

ЗАМКНУТЫЙ БЕСКОНТАКТНЫЙ МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ В ОБЛАСТИ ТЕМПЕРАТУР 1000–2500 К

© 2023 г. А. В. Румянцев^{а,*}, И. Н. Пятых^а

^аБалтийский федеральный университет им. Иммануила Канта
Россия, 236041, Калининград, ул. Александра Невского, 14

*e-mail: albert37@list.ru

Поступила в редакцию 01.09.2022 г.

После доработки 23.12.2022 г.

Принята к публикации 03.02.2023 г.

Описан замкнутый бесконтактный метод сходящихся радиальных температурных волн, создаваемых при высокочастотном индукционном модулированном нагреве образца цилиндрической формы. Метод предназначен для исследования теплофизических свойств металлов и сплавов в области высоких температур. Для реализации метода создана экспериментальная установка на базе современной аппаратуры. По данным эксперимента теплофизические параметры определяются со следующими погрешностями: температуропроводность – 2%; теплоемкость – 3%; теплопроводность – 5%; удельное электросопротивление – 1.4%; мощность – 2%. После этого вычисляются плотность, коэффициент объемного теплового расширения, электронная и решеточная теплопроводность, объемная теплоемкость, коэффициент теплоусвоения, монохроматическая и интегральная степени черноты, энтальпия, энтропия, энергия Гиббса. На конкретном примере при исследовании сплава замещения и сплава внедрения показаны преимущества замкнутого метода.

DOI: 10.31857/S0032816223040055, EDN: SUMLUE

ВВЕДЕНИЕ

Главным недостатком современных, даже комплексных, методов, рассмотренных в обзоре А.Д. Ивлиева [1], является их незамкнутость. Определяются, например, только температуропроводность или температуропроводность и удельная теплоемкость. Незамкнутость метода означает, что при обработке результатов эксперимента необходимо использовать внешние данные, взятые из справочников или журнальных статей. Этот недостаток особенно заметен при исследовании новых материалов, сплавов замещения и внедрения. Замкнутым является метод, в котором при обработке результатов эксперимента не используют внешние данные, вся нужная информация содержится в данных, полученных в ходе эксперимента. Различают контактный и бесконтактный методы. В области высоких температур предпочтителен последний, так как в этом случае оппадает необходимость внесения поправки на теплоотвод по токоподводам, потенциальным выводам, термопарам.

В данной работе приведено описание замкнутого бесконтактного метода, установки для его реализации, методик проведения эксперимента и обработки данных эксперимента.

Для исследования теплофизических свойств металлов и сплавов в области высоких температур широко используются методы температурных волн [1], в частности, метод радиальных сходящихся/расходящихся температурных волн, реализуемый на образцах цилиндрической формы [2–5].

В области высоких температур наиболее эффективным методом является метод регулярного теплового режима третьего рода – режима установившихся периодических изменений температуры, который позволяет уменьшить влияние теплообмена излучением до величины, носящей характер малой поправки, ограничиться одним датчиком температуры, обеспечить естественную многократную повторяемость получаемых в эксперименте данных, широко использовать радиотехнические средства измерений.

Сущность предлагаемого метода состоит в следующем. Образец исследуемого материала, имеющий форму сплошного цилиндра, нагревается при помощи коаксиально расположенного индуктора, подключенного к блоку нагревательного контура высокочастотного генератора. При периодических изменениях (модуляции) мощности нагрева в образце возникает колебательный теп-

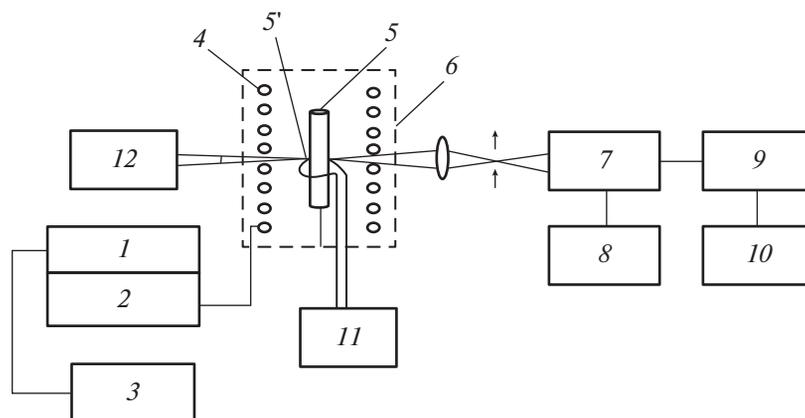


Рис. 1. Принципиальная схема установки: 1 – ВГТ7; 2 – БНК; 3 – блок модуляции; 4 – индуктор; 5 – образец с отверстием 5' в центре; 6 – колпак; 7 – ФД-263; 8 – схема компенсации; 9 – измерительный блок; 10 – блок регистрации; 11 – измеритель ЭДС; 12 – пирометр ЛОП-72.

