

Math-Net.Ru

All Russian mathematical portal

V. E. Peletskii, E. S. Amasovich, E. B. Zaretskii, High-Temperature Thermal Conductivity of Iodide-Refined Titanium, *TVT*, 1980, Volume 18, Issue 2, 300–304

Use of the all-Russian mathematical portal Math-Net.Ru implies that you have read and agreed to these terms of use
<http://www.mathnet.ru/eng/agreement>

Download details:

IP: 18.97.14.81

February 10, 2025, 05:44:16



УДК 536.2.022:536.212.2

ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНАЯ ТЕПЛОПРОВОДНОСТЬ ИОДИДНОГО ТИТАНА

Шелецкий В. Э., Амасович Е. С., Зарецкий Е. В.

Приводятся результаты измерений температурной зависимости теплопроводности иодидного титана. Для уточнения характера изменения теплопроводности при полиморфном превращении исследования проведены двумя независимыми методами. Показано, что смена типа решетки у титана сопровождается резким изменением его теплопроводности, не коррелирующим с характером изменения электросопротивления.

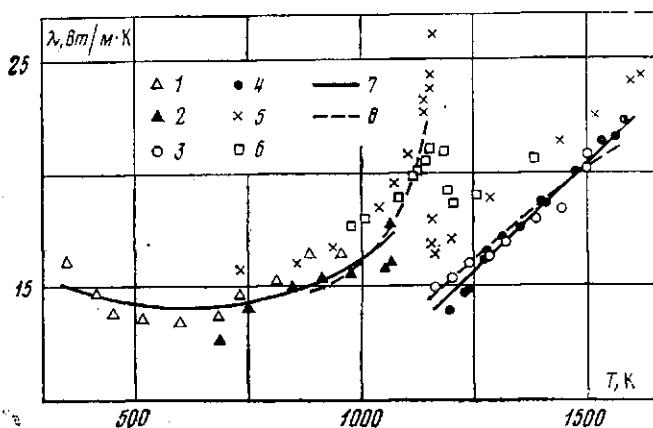
Теплопроводность титана до настоящего времени изучена недостаточно. Верхний температурный предел большинства опубликованных данных ограничен температурами 900–1000 К, т. е. имеющиеся результаты относятся лишь к области α -фазы этого металла, причем расхождение их между собой весьма значительно. К примеру, при 600 К, где, казалось бы, измерения могут быть выполнены достаточно корректно, литературные данные охватывают диапазон 14–23 Вт/м·К [1]. В области более высоких температур имеющаяся информация еще более скудна и противоречива. Прямые измерения теплопроводности Арутюнова [2] и Унвалы [3] различаются при 1500 К на ~25%. Не установлен характер изменения теплопроводности при перестройке решетки титана, происходящей при температуре 1155 К. Не решают этой задачи и расчеты проводимости на основе данных о температуропроводности [4–6] и внешней (по отношению к рассматриваемым работам) информации о теплоемкости. Таким образом, экспериментальное исследование теплопроводности титана продолжает оставаться актуальной задачей.

Для уточнения типа температурной зависимости теплопроводности и главным образом установления характера ее изменения при полиморфном превращении в настоящей работе использованы два независимых метода измерений: абсолютный стационарный метод продольного теплового потока с электронным нагревом образца и метод модулированного электронного нагрева, позволяющий проводить одновременные измерения температуропроводности, теплоемкости и теплопроводности. Соответствующие установки и их метрологические возможности детально обсуждены в работах [7, 8] и здесь рассматриваться не будут. Важно отметить лишь некоторые основные характеристики измерений и условия их проведения.

Измерения стационарным методом проводились на образцах диаметром 12 и длиной ~40 мм. Собственно рабочая зона, в пределах которой исследовалось поле температур на образце, составляла ~15 мм. При измерениях в области α -фазы на поверхности образца с равным шагом вдоль одной из образующих зачеканивались четыре хромель-алюмелевые термодпары с диаметром термоэлектродов 0,2 мм. При измерениях в области β -фазы в рабочей зоне размещались четыре радиальных сверления диаметром 0,5 и глубиной 9 мм, моделирующие абсолютно черное тело. Кроме того, при исследовании одного из образцов при высоких температурах использова-

лись вольфрам-рениевые термопары. Продольные градиенты температур в рабочем сечении изменялись в зависимости от температуры 2–20 К/мм. При измерениях в области α -фазы образцы своим «холодным» торцом контактировали с дном полости теплоприемника, при высоких температурах применялась свободная подвеска образца в теплоприемнике. Время установления стационарного состояния в данной установке независимо от уровня температур не превышало 5–8 мин. Время рабочего цикла измерений в данном стационарном состоянии составляло 10–15 мин. Предельная погрешность единичного измерения теплопроводности стационарным методом не превышала 5–7%.

