

Метод исследования теплопроводности конструкционных материалов и экспериментальная установка

Е. А. Желобцов, Э. Х. Исакаев, В. Э. Пелецкий, А. С. Тюфтяев

Описана методика экспериментального исследования теплопроводности веществ и материалов в твердом состоянии при высоких температурах. По разработанному методу создана оригинальная опытная установка. В качестве ее тарировки были проведены измерения теплопроводности стали марки 12Х18Н10Т в температурном интервале 481 – 1175 К. Проведено сравнение полученных данных со стандартными справочными данными о теплопроводности этой стали.

Ключевые слова: теплопроводность, коэффициент теплопроводности, электронный нагрев, свойства нержавеющей стали, тепловые измерения.

It is described and motivated a method for the experimental study of thermal conductivity in metals and alloys. The discriminating particularity of the method is an organization of the measurements of the heat flow and corresponding to it the gradient of the temperature in the chosen local section of the rod specimen, heated by the electronic bombardment of its butt-end. It is shown that over a wide range variations of temperature such measuring procedure allows to abandon from the special system of the heat insulation for the lateral surface of the specimen. The latter greatly reduces a heat inertial of a measuring cell and simplifies its design. It is described a design feature of the installation as a whole, including system of the heating, cooling, temperature checking. Data on thermal conductivity for the stainless steel 12X18H10T are cited, got in the course of the test measurements up to temperature of 1175 K. Experimental data are compared with the recommendation of the GSSD for this reference material.

Keywords: thermal conductivity, electronic heating, characteristic of stainless steels, heat measurements.

Введение

Коэффициент теплопроводности (КТ) — важная характеристика конструкционных материалов, без которой невозможен расчет температурных полей, термических напряжений и прогнозирование работоспособности конструкций при тепловом воздействии. Особое значение имеет знание этого свойства при выборе режимов термической обработки для получения требуемых структурных состояний в изделиях самого широкого назначения. Это определяет внимание исследователей к разработке специальной аппаратуры для измерения данной характеристики.

В работе описана экспериментальная установка, созданная для определения КТ в широком интервале

температур для различных конструкционных материалов с уровнем теплопроводности, характерным для чистых и легированных металлов, композитов, углеродистых, карбидных и других материалов.

Методика исследования

В основу измерения КТ положен метод продольного теплового потока в модификации, предложенной и обоснованной в работах [1, 2]. Метод основан на измерении величины стационарного теплового потока в выбранном рабочем сечении стержневого образца с помощью оригинального тепломера. В окрестности рабочего сечения образца в нескольких точках измеряются локальные температуры, что позволяет рассчитать значение

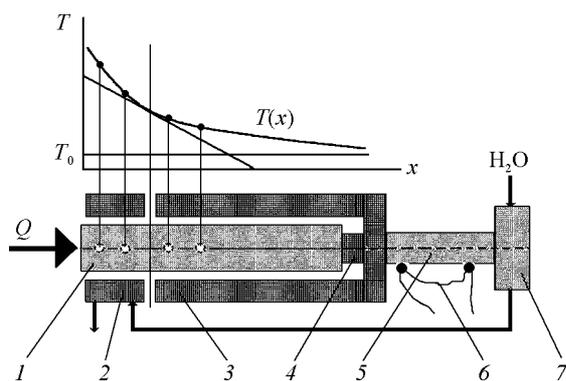


Рис. 1. Функциональная схема измерительной ячейки.

продольного градиента температуры, соответствующего измеренному тепловому потоку. Этим данным достаточно, чтобы определить КТ.

Сущность метода поясняет схема, представленная на рис. 1. Исследуемый образец 1 закрепляется внутри полого цилиндрического тонкостенного стакана 3, внутренняя поверхность которого отделена от поверхности образца малым зазором. Стакан 3 соединяется с холодильником-термостатом 7 с помощью цилиндра 5, на котором размещена многоспайная дифференциальная батарея термопар 6.