ловой процесс – так называемые радиальные температурные волны, распространяющиеся от поверхности образца к его оси. Используется регулярная стадия процесса (установившийся тепловой режим), в которой колебания температуры в любой точке образца однозначно определяются его тепловыми и электрическими свойствами и законом изменения мощности. Основное содержание метода состоит в аналитическом выражении указанных взаимосвязей, вследствие чего процесс измерений сводится к регистрации колебаний температуры образца и определению вводимой в него мощности. Существенным является выполнение следующего требования: отношение амплитуды колебания температуры ϑ к установившейся средней температуре образца θ должно удовлетворять условию $(\vartheta/\theta) \ll 1$, что позволяет рассматривать влияние теплообмена за счет излучения в виде малой поправки и, тем самым, линеаризовать задачу и использовать принцип суперпозиции.

Индукционный нагрев имеет ряд преимуществ в сравнении с электронным нагревом. Во-первых, источник нагрева – индуктор – имеет температуру охлаждающей воды, в то время как при электронном нагреве раскаленные электроды распыляются и материал электродов попадает на образец. Во-вторых, отпадает необходимость в исключении влияния излучения электродов на регистрируемое излучение поверхности образца (полезный сигнал). К достоинству индукционного и электронного нагрева следует отнести возможность исследовать большеразмерные цилиндрические образцы, в силу чего процесс сублимации практически не оказывает влияния на экспериментальные результаты, в отличие от работы с малоразмерными образцами. Теория метода достаточно подробно изложена в работах [2–4].

ОПИСАНИЕ УСТАНОВКИ

Реализация метода радиальных температурных волн осуществляется на установке, схема которой представлена на рис. 1. В качестве источника энергии используется серийный высокочастотный генератор ВЧУ-15/440 (мощность 15 кВт, частота 440 кГц), который состоит из двух связанных блоков: высокочастотного транзисторного генератора ВГТ-7 (1) и блока нагревательного контура БНК (2). Подключенный к БНК охлаждаемый водой индуктор (4) размещается в вакуумной камере агрегата ВА-01. Верхняя часть камеры – стеклянный колпак (6), шлиф которого через вакуумную смазку соединен с водоохлаждаемым шлифом нижней металлической части камеры. В камере обеспечивается давление на уровне 10^{-5} Торр. В индуктор (4) коаксиально помещен исследуемый образец (5) в виде цилиндра. Диаметр образца 8–10 мм, длина 80–100 мм. В центре цилиндра выполнено отверстие (5') диаметром 0.7 мм и глубиной 6 мм, представляющее собой модель абсолютно черного тела (коэффициент излучения около ~ 0.99), по излучению которой оптическим пирометром (12) ЛОП-72 ($\lambda = 0.65$ мкм) определяется абсолютная температура T . Этим же пирометром определяется температура поверхности образца – яркостная температура T_s . Градуировочная характеристика пирометра поправлена на наличие стекла между образцом и пирометром.

Периодические изменения вводимой в образец мощности осуществляются в режиме “включено/выключено”, для чего генератор прямоугольных импульсов AFG-72005 (3) подает на ВГТ-7 (1) запирающий сигнал амплитудой 10 В и частотой ϕ , (значение частоты отражается на дисплее генератора). Колебания температуры регистрируются с небольшого участка поверхности

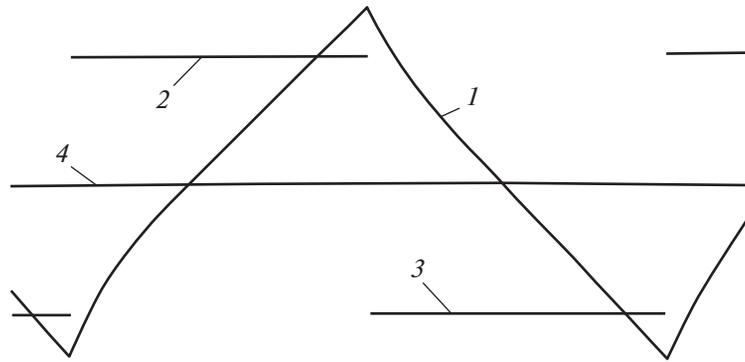


Рис. 2. Типичная осциллограмма колебания температуры поверхности: 1 – кривая изменения температуры; 2 – генератор включен; 3 – генератор выключен; 4 – средняя (нулевая) линия, относительно которой кривая 1 должна располагаться симметрично.

образца вблизи его середины тремя фотодиодами ФД-263 (7), которые размещены на водоохлаждаемой пластине. На фотодиоды подается напряжение питания +27 В от трех батарей, имеющих общую нагрузку $R_{\phi} = 1.0$ МОм. Постоянная составляющая сигнала V_{\pm} , соответствующая средней температуре θ образца, компенсируется схемой деления напряжения (8), а переменная составляющая V_{\pm} , обусловленная колебаниями температуры ϑ , подается с нагрузки фотодиодов на цифровой осциллограф USB АКИП серии 75000 (9) для измерения амплитуды 1-й гармоники колебания температуры. Судить о полноте компенсации постоянного сигнала можно по расположению осциллограммы на экране ноутбука (10). Осциллограмма должна располагаться симметрично относительно средней линии. Вид типичной осциллограммы при записи колебаний температуры приведен на рис. 2.

