

І. І. Габ, Т. В. Стецюк, Б. Д. Костюк, С. І. Мартинюк, Ю. В. Найдіч*

**МЕТОДИЧНО-АПАРАТУРНА РОЗРОБКА
ДОСЛІДЖЕННЯ ЗМОЧУВАННЯ ТВЕРДИХ ТІЛ
РОЗПЛАВАМИ МЕТАЛІВ В ЗЕМНИХ УМОВАХ
ТА ПРИ ДІЇ МІКРОГРАВІТАЦІЇ НА БОРТУ МКС**

Створено методичку вимірювання крайових кутів змочування розплавами металів твердих поверхонь неметалевих матеріалів, як в земних умовах, так і в умовах мікрогравітації на борту МКС. Розроблено та виготовлено стенд для виконання досліджень за даною методикою.

Ключові слова: методика, мікрогравітація, крайовий кут змочування, розплав металу, МКС.

Вступ

Явище змочування твердого тіла рідиною — особливо важливий фактор у перебігу капілярних явищ. Нагадаємо, що ступінь змочування характеризується крайовим кутом змочування, який утворюється між поверхнею рідини (площина, дотична до поверхні) та поверхнею твердого тіла у точці дотику поверхонь. Коли $\Theta < 90^\circ$, рідина змочує тверде тіло; якщо $\Theta > 90^\circ$, має випадок незмочування. Крайовий кут визначається сукупністю поверхневих енергій меж розділу рідина—газ, рідина—тверде тіло, тверде тіло—газ.

В теорії капілярності фундаментальним законом є рівняння для крайового кута змочування Θ

$$\cos \Theta = \frac{\sigma_{\text{га}} - \sigma_{\text{тр}}}{\sigma_{\text{рт}}},$$

де $\sigma_{\text{га}}$, $\sigma_{\text{тр}}$, $\sigma_{\text{рт}}$ — поверхневі енергії на межах розділу тверде тіло—газ, тверде тіло—рідина, рідина—газ відповідно.

Цей закон сформульовано біля 200 років тому (Юнг, 1804 [1]); незважаючи на широке застосування його у практиці, до теперішнього часу точиться дискусія щодо його справедливості. Зокрема, багато заперечень стосується можливої залежності крайового кута змочування від гравітації, яка у явному вигляді у рівняння не входить. Сумніви з цього приводу висловлювали ряд вчених [2—4].

* І. І. Габ — кандидат технічних наук, провідний науковий співробітник, Інститут проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України, Київ; Т. В. Стецюк — науковий співробітник цієї ж установи; Б. Д. Костюк — кандидат хімічних наук, старший науковий співробітник цієї ж установи; С. І. Мартинюк — головний механік цієї ж установи; Ю. В. Найдіч — академік НАН України, доктор технічних наук, професор, завідуючий відділом цієї ж установи.

Експерименти на російських космічних апаратах "Салют"-6, "Союз" [5] теж можуть бути інтерпретовані як такі, що свідчать на користь деякого впливу гравітації на крайовий кут змочування.

Експериментально умови зниженої дії гравітації аж до стану невагомості можна моделювати в земних умовах кількома методами. В наших раніше виконаних дослідженнях було обрано метод лежачої краплі на пласкій поверхні твердої фази і варіювання об'єму краплі (зменшення), при якому дія гравітації становить малу величину порівняно з урахуванням питомої густини рідини з дією поверхневих та капілярних властивостей [6—8]. При зміні такої штучної гравітації від $g = g_0$ ($9,8 \text{ м/с}^2$) до $g \sim 0,1g_0$ крайовий кут залишався незмінним.

Для перевірки правдивості рівняння Юнга необхідно виконати комплекс досліджень зі змочування високотемпературними рідинами твердих поверхонь за єдиною методикою в земних умовах та в умовах дії мікрогравітації на борту міжнародної космічної станції (МКС). В даній роботі наведено результати виконаних методично-апаратних розробок для проведення таких досліджень.

Методично-апаратна розробка

Стенд для дослідження крайових кутів змочування краплями розплавів металів твердих поверхонь на Землі та в умовах МКС

Для дослідження змочування розплавами деяких металів, як легкоплавких (індій, олово), так і середньоплавких (срібло, мідь, золото та їхні сплави), твердих неметалевих поверхонь у вакуумі на Землі та МКС було розроблено конструкцію та виготовлено діючий макет спеціального стенда (рис. 1). В конструкції стенда передбачено нагрівання спеціальних



Рис. 1. Загальний вигляд випробувального стенда для визначення крайового кута змочування металевими розплавами твердих поверхонь

Fig. 1. General view of testing stand for definition of wetting contact angle of solid surface by metallic melts

металевонеметалевих зразків, які знаходяться у вакуумі в прозорих кварцових вакуумно-щільних контейнерах, з одночасним спостереженням та фотографуванням процесів розплавлення металів на неметалевих підкладках і змочування останніх краплями розплавлених металів.

