

电磁感应式液固态金属电阻率定性测量装置及应用^{*}

张明晓 田学雷[†] 郭风祥

(山东大学材料液态结构及其遗传性教育部重点实验室, 济南 250061)

(2008 年 8 月 7 日收到, 2008 年 11 月 30 日收到修改稿)

介绍了一种自主研发的非接触式电阻率测量装置, 该装置基于电磁感应原理, 可实现降温过程中金属从液态到固态各阶段电阻率的定性测量, 为实时表征金属材料的结构变化提供了一种有效的测量工具. 详细介绍了该装置的设计原理及其结构, 同时利用该装置, 测量了金属 Zn, Sb 以及过共晶 Zn-70 wt. % Sb 合金降温过程中电阻率随温度的变化情况, 验证了该装置的可靠性.

关键词: 电阻率, 电磁感应, 液态金属, 结构转变

PACC: 0750, 8170E, 0630L, 6470

1. 引言

液态金属的结构研究一直受到研究者的广泛关注. 测量液态金属的物理性质则是研究其结构的重要手段, 而电阻率作为表征液态金属微观结构的敏感物理参数之一, 也成为人们研究的主要对象. 对于液态金属电阻率测量方法及其与结构相关性的研究, 前人已经做了大量工作^[1-6]. 目前, 液态金属电阻率的测量主要通过两种方法: 接触式和非接触式. 接触式测量主要采用直流四电极法^[7], 其特点是电流电极与电压电极是分开的, 使电流测量和电压测量分别构成回路. 通过电流电极向被测样品中通入恒定的直流电流, 测量电压电极两端由样品电阻引起的电压降. 根据欧姆定律以及材料电阻与电阻率的关系, 得出被测样品电阻率值. 非接触测量主要采用旋转磁场法^[8,9], 即将被测样品放在旋转磁场中, 样品内部因外界磁场的作用产生感生电流, 感生电流与外界磁场相互作用产生扭转力矩. 利用扭转力矩与被测样品电阻率之间的函数关系, 获得被测样品的电阻率值. 直流四电极法测量精度高, 设备投资小. 在样品温度不高的情况下, 这种测量方法是非常理想的, 但在高温条件下, 对电极性能(熔点、活泼性等)要求较高, 使得温度测量范围受到限制. 另外, 由于电极与样品直接接触, 电极起到了异质形核的作用, 难以使样品得到过冷态. 因此, 此方法不适于液态金属深过冷态电阻率的测

量, 而旋转磁场法实验设备投资大, 测量方法复杂, 测量温度间隔大, 实验精度低. 因此, 对于研究金属在高温和深过冷状态下的性质来说, 寻求一种新的非接触测量方式是必须的.

本文基于电磁感应原理设计了一种能连续实时测量金属在液态及其凝固过程中电阻率变化的装置, 该装置不但操作简便, 测试速度快, 而且采用非接触式测量方法, 容易实现过冷液态金属电阻率随温度变化的测量. 这为深入研究金属在深过冷状态下的性质提供了一种新的手段, 同时为研究金属的液-固相关性提供必要的依据.

2. 电阻率测量装置原理及结构

2.1. 测量装置的原理

如图 1 所示, 当回路 1 通入交变电流时, 电流产生交变磁场, 由于自感和互感作用^[10], 在两个串联的初级线圈 L_a, L_b 中和与之分别相邻的次级线圈 $L_{a'}, L_{b'}$ 中均产生感应电动势.

设线圈 L_a, L_b 单位长度内的匝数 $N_a = N_b = N_1$, 线圈 $L_{a'}, L_{b'}$ 单位长度内的匝数 $N_{a'} = N_{b'} = N_2$, 四个线圈横截面积 $S_a = S_{a'} = S_b = S_{b'} = S$, 线圈长度 $l_a = l_{a'} = l_b = l_{b'} = l$, 对线圈选择合理的参数和缠绕工艺, 使回路 1 中两线圈感抗远大于信号源内阻和铜损 R_1 , 回路 2, 2' 中两线圈感抗远

^{*} 国家自然科学基金(批准号: 50571052)资助的课题.