Если в такой конфигурации на открытый торец образца подать тепловой поток Q от любого источника, то вводимое тепло через образец и названные выше элементы будет передано, в конечном итоге, к холодильнику-термостату 7. Если тепловой поток постоянен во времени, то в системе через некоторое время установится стационарный режим с температурным распределением на образце вида $T(x)$, показанном в верхней части рис. 1. Выбором геометрических размеров и материала элементов 2 и 3 можно добиться того, что их температура будет близка к температуре термостата и существенно ниже температуры образца. В этих условиях практически вся тепловая энергия, введенная в описанную систему, будет соответствовать тепловому потоку, пронизывающему образец в плоскости торцевого среза полого цилиндра-теплоприемника 3 (рис. 1). Важно отметить, что теплоприемник может получить значительное количество тепла в виде излучения из горячей зоны образца, расположенной слева от торцевого среза стакана 3. Для подавления этого эффекта в конструкцию ввели массивное цилиндрическое кольцо 2, охлаждаемое тем же теплоносителем, что и термостат 7. Торцевого кольца 2 не касается стакан 3. Зазор между ними образует область, в которой располагается плоскость вышеназванного рабочего сечения образца. Величина продольного теплового потока, который относится к этому сече-

нию, пропорционален термоЭДС термопары 6. Коэффициент пропорциональности устанавливается с помощью градуировки, при проведении которой в полость теплоприемника 3 вместо образца ввели специальный нагреватель.

Для расчета теплопроводности кроме теплового потока нужно знать среднее по сечению образца значение продольного градиента температур в названном рабочем сечении, что решается размещением в окрестности рабочего сечения нескольких термопар. По их показаниям можно рассчитать величину искомого температурного градиента. Обоснование этой схемы измерений и расчет поправок, учитывающих реальные тепловые условия, даны в [1].

При выборе методики исследования теплопроводности новых конструкционных материалов названный вариант привлекает к себе внимание по следующим соображениям.

Во-первых, удобная форма образца. Здесь — это цилиндр диаметром от 8 до 12 мм и длиной от 3 до 6 калибров. Конкретная конфигурация определяется уровнем рабочих температур и выбираемым способом температурного контроля.

Во-вторых, малые затраты времени в расчете на одну экспериментальную точку. Низкая инерционность системы определяется отсутствием тепловой изоляции боковой поверхности с помощью каких-либо теплоизоляционных материалов. Установление стационарного состояния занимает 10 – 15 минут, тогда как в схемах с тепловой изоляцией обычно это занимает часы.

В-третьих, возможность широкой вариации способов нагрева и температурных состояний образца. В данном случае выбран метод нагрева образца с помощью электронной бомбардировки. Это позволяет доводить температуру горячего торца до плавления. Электронный нагрев реализуется в условиях поддержания в системе вакуума не ниже $1 \cdot 10^{-2}$ Па. Это требует специальной системы вакуумирования, что усложняет установку и увеличивает время эксперимента. Однако, в условиях вакуума наилучшим образом реализуется проблема защиты образца от химического воздействия среды во время опыта, уменьшаются плохо контролируемые потери тепла и, что весьма важно, вносится большая определенность в описание граничных условий для тепловой задачи.

Экспериментальная установка

Рассмотрим особенности конструкторской реализации данной методики. Установка состоит из

вакуумной камеры с измерительной ячейкой и электронной пушкой, системы вакуумирования, источника питания электронной пушки, термостата, измерительных приборов и ПК.

Вакуумная камера, в которой размещается рабочий участок, снабжена окном для наблюдения за образцом и (при необходимости) бесконтактного измерения его температуры. Важной особенностью оконного блока является наличие в нем системы защиты стекла от заноса продуктами сублимации образца.