Для реализации бесконтактного метода определения ρ – удельного электросопротивления вокруг образца на уровне его середины располагаются две разного диаметра катушки с нанесенной на их внешней поверхности резьбой глубиной и шагом 0.3 мм на каждую из которых навиты 5 витков вольфрамовой проволоки диаметром 0.1 мм с выводами от двух, трех и пяти витков каждой катушки. Выводы подключены к шестидиапазонному переключателю с выходом на цифровой осциллограф DSO 1002A (11), что позволяет измерять по три ЭДС с каждой катушки: ε_2 , ε_3 и ε_5 .

В эксперименте с осциллографа USB АКИП серии 75000 на экран ноутбука выводится изображение кривой колебания температуры при фиксированной частоте модуляции φ_i ($i = 1-4$). Схемой компенсации кривая колебания температуры располагается симметрично относительно средней линии, и измеряется амплитуда первой гармоники. Схема компенсации представляет собой делитель напряжения, что позволяет изменением напряжения на постоянном сопротивлении $R_{\pi} =$

$= 0.5$ кОм подавать на сопротивление, равное сопротивлению, к которому подключены фотодиоды, напряжение ($-V_{\pm}$) обратного знака, компенсирующее напряжение $+V_{\pm}$, обусловленное постоянной составляющей температуры θ . Величина V_{\pm} рассчитывается по формуле

$$V_{\pm} = E \frac{R_{\pi}}{R_{\pi} + R_{\text{mag}}}, \quad (1)$$

где E – напряжение питания схемы компенсации 27 В (три батареи); R_{mag} – магазин сопротивлений типа МСР-60, наименьший шаг 0.01 Ом.

Варьированием величины R_{mag} добиваются, чтобы кривая колебаний температуры располагалась симметрично относительно средней линии, после чего величина R_{mag} регистрировалась. Одновременно регистрировались 6 значений ЭДС ε_i и с помощью пирометра ЛОП-72 замерялись токи $I_{\text{пир}}$ и $I_{\text{пир},s}$. Регистрировалась также частота f (в килогерцах) и частоты модуляции φ_i (в герцах), выведенные на дисплеях генераторов. Затем изменением мощности нагрева устанавливалась следующая температура, и процесс измерений повторялся вплоть до достижения максимальной температуры.

Результатами эксперимента при фиксированной температуре являлись 4 значения V_{\pm} и R_{mag} , соответствующие четырем частотам φ модуляции (показаны на дисплее генератора модуляции), 6 значений ЭДС ε_i ; линейная частота индукционного генератора f (отражается на дисплее генератора), измеренные токи через пирометрическую лампу пирометра при сравнении ее светимости со светимостью модели черного тела – $I_{\text{пир}}$, или поверхности образца – $I_{\text{пир},s}$. Размеры образца и катушек измерены заранее.

Степень соответствия реальных условий эксперимента теории метода проверялась на образцах разных диаметров. Отличие температурных изотерм вдоль длины образца от изотерм для слу-

Таблица 1. Экспериментальные данные

$f_{\text{Ген}}$, кГц	$\Phi_{\text{модул}}$, Гц	$I_{\text{пир}}$, А	$R_{\text{маг}}$, кОм	V_{\sim} , В	$m_{\text{витк}}$	E_1 , В	E_2 , В	$I_{\text{пир},s}$, А
436.2	0.320	0.340	3.5676	0.381	5	136.15	56.17	0.302
432.4	0.480	0.339	3.5663	0.210	3	81.70	33.71	0.299
429.0	0.720	0.342	3.5809	0.158	2	54.55	22.47	0.301
428.4	0.864	0.340	3.5477	0.126				0.298
$\gamma = 1.51 \cdot 10^4$ К		$E_{\text{модул}} = 27$ В				Среднее		0.300

чая аксиальной симметрии отмечено в области, примыкающей к торцам сплошного цилиндра $1.5d$. Это означает, что на остальной длине образца осевые волны отсутствуют, как того требует теория радиальных температурных волн.

Существенным является выбор радиусов контуров. Исследования в работе [3] показали, что для приемлемой точности измерения мощности в 2% минимальный радиус контура должен иметь размер $R_{k,\min} > 1.3 R_{\text{обр}}$. Максимальная величина радиуса контура ограничивается областью, в которой начинает сказываться влияние отдельных витков индуктора ($R_{\text{инд}} = 20$), $R_{k,\max} < (R_{\text{инд}} - 5h)$, где $h \sim 1.5$ – зазор между витками индуктора.

С учетом этих соотношений найдем $1.3 R_{\text{обр}} < R_k < (R_{\text{инд}} - 5h)$.

Для $R \sim 5-6$ получим $16 < d_k < 25$. Отсюда $d_{k,\min} \sim 17$, $d_{k,\max} \sim 24$ и $d_{k,\max}/d_{k,\min} = 1.4$.

ПРИМЕР РАСЧЕТА ОСНОВНЫХ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК

Для подтверждения работоспособности предлагаемого метода приведем процедуру регистрации результатов эксперимента и расчета по ним таких параметров, как a , c_p , λ , ρ , d , β , $\epsilon_{\lambda T}$ и ϵ_T сплава Ta10W0.25C (карбид).