Измерения методом модулированного нагрева проводились на образце диаметром 15 и толщиной 0,68 мм. Рабочая (круговая) частота измерений



Теплопроводность титана: 1–4 – серии измерений на установке I; 5, 6 – серии измерений на установке II; 7 – расчет по уравнениям (1), (2); 8 – расчет по [9]

(224,4 Гц) выбрана с учетом необходимости подавления искажающего влияния теплообмена излучением на внешней стороне образца. Перепады температуры по толщине образца не превышали 3–5 К, что позволяло реализовать рабочий цикл измерений в более узкой температурной области, чем в условиях стационарной методики. Фотоэлектрическая регистрация температурных колебаний позволяла работать с амплитудой, не превышающей 0,1 К. Измерения в этих условиях, по-видимому, дают информацию для «замороженного» состояния, когда теплота фазового перехода не проявляется в тепловом процессе. Быстрое установление стационарного состояния (несколько секунд) в этом эксперименте позволяет вести опыт с достаточно высоким средним темпом изменения температуры. Для определения температуры отнесения использовалась вольфрам-рениевая термопара с диаметром проводов 0,1 мм, приваренная к тыльной поверхности образца вблизи его центра. Погрешность измерений теплопроводности составляла здесь 3,5–4%.

На обеих установках измерения проводились в вакууме $\sim 10^{-5}$ мм рт. ст.

Характеристики исследованного материала и результаты измерений. Опыты были выполнены на образцах, вырезанных из прутка титана, полученного иодидным методом. Структура материала характеризовалась явно выраженной текстурой радиального роста зерен. Чистота металла до опыта составляла 99,91 мас. % (0,05 – O, 0,025 – N, Mg, Mn, Cr, Si, Fe, Al, Cu – каждый менее 0,001 мас. %). Плотность образцов, использованных для измерений стационарным методом, составляла 4,38 г/см³. Их удельное электрическое сопротивление до опыта равнялось $\sim 48,4$ мкОм·см при $T = 293$ К. Удельное сопротивление образцов, изученных при температурах выше точки полиморфного превращения $T_{\alpha \rightarrow \beta}$, после опыта возросло до

Выборка из массива экспериментальных данных для иодидного титана с плотностью 4,53 г/см³, полученных методом модулированного нагрева. Серия 1 (прямой ход)

T, К	α , см ² ·с ⁻¹	$\frac{c_p}{D \cdot \lambda} \cdot 10^{-1}$	$\frac{\lambda}{V \cdot T} \cdot 10^{-1}$	T, К	α , см ² ·с ⁻¹	$\frac{c_p}{D \cdot \lambda} \cdot 10^{-1}$	$\frac{\lambda}{V \cdot T} \cdot 10^{-1}$
731	0,0584	0,594	15,7	1514	0,0758	0,656	22,5
860	0,0561	0,634	16,1	1593	0,0776	0,683	24,0
939	0,0552	0,668	16,7	1614	0,0780	0,688	24,3
1037	0,0555	0,731	18,4	1435	0,0752	0,639	21,8
1136	0,0560	0,891	22,6	1384	0,0740	0,616	20,6
1140	0,0561	0,912	23,2	1264	0,0705	0,594	19,0
1149	0,0562	0,931	23,7	1209	0,0686	0,597	18,6
1151	0,0563	0,952	24,3	1191	0,0671	0,631	19,2
1155	0,0579	0,990	26,0	1159	0,0607	0,759	20,9
1155	0,0597	0,761	20,6	1156	0,0593	0,774	21,0
1156	0,0610	0,648	17,9	1149	0,0582	0,776	20,5
1156	0,0623	0,583	16,5	1139	0,0576	0,776	20,2
1159	0,0646	0,567	16,6	1122	0,0574	0,774	19,9
1161	0,0656	0,555	16,5	1060	0,0573	0,727	18,9
1199	0,0678	0,568	17,1	1007	0,0567	0,698	17,9
1286	0,0709	0,590	18,9	977	0,0565	0,688	17,6
1434	0,0749	0,632	21,4				

49,6 мкОм·см ($T=293$ К); сопротивление образцов, не нагревавшихся выше $T_{\alpha\rightleftharpoons\beta}$, в пределах погрешности измерений сохранялось на прежнем уровне. Образец, вырезанный для измерений комплексным методом, имел плотность 4,53 г/см³.

