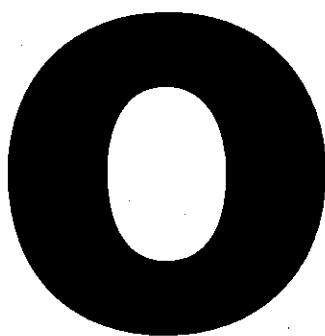


Исследования температурной зависимости теплопроводности конструкционных материалов

Рассмотрены метод и измерительная установка, предназначенные для определения теплопроводности существующих и вновь создаваемых композиционных материалов, используемых в сверхпроводящих магнитах и на других объектах криогенной техники. Приведены результаты исследований температурной зависимости теплопроводности новых перспективных материалов на основе соединений гадолиния, бора, углеродных нанотрубок, РЕЕК в диапазоне от 7 до 298 °К



А.Ф. Бродников¹

Новосибирский филиал
ФГАОУ ДПО «Академия
стандартизации, метрологии
и сертификации (учебная)»
(ФГАОУ ДПО АСМС),
доцент, канд. техн. наук,
mainbox@asmsnsk.ru

Н.А. Вихарева¹

Новосибирский филиал ФГАОУ
ДПО АСМС, доцент,
канд. техн. наук,
mainbox@asmsnsk.ru

¹ г. Новосибирск, Россия

Для цитирования: Бродников А.Ф., Вихарева Н.А. Исследования температурной зависимости теплопроводности конструкционных материалов // Компетентность / Competency (Russia). — 2019. — № 9–10

Ключевые слова

теплопроводность, измерения, метод пластины (цилиндра), погрешность, криостат

тменив обязательность соблюдения государственных (национальных) стандартов и придав им статус добровольного применения, федеральные законы «О техническом регулировании» и «О стандартизации» постепенно дополняются исключениями, которые отменяют данный статус в нескольких наиболее ответственных сферах государственного регулирования, в том числе в атомной энергетике [1]. Тем не менее, предприятия, как отечественные, так и зарубежные, поставляющие на рынок различные материалы, не имеют обязательств и возможностей осуществлять выходной контроль по колоссальному числу существующих свойств, особенно в диапазоне криогенных температур.

В настоящее время в современных, наиболее точных способах измерений теплопроводности используются стационарные методы пластины или цилиндра [2, 3]. Измерительная криогенная установка, созданная в Институте ядерной физики СО РАН, основана на методе стационарного одномерного температурного поля в пластине. Для расчета теплопроводности λ использовалась классическая формула:

$$\lambda = Q_0 h / (T_H - T_X) S_0 \quad (1)$$

где Q_0 — тепловой поток в образце;
 h, S_0 — толщина и площадь поперечного сечения образца;

T_H и T_X — температура его нагретой и охлажденной поверхностей.

Образец исследуемого материала в виде плоскопараллельной пластины устанавливают между поверхностями нагревателя и теплостока. Стационарность температуры T_0 образца обеспечивают стабилизацией температуры T_X теплостока. Тепловой поток Q_0 в образ-

це задают электрическим нагревателем с известной мощностью. Для исключения теплообмена на нижней и боковой поверхностях нагревателя используют адиабатический экран, поддерживая его температуру T_A равной температуре T_H нагревателя. В этом случае значение теплового потока, направляемого в образец, равно мощности P_H нагревателя и уравнение (1) принимает вид:

$$\lambda = P_H h / (T_H - T_X) S_0 \quad (2)$$

Достоверность значений теплопроводности, полученных данным методом, зависит от погрешностей измерений величин, входящих в (2). При этом их главным источником является несоответствие измеренных значений мощности P_H фактическим значениям теплового потока Q_0 , обусловленное несоблюдением условий адиабатичности и стационарности. Если разность ΔT_{AH} температуры T_A адиабатического экрана и T_H нагревателя образца не равна нулю, то между ними в общем случае возникают тепловые потоки, обусловленные теплопроводностью проводов (Q_λ), конвекцией (Q_α) и тепловым излучением (Q_ϵ) [4]. При этом в образец будет направлен тепловой поток, равный

$$Q_0 = P_H \pm (Q_\lambda + Q_\alpha + Q_\epsilon) = \\ = P_H \pm (\lambda_{PP} S_{PP} / l + \alpha F_H + 4\epsilon \sigma T_H^3 F_H) \times \\ \times \Delta T_{AH} \quad (3)$$

где P_H — мощность нагревателя образца;

λ_{PP}, S_{PP} и l — теплопроводность, площадь сечения и длина проводов, идущих от нагревателя к экрану;

α и F_H — коэффициент теплообмена на открытой поверхности нагревателя и ее площадь;

ε — приведенный коэффициент черноты в системе нагреватель—экран;

σ — константа Стефана—Больцмана.

