

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ  
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ «НОВОСИБИРСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ».

Физический факультет

Кафедра общей физики

Осипов Антон Александрович

КУРСОВАЯ РАБОТА

**Исследование вольт-амперных характеристик дугового разряда в  
постановке синтеза фуллеренов**

Электромагнитный практикум, 2 курс, группа №20306

**Научный руководитель:**

к.ф.-м.н. А.В. Зайковский

Оценка научного руководителя

«\_\_\_\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_ г.

**Преподаватель практикума**

д.ф.-м.н. О.Е. Терещенко

Оценка преподавателя практикума

«\_\_\_\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_ г.

**Куратор практикума:**

к.т.н. В.Т. Астрелин

Итоговая оценка

«\_\_\_\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_ г.

Новосибирск 2021

## **Аннотация**

Электродуговой разряд в разреженных средах широко применяется для синтеза различных наноструктурных материалов. В данной работе представлены результаты исследования вольтамперных характеристик электродугового разряда постоянного тока в разреженной среде гелия. Подобные условия характерны для синтеза фуллеренов. В результате исследований были получены вольтамперные характеристики дугового разряда для различных расстояний между электродами. Было установлено, что при малых межэлектродных расстояниях вольтамперная характеристика имеет восходящий характер, при увеличении тока от 80А. Восходящая ВАХ соответствует режиму горения дугового разряда с горячим катодом. При увеличении межэлектродного промежутка ВАХ принимает форму горизонтальной прямой, то есть напряжение практически не изменяется при вариации тока разряда. Данная характеристика соответствует переходному режиму горения дугового разряда от режима с холодным катодом к режиму с горячим катодом.

**Ключевые слова:** вольт-амперные характеристики, дуговой разряд.

## Оглавление

Оглавление.....	3
Введение.....	4
Теоретическая часть.....	5
Дуговой разряд.....	5
Вольт-амперная характеристика дугового разряда.....	6
«Фуллереновая дуга» / синтез фуллеренов.....	8
Экспериментальная часть.....	8
Описание установки.....	8
Методика измерения.....	10
Результаты.....	11
Погрешности измерений.....	18
Выводы.....	19
Список литературы.....	19

## Введение

После открытия в 1985 году новой аллотропной формы углерода  $C_{60}$ , полученной при лазерном испарении углерода, внимание научного сообщества сфокусировалось на дальнейшем изучении и применении данного вещества [1]. Полученное в результате эксперимента молекулярное соединения назвали фуллеренами. Молекула фуллерена  $C_{60}$  представляет собой сочетание 6-ти и 5-ти членных колец из атомов углерода, по форме напоминающие футбольный мяч. В 1990 году впервые фуллерены были получены в макроскопических количествах [2], что стало отправной точкой для подробного изучения этих новых углеродных кластеров. Уже тогда определили сферы их дальнейшего применения. На сегодняшний день фуллерены активно применяются в фармацевтической промышленности, а также при производстве алмазов и катализаторов [3].

Основным способом получения фуллеренов является дуговой разряд. В атмосфере инертных газов происходит испарение углеродных электродов при помощи электрической дуги [1]. Данный метод является наиболее оптимальным, как с экономической, так и с практической точки зрения. Но многие вопросы касаются параметров «фуллереновой дуги» до сих пор остаются без ответа. Целью данной работы является получение вольт-амперной характеристики (ВАХ) дугового разряда при синтезе фуллеренов в среде гелия при низком давлении.

## Теоретическая часть

### Дуговой разряд

Явления и процессы, основанные на взаимодействии поля с плазмой, относятся к разделу физики, который носит название «Физика газового разряда». Существует множество типов газового разряда. В основе их классификации лежит два признака: первый — характер состояния ионизированного газа, а второй — частотный диапазон поля. По характеру состояния ионизированного газа различают такие виды: пробой газа, неравновесная плазма (поддерживаемая полем), равновесная плазма. По частотному диапазону: постоянные (низкочастотные), высокочастотные, сверхвысокочастотные и оптические поля.

Электродуговой разряд — один из видов разряда в газе. Если после получения искрового разряда от мощного источника тока постепенно уменьшать расстояние между электродами, то разряд из прерывистого становится непрерывным. Наблюдается резкое увеличение тока (теперь он достигает десятки и сотни ампер) и падение напряжения до нескольких десятков вольт. Дуговой разряд можно получить от источников низкого напряжения, минуя стадию искры. Для этого электроды необходимо привести в соприкосновение, после чего они сильно раскаляются электрическим током. При дальнейшем разведении электродов наблюдается яркая электрическая дуга. Именно таким путем электрическая дуга была впервые получена в 1802 году В.В. Петровым. В настоящее время для получения дугового разряда чаще всего используют угольные электроды, изготовленные из прессованного графита со связывающими веществами. Дуговой разряд поддерживается главным образом за счет термоэлектронной эмиссии с поверхности катода. Во многих случаях устойчивая дуга получается лишь при условии высокой температуры

катода. При его охлаждении дуга горит неустойчиво, периодически гаснет и снова зажигается. Изменение температуры анода не вызывает нарушений устойчивого режима горения дуги.

### **Вольт-амперная характеристика дугового разряда**

При нормальном и пониженном давлении в газах наблюдается три стадии газового разряда: темный, тлеющий, дуговой. Характер разряда зависит от напряжения, формы и расположения электродов, от состава газа, его температуры и прочих параметров [5].

