

Вестник МОСКОВСКОГО УНИВЕРСИТЕТА

№ 4 — 1964

НАУЧНАЯ ЖИЗНЬ

Л. П. ФИЛИПОВ

ИССЛЕДОВАНИЯ ТЕПЛОВЫХ СВОЙСТВ ТВЕРДЫХ И ЖИДКИХ МЕТАЛЛОВ ПРИ ВЫСОКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ

Данное сообщение представляет собой краткий обзор работ, выполненных группой сотрудников кафедры молекулярной физики физического факультета МГУ в 1962—1963 гг.

Постановка исследований тепловых свойств металлов при высоких температурах является закономерной в связи с повышенным вниманием, уделяемым в последнее время области высоких, выше 2000°, температур. Это внимание в значительной степени объясняется той ролью, которую играют высокие температуры в новой технике, именно в ракетостроении, атомной энергетике, в создании магнитогидрогенераторов и т. п. Не случайно при Совете Министров СССР создан специальный координационный совет по теплофизике высоких температур.

Состояние теории в настоящее время не таково, чтобы можно было расчетным путем получить сведения о тепловых свойствах твердых и жидких веществ, в особенности при высоких температурах. Необходимо экспериментальное изучение существующих закономерностей. Сочетание экспериментальных работ с определенными теоретическими концепциями и модельными представлениями должно, в частности, помочь выявить специфику механизмов передачи тепла в области высоких температур и уточнить сведения о тепловом движении молекул в твердом и особенно в жидком состоянии.

Исследования тепловых свойств твердых и жидких веществ на кафедре молекулярной физики проводятся давно, стали ее прочной традицией. Достаточно сослаться, например, на работы В. Е. Микрюкова и его сотрудников [1]. Переход к области высоких температур, однако, связан с отказом от привычных методов исследования, с овладением иной экспериментальной техникой.

В настоящее время имеется мало достаточно качественных методов измерений тепловых свойств при высоких температурах; по сути дела эти методы только еще начинают разрабатываться. В связи с этим основным направлением работы нашего коллектива на этом, первом этапе явилось решение задач методического характера, среди которых уделено большое место поискам новых путей и приемов исследований, специфических для области высоких температур. Основные соображения, которыми мы руководствовались в этой методической работе, таковы.

1. При исследованиях в области высоких температур мы считаем перспективными в первую очередь методы измерения, позволяющие работать с малыми объектами, такими, как тонкие проволоки, металлическая фольга, капли жидкого металла. Использование таких объектов позволяет обойтись без громоздких установок, требующих больших мощностей, и уменьшает время эксперимента.

2. Среди разнообразных тепловых режимов, используемых для измерения тепловых свойств, по нашему мнению, заслуживают предпочтения периодические процессы. Использование периодических процессов позволяет естественным образом осуществить многократное повторение эксперимента в тех же условиях и, что самое главное, дает значительно большее по сравнению с другими процессами количество информации о тепловых свойствах исследуемой среды. Действительно, источником информации в случае периодических процессов могут быть: постоянная составляющая температуры, амплитуда переменной составляющей, ее фаза и, наконец, ее частотный

состав (или результаты изменения амплитуды и фазы в зависимости от частоты для случая гармонического сигнала). Это позволяет реализовывать весьма разнообразные способы измерения тепловых свойств, контролируемые друг друга в рамках одного и того же эксперимента. По этой же причине использование периодических процессов позволяет из результатов одного опыта получить целый комплекс тепловых свойств.

Ниже следует краткое изложение основного содержания работ, посвященных измерению теплоемкости, температуропроводности и, наконец теплопроводности. Конкретными исполнителями этих работ помимо автора сообщения являлись: аспиранты Л. А. Пигальская, Ю. Н. Симонова, Р. П. Юрчак, ст. преподаватель А. Н. Нурумбетов, ст. лаборант Л. И. Маркина, студенты-дипломники Н. А. Тугарева, Е. В. Третьякова и В. Д. Борисов.

В соответствии с соображениями, изложенными выше, для измерения теплоемкости твердых металлов при высоких температурах был применен и детально исследован метод, основанный на фотоэлектрической регистрации температурных колебаний, возникающих в проволоке (или полоске фольги) из исследуемого металла при нагреве этой проволоки переменным током. Эта работа была проведена в 1962 г. Н. А. Тугаревой [2, 3]. Сходная методика измерения недавно описана Лоуэнталем [4], а также Я. Л. Крафтмахером [17]. В процессе отработки этой методики была исследована воспроизводимость результатов при широком варьировании всех параметров измерительной схемы, сопоставлены результаты измерений с двумя типами фотоумножителей, проведены опыты с использованием различных светофильтров и без них, поставлены контрольные эксперименты по выявлению роли теплоотвода по концам исследуемой проволоки и т. п. В результате опробования методики было установлено, что воспроизводимость данных, полученных этим методом, характеризуется максимальной погрешностью в 1,5%, а в среднем составляет 0,5%.