[†] 通讯联系人. E-mail: tianxuelei@sdu.edu.cn

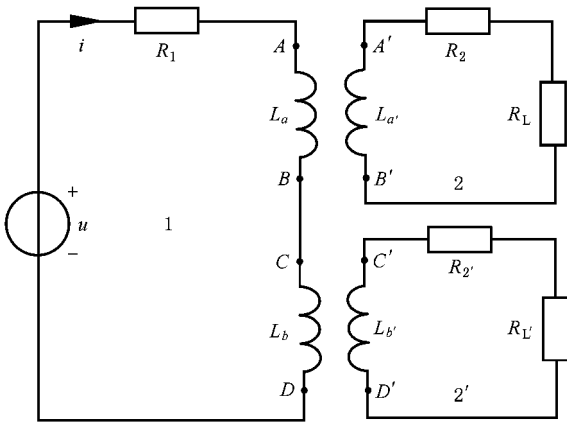


图1 传感器电路示意图

大于其铜损 R_2 和 $R_{2'}$ 。若负载电阻 R_L 和 $R_{L'}$ 足够大，则两电路可近似认为开路，两组线圈近似满足理想变压器条件。信号源电压 $u = U_m \cos(\omega t + \varphi)$ ，回路 1 中电流值为 i ，线圈的励磁电流产生的磁场强度为 $\dot{H}_0$ ，则初级线圈 L_a 感应电动势为

$$\begin{aligned} \dot{E}_{AB} &= -\dot{U}_{AB} = -N_a l_a \frac{d\Phi_a}{dt} \\ &= -j\omega n_a l_a \mu_0 \mu_{r0} \dot{H}_0 S_a, \end{aligned} \quad (1)$$

式中 Φ_a 为通过线圈截面的磁通量； μ_0 为真空磁导率； μ_{r0} 为空气的相对磁导率。

次级线圈 $L_{a'}$ 端电压有效值为

$$U_{A'B'} = \frac{N_{a'}}{N_a} U_{AB}. \quad (2)$$

由于线圈 L_a 、 L_b 的参数和流过的电流完全相同，所以有

$$\dot{U}_{AB} = \dot{U}_{CD}. \quad (3)$$

而次级线圈 $L_{a'}$ 、 $L_{b'}$ 的参数也完全相同，则其端电压有效值相等，即

$$U_{A'B'} = U_{C'D'}. \quad (4)$$

对两个次级线圈输出的交流信号分别进行整流、滤波为直流信号，其差动信号值为

$$\Delta U = \alpha (U_{A'B'} - U_{C'D'}) = 0, \quad (5)$$

式中 α 为与信号处理电路有关的常数。

当样品放入线圈 L_a 时，样品内磁场强度为感应再生磁场和初级线圈励磁电流产生磁场矢量叠加。

当初级线圈内电流稳定后，设回路 1 中电流变为 i' ，圆柱形样品长度为 l_s ，截面积为 S_s ，样品内磁场强度为 $\dot{H}_s$ ，线圈与样品空气间隙的磁场强度，即励磁电流 i' 产生的磁场强度为 $\dot{H}_0'$ ，如图 2 所示。

