

Math-Net.Ru

Общероссийский математический портал

А. З. Чечельницкий, О теплопроводности плавленого кварца в интервале температур $350 \div 100^\circ\text{K}$,
ТВТ, 1972, том 10, выпуск 2, 285–289

<https://www.mathnet.ru/tvt9614>

Использование Общероссийского математического портала Math-Net.Ru подразумевает, что вы прочитали и согласны с пользовательским соглашением

<https://www.mathnet.ru/rus/agreement>

Параметры загрузки:

IP: 18.97.9.168

17 мая 2025 г., 11:21:28



УДК 536.22

О ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ ПЛАВЛЕННОГО КВАРЦА В ИНТЕРВАЛЕ ТЕМПЕРАТУР $350 \div 1100^\circ \text{K}$

А. З. Чечельницкий

Описано экспериментальное исследование теплопроводности плавленого кварца в условиях искусственно интенсифицированного лучистого переноса энергии. Результаты работы показывают, что применение кварца в качестве стандартного вещества при измерениях коэффициента теплопроводности выше 600°K допустимо только при введении поправок на лучистую составляющую.

Интерес авторов к исследованиям теплопроводности плавленого кварца в значительной мере определяется стремлением использовать плавленый кварц как стандартное вещество при измерениях коэффициента теплопроводности. Плавленый кварц удовлетворяет большинству требований, предъявляемых к стандартным веществам. В работе [1] авторы приводят результаты измерений теплопроводности плавленого кварца в интервале температур $(82 \div 1166)^\circ \text{K}$. Обнаружив удовлетворительное согласие с данными Бермана [2], Рэтклиффа [3] и Кинджери [4], авторы делают вывод о возможности применения плавленого кварца в качестве стандартного вещества. Выводы работы [5] подтверждают эту точку зрения, хотя при температуре 1100°K данные [5] отличаются от данных [1] на 12—15%. С другой стороны, из последних теоретических работ, посвященных проблемам совместного переноса тепла излучением и теплопроводностью [6, 7], следует, что измеряемая в экспериментах эффективная теплопроводность кварца как материала полупрозрачного должна существенным образом зависеть от геометрических характеристик образца и коэффициента отражения его границ. Это означает, что полученные авторами упомянутых выше работ данные характеризуют только испытанные ими образцы и в качестве стандартных применяться могут только с учетом поправки на лучистую составляющую теплопроводности. Данные при температурах до 600°K обнаруживают хорошую сходимость, так как лучистый перенос тепла в кварце становится заметным только при более высоких температурах. В обзорных работах [8] и [9] представлены рекомендованные в качестве стандартных данные по теплопроводности плавленого кварца, при этом авторы ограничивают интервал сверху температурами 660 и 700°K соответственно. Данные этих работ совпадают в пределах до 2%. В настоящее время является общепризнанной точка зрения, что влиянием лучистой составляющей обусловлено расхождение данных при высоких температурах. Вместе с тем в последних работах Шугавары [10, 11], посвященных прецизионным измерениям теплопроводности кварца с погрешностью, по оценкам автора, не более 1,5%, эти расхождения связываются с изменениями химического состава. Проведя измерения до температур порядка 900°K , Шугавара считает, что плавленый кварц может применяться как стандартное вещество, так как расхождение его данных с данными [5] не превышает 4,7%.

Данная работа проведена для оценки лучистой составляющей эффективной теплопроводности плавленого кварца при температурах до 1100°K .

Измерения проводились на прецизионной установке, созданной во ВНИИМ, которая в настоящее время проходит опытную эксплуатацию для аттестации ее в качестве образцовой. Принципиальная схема измерительного блока установки для измерения теплопроводности приведена на рис. 1. Использовался стационарный абсолютный метод плоского слоя. Образец 1 диаметром 50 и высотой 20 мм устанавливался на медном основании 2, охлаждаемом водой. Поток тепла создавался центральным нагревателем 3 того же диаметра толщиной 6 мм. Корпус нагревателя выполнен из меди. Для предотвращения потерь тепла с торцевой поверхности нагревателя служил охранный нагреватель 4, мощность которого регулируется специальной схемой автоматического регулирования (схема ее подробно описана в работе [12]). Датчиком в этой схеме является хромель-алюмелевая термобатарея 5, смонтированная на теплоизоляционном слое из корундового пенолегковеса. Чувствительность термобатареи 400 мкв/град. Схема позволяет поддерживать нулевой сигнал на входе в пределах $\pm 1,0$ мкв. Для адиабатизации боковых поверхностей центрального нагревателя и испытуемого образца