Помимо описанного фотоэлектрического способа измерения пульсаций температуры при нагреве проволоки переменным током, был осуществлен и иной способ, основанный на термоэлектронной эмиссии исследуемой проволоки [5]. В этих опытах та же самая исследуемая проволока являлась катодом двухэлектродной лампы; измерялась пульсация анодного тока, вызванная пульсацией температуры проволоки. При изучении этой методики была проверена воспроизводимость результатов при варьировании анодного напряжения, анодной нагрузки, вакуума в лампе, режима предварительного прогрева проволоки. Полученные этим методом результаты хорошо согласуются с измерениями фотоэлектрическим способом, однако последний обладает рядом преимуществ [2].

Описанная методика измерения использована для определения теплоемкости вольфрама в интервале температур от 2000 до 3000° К. Полученные данные близки к результатам колориметрических измерений Хоха и Джонстона [6]. Максимальное отклонение не превосходит 4%; при 3000° К оно составляет 2%.

Второй из разработанных на кафедре высокотемпературных методов измерения теплоемкости предназначен как для твердых, так и для жидких металлов. В этом методе используются более массивные образцы: металлические цилиндры или тигли с жидким металлом диаметром от 5 до 15 мм и длиной в несколько сантиметров. Периодический нагрев образцов осуществляется электронной бомбардировкой. Осуществлены два варианта метода: с наружным и внутренним электронным нагревом. В первом случае образец помещался внутри цилиндрической вольфрамовой спирали, служившей катодом, во втором случае катод находился в полости образца. Измерения заключались в регистрации температурных колебаний образца при периодическом изменении мощности электронной бомбардировки. Существенно, что в использованном периодическом режиме нагревания поправки на теплоотвод излучением являются малыми. Описанная методика измерения была подвергнута детальному изучению; в частности, установлена хорошая воспроизводимость результатов при измерениях с различными периодами, в широком диапазоне изменения мощности, для образцов различных геометрических размеров, для катодов различной конструкции, изучена роль неоднородности температурного поля в образцах, сопоставлены результаты, полученные при внутреннем и наружном нагреве. В результате проделанной работы можно утверждать, что в области температур порядка 1000° С эта методика измерений дает результаты с погрешностью порядка 2%.

С помощью описанной методики измерений получены экспериментальные результаты для теплоемкости железа Армко (при температурах от 450 до 1150°), вольфрама (700—1150°) и молибдена (от 600 до 1150°).

Среди методов измерения температуропроводности металлов наибольшей известностью пользуется, пожалуй, метод температурных волн Ангстрема. Одной из возможностей усовершенствования этого метода применительно к области высоких температур является уменьшение роли теплоотвода с боковой поверхности исследуемых образцов путем использования температурных волн с периодами значительно более короткими, чем обычно применяемые. В литературе имеется лишь одна работа, где используются такие короткие периоды [7], и поэтому детальное изучение возможностей, которые при этом открываются, представлялось нам весьма желательным. Работа в этом на-

правлении была осуществлена А. Н. Нурумбетовым и Е. В. Третьяковой. Ими продемонстрирована возможность раздельного определения температуропроводности по амплитудам температурных колебаний и по их фазам, что существенным образом упрощает методику измерений и делает ее внутренне контролируемой. Показано также, что использование малых периодов дает возможность получать температурные колебания в образце весьма близкими к синусоидальным, несмотря на П-образное изменение мощности на конце исследуемого стержня (включение, выключение), что позволяет при обработке результатов обойтись без трудоемких методов гармонического анализа.

Описанная методика была использована для измерений температуропроводности железа Армко до температуры 900°C . В настоящее время А. Н. Нурумбетовым ведется работа по изучению возможностей использования метода температурных волн одновременно и для определения теплопроводности. С этой целью используется периодический нагрев торца исследуемого образца электронной бомбардировкой и определяется мощность этого нагрева.