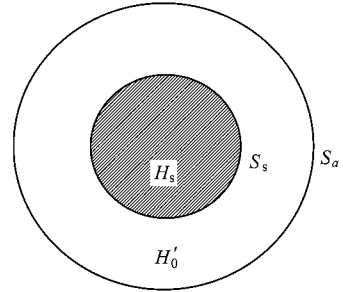


图2 放入样品后测量线圈截面图

应用福斯特提出的有效磁导率 μ_{eff} 概念^[11]，样品内的磁场强度为

$$\dot{H}_s = \mu_{\text{eff}} \dot{H}_0', \quad (6)$$

穿过样品截面和空气间隙截面的磁通量分别为

$$\Phi_s = \mu_0 \mu_r \dot{H}_s S_s, \quad (7)$$

$$\Phi_{ak} = \mu_0 \mu_{r0} \dot{H}_0' (S_a - S_s). \quad (8)$$

穿过线圈 L_a 未包含样品部分截面的磁通量为

$$\Phi_a = \mu_0 \mu_{r0} \dot{H}_0' S_a, \quad (9)$$

式中 μ_0 为真空磁导率； μ_r 为样品的相对磁导率； μ_{r0} 为空气的相对磁导率。

初级线圈 L_a 感应电动势为

$$\begin{aligned} \dot{E}_{AB} &= -\dot{U}_{AB} \\ &= -N_a l_s \frac{d\Phi_s}{dt} - N_a l_s \frac{d\Phi_{ak}}{dt} - N_a (l_a - l_s) \frac{d\Phi_a}{dt} \\ &= -j\omega N_a l_s \mu_0 \mu_r \mu_{\text{eff}} \dot{H}_0' S_s - j\omega N_a l_s \mu_0 \mu_{r0} \\ &\quad \times \dot{H}_0' (S_a - S_s) - j\omega n_a (l_a - l_s) \mu_0 \mu_{r0} \dot{H}_0' S_a. \end{aligned} \quad (10)$$

同理可得到初级线圈 L_b 感应电动势为

$$\dot{E}_{CD} = -\dot{U}_{CD} = -j\omega N_b l_b \mu_0 \mu_{r0} \dot{H}_0' S_b. \quad (11)$$

根据基尔霍夫电压定律，有

$$\dot{U}_{AB} + \dot{U}_{CD} = \dot{U}. \quad (12)$$

由 (10) (11) (12) 式以及理想变压器电压变比公式，可得次级线圈 $L_{a'}$ 、 $L_{b'}$ 端电压的有效值分别为

$$U_{A'B'} = \frac{N_{a'}}{N_a} \left(\frac{N_a l_s S_s \mu_r \mu_{\text{eff}} + N_a l_s (S_a - S_s) \mu_{r0} + N_a (l_a - l_s) S_a \mu_{r0}}{N_a l_s S_s \mu_r \mu_{\text{eff}} + N_a l_s (S_a - S_s) \mu_{r0} + N_a (l_a - l_s) S_a \mu_{r0} + N_b l_b S_b \mu_{r0}} \right) U, \quad (13)$$

$$U_{C'D'} = \frac{N_{b'}}{N_b} \left(\frac{N_b l_b S_b \mu_{r0}}{N_a l_s S_s \mu_r \mu_{\text{eff}} + N_a l_s (S_a - S_s) \mu_{r0} + N_a (l_a - l_s) S_a \mu_{r0} + N_b l_b S_b \mu_{r0}} \right) U. \quad (14)$$

整流滤波后其差动信号值为

$$\begin{aligned}\Delta U &= \alpha (U_{AB'} - U_{CD'}) \\ &= C \frac{N_2}{N_1} \left(1 - \frac{2lS\mu_{i0}}{l_sS_s\mu_r\mu_{\text{eff}} + l_s(S - S_s)\mu_{i0} + (l - l_s)S\mu_{i0} + lS\mu_{i0}} \right),\end{aligned}\tag{15}$$

式中有有效磁导率 μ_{eff} 是与圆柱样品截面积 s_s 、电阻率 ρ 、相对磁导率 μ_r 、励磁电流频率 ω 有关的变量。

当线圈中放入非铁磁性材料,其相对磁导率 $\mu_r \approx 1$ 对耦合系数的影响可忽略。从 (15) 式可以看出,当线圈、样品以及励磁信号源各参数为恒定量时,差动信号 ΔU 大小仅由样品电阻率决定。

2.2. 装置的结构和测量方法

该测量装置主要由五部分构成,如图 3 所示。

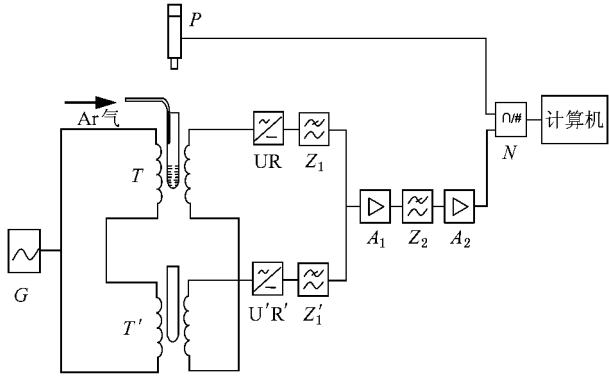


图 3 测量装置主体结构框图

信号发生器 G 提供正弦励磁电流,其电压幅值和频率均连续可调。

传感器:两个初级线圈串联,两个次级线圈并联,且使两次级线圈中的一端共地。测量线圈 T 由一组初、次级线圈组成,用来获取被测量样品的感应信号。参考线圈 T' 由另一组初、次级线圈组成,用来获取参考样品的感应信号。