По достижении давления 10^{-5} Торр включается генератор ВЧУ-15/440 и устанавливается температура около ~ 2000 К. Этот режим сохраняется примерно 2 ч. Затем осуществляется юстировка оптической схемы регистрации светимости с небольшого участка посередине поверхности образца и выставляется минимальная мощность (на дисплее генератора ВГТ-7 высвечивается частота генератора f в кГц), после чего включается модуляционный генератор с предварительно выставленной частотой ϕ_i модуляции, которая указывается на дисплее в герцах. Генератор ВГТ-7 и связанный с ним БНК начинают работать в режиме “включено/выключено”. По прошествии некоторого времени устанавливается средняя температура θ и измеряются токи $I_{\text{пир}}$ и $I_{\text{пир},s}$. С выхода измерительного осциллографа USB АКПП серии 75000 сигнал подается на экран ноутбука, и с помощью магазина сопротивлений МСР-60 в ком-

пенсационной схеме осциллограмма колебаний температуры ϑ выставляется симметрично относительно нулевой – средней линии на экране ноутбука.

Значения сопротивлений $R_{\text{маг}}$ записываются, как и частоты генераторов, и токи пирометра. Затем на экране ноутбука включается опция “спектр” и измеряется V_{\sim} – амплитуда 1-й гармоники колебания температуры. С помощью осциллографа DSO1002A 60 МГц замеряются ЭДС с пяти, трех и двух витков каждой из катушек, диаметры которых равны 24 мм и 17 мм ($n = 1.4$). Затем устанавливается следующая частота модуляции, и вся процедура с регистрацией данных повторяется, как показано выше. Обычно устанавливается 4 частоты модуляции. Затем вводимая мощность повышается, и вновь вся процедура повторяется, но уже при новой температуре, и так до конца диапазона. Результаты типичного эксперимента представлены в табл. 1. Здесь же приведен предварительно найденный параметр оптической системы $\gamma = 1.51 \cdot 10^4$ К.

Обработка результатов эксперимента начинается с вычисления абсолютной и яркостной температур: $T = 1297$ К и $T_s = 1237$ К, определяемых по значениям $I_{\text{пир}}$ и $I_{\text{пир},s}$. Данные для остальных расчетов приведены в табл. 2.

В нашей работе [6] предложен новый бесконтактный способ определения ρ с использованием формулы для мощности: по отношению измеренных в процессе эксперимента ЭДС с одного витка контуров разных диаметров (заметим, что мощность не зависит от диаметра контуров):

$$\frac{\bar{e}_2}{\bar{e}_1} = \left(\frac{[N_{k2}^2 - 1 + 2f_2(\eta)]^2 + 4\eta^2 f_1^2(\eta)}{[N_{k1}^2 - 1 + 2f_2(\eta)]^2 + 4\eta^2 f_1^2(\eta)} \right)^{1/2}, \quad (2)$$

$$N_{k2} < N_{k1}.$$

По формуле (2) предварительно строится функция $\eta = \psi(\bar{e}_2/\bar{e}_1)$, где \bar{e}_2 и \bar{e}_1 – ЭДС с одного витка разных контуров. Функция описывается линейным уравнением (с коэффициентом достоверности $R^2 = 1$), например, при $N_{k1}/N_{k2} = 1.4$:

$$\eta(\bar{e}_2, \bar{e}_1) = 3.36268(\bar{e}_2/\bar{e}_1) - 1.328. \quad (3)$$

Таблица 2. Расчет безразмерной толщины скин-слоя η и удельного электросопротивления ρ 1-й гармоники мощности

$\varepsilon_1, \text{В}$	$\varepsilon_2, \text{В}$	$\bar{\varepsilon}_2/\bar{\varepsilon}_1$	Расчет по формуле
27.230	11.239	$11.240/27.231 = 0.412612$	(2)
27.233	11.243	$\eta = 3.36268 \cdot 0.412612 - 1.328 = 0.059483$	(3)
27.227	11.238	$\rho = (2\pi d\eta)^2 F \cdot 10^{-4} = 39.4384 \cdot 25 \cdot 10^{-6} \cdot (5.9483 \cdot 10^{-2})^2 \cdot 432 \cdot 10^{-4} = 59.75 \cdot 10^{-8} \text{ Ом} \cdot \text{м}$	(4)
$\bar{\varepsilon}_1$ 27.230	$\bar{\varepsilon}_2$ 11.240	$W(\bar{\varepsilon}_1, \rho, \eta) = 4177.201 \text{ Вт/м}; W(\bar{\varepsilon}_2, \rho, \eta) = 4182.369 \text{ Вт/м}; \bar{W} = 4179.785 \text{ Вт/м}$	(5)

По приведенным в табл. 2 средним значениям ЭДС с одного витка по формуле (2) находится значение η , что позволяет определить величину удельного электросопротивления образца:

$$\rho \cdot 10^4 = f(2\pi d\eta)^2, \quad (4)$$

где $f, \text{кГц}$ – частота высокочастотного генератора.