Измерительная ячейка функционально воспроизводит схему элементов, показанных на рис. 1, однако существенно отличается по их конфигурации, что демонстрирует рис. 2. Конструкция ориентирована на вертикальное размещение образца 1 в полости теплоприемника 2 и ввод его в теплоприемник сверху. Здесь в посадочном гнезде теплоприемника “холодный” конец образца с помощью разрезной шайбы и нажимной гайки 4 плотно контактирует с теплоприемником. Заметим, что выбором материала разрезной шайбы регулируется термическое сопротивление между образцом и теплоприемником. Полый стакан теплоприемника в окрестности посадочного гнезда впаян в тонкостенный медный стакан 5, отводящий тепло к холодильнику 4. Стакан 5 опирается на центрирующее тефлоновое кольцо 7, в свою очередь установленное на фланце 8. Стакан 5 выполняет функцию теплопровода 3 на рис.1. Батарея хромель-копелевых дифференциальных термопар монтируется в гнездах стакана. Батарея состоит из двух секций, спаи которых чередуются друг с другом, охватывая всю окружность стакана. Корпус теплопровода одновременно играет роль термостатирующего экрана, снижающего

потери тепла с наружной поверхности теплоприемника 2. Оба названных элемента выполнены из меди, высокая теплопроводность которой обеспечивает быстрое установление стационарного состояния в системе.

На фланце 8 закрепляется также основание массивной медной насадки 9, экранирующей горячую зону образца (зону стабилизации температурного профиля (ЗСТП)) до плоскости рабочего сечения. Этот элемент также охлаждается водой из термостата. Нижняя часть насадки проточена до большего диаметра и имеет резьбу для крепления корпуса 10 сменных диафрагм. Диаметр диафрагм несколько меньше диаметра образца для защиты полости теплоприемника от электронов, траектории которых выходят за пределы зоны фокусировки.

Все три элемента — цилиндр теплоприемника, стакан теплопровода и частично цилиндр насадки ЗСТП имеют вертикальную прорезь, через которую осуществляется вывод термопар или наблюдение за образцом с помощью оптического пирометра. Важно отметить, что в условиях, когда образец существенно перегрет относительно окружающих элементов, заделке термопар следует уделять особое внимание.

В данном случае погрешность, обусловленная возможным отводом тепла по термо-электродам, минимизируется за счет погружения двухканальной соломки с электродами вглубь радиального канала, пронизывающего тело образца почти на всю его глубину. Диаметр этого канала равен диаметру соломки. В конце канала просверлено отверстие диаметром 0,5 мм и глубиной 2 мм, в котором зачеканен королек или скрутка термоэлектродов. В качестве изоляции термопар используется алундовая соломка. Холодные концы термоэлектродов присоединяются к медным выводным жилам в термостате, расположенном внутри вакуумной камеры. Температура термостата контролируется специальной термопарой, электроды которой выведены из вакуумной камеры через герметичный электроввод и соединяются с измерительной цепью в сосуде Дьюара с тающим льдом.

В качестве источника рабочего теплового потока, как уже было отмечено, в данной реализации метода используется бомбардировка торца образца потоком ускоренных электронов. Ток электронного пучка и ускоряющее напряжение определяют величину кинетической энергии пучка, преобразующейся в тепло при торможении электронов в приповерхностных слоях торцевой поверхности образца.

Электронный пучок формируется пушкой с прямонакальным танталовым катодом. Для реализации метода не требуется острой фокусировки пучка.

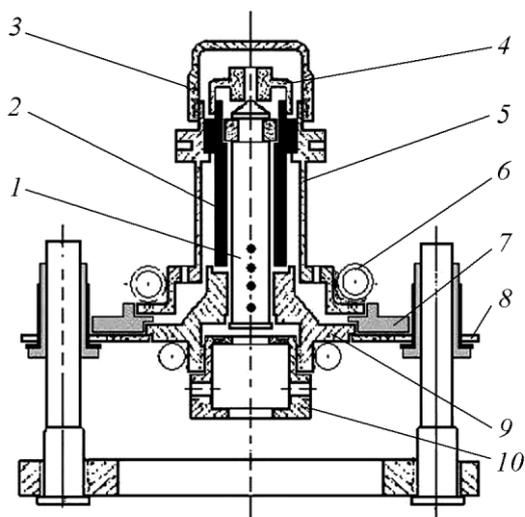


Рис. 2. Конструкция рабочего участка.