信号处理电路:传感器输出的两路交流信号,分别经过整流器 $UR, U'R'$ 和滤波器 Z_1, Z'_1 成为直流信号后,进入差动放大器 A_1 ,再对信号进行滤除噪声和再放大处理,获得所需信号。

红外温度测量仪 P :测温范围 $200\text{--}1800^\circ\text{C}$,精度 1°C 。

数据采集系统:从信号处理电路输出的单路模拟信号和红外测温仪输出的模拟信号分别经 16 位 A/D 转换模块转换为数字信号,送至计算机。由自

主编制的采集软件进行数据采集,并显示温度-时间曲线、电阻率-时间曲线和电阻率-温度曲线。

测量线圈各部件的排列如图 4 所示。

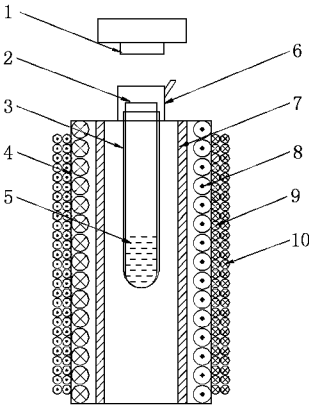


图 4 传感器测量线圈结构示意图(1. 红外温度测量仪;2. 石英试管;3. 定位管;4. 线圈骨架;5. 样品;6. 氩气保护装置;7. 隔热层;8. 循环水管;9. 初级线圈;10. 次级线圈)

该测量线圈为空心结构,初级线圈 500 匝,次级线圈 1000 匝,初级线圈和次级线圈同轴密排缠绕在塑料管骨架上,以保证两线圈具有大的耦合系数。骨架内部螺旋密排缠绕塑料软管作为循环水管,以防止样品释放的热量影响测量线圈。采用石英玻璃管对样品进行精确定位,以便于对测量信号值进行精确标定。定位管和塑料软管之间加层隔热材料,以减缓热量向塑料软管的传递。使用红外测温仪测量样品表面温度。样品放入测量线圈后,初级线圈的阻抗发生变化,输出电压信号值也随之变化,可以得到输出信号值与样品电阻率的关系。

目前,输出信号值只能反映样品降温过程中电阻率的变化,这样便可以间接推测温度诱导材料结构转变过程。若对该装置输出的信号值进行标定,便可准确测量出电阻率的绝对值。

3. 测量实验

3.1. 实验过程

利用该装置测量纯 Zn、纯 Sb 以及 Zn-70wt.%Sb

合金降温过程中电阻率相对变化值. 实验所用的样品 Zn、Sb 纯度均为 99.99% (wt.), Zn-70wt. % Sb 合金样品是在氩气保护下用高频感应加热, 将配比好的 Zn 和 Sb 熔化配制而成, 熔化用容器为 200 mm × Φ 12 mm (内径) 的石英试管. 在测量之前, 首先用纯度 99.99% 氩气反复清洗石英试管, 排除试管内空气, 然后将样品放入试管内, 使用管式电阻炉对其加热, 待充分熔化后, 进行电阻率测量实验. 为抑制样品被氧化, 熔化样品和测量过程一直通入氩气保护.

3.2. 实验结果与分析

图 5 是纯 Zn 降温过程电阻率随温度变化曲线. 由图 5 可以看出, 在所测量的温度范围内, Zn 在液态时的电阻率随温度降低而增大, 即电阻率温度系数为负值, 与文献 [12] 中的实验结果基本一致, 之所以出现液态 Zn 电阻率负温度系数这种反常现象, 由 Ziman 公式^[13]可知: 由于积分公式中积分上限与液态 Zn 结构因子主峰的峰位相近, 随温度升高, 峰高的降低比变宽对电阻率积分值的影响更大, 导致电阻率温度系数为负值. Zn 在凝固过程中电阻率急剧下降, 凝固后电阻率与温度符合线性关系, 且电阻率温度系数为正值. 这说明所测得的电阻率相对变化值, 符合样品电阻率随温度变化的规律.