Таким образом, метод становится бесконтактным, при этом отпадает необходимость в измерении величины ρ в отдельном эксперименте, она находится по данным эксперимента. Это особенно важно при исследованиях металлов с фазовым α - β -переходом.

Знание средних значений ЭДС, η и ρ , приведенных в табл. 2, позволяет рассчитать мощность, введенную в образец [2–4]:

$$W = \frac{2\bar{\varepsilon}^2 \eta^3}{\pi \rho} \frac{f_1(\eta)}{[N_k^2 - 1 + 2f_2(\eta)]^2 + 4\eta^2 f_1^2(\eta)}, \quad (5)$$

здесь $\bar{\varepsilon}$ – величина ЭДС, наведенной на одном витке проволочного контура радиусом R_k ; $N_k = R_k/R$ – отношение радиусов контура и образца; $f_1(\eta) = 1 - \eta - 0.25\eta^2$; $f_2(\eta) = \eta(1 + 0.25\eta^2 + 0.5\eta^3)$. Поскольку в расчетах фигурирует 1-я гармоника мощности, вычисленная по формуле (4), величина мощности умножается на коэффициент $2/\pi$. Мощность рассчитывается по обеим величинам ЭДС, затем находится среднее значение с целью уменьшения погрешности. Результаты расчетов занесены в табл. 2.

По данным $R_{\text{маг}}$ и V_- , приведенным в табл. 1, по формуле (1) находится V_+ (см. табл. 3). На основе этих данных по формуле

$$\vartheta = \frac{V_- T^2}{V_+ \beta} \quad (6)$$

рассчитывают амплитуды первых гармоник колебания температуры ϑ ($\gamma = 1.51 \cdot 10^4 \text{ К}$) (см. табл. 3).

По данным табл. 3 находят значения отношения ϑ_i/ϑ_j (6 значений), что позволяет по предварительно построенным зависимостям $\vartheta_i/\vartheta_j =$

$= f(\alpha_j^2, \eta)$ найти α_j^2 . Тогда температуропроводность можно вычислить по формуле

$$a = (R^2 2\pi\vartheta)/\alpha_j^2. \quad (7)$$

Можно вычислить и значения функций $\psi_1(\alpha^2, \eta)$ и $\psi_2(\alpha^2, \eta)$. Результаты расчетов заносятся в табл. 4.

По данным таблиц 2–4 и формулам для расчета удельной теплоемкости c_p (m – масса единицы длины образца) и теплопроводности λ :

$$c_p = [\bar{W}/(m2\pi\vartheta)]\psi_1(\alpha^2, \eta), \quad (8)$$

$$\lambda = [\bar{W}/(2\pi\vartheta)]\psi_2(\alpha^2, \eta) \quad (9)$$

производится расчет удельной теплоемкости и теплопроводности. Результаты расчетов, а также средние значения и отклонения от них приведены в табл. 5. По данным табл. 5 по известным формулам на основе данных для a, c_p, λ рассчитывают плотность d , коэффициент объемного теплового расширения β , а также спектральную и интегральную степени черноты поверхности образца, значения которых приведены также в табл. 5. С помощью β вводятся поправки в значения c_p и λ на тепловое расширение и на теплообмен излучением. Процедура внесения поправок продолжается до тех пор, пока различия между исходными и окончательными расчетными результатами не окажутся в пределах 1%. Обычно достаточно двух процедур пересчета. Отметим, что вследствие выполнения условия $\vartheta/T \ll 1$ поправка на теплообмен излучением $\Delta\vartheta/\vartheta$ при $T = 2500 \text{ К}$ составляет не более чем примерно 1%.

Таблица 3. Расчет амплитуды 1-й гармоники колебания температуры

Фмодуль, Гц	$R_{\text{маг}}$, кОм	V_- , В	V_+ , В, расчет по (1)	ϑ , К, расчет по (6)
0.320	3.5676	0.381	3.319	12.8
0.480	3.5663	0.210	3.320	7.03
0.720	3.5809	0.158	3.308	5.33
0.864	3.5477	0.126	3.335	4.21

Таблица 4. Расчет температуропроводности и табулированных функций $\psi_1(\alpha^2, \eta)$ и $\psi_2(\alpha^2, \eta)$

ϑ_i/ϑ_j	ϑ_1/ϑ_2	ϑ_1/ϑ_3	ϑ_1/ϑ_4	ϑ_2/ϑ_3	ϑ_2/ϑ_4	ϑ_3/ϑ_4	
	1.82	2.409	3.055	1.326	1.642	1.279	
α_i^2	α_2^2	α_3^2	α_4^2	α_3^2	α_4^2	α_4^2	
	2.32	3.47	5.18	6.31	6.25	6.27	
$a, 10^{-6} \text{ м}^2/\text{с}$ расчет по (7)	21.60	21.72	21.81	21.50	21.71	21.64	$a = 21.66 \cdot 10^{-6} \text{ м}^2/\text{с}$
%	0.28	0.277	0.69	0.74	0.23	0.092	0.380
$\psi_1(\alpha^2, \eta)$	1.019	1.143	1.272	1.389			
$\psi_2(\alpha^2, \eta)$	1.193	0.653	0.499	0.436			