В условиях вакуума теплопроводностью остаточного газа, а также конвективной составляющей теплообмена между нагревателем и экраном можно пренебречь ($\alpha = 0$ и $P_\alpha = 0$).

При реализации метода важно также соблюдать условие стационарности, при котором тепловой поток Q_v , поглощаемый или выделяемый при изменении средней температуры T_0 образца, пренебрежимо мал по сравнению с тепловым потоком Q_0 , идущим от нагревателя. В этом случае зависимость δ_v погрешности от скорости v изменения температуры образца имеет вид:

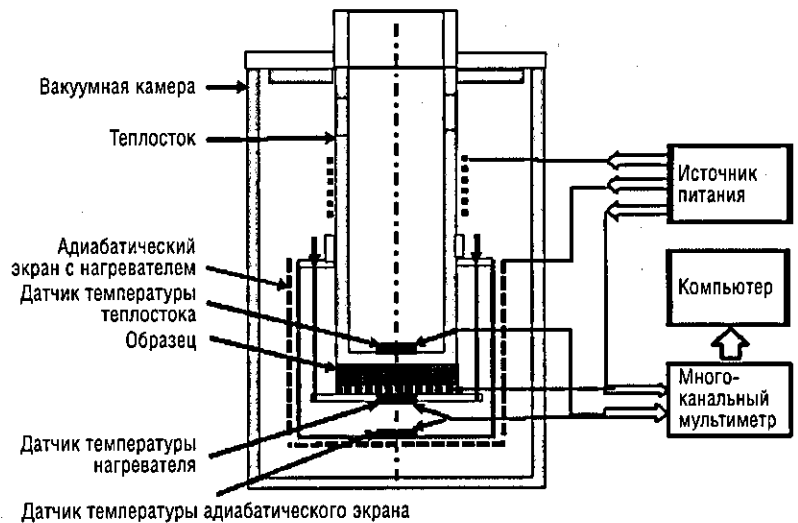
$$\delta_v = cmv / Q_0 = c\rho\pi r^2 h v / Q_0, \quad (4)$$

где c , m , ρ , r , h — удельная теплоемкость, масса, плотность, радиус и толщина образца соответственно.

При заданном значении δ_v формула (4) позволяет установить требования к стационарности температуры в зависимости от характеристик образца [4].

Установка для реализации рассмотренного метода создана на базе криостата КГ-15/150-1 с жидким гелием, в который погружают ее тепловой блок (см. рисунок). Блок содержит основной нагреватель, окруженный адиабатическим экраном, который обеспечивает исключение тепловых потерь нагревателя, и теплосток с нагревателем, задающим необходимую температуру образца. Прижимным упором и тягой обеспечивают плотный контакт основного нагревателя с образцом и теплостком. Кроме этого для улучшения контакта использовался индий совместно с криогенной вакуумной смазкой ARIEZON. Для измерений температуры использовались датчики на основе кремниевых диодов DT-670C-CU¹. Все устройство помещалось в вакуумную камеру.

Нагреватели образца, теплостока и адиабатического экрана подключались к трехканальному источнику питания «АКИП-114/2» с цифровым управлением. Выделяемую нагревателем образца мощность, а также сигналы



датчиков температуры измеряли многоканальным мультиметром на базе ЛЦП AD7794. Весь процесс измерений регистрировали при помощи персонального компьютера.