Стенд являє собою тепловий пристрій, який живиться електричним струмом і основними його елементами є невелика електрична піч, система живлення та цифрова фотокамера, що змонтовані на основі 1 (рис. 2), виготовленій з дюралевої пластини завтовшки 3 мм. Стенд має передню панель 2 з вініпласта, на якій змонтовано прилади живлення та контролю температури. До основи 1 через металеві стійки 4 прикріплено стіл,

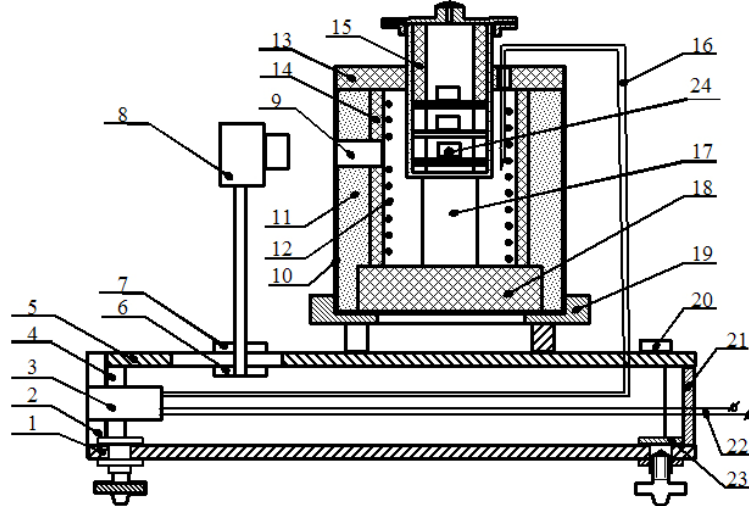


Рис. 2. Схема випробувального стенда для визначення крайового кута змочування металевими розплавами твердих поверхонь: 1 — металева основа; 2 — передня панель; 3 — терморегулятор; 4 — металеві стійки; 5 — металевий стіл; 6 — кронштейн; 7 — гайка; 8 — цифрова фотокамера; 9 — прозоре кварцове вікно; 10 — металевий корпус печі; 11 — вогнетривка теплоізоляційна заслонка; 12 — нагрівач; 13 — кришка печі; 14 — керамічний стакан; 15 — контейнер зі зразками; 16 — термопара; 17 — керамічна підставка; 18 — вогнетривке дно печі; 19 — підставка печі; 20 — рівень; 21 — металева обшивка; 22 — провід живлення печі; 23 — регулюєма опора; 24 — зразок металу

Fig. 2. Scheme of stand for contact wetting angle measurement during wetting of solid surfaces by metallic melts: 1 — metal basis; 2 — front panel; 3 — thermoregulator; 4 — metal racks; 5 — metal table; 6 — bracket; 7 — nut; 8 — digital fotocamera; 9 — transparent quartz window; 10 — furnace metallic corpus; 11 — fireproof thermal insulation screen; 12 — heater; 13 — furnace cover; 14 — ceramic glass; 15 — container of specimens; 16 — thermocouple; 17 — ceramic stand; 18 — furnace refractory bottom; 19 — stand furnace; 20 — level; 21 — metal casing; 22 — furnace feeding cord; 23 — regulate able support; 24 — metal specimen

виготовлений також з дюралевої пластини завтовшки 3 мм, на якому змонтована електрична піч, що знаходиться на металевій підставці 19, яка пригвинчена до столу. Піч складається з корпусу 10 з металеві фольги завтовшки 0,5—0,7 мм, в якому на вогнетривкому керамічному дні із шамоту знаходиться керамічний стакан 14 із алюмооксидної кераміки. На внутрішньої поверхні останнього міститься нагрівач 12, тобто проволочена спіраль зі сплаву Корнілова.