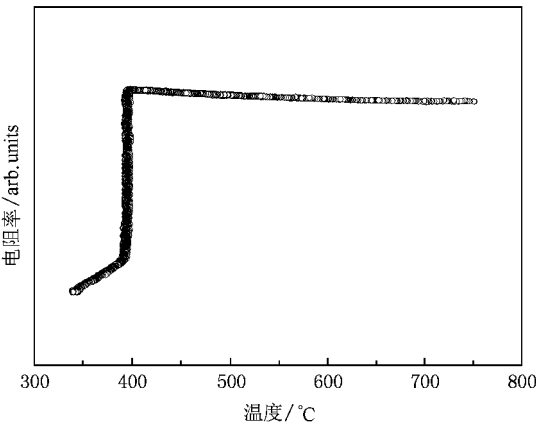


图 5 纯 Zn 降温过程电阻率随温度的变化曲线

图 6 是纯 Sb 降温过程电阻率随温度的变化曲线. 由图 6 可以看出, 随着温度的降低, 液态 Sb 电阻率一直减小, 凝固时电阻率迅速增大, 固态 Sb 电阻率又有明显减小. 从图 6 的插图(放大图)可以清楚看出: 在 695 °C 和 624 °C 时, 电阻率曲线的斜率发生了明显变化. 在 695 °C 时的变化与文献 [14] 中的实验结果基本一致, 这种现象解释为 Sb 熔体在此温

度发生结构转变造成的^[15]; 在 624 °C 时的变化, 可以认为是液态 Sb 开始进入过冷状态造成的. 当温度降到 597 °C 时, 过冷度达到了最大, 之后开始凝固, 温度出现回升现象, 并伴有电阻率增大. 随后, 电阻率急剧增大, 这与一般的金属有所不同. 这是因为 Sb 在凝固时, 会形成共价键, 使得大量自由电子被束缚, 自由电子数目急剧减少, 导致电阻率急剧增大. 这说明该仪器对过冷液态金属的电阻率相对变化值同样可以测量.

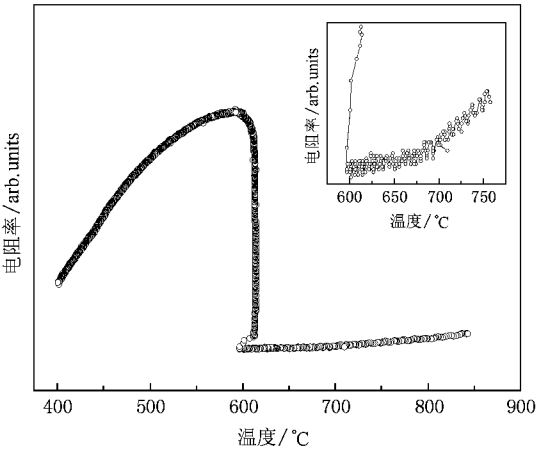


图 6 纯 Sb 降温过程电阻率随温度变化曲线

图 7 是 Zn-70wt. % Sb 合金降温过程中温度、电阻率随时间变化曲线. 与 Zn-Sb 二元合金平衡相图 (图 8) 对比可以看出, 在降温过程中, 合金电阻率的变化与平衡相图所示的相变过程具有较好的对应关系. 在点 1' 以前, 电阻率随温度降低而增大, 这可能由熔体形成化合物的倾向造成的^[16]. 在点 1' 处, 开始析出金属间化合物 ZnSb, 样品电阻率增速加快;