Напротив, пучок и тепловыделение на образце должны быть, по-возможности, “размазаны” по его торцу. Это уменьшает возможное искажающее влияние неоднородности температурного профиля в зоне его стабилизации. Такие условия делают целесообразным предельное упрощение электронной пушки.

Оказалось достаточным применить систему двух электродов, воспроизводящих профиль электродов известной пушки Пирса. Анодный электрод в центральной зоне имеет молибденовую вставку, перехватывающую электроны, отклоняющиеся от осевого направления из-за неидеальности катодной плоскости. Последняя в данном случае составлена из ленточного танталового прямонакального катода, расположенного в щелевом вырезе плоской вставки, на которую как бы опирается прикатодный электрод. Для компенсации возмущающего влияния возможных деформаций катода и нагреваемых элементов катодного узла на прикатодный электрод подается небольшое (до нескольких десятков вольт) отрицательное по отношению к катоду напряжение. Управляя величиной этого напряжения, удается воздействовать на фокусировку пучка.

Пушка расположена на оси теплоприемного устройства и под ним. Сублимационные потоки с нагреваемого образца могут попадать на катод и изменять его ресурс и характеристики. Однако ее ресурса, как правило, достаточно для обычно планируемого цикла измерения.

При выборе ускоряющего напряжения основным соображением была минимизация возможного рентгеновского излучения. Снижение ускоряющего напряжения связано с потерей качества фокусировки. Последнее обстоятельство, как уже отмечалось, не является жестким требованием. Поэтому в данной реализации применяется ускоряющее напряжение в диапазоне от 5 до 10 кВ. Вариация необходимой тепловой мощности на образце достигается главным образом за счет изменения тока эмиссии с катода.

Измерительная схема собрана на базе высокоточного вольтметра типа В7-78, оснащенного платой 10-канального сканера. Измеряемые сигналы вводятся в ПК посредством измерительной платы L 780 (ЗАО “L-Card”). Сбор и обработка данных выполняются программой PSW2, разработанной в ООО “АГНИ-К”. Программа работает под управлением MS Windows XP. Получаемые программой данные отображаются в виде таблиц и графиков на экране монитора и запоминаются в дисковый файл для последующего анализа и обработки информации.

При расчёте теплопроводности используются сигналы с 4-х термопар, расположенных в исследуемом образце (рис. 1), и сигналы 2-х термопарей.

Перед проведением эксперимента вводятся координаты расположения термопар на образце и конструктивные размеры пирометрических отверстий.

Результаты расчёта в режиме реального времени отображаются на мониторе в виде графиков и таблиц и при необходимости передаются в программу Excel для дальнейшей обработки.

Результаты тарировки и обсуждение

Массив экспериментальных точек, полученный для стали марки 12X18H10T в настоящей работе, представлен в таблице.

Таблица

Экспериментальные значения теплопроводности нержавеющей стали марки 12X18H10T

T, К	λ , Вт/(м·К)	$\lambda_{кор}$, Вт/(м·К)
481	18,04	18,91
585	19,23	20,17
655	19,99	20,96
739	21,25	22,28
864	23,20	24,32
962	24,83	26,03
1068	26,65	27,94
1175	27,13	28,44

В таблице приведены значения теплопроводности λ , рассчитанные по геометрии образца, не искаженной пирометрическими полостями, и $\lambda_{кор}$ — скорректированные величины, учитывающие поправку на влияние этих полостей. Различие между ними составляет около 5%, что заставляет со всей тщательностью относиться к точному измерению геометрических параметров исследуемого образца. Скорректированные с учетом этого фактора опытные данные показаны также на рис.3.