Простір між керамічним стаканом і корпусом печі заповнений вогнетривкою теплоізоляційною засипкою 11, що складається з дрібних шматочків шамоту і мінеральної вати, а в стакані, засипці та корпусі є отвір, в який вставлено прозоре кварцове вікно 9 для спостереження за процесами плавлення металевих крапель та їх фотографування, цифровою камерою 8, розташованою на кронштейні 6, що може бути переміщений в пазу, виготовленому в столі, і фіксується в останньому гайкою 7. Піч закривається зверху кришкою 13 з шамоту, в якій по центру є отвір для розміщення в ньому контейнера зі зразками, а трохи збоку є малий отвір для термопари 16, що вимірює температуру в печі і з'єднана з програмним терморегулятором 3. Для охолодження корпусу печі передбачено використання малогабаритного вентилятора. Контейнер зі зразками 15 знаходиться в середині печі на керамічній підставці 17. Основа стенда 1 має три регулюємі опори 23 для вирівнювання столу 5 в горизонтальній площині за допомогою рівня 20. З боків простір між основою і столом закритий металевію обшивкою з фольги завтовшки 0,3—0,5 м.

Герметичні касети трубчасті форми для зразків металів та твердих речовин для проведення в них вимірів крайових кутів змочування

Для визначення крайового кута змочування розплавами металів від легкоплавких до середньоплавких неметалевих підкладок в земних умовах та на МКС розроблено два варіанти конструкції, виготовлено та випробувано спеціальні кварцові касети.

Перший варіант касети наведений на рис. 3, а. Касета являє собою кварцову ампулу 1 (рис. 3, б), тобто прозору кварцову трубу із завареним кварцовим дном, а на відкритому кінці труби напаяний мідний тонкостінний фланець 4. Мідний фланець напаяний на кварцову трубу у вакуумі припоєм на основі свинцю, який забезпечує міцне та вакуумно-щільне з'єднання фланця з трубою. В середині ампули розміщено кілька металевих зразків 9, що знаходяться на тонких полірованих кварцових дисках 10, які, в свою чергу, через кварцові проміжні диски 3 розміщені на кварцових напівшайбах 2, котрі забезпечують як фіксацію кварцових дисків з металевими зразками в ампулі, так і можливість вести спостереження за зразками та їх фотографування завдяки відсутності частини стінки шайби. Металеві зразки являють собою невеликі циліндрики 2 з дослідних металів, наприклад олова або міді, що закріплені на полірованій поверхні кварцового диску 1 з застосуванням загостреного тонкого молібденового стрижня 3, на який тісно насаджений металевий зразок. Для такого кріплення зроблено отвори \varnothing 1 мм в центрі кварцового диску та \varnothing 0,8 мм в металевому зразку. Для того щоб ця збірка не зруйнувалась і молібденовий стрижень не випав вниз, вся збірка

