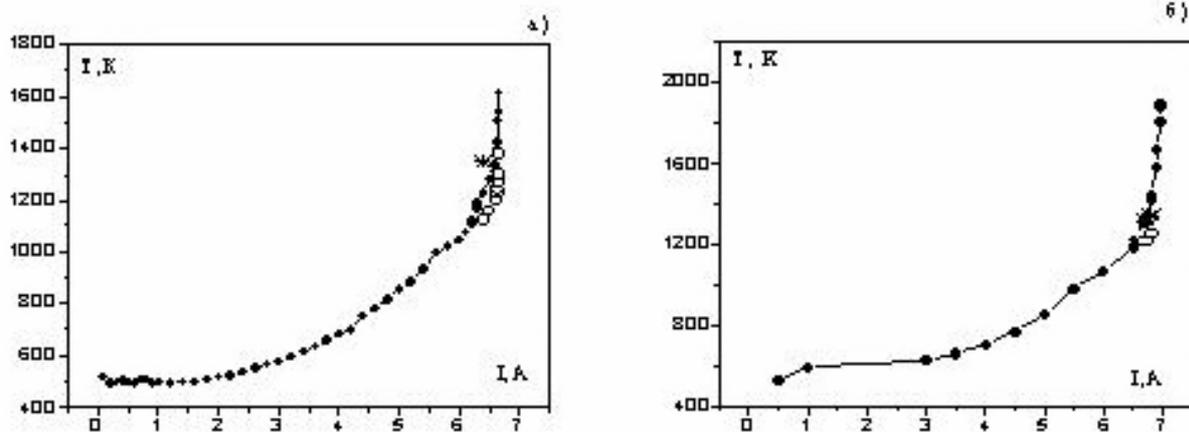


Рис.3. Зависимость стационарной температуры молибденового проводника ( $d=300$  мкм) от силы тока,  
 а)  $L=60$  мм; б)  $L=100$  мм.  $T_g=292$  К. \_\_\_\_\_-электротермографический метод, ооо- яркостная пирометрия, \*- цветовая пирометрия

Критическое значение силы тока, при котором еще не осуществляется переход на высокотемпературный режим для молибденового проводника ( $d=300$  мкм,  $L=60$  мм) равно  $6.66$  А (рис.3, а). Увеличение длины проводника приводит к возрастанию критического значения силы тока и для проводника диаметром  $d=300$  мкм, длиной  $L=100$ мм  $I_{кр} = 7$  А (рис.3, б).

Для вольфрамовой проволоки диаметром  $d=70$  мкм, длиной  $L=52$  мм экспериментально найденное критическое значение силы тока, при котором еще не наблюдается переход в высокотемпературный режим, равно  $1,02$  А, для проводника длиной  $L=10,6$  см –  $I_{кр} = 4,5$  А.

Методом относительной яркостной пирометрии получены распределения температуры по длине проводника при разных значениях силы тока (Рис.4). Для несветящихся участков проводника вблизи холодных контактов использована линейная аппроксимация. Установлено, что центральная часть проводника (около 50% длины) играет основную роль в высокотемпературном теплообмене. В этой области происходит интенсивное окисление и последующее испарение оксида, завершающееся перегоранием проводника.

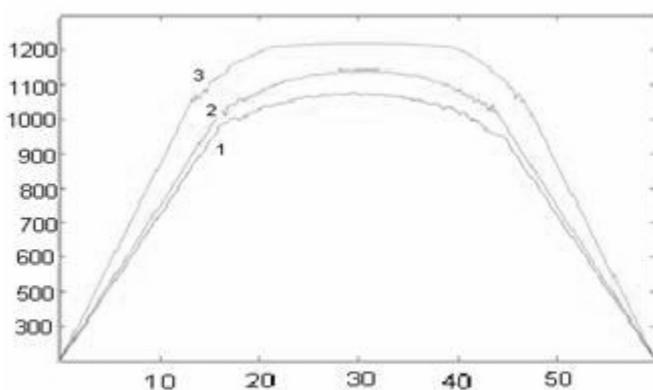


Рис.4. Распределение температуры по длине молибденового проводника  $d=300$  мкм,  $L=60$  мм,  $T_g = 291$  К. 1- $I=6.3$  А, 2-  $I=6.4$  А, 3-  $I=6$ .

Таким образом, экспериментально исследовано высокотемпературное окисление металлических проводников, нагреваемых электрическим током. Определены последовательные стадии процесса окисления. Выполнен анализ высокотемпературных режимов теплообмена. Найдены критические значения силы тока для проводников разных размеров.

### Литература.

1. Kharatyan S.L., Chatilyan H.A.// Intern. J. of SHS. – 1999 – Vol. 8, №1. – P. 31.
2. Харатян, Чатилян. Закономерности тепловыделения при силицировании вольфрама в волне безгазового горения. // ФГВ. – 2000. – Т.36, №3. – С.65-71.
3. Самсонов Г.В. Физико-химические свойства окислов. Справочник. – М.: Металлургия, 1978. – 471 с.

4. Биркс Н, Майер Дж. Введение в высокотемпературное окисление металлов. – М.: Металлургия. – 1987. –90 с.

*С.Г. Орловська, Т.В. Гризунова, Ф.Ф. Карімова*

**Експериментальне дослідження високотемпературного окислення металевих провідників, що нагріваються електричним струмом у повітрі.**

#### АНОТАЦІЯ

Електротермографічним методом вивчено високотемпературний тепломасообмін вольфрамових і молібденових провідників з повітрям. Визначена стадійність в здійсненні високотемпературних станів досліджуваних зразків. Визначені критичні значення сили струму, що визначають запалення провідників різних геометричних розмірів. Знайдено градієнти температури по довжині провідників для різних значень електричного струму.

*S.G. Orlovskaya, T.V. Gryzunova, F.F. Karimova*

**Experimental study of high-temperature oxidation of tungsten and molybdenum filaments..**

#### SUMMARY

High-temperature heat and mass transfer during tungsten and molybdenum filaments oxidation was studied by electrothermography. It was established that the oxidation went by stages. DC critical values were defined for some filament dimensions. The method of temperature gradient determination was elaborated.