

УДК 66.02

**ВЛИЯНИЕ ЧАСТОТНОГО РЕЖИМА РАБОТЫ КОАКСИАЛЬНОГО
МАГНИТОПЛАЗМЕННОГО УСКОРИТЕЛЯ НА ФАЗОВЫЙ СОСТАВ В
СИСТЕМЕ «FE-O»**

А. А. Сивков, д.т.н., с.н.с., профессор ОЭЭ ИШЭ, И. И. Шаненков, ассистент ОЭЭ ИШЭ, М. И. Гуков, 5АМ84, 1 курс магистратуры
Национальный исследовательский Томский политехнический университет
г. Томск

В системе «железо-кислород» известно 7 негидротированных фаз оксидов железа, обладающих различной структурой и физическими свойствами: α -Fe₂O₃ (гематит), β -Fe₂O₃, γ -Fe₂O₃ (маггемит), ε -Fe₂O₃, z -Fe₂O₃, FeO и Fe₃O₄ (магнетит) [1,2]. Из них наибольший практический интерес вызывает фаза ε -Fe₂O₃ в связи с ее уникальными магнитными свойствами. Например, она обладает самой высокой коэрцитивной силой среди всех известных простых оксидов металлов (~ 24 кЭ) [3], а также проявляет ферромагнитный резонанс на частоте ~ 190 ГГц [4,5]. Такой набор свойств может быть полезен для создания на ее основе современных постоянных магнитов, используемых для хранения информации, для изготовления радиопоглощающих покрытий, которые могут использоваться в гражданских и военных целях. Кроме того, все частицы оксидов железа, включая фазу ε -Fe₂O₃, нетоксичны и обладают высокой устойчивостью к коррозии. Тем не менее, синтез эpsilon фазы представляет собой сложную научную задачу, поскольку она термодинамически неустойчива и может существовать только в наноразмерном состоянии [6-8].

Известно, что метод прямого плазмодинамического синтеза (ПДС) позволяет получать эpsilon фазу оксида железа и отличается малым временем протекания процесса синтеза (менее 1 мс), низким энергопотреблением, высокими энергетическими параметрами процесса синтеза (до 100 кДж), а также высокой скоростью охлаждения (~ 10⁸ К/с). Основным элементом системы является коаксиальный магнитоплазменный ускоритель (КМПУ) с железными электродами. Ранее было показано, что с использованием этой системы можно добиться преимущественного выхода эpsilon фазы [9]. Установлено, что в рассматриваемой системе возможно повысить выход фазы ε -Fe₂O₃ за счет увеличения энергии, подводимой к ускорителю от емкостного накопителя энергии (ЕНЭ). Однако это приводит к увеличению электродинамических воздействий на основные узлы системы за счет роста протекающего через них тока дугового разряда, что может привести к их разрушению. Для предотвращения возможных аварийных ситуаций необходимо ограничить значение протекающего тока. В связи с этим, в данной работе было предложено реализовать частотный режим работы, позволяющий уменьшить электродинамические воздействия на

основные узлы системы, а также оценить влияние количества последовательных импульсов электропитания на фазовый состав синтезируемых образцов.

Система плазодинамического синтеза и ее основные элементы показаны на рисунке 1, принцип ее работы был ранее подробно рассмотрен [9]. Под частотным режимом работы системы подразумевается реализация процесса ПДС в серии последовательных плазменных выстрелов, совершаемых один за другим с некоторой задержкой по времени (t_3), необходимой для того, чтобы силовые ключи (игнитроны «УР») батареи конденсаторов (С), сработавшей первой, успели закрыться. Такой частотный режим возможно реализовать в рассматриваемой системе путем отдельной подачи импульсов от генератора (ГИ) на соответствующие разделы блоков управления (БУ).