Заметим, что первые измерения температуропроводности иодидного титана, опубликованные в [9], выполнены на иодидном металле с плотностью 4,46 г/см³. Таким образом, следует отметить, что плотность иодидного металла заметно изменяется вдоль прутка, что должно приниматься во внимание при интерпретации результатов измерений.

Результаты исследования теплопроводности представлены на рисунке. Видно, что данные, полученные на разных образцах стационарным методом (установка I), хорошо согласуются друг с другом. Они описываются следующими уравнениями, коэффициенты которых были найдены методом наименьших квадратов.

Для α -фазы титана (350–1050 К):

$$\lambda_{\alpha} = 19,84 - 18,59 \cdot 10^{-3}T + 14,96 \cdot 10^{-6}T^2, \text{ Вт/м} \cdot \text{К}. \quad (1)$$

Для β -фазы (1200–1600 К):

$$\lambda_{\beta} = -8,19 + 19,12 \cdot 10^{-3}T, \text{ Вт/м} \cdot \text{К}. \quad (2)$$

Следует отметить, что измерениям в α -фазе предшествовал часовой отжиг образца при температуре в центре рабочего участка ~ 1100 К. Перед измерениями в β -фазе образцы отжигались в течение 1 часа при температуре ~ 1500 К. В каждом опыте снимались точки при прямом и обратном температурном ходе. Расхождения их друг с другом не наблюдалось.

Важнейшими чертами найденной политермы теплопроводности являются: наличие пологого минимума вблизи температуры 600 К, явное возрастание проводимости при подходе к области полиморфного превращения и заметное сближение ее при переходе от α - к β -фазе. В области β -фазы наблюдается практически линейное возрастание теплопроводности с температурой. Наибольший интерес представляет область перестройки решетки. Заметим, что при изучении свойств сплава ВТ-1-0 (технически чистый титан) спад теплопроводности не наблюдался [10].

В этой связи особый интерес представляют данные, полученные методом модулированного нагрева (установка II). Выборка из соответствующего

Расчетные значения теплопроводности, полученные по температуропроводности иодидного титана с плотностью 4,46 г/см³ и теплоемкости иодидного титана с плотностью 4,53 г/см³

T, K	$\lambda_{\alpha} \cdot 10^{-1}$ Вт(м·К) ⁻¹	T, K	$\lambda_{\beta} \cdot 10^{-1}$ Вт(м·К) ⁻¹	T, K	$\lambda_{\alpha} \cdot 10^{-1}$ Вт(м·К) ⁻¹	T, K	$\lambda_{\beta} \cdot 10^{-1}$ Вт(м·К) ⁻¹
893	15,0	1087	18,9	1150	22,3	1269	16,6
916	15,1	1102	19,5	1153	23,0	1316	17,4
929	15,3	1110	19,8	1155	24,3	1371	18,2
975	15,7	1119	20,1	1156	14,5	1435	19,3
1003	16,2	1128	20,6	1157	14,8	1466	19,7
1038	17,0	1141	21,6	1158	15,1	1513	20,4
1068	18,1	1146	21,8	1204	15,6	1559	21,0

массива, детально характеризующая поведение проводимости в ближайшей окрестности фазового превращения, приведена в табл. 1 и на рисунке. Полученные методом модулированного нагрева данные подтверждают тип политермы, найденной методом стационарного теплового потока. Более того, они явно указывают на существование особенности при подходе к температуре фазового превращения. Теплопроводность здесь начинает интенсивно возрастать, а по достижении температуры перехода практически скачкообразно уменьшается и затем с ростом температуры линейно возрастает. Если вспомнить результаты измерений электросопротивления иодидного титана [11], то при фазовом превращении от α - к β -фазе происходит заметное уменьшение числа Лоренца, а следовательно, и перераспределение роли различных составляющих проводимости.