Другой метод измерения температуропроводности металла — метод радиальных температурных волн осуществлен Р. П. Юрчаком. Сущность метода — исследование распределения температуры по радиусу цилиндрического образца в условиях периодического нагрева, при котором осевые градиенты отсутствуют. Метод радиальных температурных волн обладает тем важным преимуществом, что условия теплообмена на боковой поверхности образца лишь косвенным образом влияют на результаты, определяя абсолютные значения температурных колебаний, но не меняя их пространственно-временного распределения. Метод радиальных температурных волн с успехом применялся для измерения температуропроводности плоских проводников тепла [9, 10]. Использование его для металлов наталкивается на одну серьезную трудность — амплитуда температурных колебаний в металлах получается очень малой, порядка долей градуса. Эту трудность, однако, удалось преодолеть. Созданная Р. П. Юрчаком установка позволяет измерять температуропроводность металлов до температуры порядка 1000°C . В результате изучения работы этой установки продемонстрирована хорошая воспроизводимость результатов, получаемых при работе с периодами температурных колебаний, отличающимися в 2—4 раза, а также согласие результатов, получаемых двумя независимыми способами: по амплитудам температурных колебаний и по их фазам [11]. Результаты измерения температуропроводности железа Армко (до 900°C) при этом хорошо согласуются с результатами, полученными методом Ангстрема.

Метод радиальных температурных волн использован Р. П. Юрчаком и для измерения температуропроводности жидких металлов. Жидкие металлы помещались при этом внутри цилиндрического танталового тигля. Результаты оказались хорошо воспроизводимыми, в том числе и при различных периодах; амплитудные и фазовые измерения также хорошо согласовались.

Для жидких металлов, помимо обычного метода радиальных температурных волн, при котором периодический нагрев производится с внешней поверхности цилиндра, Р. П. Юрчаком был осуществлен и иной вариант, при котором нагрев производился изнутри образца (внутри тигля с металлом вставлялась танталовая трубка с нагревателем). Такой способ измерений, хотя и несколько более сложный конструктивно, имеет то преимущество, что при этом легче получить большие амплитуды колебаний температуры. Результаты, получаемые в обоих вариантах метода радиальных волн, хорошо согласуются друг с другом.

В результате использования описанного метода измерения получены данные для температуропроводности твердых и жидких олова (при температурах от 150 до 750°C), свинца (от 300 до 750°C), кадмия (от 200 до 550°C) и висмута (от 150 до 750°C). Результаты такого рода получены впервые. Помимо измерений температуропроводности для исследованных металлов в том же интервале температур измерена и электропроводность. Анализ полученных данных позволил установить, что закон Видемана — Франца для жидких металлов нарушается — обстоятельство, нуждающееся в теоретическом объяснении.

Измерения температуропроводности с помощью метода радиальных температурных волн в условиях нагрева электронной бомбардировкой очень удобно сочетать с аналогичными измерениями теплоемкости, упомянутыми выше. Теплоемкость и температуропроводность при этом определяются из данных одного и того же эксперимента. Такой, комплексный метод для определения тепловых свойств в настоящее время успешно опробован и в ближайшем будущем будет использован для систематических исследований жидких металлов.

Последний из использованных методов измерения температуропроводности, осуществленный Л. А. Пигальской, является новым. Он предназначен специально для измерений при высоких температурах. В этом методе исследуемый металлический образец в форме стержня (или тонкостенная металлическая трубка с жидким металлом) помещается по оси индуктора высокочастотной печи. Мощность печи периодически изменяется по заданному закону. Так как высокочастотный нагрев в силу

существования скин-эффекта является поверхностным, то в образце действует переменный поверхностный источник тепла, от которого в глубь образца распространяются радиальные температурные волны. В силу этого амплитуда и фаза колебаний температуры поверхности образца существенным образом зависят от величины теплопроводности исследуемого материала. Возможны два независимых способа определения теплопроводности из экспериментов такого рода: «фазовый» и «амплитудный». В фазовом способе теплопроводность определяется по разности фаз между колебанием температуры поверхности образца и изменением мощности печи. В амплитудном способе теплопроводность находится по отношению амплитуд при двух различных частотах модуляции печи. Оба эти способа проверены на опыте. Результаты, полученные при этом, различаются максимум на 3%. Хорошо согласуются друг с другом и данные, получаемые при различных частотах модуляции. Метод получается простым и удобным для измерений при температурах $\sim 2000^\circ\text{K}$ (при этом нет каких-либо препятствий и для повышения температур; достаточно использовать более мощный индукционный генератор).

Описанным методом измерена теплопроводность вольфрама, молибдена и ниобия при температурах от 1000 до 2000°K , проводится исследование других металлов. Особенно интересным представляется использование этого метода для измерения теплопроводности жидких металлов; работа в этом направлении ведется в настоящее время.