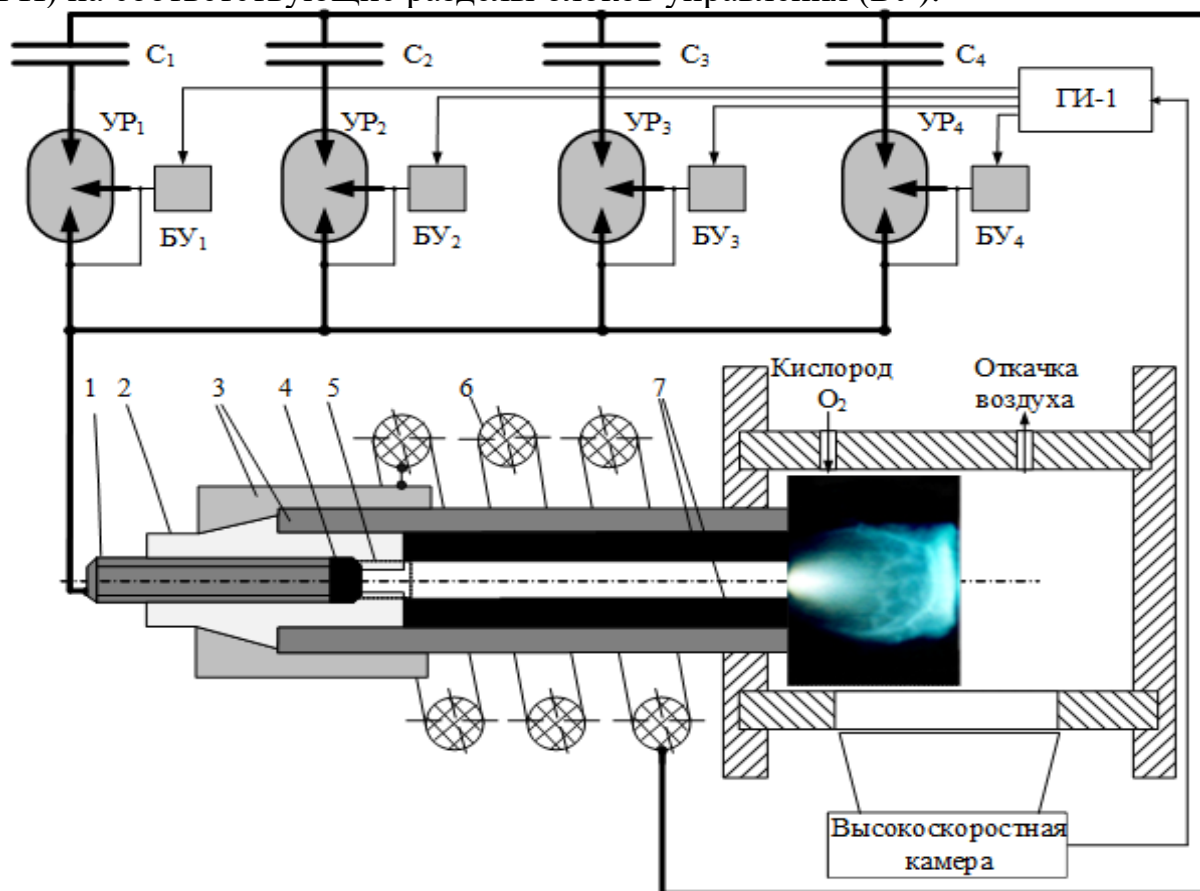


Рисунок 1 – Система плазодинамического синтеза: 1 - Центральный электрод, 2 - Изолятор, 3 - Металлический корпус, 4 – Железный наконечник, 5 – Канал формирования плазменной структуры, 6 - Индуктор, 7 - Железный ускорительный канал

Количество включенных в работу секций БК (С1, С2, С3, С4) выбиралось таким образом, чтобы их электроемкость составила 7,2 мФ каждая (четверть от общей электроемкости ЕНЭ). Замыкание силовых ключей (УР) осуществлялось путем подачи управляющих сигналов от генератора задержанных импульсов на соответствующие блоки управления (БУ). Таким образом, в рассматриваемой системе можно реализовать последовательный запуск секций ЕНЭ, ко-

торые разряжаются на нагрузку, в роли которой выступает КМПУ. Для изучения влияния числа последовательных импульсов электропитания были исследованы следующие возможные случаи:

- 2 последовательных импульса ($C_1=7,2$ мФ; $C_2=7,2$ мФ);
- 3 последовательных импульса ($C_1=7,2$ мФ, $C_2=7,2$ мФ; $C_3=7,2$ мФ);
- 4 последовательных импульса ($C_1=7,2$ мФ; $C_2=7,2$ мФ; $C_3=7,2$ мФ; $C_4=7,2$ мФ).

Во всех случаях значение зарядного напряжения ($U_{зар}$) ЕНЭ оставалось неизменным 3,0 кВ. Исходные энергетические параметры выбирались таким образом, чтобы уменьшить значения первоначально накопленной энергии ($W_{зар}$) и подведенной энергии (W) примерно вдвое по сравнению с экспериментами, проводимыми ранее [9]. Энергетические параметры процесса синтеза регистрировались с использованием цифровых осциллографов Tektronix TDS 2012.

В результате проведения экспериментов были синтезированы порошкообразные продукты, фазовый состав которых изучался методом рентгеновской дифрактометрии с использованием рентгеновского дифрактометра Shimadzu XRD-7000. Количественный анализ фазового состава проводился с использованием программного обеспечения «Powder Cell 2.4» и базы данных PDF4.