Дуговой разряд характеризуется высокой плотностью тока в области катода (до  $10^2$  А/см<sup>2</sup> и выше). Дуговой разряд можно получить двумя способами:

1. С увеличением напряжения в промежутке между электродами тлеющий разряд переходит в дуговой, при этом поддержание дуги происходит за счет эмиссии электронов с катода. Происходит увеличение числа носителей заряда, т. е. силы тока в дуге. С увеличением разрядного тока сопротивление дуги сильно уменьшается (дуга является проводником, замыкающим электрическую цепь). При этом сопротивление убывает быстрее, чем возрастает ток.

2. При кратковременном соприкосновении электродов друг с другом, из-за большого контактного сопротивления в месте контакта электродов, происходит локальный разогрев и испарение материала электродов, возникновение паров электродов, их ионизация, а также термоэмиссия электронов, что приводит к возникновению дугового разряда. При увеличении тока растет температура и проводимость газоразрядной плазмы, а напряжение между электродами падает.

Для более полного описания зависимости напряжения в дуге от тока необходимо ввести понятие катодного пятна. Катодное пятно - небольшая, сильно разогретая и светящаяся область поверхности катода, через

которую осуществляется перенос тока между катодом и межэлектродным пространством. Возникновение катодного пятна обусловлено необходимостью переноса больших токов через поверхность холодного и практически неземитирующего проводника. Увеличение тока, протекающего в столбе дуги, приводит к увеличению пятна (увеличение сечения дугового разряда). Этот процесс сопровождается падением напряжения. Однако, при достижении катодного пятна размеров электрода, дальнейшее увеличение тока приводит к изменению характеристик и строения дугового разряда. Столб дугового разряда можно условно разделить на катодный слой, положительный столб и анодный слой. В режиме с горячим катодом практически всё напряжение падает в катодном слое. Катодный слой является бесстолкновительным. Соответственно увеличение плотности тока разряда приводит к увеличению напряжения на катодном слое и между электродами соответственно [10].

На рис. 1 изображена полная ВАХ газового разряда.

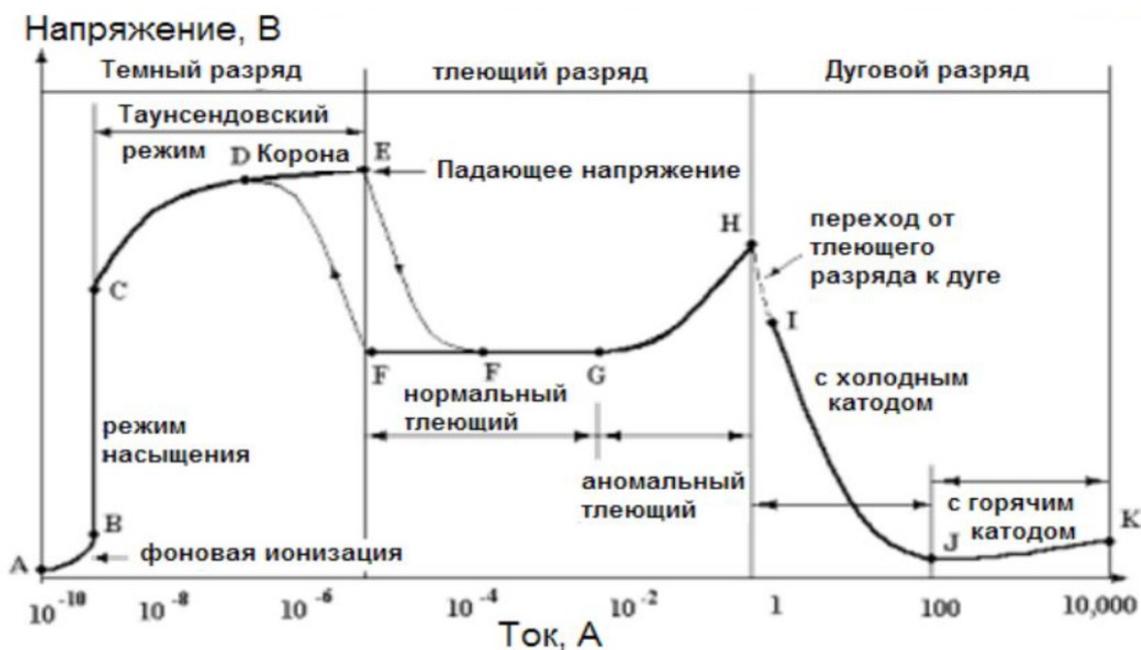


Рис.1. Вольт-амперная характеристика газового разряда.

## **«Фуллереновая дуга» / синтез фуллеренов**

Наиболее распространенным и простым методом получения фуллеренов является испарение графита в электрической дуге, горящей между графитовыми электродами в потоке инертного газа. Впервые лабораторный вариант процесса был описан в 1990 году В. Кретчмером и его соавторами [2].

В процессе горения дуги, температура в которой превышает 4000 К, происходит расход графитового анода с дальнейшим образованием таких продуктов, как фуллереносодержащая сажа, осаждаемая на стенках реакционной камеры, и спеченный катодный осадок.