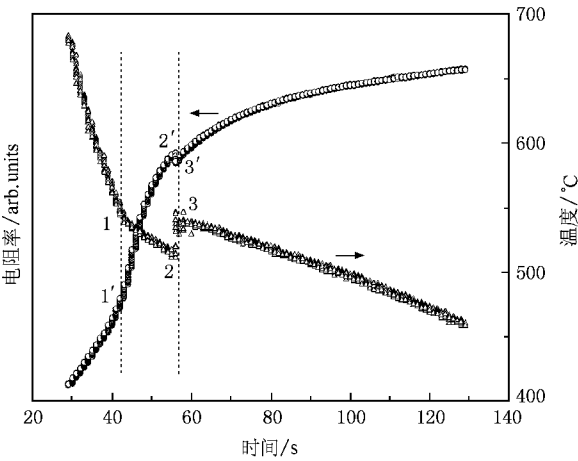


图 7 Zn-70wt. % Sb 降温过程温度、电阻率随时间的变化曲线

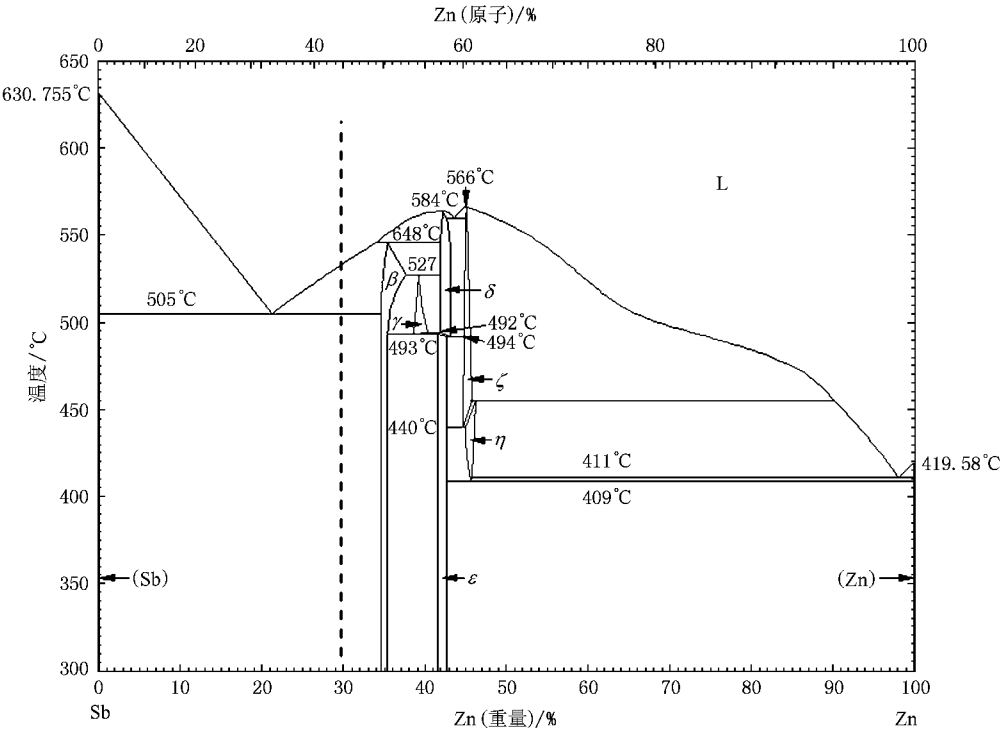


图 8 Zn-Sb 二元合金平衡相图



伴随着电阻率突然减小 ;从点 3' 起 ,凝固后的样品电阻率随温度降低不断增大. 图 9 曲线反映了电阻率随温度变化情况.

4. 结 论

- 1. 利用电磁感应原理设计的该电阻率测量装置 ,能够非接触地测量金属熔体在降温过程中过热、过冷、凝固过程及固态各阶段电阻率相对变化值.
- 2. 利用该装置测量了纯 Zn , Sb 以及 Zn-70wt. %Sb 合金在冷却过程中电阻率的相对变化 ,对比相关文献和平衡相图后可知 ,该装置所测量的电阻率相对变化值能够准确表征金属及合金冷却过程中微观结构演变以及相变过程.

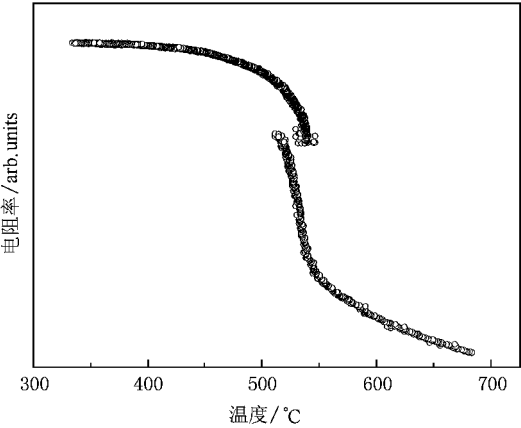


图 9 Zn-70wt. %Sb 降温过程电阻率随温度的变化曲线

到达点 2' 时 ,发生共晶反应析出 (Sb + ZnSb) 共晶相 ,

[1] Lohöfer G 2005 *Meas. Sci. Technol.* **16** 417

[2] Wang Q , Lu K Q , Li Y X 2001 *Acta Phys. Sin.* **50** 1355 (in Chinese) [王 强、陆坤权、李言祥 2001 *物理学报* **50** 1355]