Основными целями серии предлагаемых экспериментов являлись: снижение электродинамических усилий на основные узлы системы за счет уменьшения значения электроразрядного тока, а также достижение максимального выхода эpsilon фазы. В таблице 1 представлены исходные и расчетные данные проведенной серии экспериментов с различным количеством последовательных импульсов от 1 до 4. Эксперимент с одним рабочим импульсом проводился для того, чтобы наглядно показать уменьшение энергетических параметров процесса синтеза по сравнению с «нормальным» режимом работы КМПУ ($U_{зар} = 3,0$ кВ, $C = 14,4$ мФ) [9].

Таблица 1 – Данные серии экспериментов по оценке влияния «частотного» режима работы КМПУ на фазовый состав продуктов ПДС

N, имп	Исходные данные			Расчетные данные						
	$U_{зар}$ кВ	C мФ	$W_{зар}$ кДж	I_m кА	W кДж	Δm г	$m_{пор}$ г	Фазовый состав, % масс.		
								$\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$	Fe_3O_4	$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$
1	3,0	7,2	32,4	147	19,7	0	0	-	-	-
2	3,0	7,2	64,8	145	39,9	0,4	0,23	35,0	50,0	15,0
3	3,0	7,2	97,2	149	71,3	8,2	2,77	62,0	13,1	24,9
4	3,0	7,2	129,6	143	73,6	12,8	4,30	64,7	8,0	27,3

Проведение эксперимента с одним рабочим импульсом позволило установить снижение максимальной величины протекающего в цепи тока (I_m) до ~147 кА, согласно зарегистрированным осциллограммам рабочих процессов, что значительно ниже величины тока в «нормальном» режиме работы ускорителя (примерно в полтора раза) [9]. В эксперименте с одним рабочим импуль-

сом наблюдаемое уменьшение максимального значения тока повлияло на значения средней мощности разряда (63,5 МВт) и подведенной энергии (19,7 кДж). Это привело к значительному уменьшению массы эродированного материала (Δm) и массы конечного порошкообразного продукта ($m_{\text{пор}}$), которые оказались слишком малы для проведения аналитических исследований фазового состава. Этот результат показал нецелесообразность использования системы при таких низких энергетических параметрах в одноимпульсном режиме синтеза.

Однако даже при реализации двух последовательных плазменных выстрелов, электроэрозия со стенок ускорительного канала и масса конечного порошка значительно увеличились. Это, скорее всего, связано с тем, что во время движения первого плазменного потока материал стенок электрода-ствола не успевает полностью кристаллизоваться. Это приводит к созданию естественных неровностей на поверхности ускорительного канала. Таким образом, при протекании второго рабочего импульса сублимация материала поверхности происходит с меньшими затратами тепловой энергии, что приводит к увеличению электроэрозии материала электрода-ствола. В экспериментах с тремя и четырьмя импульсами наблюдалась еще более эффективная сублимация материала со стенок канала. Это видно из данных, представленных в таблице 1, где показано, что с увеличением количества рабочих импульсов увеличивалась как электроэрозия (Δm), так и масса конечного порошкообразного продукта синтеза ($m_{\text{пор}}$).