Расчет погрешности измерений на такой установке в диапазоне теплопроводности от 0,05 до 5 Вт/(м·К) и значений температуры от 7 до 298 °К при условии, что температура адиабатического экрана отличается от температуры нагревателя не более, чем на 0,02 °К, а нестабильность температуры образца в течение 10 минут не превышает 0,05 °К, показывает, что ее значение составляет менее 5 %. Исследования погрешности установки с помощью стандартных образцов теплопроводности из кварцевого стекла марки КВ и оргстекла (ПММА) диаметром 30 мм и толщиной 8 мм подтвердили результат расчета [5]. Полученная оценка погрешности соответствует требованиям ГОСТ 8.511–84 [6] и ГОСТ 8.177–85 [7], предъявляемым к средствам измерений теплопроводности в указанном диапазоне температур.

Проведены исследования температурной зависимости теплопроводности ряда конструкционных материалов, при помощи измерительной установки, используемых при изготовлении сверхпроводящих магнитов на основе окиси алюминия (Al_2O_3), нитрида бора (BN), окисульфида гадолиния

Тепловой измерительный блок установки
[Thermal measuring unit]

¹ фирмы Lake Shore

Таблица
Результаты измерений теплопроводности композиционных материалов
[The results of composite materials thermal conductivity measurements]

Материал образца [Sample material]	Теплопроводность, Вт/(м·К) [Thermal conductivity]		
	7 К	80 К	298 К
Эд20/BN	0,082	0,562	0,930
Эд20/TUBALL	0,073	0,157	0,406
Эд20/Gd ₂ O ₃	0,057	0,225	0,497
Эд20	0,083	0,157	0,347
Эд20/Gd ₂ O ₃ S	0,118	0,676	0,978
Эд20/Al ₂ O ₃	0,051	0,296	0,522
РЕЕК	0,021	0,175	0,298

(Gd₂O₃S), оксида гадолиния (Gd₂O₃), одностенных углеродных нанотрубок (состав: TUBALL 78 %, металлические примеси 12 %), смолы без наполнителя (Эд-20) и РЕЕК (полиэфирэфир-

Статья поступила
 в редакцию 28.08.2019

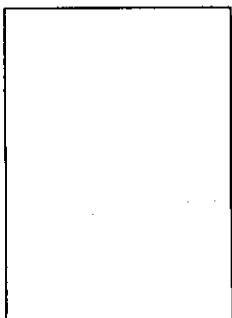
Список литературы

1. Рыбак Н.И., Черепанов В.Я., Шейнин Э.М., Ямшанов В.А. Правовой статус национальных стандартов единства измерений // Стандарты и качество. — 2015. — № 12.
2. Свириденко В.И., Медведев В.А., Рыбкин Н.П., Горбунова В.Г. Теплопроводность кварцевого стекла КВ при температуре 2–300 К // Измерительная техника. — 1987. — № 5.
3. Черепанов В.Я. Измерения параметров теплообмена // Мир измерений. — 2005. — № 9.
4. Позинская О.М., Рыбак Н.И., Черепанов В.Я., Шейнин Э.М., Ямшанов В.А. Государственный первичный эталон единицы поверхностной плотности теплового потока // Измерительная техника. — 2009. — № 10.
5. Бродников А.Ф., Черепанов В.Я. Криогенная установка для измерений теплопроводности конструкционных материалов // Приборы. — 2015. — № 6.
6. ГОСТ 8.511–84. ГСИ. Государственный специальный эталон и государственная поверочная схема для средств измерений теплопроводности твердых тел в диапазоне температур от 4,2 до 90 К.
7. ГОСТ 8.177–85. ГСИ. Государственный специальный эталон и государственная поверочная схема для средств измерений теплопроводности твердых тел в диапазоне температур от 90 до 300 К.

кетон). Результаты измерений теплопроводности этих композиционных материалов приведены в таблице.

Результаты, полученные при проведении ряда измерений, являются основой для разработки технологии изготовления новых композиционных материалов при проектировании сверхпроводящих магнитов и других объектов криогенной техники с заданными значениями теплопроводности и характером ее температурной зависимости в области криогенных температур. Созданная для этой цели измерительная установка позволяет, кроме этого, осуществлять входной контроль соответствия данных по теплопроводности материалов, поступающих от фирм-изготовителей, ее фактическим значениям. ■

НОВАЯ КНИГА



По вопросам приобретения обращайтесь по адресу: Академия стандартизации, метрологии и сертификации (АСМС), 109443, Москва, Волгоградский пр-т, 90, корп. 1. Тел. / факс: 8 (499) 742 4643. Факс: 8 (499) 742 5241. E-mail: info@asms.ru