Термическая история образца в процессе измерений методом модулированного нагрева формировалась следующим образом: вакуумный отжиг при температуре 1000 К в течение 1 часа, охлаждение до 700 К, а затем проведение первой серии измерений в режиме последовательного (ступенчатого) повышения температуры со средним темпом 10 К/мин (а в окрестности $\alpha \rightleftharpoons \beta$ -перехода — 0,1 К/мин) до 1600 К. После этого проводились измерения в процессе охлаждения до 1000 К (серия 2).

Серия 2 показала размытие фазового перехода на более широкую температурную область, уменьшение спада теплопроводности при переходе от α - к β -решетке и некоторое возрастание (до 2%) теплопроводности в области β -фазы. Названные изменения обуславливаются совокупным воздействием ряда факторов: загрязнением образца остаточными газами вакуумной камеры (активизирующимся в области β -фазы), устранением радиальной текстуры при возвращении в α -фазу и диффузионным заживлением бесплошностей при высоких температурах. Какое из названных явлений может быть определяющим, в настоящее время сказать трудно.

Сравнение абсолютной величины значений теплопроводности, найденных двумя методами, указывает на их систематическое различие. В области α -фазы измерение модуляционным методом дало завышение порядка 6—7%, а в области β -фазы — от 13 до 7% по сравнению с данными, полученными классическим методом. Если, воспользовавшись теорией Одельского [12], учесть вариации плотности образцов, то различие в данных становится порядка 1—2% в области α -фазы и 8—2% в области β -фазы титана. Это уже лежит в пределах доверительного интервала измерений и позволяет говорить о согласованности результатов, полученных на описанных установках. Дополнительным аргументом в пользу этого утверждения могут служить и результаты, полученные нами ранее для температуропроводности иодидного титана плотностью 4,46 г/см³ [9]. Рассчитанные на основании этих результатов и вновь полученных по теплоемкости титана значения теплопроводности (табл. 2) занимают промежуточное

положение, подтверждая корреляцию измеренных значений с плотностью материала.

Таким образом, выполненные исследования указывают на то, что теплопроводность вдоль оси для прутка поддого титана при повышении температуры обнаруживает особенность в окрестности полиморфного превращения, характеризующуюся наличием максимума проводимости в α -фазе и резким снижением проводимости при перестройке решетки. Направленность изменения теплопроводности не коррелирует с изменением электрического сопротивления, что приводит к резкому изменению функции Лоренца при полиморфном превращении титана.

Институт высоких температур
Академии наук СССР

Поступила в редакцию
15 V 1979

ЛИТЕРАТУРА

1. C. Y. Ho, R. W. Powell, P. E. Libey. J. Phys. Chem. Ref. Data, 3, Suppl. No. 1, 1974.
2. А. В. Арутюнов, С. И. Банчила, Л. П. Филиппов. ТВТ, 9, 535, 1971.
3. B. A. Unvala, T. C. Geol. Rev. Int. Hsutes Temper. et Refract., 7, 341, 1970.
4. R. D. Rudkin, W. J. Parker, R. L. Jenkins. Rev. Sci. Instr., 33, 21, 1963.
5. В. Е. Зиновьев, Р. И. Кренцис, П. В. Гельд. ТВТ, 6, 927, 1968.
6. В. Е. Зиновьев, С. И. Машаров, Л. И. Чупина, П. В. Гельд. ФТТ, 14, 1053, 1972.
7. Е. С. Амасович, В. Э. Пелецкий. В сб. Теплофизические свойства веществ при высоких температурах. ИВТАН, М., 1978, стр. 176.
8. Е. Б. Зарецкий, В. Э. Пелецкий. ТВТ, 17, 124, 1979.
9. Е. Б. Зарецкий, В. Э. Пелецкий. ТВТ, 17, 310, 1979.
10. В. Э. Пелецкий, Е. С. Амасович и др. В сб. Теплофизические свойства веществ при высоких температурах. ИВТАН, М., 1978, стр. 143.
11. V. E. Peletskij, E. A. Belskaja, B. A. Shur, I. V. Listratov. Proc. 7th Symp. Thermophys. Prop., ASME, N. Y., 1977, p. 231.
12. В. И. Одделевский. ИФЖ, 21, 667, 1951.