Таблица 5. Результаты определения основных теплофизических характеристик сплава внедрения

	$T = 1297 \text{ К}$							
	$a, 10^{-6} \text{ м}^2/\text{с}$, расчет по (7)	$c_p, 10^2 \text{ Дж}/(\text{кг} \cdot \text{К})$, расчет по (8)	$\lambda, \text{ Вт}/(\text{м} \cdot \text{К})$, расчет по (9)	$\rho, 10^{-8} \text{ Ом} \cdot \text{м}$	$d, 10^3 \text{ кг}/\text{м}^3$	$\beta, 10^{-6} \text{ 1}/\text{К}$	ε_T	$\varepsilon_{\lambda T}$
	21.60	1.692	62.70	59.75	16.82	20.5	0.161	0.440
	21.72	1.706	62.82					
	21.81	1.670	61.53					
	21.50	1.775	60.86					
	21.71							
	21.63							
Среднее	21.66	1.710	61.98					
%	0.38	1.87	1.27					

Как и следовало ожидать, погрешность определения температуропроводности наименьшая в сравнении с остальными. Это связано с тем, что погрешности определения c_p и λ зависят от погрешностей определения первых гармоник амплитуды колебания температуры ϑ и мощности W_1 , введенной в исследуемый образец, которые малы. Полученные результаты подтверждают работоспособность установки для экспериментального определения теплофизических характеристик металлов и сплавов.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ В ДИАПАЗОНЕ 1000–2500 К

Преимущества замкнутого метода особенно заметны при исследованиях теплофизических свойств сплава замещения и сплава внедрения – карбида, аномальное поведение политейм всех свойств которого ожидаемо. Считается, что при исследовании сплавов замещения теплоемкость и плотность как аддитивные свойства могут быть найдены по процентным вкладам основных компонентов сплава, значения которых обычно известны. Однако, с нашей точки зрения, и сплавы

замещения нужно изучать экспериментально, а использование аддитивности указанных свойств необходимо лишь для оценки их величины.

В качестве подтверждения данного утверждения на рис. 3–5 приведены результаты исследования сплавов замещения и внедрения – Ta10W и Ta10W0.25C (карбид) с помощью описанного замкнутого бесконтактного метода. У политейм свойств карбида сохранены маркеры, чтобы показать малость изменений температуры в ходе эксперимента. Такие малые ΔT нужны, чтобы определить температуру начала аномального поведения того или иного свойства карбида. Согласно всем рисункам, это температура $T \approx 1900 \text{ К}$.

Температуропроводность обоих сплавов падает с ростом температуры, причем у карбида, начиная с $T \sim 1900 \text{ К}$, очень существенно. В диапазоне 1900–2300 К падение составляет более 41% (рис. 3а). У сплава замещения падение температуропроводности во всем диапазоне составляет 16.5%. Такое поведение политейм температуропроводности сплавов (у сплава внедрения только до $T \sim 1900 \text{ К}$) объясняется тем, что температуропроводность Ta в этом диапазоне температур тоже падает на 16.5%. Температуропроводности спла-

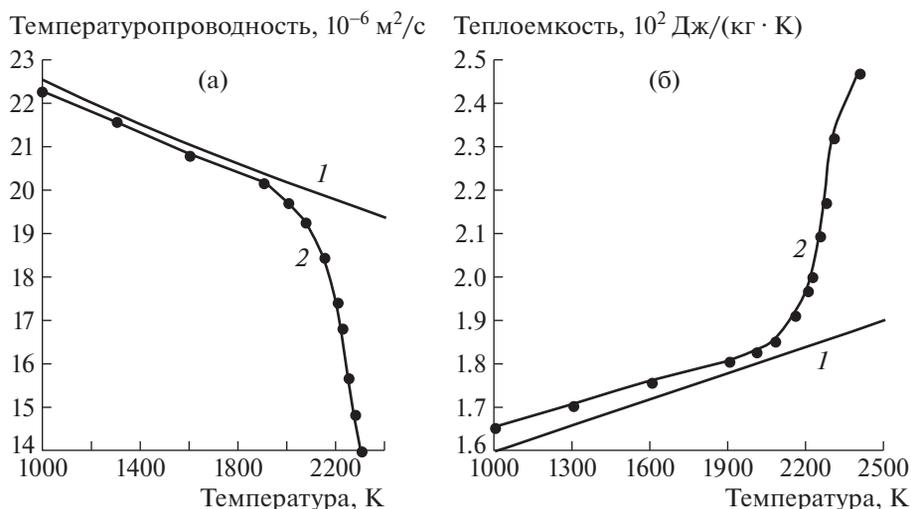


Рис. 3. Политермы сплава замещения (1) и сплава внедрения (2): **а** – температуропроводности, **б** – удельной теплоемкости.