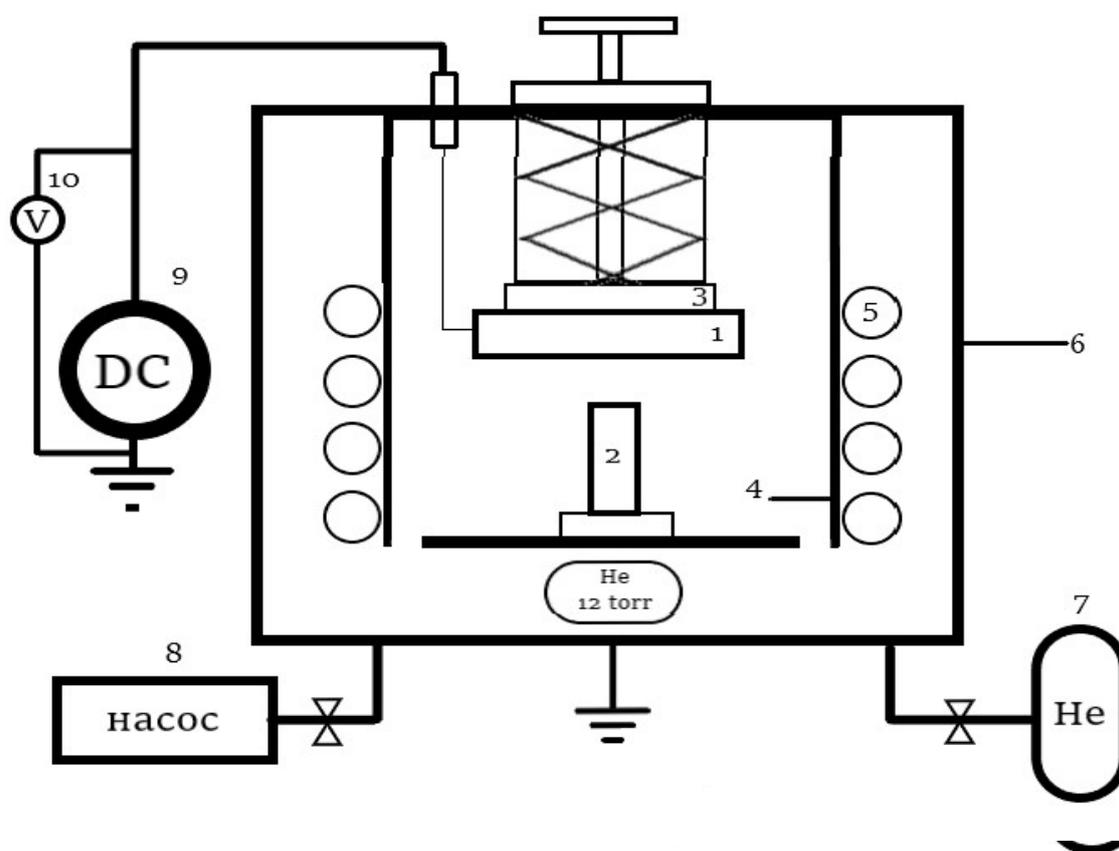
Есть несколько точек зрения касательно образования фуллеренов в дуговом разряде. Наиболее понятный и популярный механизм называется пентагональным путем. Предполагается, что при конденсации углеродов из пара образуются кластеры с дальнейшим формированием графенов. С увеличением размера графенов к шестиугольным кольцам присоединяются димеры  $C_2$ , вследствие чего происходит перемещение связей, то есть вместо одного шестиугольника образуются два пятиугольника. Дальнейшее перераспределение пятиугольных колец приводит к полному закрытию каркаса и образованию молекулы  $C_{60}$ . Так же необходимо, чтобы растущие кластеры находились в зоне высоких температур определенное время, которого будет достаточно для образования замкнутых структур [7].

## **Экспериментальная часть**

### **Описание установки**

Для получения вольт-амперной характеристики дугового разряда при синтезе фуллеренов использовалась схема представленная на рис. 2. В герметичной камере находился медный «стакан», внутрь которого помещался экран для сбора продуктов синтеза, сделанный из

нержавеющей стали; графитового катода, к которому прикладывалось постоянное напряжение; графитового анода. При помощи металлокерамического узла катод был соединен с подвижным механизмом, позволяющим в ходе эксперимента изменять расстояния между электродами, тем самым уменьшать или увеличивать длину дуги. Вокруг стенок стакана с внешней стороны проходили трубки с циркулирующей водой для отвода тепла. В экспериментальной камере поддерживалось постоянное давление 12 torr в атмосфере гелия.



*Рис.2. Блок-схема экспериментальной установки: 1,2 – графитовые катод и анод; 3 – металлокерамический соединительный узел; 4 – экран для сбора продуктов синтеза; 5 – трубки с циркулирующей водой; 6 – герметичная камера; 7 – баллон с He; 8 – насос; 9 – сварочный аппарат (источник тока); 10 – вольтметр*