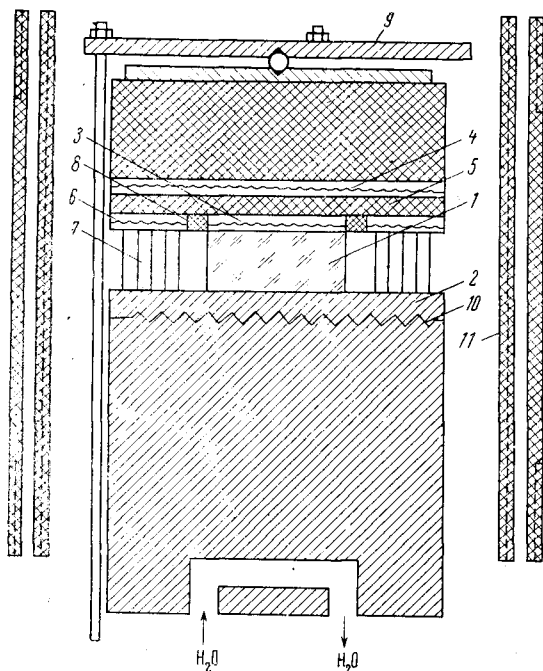


Рис. 1. Принципиальная схема высокотемпературной печи и измерительного блока установки для измерения теплопроводности

служил кольцевой охранный нагреватель 6 и система никелевых экранов 7. Мощность нагревателя 6 также регулировалась системой автоматики. Датчик схемы — термобатарея 8, смонтированная между кольцевым и центральным нагревателями. Экраны 7 приварены в верхнем сечении к кольцевому нагревателю 6, в нижнем — к холодильнику 2. Надежный тепловой контакт экранов с нагревателем и холодильником позволил создать на экране, ближайшем к образцу, распределение температур, близкое к распределению температур на боковой поверхности образца. Пространство между образцом и внутренним экраном заполнялось изоляционной засыпкой. В качестве материала засыпки использовался измельченный шамотный кирпич «ультралегковес». Коэффициент теплопроводности засыпки оценивался расчетным путем по методике, предложенной Ю. П. Заричняком*. В интервале температур от 300 до 1100° K он менялся от 0,12 до 0,40 вт/м·град (в гелиевой атмосфере). Для уменьшения термических контактных сопротивлений на границах образец — нагреватель и образец — холодильник плоскости контакта тщательно шлифуются и прижимаются специальным нагрузочным устройством 9.

Измерение мощности центрального нагревателя производилось по четырехпроводной схеме компенсационным методом с помощью потенциометра типа Р-308 класса 0,002. Измерение перепада температур на образце производилось дифференциальной хромель-алюмелевой термопарой. Для размещения спаев в образце высверливались три радиальных отвер-

* Ю. П. Заричняк. Канд. дис., Ин-т точной механ. и оптики, Ленинград, 1970.

стия (до оси образца) диаметром 0,9 мм, при расстоянии между отверстиями 7 мм. Координаты отверстий определялись на универсальном измерительном микроскопе типа УИМ-21 с погрешностью не более 0,01 мм. В крайние отверстия помещались спаи дифференциальной термопары, в центральное — спаи термопары для определения средней температуры опыта. Термоэлектроды, изолированные кварцевой нитью, плотно вставлялись в отверстия. Все термопары изготовлялись из одной партии термоэлектродного материала. Три термопары из этой партии прошли индивидуальную градуировку по образцовой платина-платинородиевой термопаре в лаборатории средних температур ВНИИМ. Термо-э.д.с. термопар измерялась потенциометром Р-308. Конструкция измерительного блока давала возможность вывода термоэлектродов по изотермическим поверхностям для уменьшения отвода по ним тепла.

Собранный измерительный блок помещался в высокотемпературную печь. Печь представляет собой две коаксиальные шамотные трубы с размещенными на них мощными нагревателями. На внутренней трубе бифилярно намотан основной нагреватель 11. На внешней трубе по торцам намотаны дополнительные нагреватели, служащие для выравнивания температурного поля печи. Нагреватели, окруженные системой тепловых экранов, заключены в вакуумноплотный водоохлаждаемый корпус.