Studies of Structural Materials Thermal Conductivity Temperature Dependence

A.F. Brodnikov¹, Novosibirsk Branch FSAEI FVT branch Academy for Standardization, Metrology and Certification (FSAEI FVT ASMS) (Educational), Assoc. Prof. Dr., mainbox@asmsnsk.ru

N.A. Vikhareva¹, Novosibirsk Branch FSAEI FVT ASMS, Assoc. Prof. Dr., mainbox@asmsnsk.ru

¹ Novosibirsk, Russia

Citation: Brodnikov A.F., Vikhareva N.A. Studies of Structural Materials Thermal Conductivity Temperature Dependence, *Kompetentnost' / Competency (Russia)*, 2019, no. 9–10, pp. 68–71

key words

thermal conductivity, measurements, method of the plate (cylinder), error, cryostat.

We examined the measurement method and method, which allows one to determine the thermal conductivity of existing and newly created composite materials used in superconducting magnetic and other objects of cryogenic technology. We gave the results of studies of the thermal conductivity temperature dependence of promising new materials based on compounds of gadolinium, boron, carbon nanotubes, PEEK in the range from 7 to 298 K. The results obtained will serve as the basis for the manufacturing technology development for new composite materials in the design of superconducting magnets and other objects of cryogenic technology with specified values of thermal conductivity and the nature of its temperature dependence in the cryogenic temperature range. The measuring installation allows for incoming control of compliance of data on the thermal conductivity of materials from manufacturers, its actual values.

References

1. Rybak N.I., Cherepanov V.Ya., Sheynin E.M., Yamshanov V.A. Pravovoy status natsional'nykh standartov edinstva izmereniy [Legal status of national standards of measurement uniformity], *Standarty i kachestvo*, 2015, no. 12, pp. 44–47.
2. Sviridenko V.I., Medvedev V.A., Rybkin N.P., Gorbunova V.G. Teploprovodnost' kvartsevogo stekla KV pri temperature 2–300 K [Thermal conductivity of quartz glass KV at temperature of 2–300 K], *Izmeritel'naya tekhnika*, 1987, no. 5, pp. 34–36.
3. Cherepanov V.Ya. Izmereniya parametrov teploobmena [Measurement of heat transfer parameters], *Mir izmereniy*, 2005, no. 9, pp. 4–15.
4. Lozinskaya O.M., Rybak N.I., Cherepanov V.Ya., Sheynin E.M., Yamshanov V.A. Gosudarstvennyy pervichnyy etalon edinitsy poverkhnostnoy plotnosti teplovogo potoka [The state primary standard of the heat flux surface density unit], *Izmeritel'naya tekhnika*, 2009, no. 10, pp. 52–55.
5. Brodnikov A.F., Cherepanov V.Ya. Kriogennaya ustanovka dlya izmereniy teploprovodnosti konstruksionnykh materialov [Cryogenic installation for measuring the thermal conductivity of structural materials], *Pribory*, 2015, no 6, pp. 35–38.
6. GOST 8.511–84 GSI State special standard and state calibration chart for measuring instruments of thermal conductivity of solids in the temperature range from 4.2 to 90 K.
7. GOST 8.177–85 GSI The state special standard and the state calibration scheme for measuring instruments of the thermal conductivity of solids in the temperature range from 90 to 300 K.

Как подготовить статью для журнала «Компетентность»

Оригинал статьи и аннотацию к ней необходимо передать в редакцию в электронном виде (на магнитном носителе или по электронной почте comp@asms.ru). При передаче информации по электронной почте желательно архивировать файлы. В названиях файлов необходимо использовать латинский алфавит. Допускаемые форматы текстовых файлов — TXT, RTF, DOC.

Допустимые форматы графических файлов:

- ▶ графики, диаграммы, схемы — AI 8-й версии (EPS, текст переведен в кривые);
- ▶ фотографии — TIFF, JPEG (RGB, CMYK) с разрешением 300 dpi.

К каждой статье необходимо приложить сведения об авторах — фамилия, имя, отчество, ученая степень, ученое звание, место работы и должность, телефон служебный и домашний, адрес электронной почты.