## Методика измерения

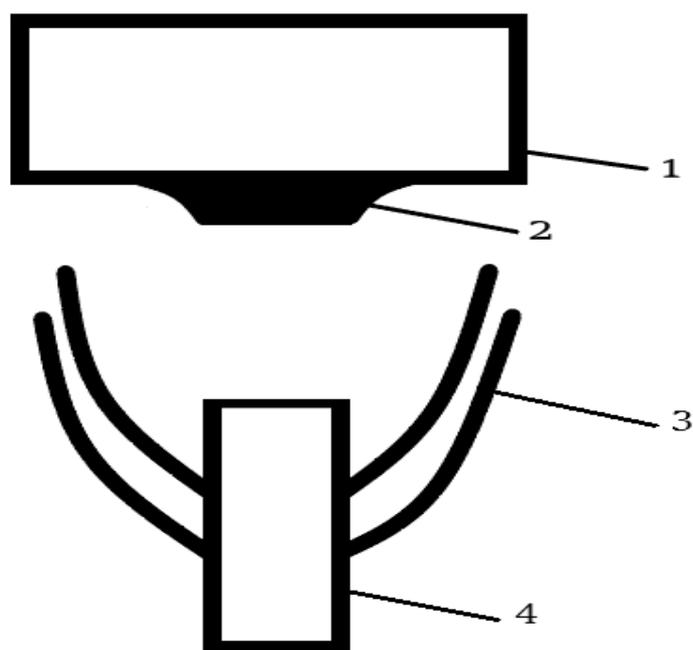
Для избавления от остаточной примеси воздуха в камере реактора, производится три цикла откачки и последующий напуском гелия до давления 12 torr в экспериментальной камере. К катоду подводится напряжение от источника постоянного тока (сварочный аппарат). Подвижным механизмом сближаем катод и анод до кратковременного соприкосновения, вследствие чего возникает поджиг электродугового разряда. При дальнейшем разведении катода и анода увеличивается длина дуги и напряжение в ней. Под действием высокой температуры с поверхности анода вырываются электроны (термоэлектронная эмиссия), происходит разрушение структуры графитового электрода. В столбе ионизированного газа находятся атомы углерода, которые в процессе эксперимента будут образовывать фуллерены по механизму описанному ранее. Конденсация углерода из пара происходит при разлете продуктов испарения из межэлектродного промежутка, их смешивании с буферным газом и охлаждении. В результате, продукты синтеза, образованные в газовой фазе, осаждаются на стенках экрана для сбора продуктов синтеза б), охлаждаемого водой циркулирующей в трубках 5).

Для исследования вольт-амперной характеристики дугового разряда, нам для начала необходимо определить зависимость длины столба дуги от напряжения при различных значениях силы тока. Для проведения экспериментов было выбрано пять значений силы тока 60, 80, 100, 120 и 140А. Для каждого значения силы тока проводилась одинаковая методика измерений. После поджига дуги электроды отдаляются друг от друга подвижным механизмом, при этом наблюдаются изменения показаний вольтметра. С определенным шагом по вольтажу для каждого опыта мы определяем зависимость расстояния между электродами от напряжения, наблюдаемого в последний момент перед выключением дуги. После

полного сбора массива данных по всем экспериментам на общем графике отображаются кривые, описывающие зависимости длины дуги от напряжения характерного для каждого значения силы тока. Далее, фиксируя определенные значения длины дуги, мы строим вольт-амперные характеристики.

## **Результаты**

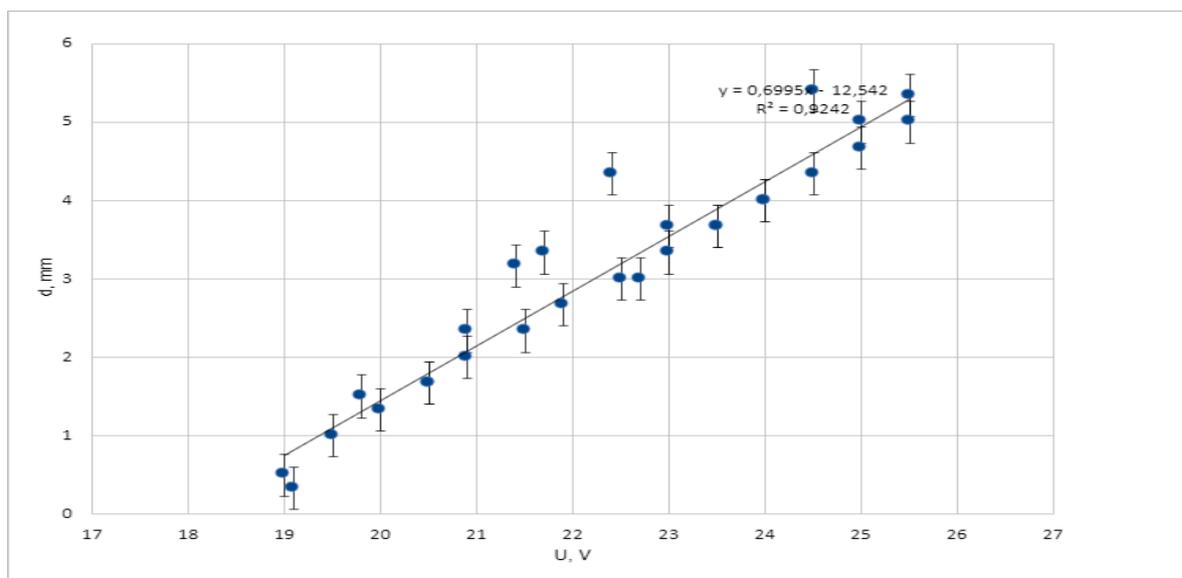
Проведено исследование зависимости длины дуги от напряжения при различных значениях силы тока. Каждому экспериментальному наблюдению приведен график. Для каждого набора точек проводилась аппроксимирующая кривая, характеризующая основную тенденцию изменения длины дуги при изменении напряжения. Процесс горения дугового разряда сопровождается диспергацией (испарением) графитовой структуры электрода. При этом, пары углерода частично осаждаются на поверхности катода, образуя катодный депозит, а другая часть, смешиваясь с гелием, диффундирует из межэлектродного промежутка и охлаждается. При охлаждении паров углерода до определенных температур, углерод конденсируется в твердое состояние. Это приводит к образованию дендритных структур на боковых сторонах анода (рис. 3). В результате образования подобных структур, определение расстояния между рабочими поверхностями электродов и соответственно длины дугового разряда по средствам сведения электродов до электрического контакта может дать ошибочный результат, так как первый контакт может произойти между выросшими дендритными структурами на аноде и катодом.