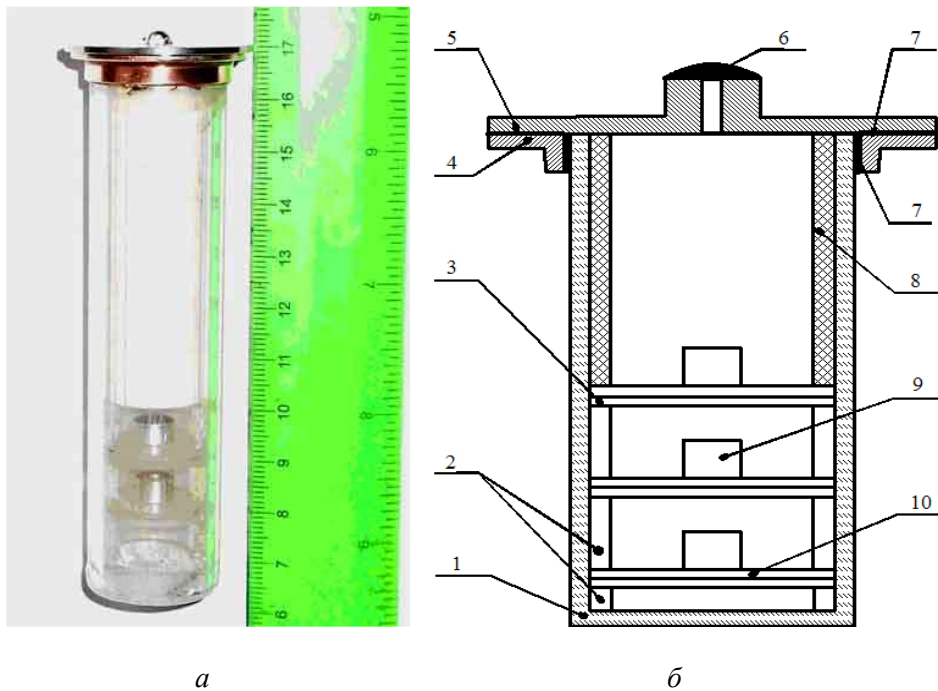


Рис. 3. Спеціальна кварцова касета зі зразками (а) та її схема (б): 1 — кварцова ампула; 2 — кварцова напівшайба; 3 — кварцовий проміжний диск; 4 — мідний фланець; 5 — фланець із нержавіючої сталі; 6 — місце зварювання отвору фланця; 7 — місце паяння фланців; 8 — кварцова (керамічна) упорна трубка; 9 — металевий зразок; 10 — полірований кварцовий зразок

Fig. 3. Special quartz cassette with samples (a) and its scheme (b): 1 — quartz ampoule; 2 — quartz semi disk; 3 — quartz intermediate disk; 4 — copper flange; 5 — stainless steel flange; 6 — welding flange hole place; 7 — flanges brazing place; 8 — quartz (ceramic) support tube; 9 — metal specimen; 10 — polished quartz specimen

розміщена на суцільному кварцовому проміжному диску 3 (рис. 3, б). Кварцова ампула закривається зверху фланцем з нержавіючої сталі 5, який має по центру отвір \varnothing 2—3 мм. Краї мідного та нержавіючого фланців залужуються на повітрі свинцево-олов'яним припоєм.

Збірку касети виконують наступним чином. В середину кварцової ампули кладуть потрібну кількість дослідних кварцово-металевих зразків, використовуючи необхідну кількість кварцових проміжних дисків та кварцових напівшайб. Потім вставляють в ампулу кварцову або керамічну трубку 8 для фіксації всієї “етажерки” зі зразків, дисків та напівшайб так, як наведено на рис. 3. Причому торець цієї трубки мусить бути в одній площині з торцем самої кварцової ампули з напаяним на неї мідним фланцем. Потім вся ця збірка накривається залуженим нержавіючим фланцем, який з'єднується з залуженим мідним фланцем звичайним паянням на повітрі з використанням свинцево-олов'яного припою.

Зібрану таким чином касету встановлюють в вакуумну камеру електронно-променевої установки, створюють потрібний вакуум і заварюють електронним променем отвір 6 у фланці з нержавіючої сталі. Отже, в кварцовій касеті залишається щільнозапакований вакуум. Таким чином, касета підготовлена для проведення досліджень на випробувальному стенді.

Другий варіант кварцово-металевої касетної збірки наведений на рис. 4, 5. Конструкція касети відрізняється деякими конструктивними елементами, а також тим, що вона має лампу для вимірювання вакууму. На рис. 4 показана схема такої касети, яка має прозору кварцову трубку 1, що дозволяє робити знімки профілю розплавленого металу, паяні до кварцової трубки мідні фланці 2. Один із фланців закінчується мідною трубкою \varnothing 6—8 мм, через яку відкачується повітря і після досягнення необхідного вакууму перетискується спеціальним затискувачем. До другого фланцю після наповнення касети робочим вузлом 3 та титановими підставками 4, які виконують також і роль гетера, припаюється металева лампа 5 для вимірювання вакууму, що дає можливість контролювати рівень вакууму в касеті на будь-якому етапі випробувань.

Робочий вузол (рис. 6) складається з підкладок (SiO_2 , Al_2O_3 та ін.), які змочується металевим розплавом. Підкладки знаходяться на необхідній відстані одна від одної завдяки підставкам з тонких керамічних трубок. Між підкладками розміщується метал у вигляді циліндрів, розплавом якого буде змочуватись підкладка. Метал центрується на підкладці завдяки вісі, що проходить через центр підкладки та метал. Вісь має бути з металевої проволочки, яка добре змочується розплавом металу, але не розчиняється в ньому.

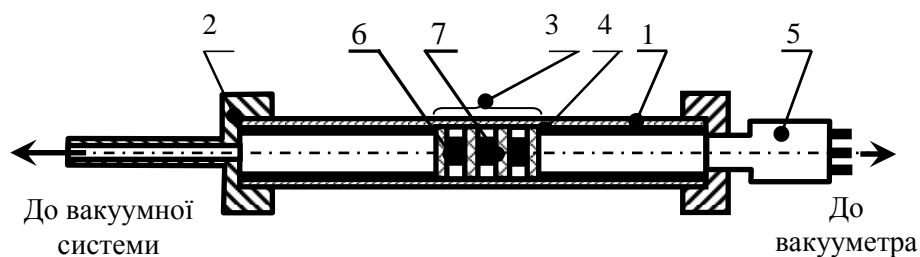


Рис. 4. Схема збірної кварцово-металевої касети: 1 — кварцова трубка; 2 — фланець; 3 — робочий вузол; 4 — титанова підставка; 5 — лампа для вимірювання вакууму; 6 — сапфіровий диск; 7 — металевий зразок, що при плавленні утворює краплю