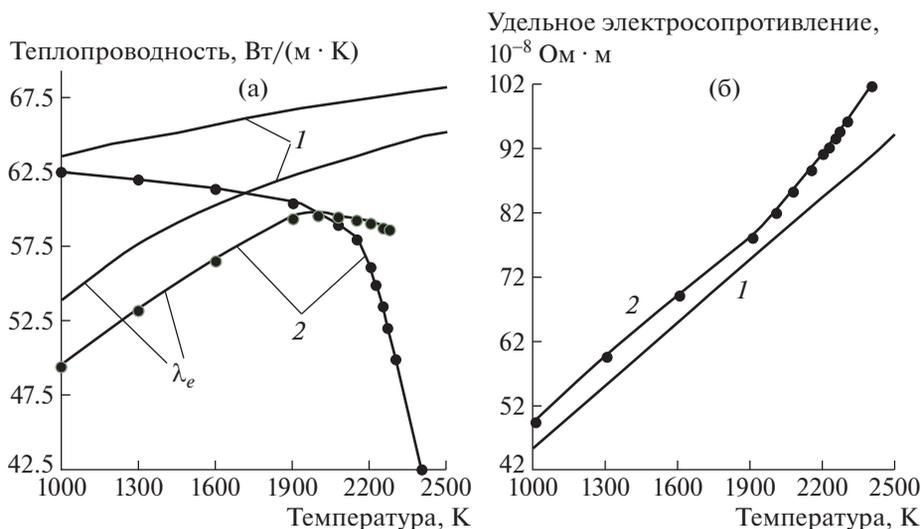


Рис. 4. Политермы сплава замещения (1) и сплава внедрения (2): **а** – теплопроводности, **б** – удельного электросопротивления.

вов лежат несколько выше температуропроводности тантала вследствие вклада в них большой температуропроводности W , величина которой почти в два раза превышает таковую для Ta.

На рис. 3б приведены политермы удельной теплоемкости сплавов. До температуры 1900 К теплоемкости сплавов почти совпадают по величине, но выше 1900 К теплоемкость сплава внедрения возрастает с температурой на 36%, в то время как у сплава замещения всего лишь на 15.6% во всем диапазоне. Различия экспериментальных и найденных по процентам данных для теплоемкости сплава замещения на концах диапазона составляет 5.3% и 3.6% соответственно. Политерма

теплоемкости сплава внедрения, как и политерма температуропроводности, начиная с $T \sim 1900 \text{ К}$, носит явно выраженный аномальный характер.

На рис. 4а приведены политермы теплопроводности. Теплопроводность сплава замещения и ее электронный компонент растут с температурой на 7.2% и 17.4% соответственно. Теплопроводность карбида до температуры $T = 1900 \text{ К}$ монотонно падает на 3.3%, после чего наблюдается резкое падение на 42%. Электронный компонент λ_e теплопроводности карбида, как и сплава замещения, до температуры 1900 К растет на 19.8%, после чего, пересекая суммарную политерму λ , монотонно падает примерно на 0.9%. Это свиде-

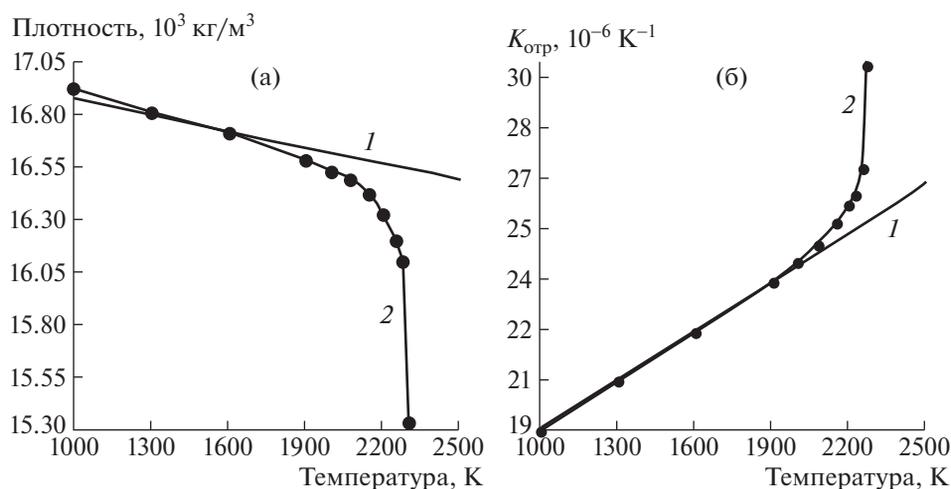


Рис. 5. Политермы сплава замещения (1) и сплава внедрения (2): а – плотности, б – коэффициента объемного теплового расширения.

тельствует о том, что пользоваться законом Видемана–Франца в данном случае можно только до $T \sim 1900 \text{ К}$. При более высокой температуре свойства сплава внедрения ведут себя anomalously.

Политермы удельного электросопротивления сплавов (рис. 4б) практически параллельны до $T \sim 1900 \text{ К}$ и монотонно возрастают примерно на 60%. Выше этой температуры ρ сплава Ta10W0.25C возрастает примерно на 30%, а ρ сплава Ta10W продолжает линейно расти: увеличение на концах диапазона – в 2.2 раза. Anomalous character of dependence ρ of carbide at $T > 1900 \text{ К}$ determines, first of all, the behavior of its polytrends λ_e in dependence on temperature and, secondly, testifies to the inapplicability of the law of Wiedemann–Franz in the temperature range 1900–2300 K.