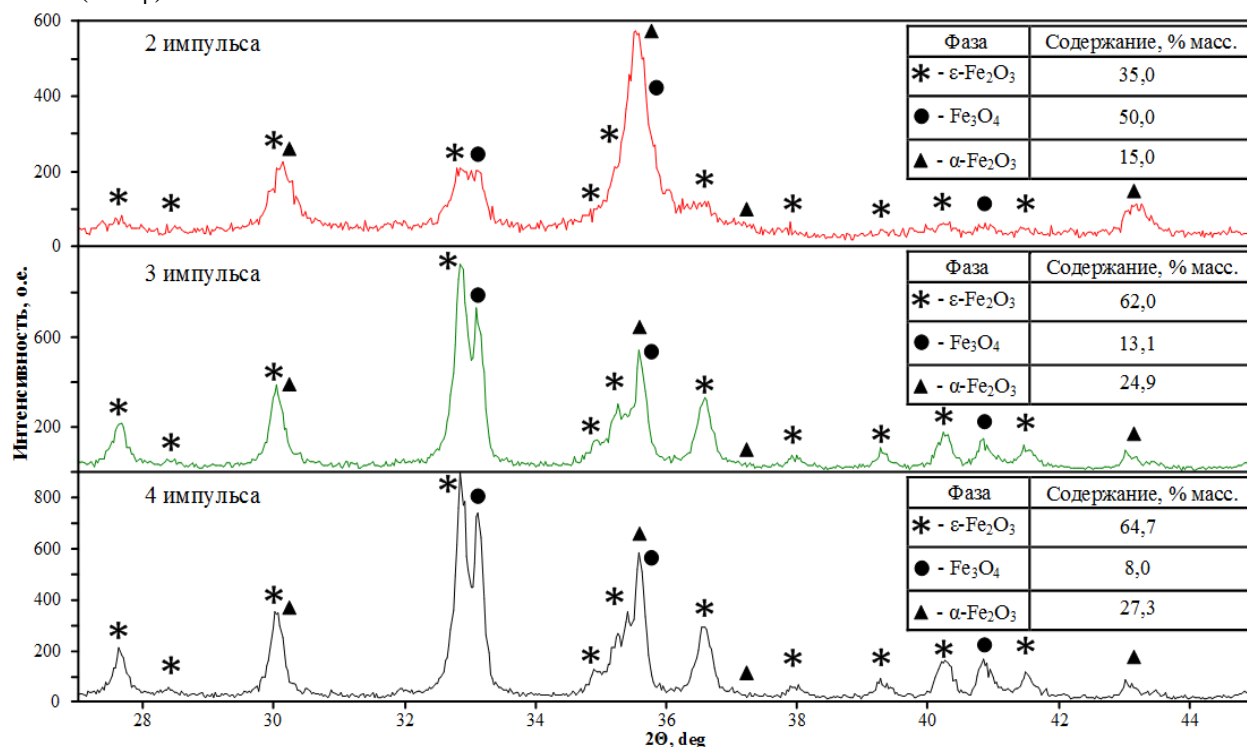


Рисунок 2 – Рентгеновские дифрактограммы продуктов ПДС, полученных в частотном режиме работы КМПУ

Изучение фазового состава продуктов, синтезированных при двух и бо-

лее последовательных импульсах, подтвердило эффективность частотного режима работы системы (рисунок 2). Более того, согласно анализу фазового состава, увеличение числа последовательных плазменных выстрелов приводит к увеличению выхода эpsilon фазы. Например, в случае двухимпульсного режима работы доминирующей фазой являлся магнетит (50 масс. %), а содержание фазы $\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ составляло 35,0 масс. %. При увеличении числа рабочих импульсов до 4 выход эpsilon фазы увеличился примерно в два раза до ~ 65 масс. %.

Полученные результаты позволяют сделать вывод о перспективности использования частотного режима работы КМПУ. В дополнение к тому, что этот метод может быть реализован при низких энергетических параметрах системы, что положительно влияет на устойчивость системы к динамическим воздействиям, это позволяет достичь приемлемого результата выхода фазы $\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ на уровне до $\sim 65,0$ масс. %. Также установлено, что увеличение числа рабочих импульсов приводит к увеличению наработки эродированной массы материала с поверхности ускорительного канала и, соответственно, конечной массы дисперсного порошкообразного продукта.

Работа выполнена при финансовой поддержке российского фонда фундаментальных исследований (проект № 17-53-53038).

Список литературы:

- [1] Tuček J. et al. Zeta- Fe_2O_3 – A new stable polymorph in iron (III) oxide family // *Scientific reports*. 2015. Vol. 5. P. 15091.
- [2] Cornell R.M., Schwertmann U. The iron oxides: structure, properties, reactions, occurrences and uses. John Wiley & Sons., 2003. – 694 p.
- [3] Sakurai S. et al. Large coercive field in magnetic-field oriented $\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ nanorods // *Chemical Physics Letters*. 2008. Vol. 458(4-6). P. 333-336.
- [4] Ohkoshi S. et al. A Millimeter-Wave Absorber Based on Gallium-Substituted ϵ -Iron Oxide Nanomagnets // *Angewandte Chemie International Edition*. 2007. Vol. 46(44). P. 8392-8395.
- [5] Namai A. et al. Synthesis of an electromagnetic wave absorber for high-speed wireless communication // *Journal of the American Chemical Society*. 2008. Vol. 131(3). P. 1170-1173.
- [6] Gich M. et al. Magnetoelectric coupling in $\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ nanoparticles // *Nanotechnology*. 2006. Vol. 17(3). P. 687.
- [7] Tuček J. et al. $\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$: An advanced nanomaterial exhibiting giant coercive field, millimeter-wave ferromagnetic resonance, and magnetoelectric coupling // *Chemistry of Materials*. 2010. Vol. 22(24). P. 6483-6505.
- [8] Zboril R., Mashlan M., Petridis D. Iron (III) oxides from thermal processes synthesis, structural and magnetic properties, Mössbauer spectroscopy characterization, and applications // *Chemistry of Materials*. 2002. Vol. 14(3). P. 969-982.

[9] Sivkov A. et al. Plasma dynamic synthesis and obtaining ultrafine powders of iron oxides with high content of ϵ -Fe₂O₃ // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 2016. Vol. 405. P. 158-168.