*Рис.3. Электроды, разрушенные дуговым разрядом. 1 - катод; 2 - катодное пятно; 3 - дендритные структуры; 4 - анод.*

Электродуговой разряд в постановке синтеза фуллеренов не является стационарным процессом. В течении разряда наблюдаются флуктуации напряжения и изменения давления буферного газа, что может влиять на результаты измерений. При анализе экспериментальных данных были выявлены точки, не соответствующие основной зависимости. Для лучшей аппроксимации и дальнейшего анализа был произведен расчет доверительных интервалов.

На рис. 4 Видна явная линейная зависимость  $d$  от  $U$  (коэффициент детерминации  $R^2 = 0,9242$ ). В диапазоне значений напряжения 21 - 25 V наблюдаются заметные отклонения точек от линии тренда.



*Рис.4. Зависимость длины дуги от напряжения при  $I = 60 \text{ A}$*

Расхождения точек сильно заметны на рис. 5. В диапазоне 20 - 21 V три точки имеют сильное отклонение от линии тренда. При увеличении напряжения с 23 V имеются две зависимости  $d$  от  $U$ . Один набор точек располагается выше аппроксимирующей прямой, он характеризует увеличение  $d$  при увеличении  $U$ . Второй набор точек имеет постоянное значение по оси  $d$ , mm в диапазоне 3 - 4 mm (изменение  $d$  не зависит от увеличения  $U$ ). Коэффициент детерминации  $R^2 = 0,7644$ .

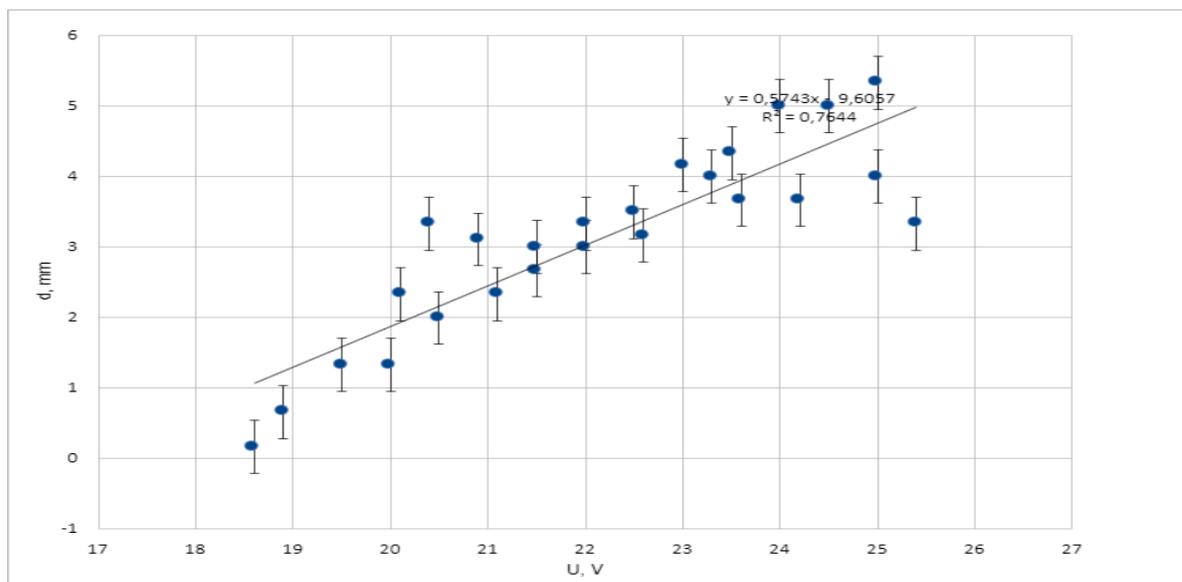


Рис.5. Зависимость длины дуги от напряжения при  $I = 80 \text{ A}$

При  $I = 100 \text{ A}$  (рис. 6) точно определить тип зависимости сложно. Коэффициент детерминации  $R^2 = 0,4451$  характеризует сильный разброс значений. Имеются отклонения на всем графике.