Для вывода системы на заданный температурный уровень служат две дополнительные системы автоматики. Температурный уровень задается схемой со смещением [12], управляющей мощностью нагревателя 10, встроенного в холодильник-основание. Управляющим сигналом схемы служила разность сигналов задатчика и термопары, расположенной в нижней части измерительного блока. Поддерживая нулевой сигнал на входе, схема стабилизирует температуру нижней стороны образца на уровне, обусловленном заданием. Вторая схема управляет мощностью нагревателя 11, поддерживая равенство нулю сигнала дифференциальной термопары, один из спаев которой смонтирован в основании измерительного блока, а другой — в шамотной трубе основного нагревателя. Вводя смещение в эту схему, можно добиться, чтобы в установившемся режиме температура окружающего фона была равна средней температуре образца. В этих условиях теплообмен измерительного блока и фона минимизируется. После сборки измерительного блока печь вакуумируется до давления 0,133 Па и заполняется гелием. Давление гелия в системе $4 \cdot 10^3$ Па. В процессе отработки методики измерений проделаны оценки погрешности измерений:

1. Погрешности адиабатизации центрального нагревателя, обусловленной качеством работы торцевой и кольцевой схем.

2. Погрешности, связанной с отводом тепла от центрального нагревателя по токовым и потенциальным выводам.

3. Погрешности, связанной с отводом тепла от испытуемого образца по термопарным проводам.

4. Погрешности, обусловленной отводом тепла с боковой поверхности образца.

5. Погрешности, связанной с линейным расширением образца с температурой.

6. Наиболее существенной погрешности, связанной с неравномерностью температурного поля высокотемпературной печи, неидентичностью градуировок измерительных термопар, наличием паразитных термо-э.д.с. в цепи термопар.

Для устранения этой последней погрешности при каждой температуре снимаются два режима: при включенном и выключенном центральном нагревателе. Все схемы автоматики при этом работают. Поле температур образца при включенном центральном нагревателе рассматривается как простая суперпозиция поля, созданного нагревателем, и поля, обусловленного работой основного нагревателя печи и нагревателей холодильника.

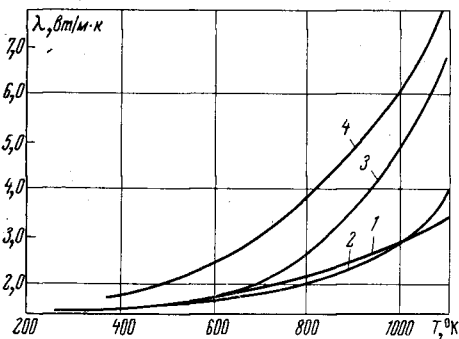


Рис. 2. Зависимость теплопроводности плавленого кварца от температуры по данным:

1 — [1]; 2 — [5]; 3 — данные автора; 4 — [15]

отношению к величине теплового потока в образце. Анализ полученной при обработке методики информации позволяет оценить суммарную средне-квадратичную погрешность результата измерений теплопроводности на установке в $\pm 2,0\%$ в интервале температур до 700°K , и $\pm 4,0\%$ в интервале до 1100°K .

Измерения теплопроводности плавленого кварца проводились на образце марки КВ [14]. Марка кварца была установлена экспериментальной проверкой спектрального коэффициента пропускания. Плотность испытуемого образца, определенная лабораторией мер массы ВНИИМ, была равна $(2,2015 \pm 0,0001) \cdot 10^3 \text{ кг} \cdot \text{м}^{-3}$.

Для увеличения влияния лучистой составляющей теплопроводности, во-первых, была увеличена толщина образца в два раза по сравнению с образцом в работе [4], во-вторых, измерения производились на образце с малым коэффициентом отражения границ, что также ведет к росту лучистой составляющей. Проведено пять серий измерений. В процессе измерений дважды производилась полная переборка измерительного блока с перезакладкой образца для исключения случайных погрешностей, связанных с монтажом. Результаты измерений представлены в таблице.

На рис. 2 графически представлены сглаженные данные, полученные в настоящей работе (кривая 3), в сопоставлении с данными работ [1] и [5]. Результаты [11] на рис. 2 не показаны, так как они практически совпадают с данными [5]. До температуры 600°K отклонение данных различных авторов не превышает 2% . В этих же пределах с приведенными данными согласуются величины, рекомендуемые в обзорах [8, 9], и данные предлагаемой работы. Принятие в эксперименте меры к увеличению лучистой составляющей привели к резкому росту кривой 3 при температурах выше 600°K . Единственной работой, результаты которой обнаруживают столь же существенные расхождения с [1, 5], является работа [15], но следует отметить, что данные [15] и

Обоснование правомерности указанной методики изложено в [13], [17]. В расчет теплопроводности входит разность температур в соответствующих точках образцов в этих режимах, что позволяет исключить перечисленные выше погрешности.