Fig. 4. Scheme quartz-metal cassette of assembly: 1 — quartz tube; 2 — flange; 3 — operating unit; 4 — titanium stand; 5 — lamp for measuring of vacuum; 6 — sapphire disk; 7 — metallic specimen which forms drop during melting



Рис. 5. Збірна герметична кварцово-металева касета для вимірювання крайового кута змочування у вакуумі в умовах МКС

Fig. 5. Assembly hermetic quartz-metal cassette for measuring of the wetting contact angle in vacuum at ISS conditions

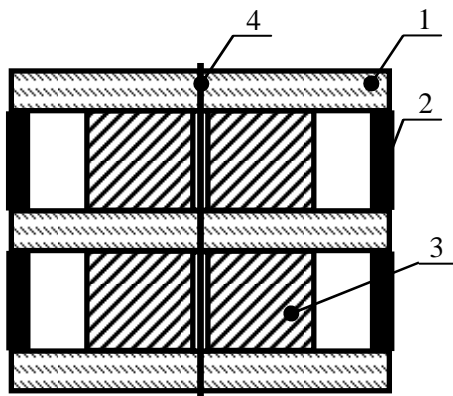


Рис. 6. Елемент робочого вузла касети: 1 — підкладка (SiO_2 , Al_2O_3); 2 — керамічна трубка; 3 — металевий зразок; 4 — металева вісь

Fig. 6. Parts of working unit: 1 — substrate (SiO_2 , Al_2O_3); 2 — ceramic tube; 3 — metallic sample; 4 — metallic axis

Нами виготовлена касета за схемою, яка показана на рис. 4, а також проведено випробування такої касети.

На рис. 7 наведено профіль краплі олова на сапфірі, розплавленої при температурі $700\text{ }^\circ\text{C}$ в елементі робочого вузла касети у вакуумі.

Методика визначення крайових кутів змочування розплавами різних металів твердих металевих та неметалевих поверхонь на Землі та в космосі

Дослідження змочування розплавами металів твердих неорганічних поверхонь на Землі виконують на повітрі в звичайній муфельній печі з використанням підкладок з кварцового скла, сапфіру та алюмооксидної кераміки завтовшки 1—2 мм та діаметром 20—30 мм, на які покладено



Рис. 7. Профіль краплі олова на сапфірі, розплавленій при температурі 700 °С у вакуумі

Fig. 7. Profile of tin drop onto sapphire which was melted at 700 °С in vacuum

невеликі частки срібно-мідних припоїв або золота та які нагріті до 1100 °С. Зображення крапель розплавлених металів фіксують цифровою фотокамерою та потім обробляють на комп'ютері з метою визначення величини крайового кута змочування Θ . Дослідження змочування індієм, оловом та сріблом підкладок з SiO_2 та Al_2O_3 виконують у спеціальних вакуумних дослідних установках, які оснащені оптичними пристроями, що дозволяють знімати цифровою фотокамерою процес плавлення металів та фіксувати форму крапель, за якою можна виміряти крайові кути змочування цими металами підкладок.

Такі ж самі дослідження мають відбуватися на МКС на спеціально розробленому та виготовленому для цих цілей випробувальному стенді (див. рис. 2). Зразки для цих досліджень також являють собою кварцові, сапфірові або керамічні диски діаметром 20—30 мм та завтовшки 1—2 мм, на яких закріплені з допомогою металевих гострих штирів діаметром приблизно 1 мм невеличкі циліндри діаметром 5—6 мм і завтовшки 5 мм з досліджувальних металів. Зразки з металами, які можна розплавляти на повітрі без їх суттєвого окиснення (сплави срібла з міддю та золото), розміщують в кварцову негерметичну капсулу, що являє собою кварцову трубку з завареним глухим дном. Капсулу зі зразками ставлять в піч стенда на відгоризнтовану по точковому рівню підставку і нагрівають до температури плавлення металів, фіксуючи при цьому цифровою фотокамерою через вікно в печі як процес плавлення, так і стали форму краплі металевого розплаву, за якою потім можна буде обчислити величину крайового кута змочування розплавами підкладки. У випадку з металами, які окиснюються на повітрі, їх розміщують у спеціальних герметичних контейнерах, що також являють собою кварцові трубки з завареним дном, які зверху закриті металевими кришками та фланцями, припаяними до кварцової трубки та зпаяними між собою (див. рис. 3). Контейнери герметизують в електронно-променевої установці, куди ставлять зібраний контейнер, в кришці якого є невеликий отвір. В камері