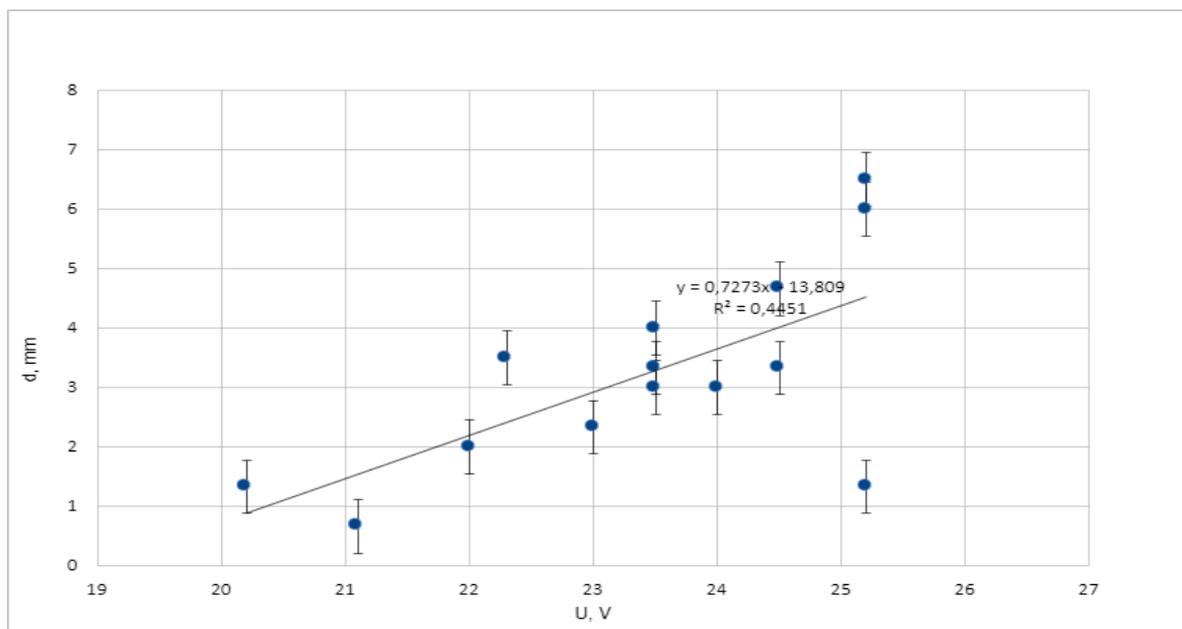


Рис.6. Зависимость длины дуги от напряжения при  $I = 100 \text{ A}$

На графике зависимости  $d$  от  $U$  при  $I = 120$  А (рис. 7) имеется аномальное отклонение точек в диапазоне значений напряжения 23 - 25 В. На этом промежутке наблюдается спадающая зависимость, что не является истинным. Коэффициент детерминации  $R^2 = 0,636$ .

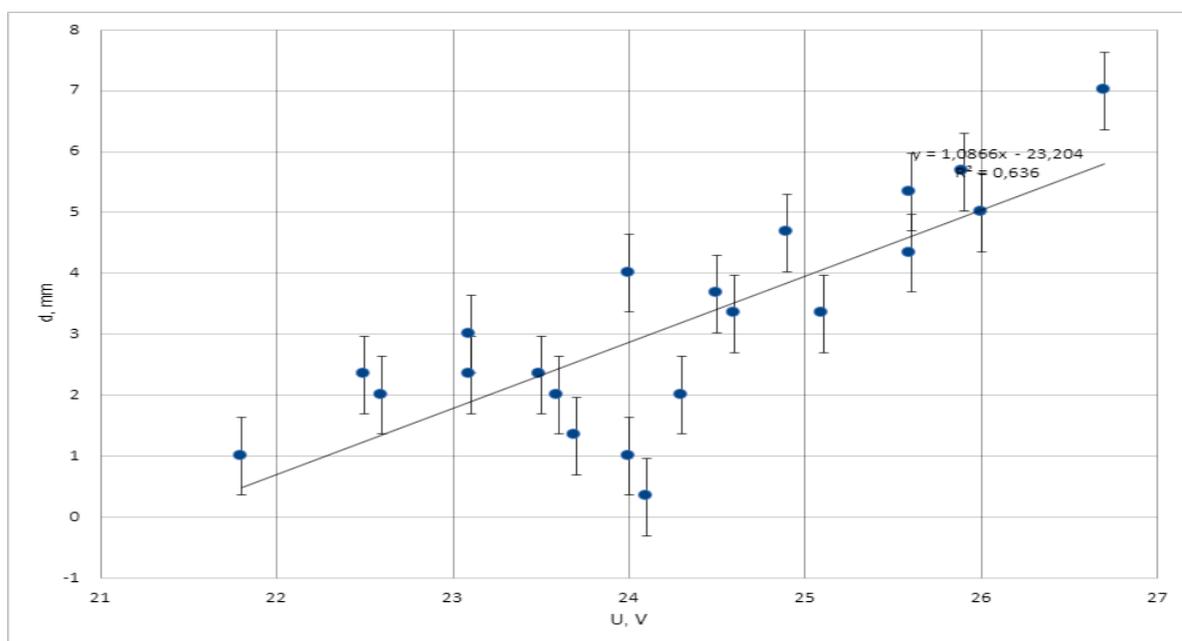
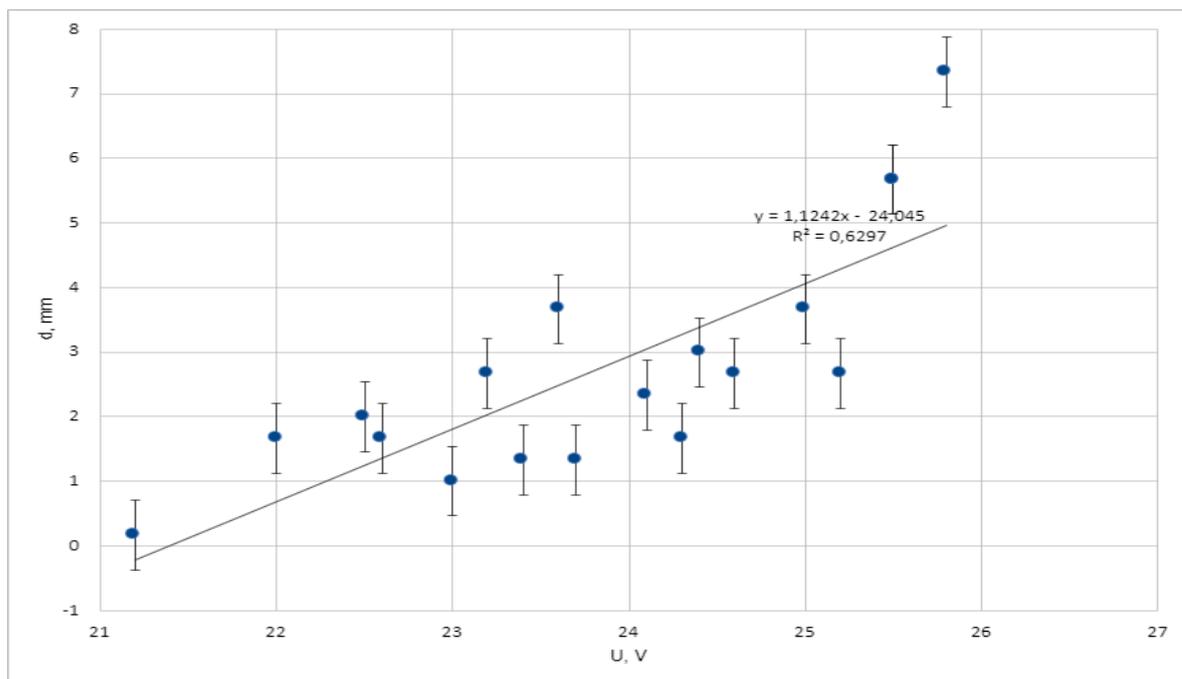