7. Случайные погрешности измерений всех величин, входящих в расчетную формулу: геометрических размеров образца, перепада температур, тока в центральном нагревателе и падения напряжения на нем.

Измерению теплопроводности предшествовали исследования температурного поля образца, влияния изменений температуры фона, проверялась инвариантность измерений по от-

$T, ^\circ\text{K}$	$\lambda, \text{Вт/м} \cdot \text{град}$	$T, ^\circ\text{K}$	$\lambda, \text{Вт/м} \cdot \text{град}$	$T, ^\circ\text{K}$	$\lambda, \text{Вт/м} \cdot \text{град}$	$T, ^\circ\text{K}$	$\lambda, \text{Вт/м} \cdot \text{град}$
385,0	1,456	769,5	2,218	594,0	1,764	932,0	3,654
415,0	1,549	811,5	2,709	626,0	1,820	962,5	4,349
431,0	1,546	820,5	2,624	676,0	1,975	978,0	4,601
484,5	1,635	858,0	3,106	676,5	1,979	1026,5	5,379
509,0	1,601	861,0	2,934	680,0	1,963	1029,0	4,992
531,0	1,668	882,5	2,960	721,0	2,099	1078,0	5,943
576,0	1,723	907,0	3,644	751,5	2,350	1090,5	6,601
585,0	1,742	930,0	3,653	768,5	2,318		

при температуре 400° К расходятся с рекомендуемыми в [8, 9] на 15%. Отклонение результатов данной работы от [1] при 1100° К составляет 70%. Эти расхождения могут быть объяснены в рамках теории совместного переноса тепла излучением и теплопроводностью. Очевидна, во всяком случае, недопустимость использования данных по теплопроводности плавленого кварца в качестве стандартных при температурах выше 600° К без введения поправки на лучистую составляющую. Дальнейшие исследования теплопроводности полупрозрачных материалов вообще и плавленого кварца, в частности, должны проводиться комплексно с исследованием его оптических характеристик, что позволит выделить собственно фононную теплопроводность.

ВНИИМ им. Д. И. Менделеева
Ленинград

Поступила в редакцию
3 VIII 1971

ЛИТЕРАТУРА

1. Е. Д. Девяткова, А. В. Петров, А. А. Смирнов, Б. Я. Мойжес. Физика твердого тела, 2, № 4, 1960.
2. R. Verman. Proc. Roy. Soc., A208, 90, 1951.
3. E. H. Ratcliffe. Brit. J. Appl. Phys., 10, № 1, 22, 1959.
4. W. D. Kingery. J. Amer. Ceram. Soc., 38, № 7, 251, 1955.
5. R. W. Powell, C. J. Ho, P. E. Lillay. NSRDS — NBSS, Category 5, Thermodynamic and Trans. Prop., Nov., 1966.
6. А. А. Мень, О. А. Сергеев. В сб. Теплофизические свойства твердых тел при высоких температурах, 1. Изд. стандартов, 1969.
7. H. Poltz. Int. J. Heat. Mass Trans., 8, 515, 1965.
8. L. C. K. Carwile, J. Hoge. Special Publication, NBS, № 302, 59.
9. О. А. Сергеев, Т. З. Чадович. Тр. метрологич. ин-тов СССР, вып. 111(171). Изд. стандартов, 1969.
10. A. Sugawara. J. Appl. Phys., 39, № 13, 5994, 1968.
11. A. Sugawara. Physica, 41, 515, 1969.
12. О. А. Сергеев, И. М. Френкель. Тр. метрологич. ин-тов СССР, вып. 129(189). Изд. стандартов, 1971.
13. M. J. Laubitz. Canad. J. Phys., 38, № 7, 887, 1960.
14. Стекло кварцевое оптическое, ГОСТ 15130—69. Изд. стандартов, 1969.
15. W. J. Knapp. J. Amer. Ceram. Soc., 26, № 2, 48, 1943.
16. А. Г. Ромашин. Теплофизика высоких температур, 7, № 4, 1969.
17. О. А. Сергеев. Метрологические основы теплофизических измерений. Изд. стандартов, 1972.