установки створюють вакуум не гірший ніж $2 \cdot 10^{-3}$ Па, після чого електронним променем заварюють отвір в кришці, зберігаючи тим самим в контейнері той же вакуум, що і в камері установки. Загерметизований контейнер встановлюють в піч стенда на попередньо відгоризонтовану підставку, нагрівають до температури 700—800 °С, а при використанні золота і до 1100 °С згідно з завданням режимом, і так само, як і в попередньому випадку, фіксують цифровою фотокамерою форму краплі і обробляють зображення на комп'ютері.

Всі зразки для МКС готують на Землі, маркують та нумерують, після чого відправляють на МКС разом з детальною інструкцією космонавту щодо досліджень зразків. Нумерація зразків, послідовність та відповідність досліджень та номерів кадрів зйомок має бути зафіксована космонавтом в робочому журналі.

Зображення крапель з флеш-карти фотоапарата може бути частково передано дистанційно на Землю, а саму флеш-карту також, як і самі зразки, слід повернути на Землю при першій можливості для обробки та повного аналізу.

Висновки

Розроблено методику дослідження змочування розплавами металів твердих неметалевих поверхонь в земних умовах та під дією мікрогравітації на борту МКС. Створено відповідний стенд для проведення досліджень за розробленою методикою.

РЕЗЮМЕ. Создана методика измерения краевых углов смачивания расплавами металлов твердых поверхностей неметаллических материалов, как в земных условиях, так и в условиях микрогравитации на борту МКС. Разработан и изготовлен стенд для проведения исследований по данной методике.

Ключевые слова: методика, микрогравитация, краевой угол смачивания, расплав металла, МКС.

1. Young T. An essay on the cohesion of fluids // Phil. Trans. R. Soc. Lond. — 1805. — **95**. — P. 65—87.
2. *Proceedings of the Second International Congress on Surface Activity.* — Butterworth, London. — 1957. — **III**. — P. 131.
3. Adamson A. W. Physical Chemistry of Surfaces. 5th ed. — NY: Wiley, 1990. — 777 p.
4. Bikerman J. J. Contribution to the Thermodynamics of Surfaces. — Publ. by Author, Cambridge, 1961. — 40 p.
5. Будуров С. Й. Определение углов смачивания в условиях микрогравитации [С. Й. Будуров, П. А. Петров, П. Д. Ковачев и др.] // "Салют-6"—"Союз". Материаловедение и технология. — М. : Наука, 1985. — С. 64—66.
6. Найдич Ю. В. Форма поверхности жидкости и капиллярные явления при пониженной силе тяжести или в невесомости применительно к проблемам космического материаловедения (технологии

- порошковой металлургии: пропитка, жидкофазное спекание; сварка, пайка) / [Ю. В. Найдич, И. И. Габ, В. А. Евдокимов и др.] // Космічна наука і технологія. — 2004. — № 2/3. — С. 59—67.
7. *Найдич Ю. В.* Форма поверхности жидкости и капиллярные явления при пониженном ускорении силы тяжести или в невесомости / [Ю. В. Найдич, И. И. Габ, В. А. Евдокимов и др.] // Порошковая металлургия. — 2004. — № 3/4. — С. 70—79.
 8. *Габ И. И.* Исследование смачивания водой поверхностей твердых неорганических и органических материалов в зависимости от объема капель / [И. И. Габ, Т. В. Стецюк, Д. И. Куркова и др.] // Адгезия расплавов и пайка материалов. — 2004. — Вып. 37. — С. 31—39.

Надійшла 11.11.14

Gab I. I., Stetsyuk T. V., Kostyuk B. D., Martynyuk S. I., Naidich Yu. V.

Methodical and apparatus development for research of solid bodies wetting by melted metals in terrestrial conditions and under microgravitation action, in particular onto ISS

The method of measurement of nonmetallic materials wetting contact angle by melted metals in terrestrial conditions, and in conditions of microgravitation on board ISS is developed. Stand for wetting investigation under this method was created.

Keywords: *method, microgravitation, wetting contact angle, melted metals, ISS.*