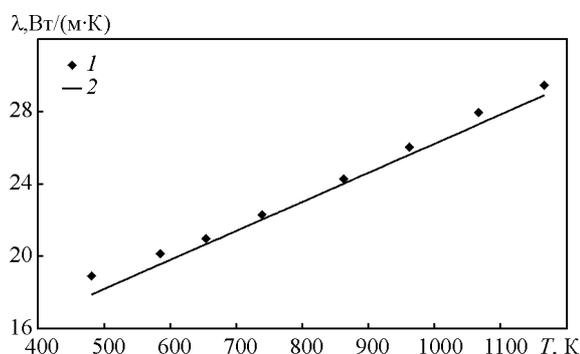


Рис. 3. Температурная зависимость коэффициента теплопроводности стали марки 12X18H10T по данным различных авторов: 1 — данные [5]; 2 — настоящая работа.

Работоспособность экспериментальной методики обычно проверяется в опытах с ранее изученным материалом. В данном случае в качестве тестового объекта исследования была выбрана нержавеющая сталь марки 12Х18Н10Т по ГОСТ 5632-72. Эта сталь ранее широко исследовалась и была в свое время рекомендована в качестве стандартного материала при исследованиях теплофизических свойств [3]. В работе [3] для коэффициента теплопроводности этой стали в интервале температур 340 – 1100 К была рекомендована следующая обобщающая зависимость:

$$\lambda = 10,00 + 0,01604 T,$$

где размерность λ в Вт/(м·К) и T в К.

При сопоставлении экспериментальных данных, полученных в настоящей работе, с вышеприведенным уравнением отметим, что в пределах погрешности измерений и доверительного интервала рекомендаций $\pm 4\%$ данные согласуются (рис. 3), что подтверждает корректность реализации методики измерений и позволяет использовать установку для изучения свойств новых сплавов.

Заключение

Представлена методика экспериментального изучения теплопроводности конструкционных

материалов в области высоких температур. Описаны основные особенности конструкции измерительной ячейки, источника рабочего теплового потока и систем сбора и обработки информации.

Тестирование установки на эталонном материале (сталь марки 12Х18Н10Т) подтверждает корректность реализации методики измерений и позволяет использовать установку для изучения новых материалов.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 09-08-00239).

Литература

1. Peletsky V.E. Apparatus for testing high-temperature thermal-conductive... In: Compendium of Thermophysical Property Measurement Methods. V. 2. Recommended Measurement Techniques and Practices. Ed. by K.D. Maglic, A.Cezairliyan, V.E. Peletsky. NY, USA: Plenum Press, 1992, p. 133.
2. Пелецкий В.Э., Патрушева Л.Г. Установка для исследования теплопроводности конструкционных материалов при высоких температурах. Теплофизика высоких температур, 1986, т. 24, № 1, с. 137.
3. Олейник Б.Н., Соколов Н.А., Раскин А.А. Сталь нержавеющей марки 12Х18Н10Т. Теплопроводность при температурах 340 – 1100 К. Таблицы стандартных справочных данных № ГСССД 165-94. М.: Изд-во стандартов, 1994, 9 с.

Желобцов Евгений Алексеевич — ООО “Современные плазменные технологии”, (г. Москва), инженер-металлург, начальник установки. Специалист в области плазменных технологий. E-mail: astpl@mail.ru.

Исакаев Магомед-Эмин Хасаевич — Объединенный институт высоких температур РАН (г. Москва), доктор технических наук, заведующий отделом. Специалист в области низкотемпературной плазмы. E-mail: e-isakaev@mail.ru.

Пелецкий Владислав Эдуардович — Объединенный институт высоких температур РАН (г. Москва), доктор технических наук, заведующий лабораторией. Специалист в области теплофизики. E-mail: pel@iht.mpei.ac.ru.

Тюфтяев Александр Семенович — Объединенный институт высоких температур РАН (г. Москва), кандидат технических наук, заведующий лабораторией. Специалист в области низкотемпературной плазмы. E-mail: astpl@mail.ru.