Рис.7. Зависимость длины дуги от напряжения при  $I = 120$  А

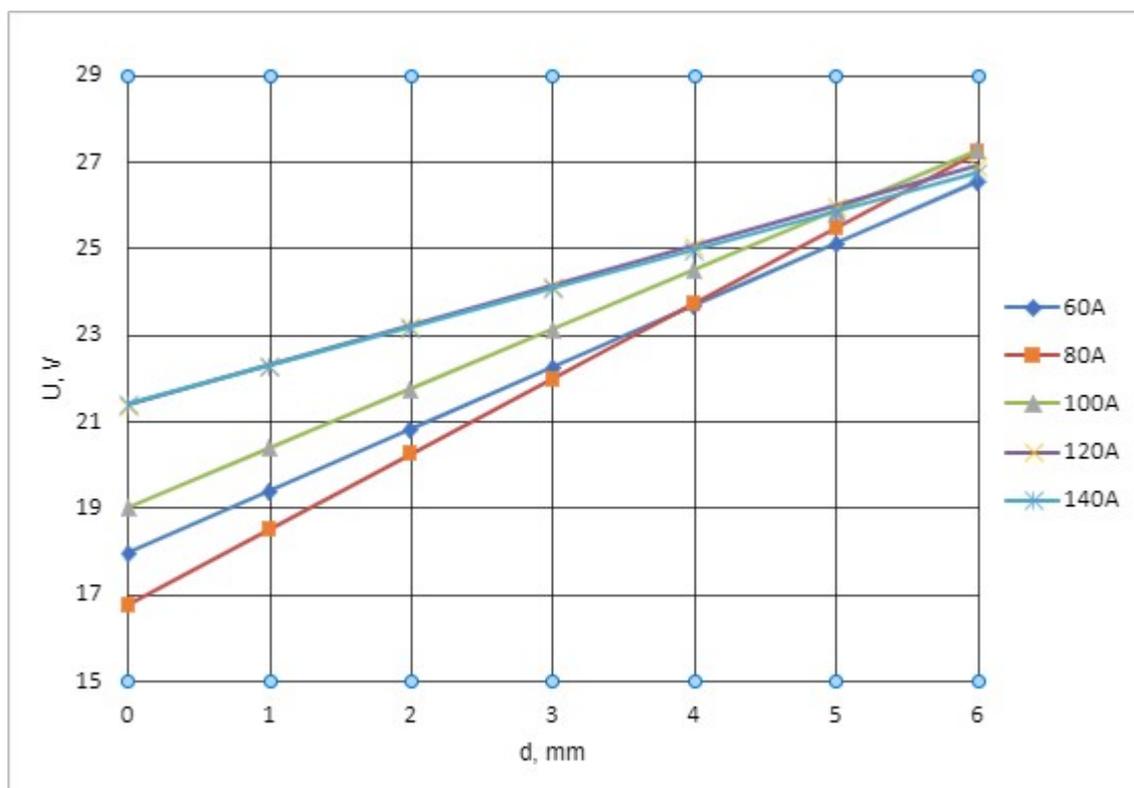
При  $I = 140$  А (рис. 8) имеются сильные расхождения экспериментальных данных от аппроксимирующей прямой. В диапазоне 23 - 24 В три точки, лежащие ниже линии тренда, имеют константное значение  $d$ . На интервале 25 - 26 В значения точек по оси  $d$  сильно отличаются друг от друга.



*Рис.8. Зависимость длины дуги от напряжения при  $I = 140 \text{ A}$*

После конечной обработки всех точек был построен график зависимости  $U$  от  $d$  (рис. 9).

Зависимости напряжения дугового разряда от расстояния между электродами аппроксимированы линейными зависимостями, согласно известным литературным данным [9].



*Рис.9. Зависимость напряжения дуги от ее длины*

Основной целью работы являлось получение вольт-амперной характеристики дугового разряда. На основе графика  $U$  от  $d$  была построена ВАХ для каждого значения длины дуги (рис. 10).