[3] Li X F , Zu F Q , Ding H F , Yu J , Liu L J , Xi Y 2006 *Phys. Lett. A* **354** 325

[4] Grosdidier B , Lutz J P , Saadeddine S , Gasser J G 1996 *J. Non-Cryst. Solids* **205-207** 393

[5] Zhang Y L , Zhang L 2002 *Journal of Transducer Technology* **21** 24 (in Chinese) [张玉林、张 玲 2002 *传感器技术* **21** 24]

[6] Lei X L 1980 *Acta Phys. Sin.* **29** 1385 (in Chinese) [雷啸霖 1980 *物理学报* **29** 1385]

[7] Yu J , Zu F Q , Ding H F , Liu L J , Li X F , Xue G X 2004 *Chinese Journal of Rare Metals* **28** 880 (in Chinese) [余 瑾、祖方道、丁厚福、刘兰俊、李先芬、薛国宪 2004 *稀有金属* **28** 880]

[8] Li P J , Xiong Y H , Zhang Y F *et al* 2003 *Trans . Nonferrous Met . Soc . China* . **13** 329

[9] Bakhtiyarov S I , Overfelt R A 1999 *Journal of Materials Science* **34** 945

[10] Zhao K H , Chen X M 1985 *Electromagnetics* (Beijing : Higher Education Press) p493 (in Chinese) [赵凯华、陈熙谋 1985 电磁学(北京 高等教育出版社)第 493 页]

[11] Editors Committee of Training Textbook of Qualification and Certification for NDT Personnel of Defense Industry 2004 *Eddy Current Testing* (Beijing : China Machine Press) p27 (in Chinese) [《国防科技工业无损检测人员资格鉴定与认证培训教材》编审委员会 2004 涡流检测(北京 机械工业出版社)第 27 页]

[12] Busch G , Güntherodt H J 1967 *Phys . Kondens . Mater .* **6** 325

[13] Ziman J M 1961 *Phil . Mag .* **6** 1013

[14] Tomlinson J L , Lichter B D 1967 *Adv . Phys .* **16** 501

[15] Wang Q , Lu K Q , Li Y X 2001 *Chin . Sci . Bull .* **46** 990 (in Chinese) [王 强、陆坤权、李言祥 2001 科学通报 **46** 990]

[16] Bath A , Kleim 1982 *Journal of Physics F : Metal Physics* **12** 2975

Design and application of a device based on electromagnetic induction principle for electrical resistivity qualitative measurement of liquid and solid metals^{*}

Zhang Ming-Xiao Tian Xue-Lei[†] Guo Feng-Xiang

(Key Laboratory of Liquid Structure and Heredity of Materials , Ministry of Education , Shandong University , Ji ' nan 250061 , China)

(Received 7 August 2008 ; revised manuscript received 30 November 2008)

Abstract

A non-contact measuring device for electrical resistivity has been designed , which is based on electromagnetic induction principle . Using the device , the electrical resistivity of metals can be monitored during transition from liquid to solid state , which shows that the device is suitable for analysing the structure transition of metals and alloys during the cooling process . The design principle and construction of the device are detailedly described in this paper . The change of electrical resistivity of pure Zn and pure Sb , and hypereutectic Zn-70wt . %Sb alloy during cooling was measured by the device . The experiment results show that the device preforms well .

Keywords : electrical resistivity , electromagnetic induction , liquid metal , structure transition

PACC : 0750 , 8170E , 0630L , 6470

^{*} Project supported by the National Natural Sciences Foundation of China(Grant No. 50571052) .

[†] Corresponding author . E-mail : tianxuelei@sdu.edu.cn