Наконец, следует упомянуть еще об одном методе измерения теплопроводности, находящемся в состоянии разработки. Этот метод основан на использовании полусферических температурных волн, т. е. колебаний температуры, распространяющихся от точечного источника переменной мощности, находящегося на плоской поверхности металлического образца, размеры которого достаточны для того, чтобы колебания температуры были малыми на остальных его границах. Теплопроводность материала при этом можно определить двумя способами: по амплитудам колебаний температуры в двух точках поверхности на различных расстояниях от источника и по фазам этих колебаний. Такой метод измерений должен быть особенно удобным для жидких металлов, так как датчики температуры (термозонды) располагаются на открытой поверхности металла и искажающее влияние стенок является минимальным.

Методика измерения теплопроводности металлов при высоких температурах осуществлена Ю. Н. Симоновой [14]. Объектами измерения в этих экспериментах являются тонкие проволоки или полоски металла (фольги), нагреваемые током. С помощью специально сконструированного дифференциального пирометра [16] исследуется распределение температуры вдоль таких объектов в области, примыкающей к участку с постоянной температурой. Известно, что если изменение температуры невелико, то оно в этих условиях описывается экспоненциальной формулой. При этом показатель экспоненты непосредственно связан с теплопроводностью металла, что и позволяет использовать данные экспериментов для определения теплопроводности. Измерения, основанные на этом принципе, впервые были осуществлены Кришнаном и Джейном [15]. Наш вариант этого метода отличается рядом существенных особенностей, останавливаясь на которых здесь, однако, мы не можем.

Упомянутый выше дифференциальный пирометр позволяет определять разность температур в двух малых участках изучаемого объекта путем сопоставления интенсивности излучения этих участков. Главной особенностью прибора является то, что благодаря применению подвижных объективов он позволяет не только измерять разности температур, но и исследовать распределение температуры по объекту. Основные характеристики прибора таковы: минимальная разность температур, которую можно уверенно регистрировать прибором, составляет $0,05^\circ$ при температурах $\sim 2000^\circ$. Участки объекта, температура которых сопоставляется, являются очень малыми $\sim 0,1$ мм (или еще меньше). Показания прибора являются линейными с точностью $\sim 1\%$ при разности температур $\sim 20^\circ$.

Описанная методика измерений теплопроводности подвергнута детальному изучению. В частности, сопоставлены результаты измерений, проведенных в разных условиях (разные диафрагмы пирометра, различия в установке объективов и т. п.) и для разных объектов (проволока и фольга различных размеров). В настоящее время созданная установка используется для систематических измерений теплопроводности металлов при температурах от 1000 до 3000° .

ЛИТЕРАТУРА

1. Микрюков В. Е. Теплопроводность и электропроводность металлов и сплавов. Металлургиздат, М., 1959.
2. Филиппов Л. П., Тугарева Н. А., Маркина Л. И. «Инженерно-физический журнал», № 4, 1964.
3. Тугарева Н. А. Дипломная работа. МГУ, 1962.
4. Lowenthal G. C. Anst. J. Phys., 16, 47, 1963.

5. Zwicker C. Zs. f. Phys., 52, 668, 1928.
6. Hoch M., Johnston H. L. J. Phys. Chem., 65, 855, 1961.
7. Abeles В., Cody G. D., Beers D. J. Appl. Phys., 31, 583, 1960.
8. Третьякова Е. В. Дипломная работа. МГУ, 1962.
9. Кириченко Ю. А. «Измерительная техника», № 5, 1960.
10. Кириченко Ю. А. «Тр. Ин-тов ком-та стандартов, мер и измерительных приборов при Сов. Мин. СССР», 1961, вып. 51, стр. 138.
11. Юрчан Р. П., Филиппов Л. П. «Инженерно-физический журнал», № 4, 1964.
12. Филиппов Л. П., Пигальская Л. А. «Теплофизика высоких температур», № 3, 1964.
13. Борисов В. Д. Дипломная работа. МГУ, 1963.
14. Филиппов Л. П., Симонова Ю. Н. «Теплофизика высоких температур», № 2, 1964.
15. Krishna K. S., Jain S. C. Brit. J. appl. Phys., 5, 426, 1964.
16. Филиппов Л. П., Симонова Ю. Н. «Теплофизика высоких температур», № 1, 1964.
17. Крафтгахер Я. А. «Приборы и техника эксперимента», № 5, 176, 1962.

Поступила в редакцию
19. 3 1964 г.

Кафедра
молекулярной физики