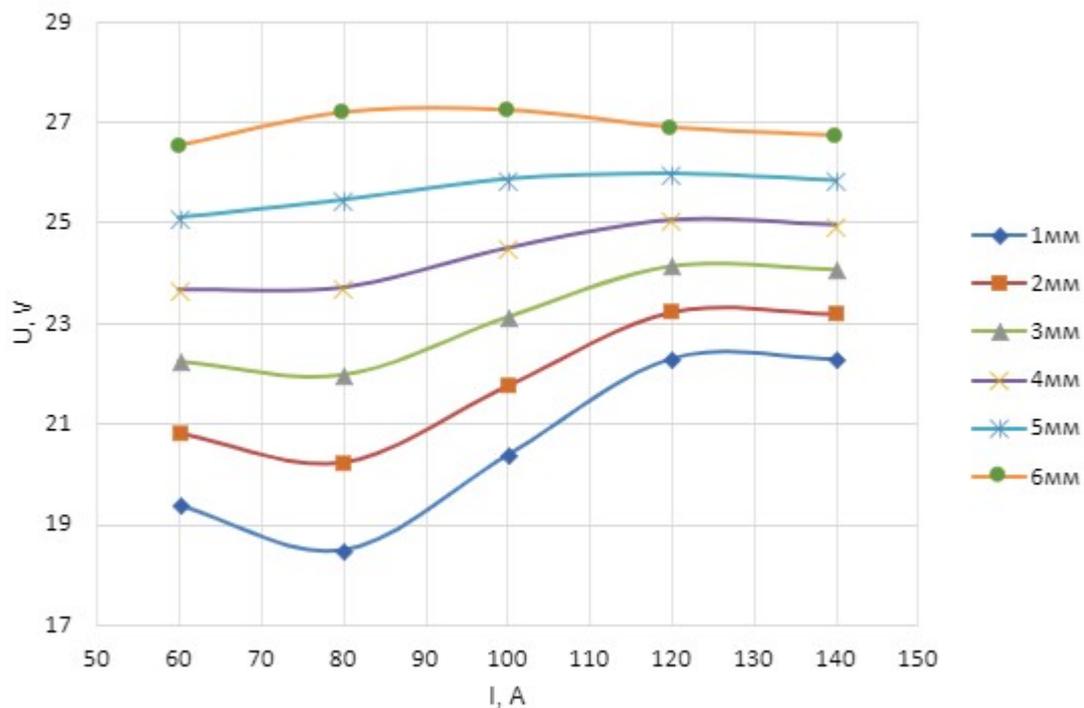


Рис.10. Вольт-амперная характеристика дугового разряда

### Погрешности измерений

В таблице 1 приведены величины СКО, используемые для построения доверительных интервалов.

СКО				
60 A	80 A	100 A	120 A	140 A
0,269693213	0,373696011	0,827051293	0,638214824	0,535541404
<i>Таблица 1. Величина среднего квадратичного отклонения для каждого экспериментального наблюдения</i>				

## **Выводы**

Анализируя ВАХ дугового разряда (рис. 10), можно прийти к следующим выводам:

- 1 Увеличение расстояния между электродами приводит к увеличению напряжения дугового разряда
- 2 При малых расстояниях между электродами ВАХ дугового разряда имеет минимум в области 80А. Увеличение тока выше это значения приводит к росту напряжения, что соответствует режиму горения дуги с горячим катодом.
- 3 Увеличение межэлектродного промежутка до 6мм приводит к выравниванию ВАХ на постоянном значении напряжения, что соответствует переходному процессу смены режима с горячего катода на холодный.

## **Список литературы**

- 1 Д.Афанасьев, И.Блинов, А.Богданов, Г.Дюжев, В.Каратаев, А.Кругликов ОБРАЗОВАНИЕ ФУЛЛЕРЕНОВ В ДУГОВОМ РАЗРЯДЕ // ЖУРНАЛ ТЕХНИЧЕСКОЙ ФИЗИКИ. - 1994. - №10, Том 64
- 2 W. Krätschmer, Lowell D. Lamb, K. Fostiropoulos & Donald R. Huffman Solid C<sub>60</sub>: a new form of carbon // NATURE. - 1990. - №347
- 3 А.А. Богданов, Д. Дайнингер, Г.А. Дюжев Перспективы развития промышленных методов производства фуллеренов // Журнал технической физики. - 2000. - №5, Том 70
- 4 Ю.П. Райзер ОСНОВЫ СОВРЕМЕННОЙ ФИЗИКИ ГАЗОРАЗРЯДНЫХ ПРОЦЕССОВ. - Москва: Главная редакция физико-математической литературы издательства «Наука», 1980.

- 417 с.

- 5 15-1. Виды газового разряда и его вольт-амперная характеристика // Научная библиотека URL: [https://scask.ru/c\\_book\\_oet.php?id=179](https://scask.ru/c_book_oet.php?id=179) (дата обращения: 10.12.2021).
- 6 Иллюстрация "Вольтамперная характеристика разряда" в Большой Советской Энциклопедии // БСЭ URL: <http://bse.sci-lib.com/particle004918.html> (дата обращения: 07.12.2021).
- 7 Э.Г. Раков Нанотрубки и фуллерены. - Москва: «Университетская книга», 2006. - 259 с.
- 8 7.3.3.4. Дуговой разряд // StudFiles URL: <https://studfile.net/preview/2969513/page:38/> (дата обращения: 05.12.2021).
- 9 Статические характеристики дуги в инертной атмосфере // Центральный металлический портал РФ URL: [https://metallischekiy-portal.ru/articles/svarka/argonno-dygovaya/elektro-dyga/staticheskie\\_\\_karakteristiki\\_dugi\\_v\\_inertnoi\\_atmosf](https://metallischekiy-portal.ru/articles/svarka/argonno-dygovaya/elektro-dyga/staticheskie__karakteristiki_dugi_v_inertnoi_atmosf) (дата обращения: 07.12.2021).
- 10 КУРС ЛЕКЦИЙ: Физика низкотемпературной плазмы // Лекция № 9 Самостоятельные разряды: Дуга // StudFiles URL: <https://studfile.net/preview/4427001/> (дата обращения: 09.12.2021).