По соотношению $d = \lambda / (a c_p)$ (средним их значениям) рассчитывается плотность d , и затем по известной формуле находится коэффициент объемного теплового расширения $\beta = f(d)$. Результаты представлены на рис. 5а и 5б. Как и политермы других свойств сплава внедрения, политермы плотности и коэффициента объемного теплового расширения ведут себя anomalously при $T > 1900 \text{ К}$. Практическое совпадение при $T < 1900 \text{ К}$ политерм плотности обоих сплавов свидетельствует о том, что политермы, по которым рассчитывались политермы плотности, найдены правильно. В этом заключается одно из важных преимуществ замкнутого метода, позволяющего осуществить внутренний контроль полученных данных. Плотность сплава замещения, рассчитанная по процентным вкладкам основных компонентов, отличается от приведенных в среднем примерно на 2%. Тем не менее, необходимо экспериментально исследовать и плотности сплавов замещения, поскольку

даже для них anomalously поведение политермы плотности не исключается [7].

Максимальная погрешность измерения температуропроводности определяется в основном ошибкой измерения 1-й гармоники амплитуды колебания температуры – 0.5–0.6%, и в оптимальном интервале частот модуляции она составляет 1.5–2.0%. Систематическая погрешность при этом примерно равна 1%.

Погрешности определения теплоемкости и теплопроводности зависят, в основном, от точности измерения 1-й гармоники амплитуды колебания температуры 0.5–0.6% и мощности (2%). Для теплоемкости в итоге будем иметь 3% (систематическая погрешность около 1%); для теплопроводности соответственно 4–5% (систематическая погрешность около ~2%). Отметим, что за величину систематической погрешности ответственны погрешности определения значений табулированных функций $\psi_1(\alpha^2, \eta)$ и, особенно, $\psi_2(\alpha^2, \eta)$, учитывающих поправку на объемный характер тепловыделения ($\eta > 0$) в образце.

Относительная погрешность определения мощности составляет 2% и включает в себя удвоенную ошибку измерения амплитуды ЭДС ε_i (0.6%), половину погрешности определения ρ (0.7%), ошибку определения геометрического фактора $R / (R_k - R)^2$ (~0.7%).

Использование индукционного способа нагрева исследуемого материала накладывает ограничение на его электрические свойства. Максимальное значение толщины скин-слоя $\sigma_{\text{max}} = 1.0$, исходя из этого максимальную величину удельного электросопротивления материала при максимальной температуре 2500 К можно определить как:

$$\rho_{\max}(2500 \text{ K}) = 4\pi^2 \cdot 10^{-7} \cdot 440 \cdot 10^4 \cdot 10^{-6} \sim \\ \sim 170 \cdot 10^{-8} \text{ Ом} \cdot \text{м}.$$

Так как $\rho \sim T$, то при температуре порядка 300 К найдем допустимое значение ρ для материала, свойства которого можно исследовать с помощью предлагаемого метода:

$$\rho_{\max}(300 \text{ K}) \sim 20 \cdot 10^{-8} \text{ Ом} \cdot \text{м}.$$

Полученное значение $\rho(300 \text{ K})$ показывает, что практически все металлы, кроме ртути, могут быть исследованы данным методом.

ВЫВОДЫ

Выявление физических причин того или иного поведения политерм свойств обоих сплавов в задачу авторов не входило. Важно было подробно на конкретном материале показать преимущества замкнутого метода исследования теплофизических свойств металлов и сплавов в области высоких температур. На основании приведенных данных можно сформулировать следующие выводы:

1) на конкретном примере показана работоспособность описанного метода;

2) у сплава замещения экспериментально выявлена линейная зависимость почти всех тепло-

физических свойств от температуры в диапазоне 1000–2500 К, характерной для чистых металлов;

3) выявлены особенности поведения свойств сплава внедрения, связанные с влиянием карбидной составляющей; определена температура $T = 1900 \text{ K}$, после которой наблюдается аномальность в поведении этих свойств; только этот сплав обладает действительно новыми аномальными свойствами, сильно отличающимися от свойств основных компонент.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Ивлиев А.Д.* // ТВТ. 2009. Т. 47. № 5. С. 771.
2. *Филиппов Л.П.* Измерения теплофизических свойств веществ методом периодического нагрева. М.: Энергоатомиздат, 1984.
3. *Макаренко И.Н.* Дисс. канд. физ.-мат. наук. М.: МГУ, 1970.
4. *Арутюнов А.В.* Дисс. канд. физ.-мат. наук. М.: МГУ, 1970.
5. *Аталла С.Р.* Автореферат дисс. канд. физ.-мат. наук. М.: МГУ, 1971.
6. *Румянцев А.В., Никишин М.А., Харюков В.Г.* // ПТЭ. 2019. № 3. С. 143. <https://doi.org/10.1134/S0032816219030091>
7. *Андреанова В.Г., Жук А.З., Зайченко В.Н., Зарецкий Е.Б., Петухов В.А., Чеховской В.Я.* // ТВТ. 1983. Т. 21. В. 1. С. 80.