

Math-Net.Ru

All Russian mathematical portal

V. A. Petrov,
I. I. Petrova, V. Ya. Chekhovskoi, E. N. Lyukshin, Specific
Electrical Resistivity of Pyrographite,
TVT, 1971, Volume 9, Issue 2, 302–305

<https://www.mathnet.ru/eng/tvt7959>

Use of the all-Russian mathematical portal Math-Net.Ru implies that you have read and agreed to these terms of use

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

Download details:

IP: 18.97.14.87

May 16, 2025, 02:44:00



УДК 621.317.331:536.45

УДЕЛЬНОЕ ЭЛЕКТРОСОПРОТИВЛЕНИЕ ПИРОГРАФИТА

*В. А. Петров, И. И. Петрова, В. Я. Чеховской,
Е. Н. Люшкин*

Приводятся результаты экспериментального определения удельного электросопротивления пирографита. В направлении, параллельном поверхности осаждения, удельное электросопротивление определено в интервале температур 300—2200° К, а в перпендикулярном направлении — 300—1800° К. Полученные данные сравниваются с данными других авторов.

Данная работа — продолжение проводимого авторами исследования ряда теплофизических свойств пирографита. Результаты определения излучательной способности и теплопроводности приведены в [1,2]; характеристика исследованного пирографита — в [1].

Определение удельного электросопротивления пирографита в направлении, параллельном поверхности осаждения (ρ_a), проводилось на тех же образцах, на которых определялись излучательная способность и теплопроводность [1,2].

Образцы (трубки длиной 150 мм), помещенные в вакуумную камеру большого объема (вакуум порядка $6 \cdot 10^{-4}$ мм рт. ст.), нагревались переменным электрическим током. Для определения ρ_a измерялись сила тока I , проходящего через образец, падение напряжения на изотермическом рабочем участке U и геометрические размеры этого участка. Удельное электросопротивление рассчитывалось по формуле

$$\rho_a = Us / Il,$$

где s — площадь поперечного сечения образца и l — длина изотермического рабочего участка при комнатной температуре.

Эксперимент показал, что очень важно обеспечить хороший контакт токопровода с торцевой поверхностью образца; в противном случае неравномерный подвод тока может привести к завышению значений удельного электросопротивления, связанному с сильной анизотропией электросопротивления пирографита. Для обеспечения равномерности подвода тока к торцу трубчатого образца использовался контакт через графитовую засыпку.

Для измерения температуры с помощью оптического пирометра ОП-48 в стенке трубки выполнялось сверление диаметром 1,8 мм. (Подробнее использованная аппаратура описана в [3].)

Данным методом определено удельное электросопротивление пирографита в интервале температур 1100—2600° К. Для определения ρ_a в низкотемпературном интервале (от комнатной до 1100° К) этот же образец нагревался в печи Т-40/600 и через него пропусклся измерительный постоянный ток от аккумулятора. Температура измерялась одновременно хромель-алюмелевой термопарой и платинородий-платинородиевой термопарой ПР30/6. Разница в показаниях термопар не превышала 2—3°. Ток и напряжение измерялись на потенциометре постоянного тока Р306.

Определение удельного электросопротивления пирографита в направлении, перпендикулярном поверхности осаждения (ρ_c), в интервале температур 1100—1900° С проведено на образце, представлявшем собой набор колец с наружным диаметром 12, внутренним — 8 и высотой ~6 мм (высота всего набора колец, т. е. высота образца, составляла ~150 мм). Нагреватель — графитовый стержень диаметром 5 мм, находился внутри образца

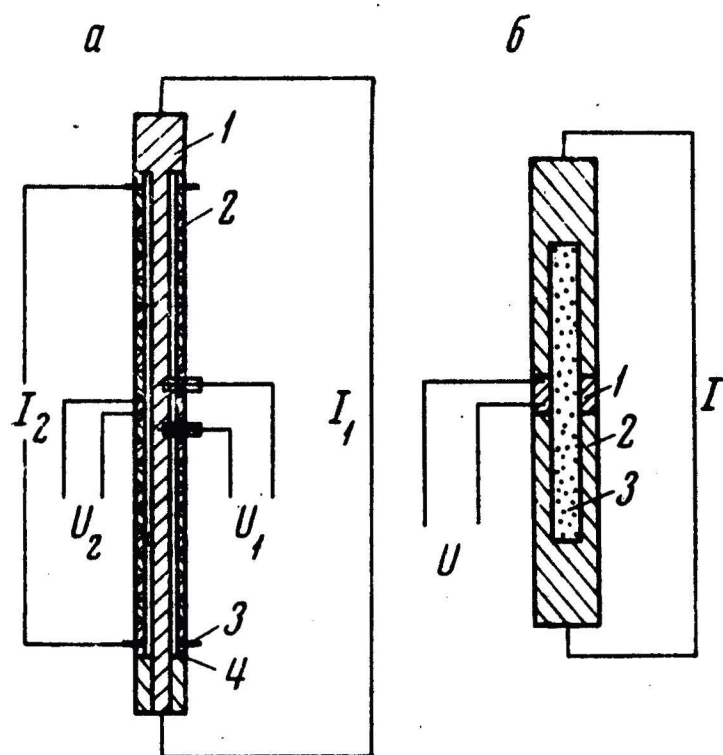


Рис. 1

Рис. 1. Образец, исследованный в высокотемпературном опыте (а):

1 — графитовый нагреватель; 2 — кольца из пирографита; 3 — кольцо из молибдена; 4 — изоляционное кольцо из карбонитрида бора

Образец, исследованный в низкотемпературном опыте (б):

1 — кольцо из пирографита; 2 — графитовый токоподвод; 3 — фарфоровый стержень

Рис. 2. Удельное электросопротивление пирографита в направлении, параллельном поверхности осаждения:

1 — низкотемпературный; 2 — высокотемпературный опыт

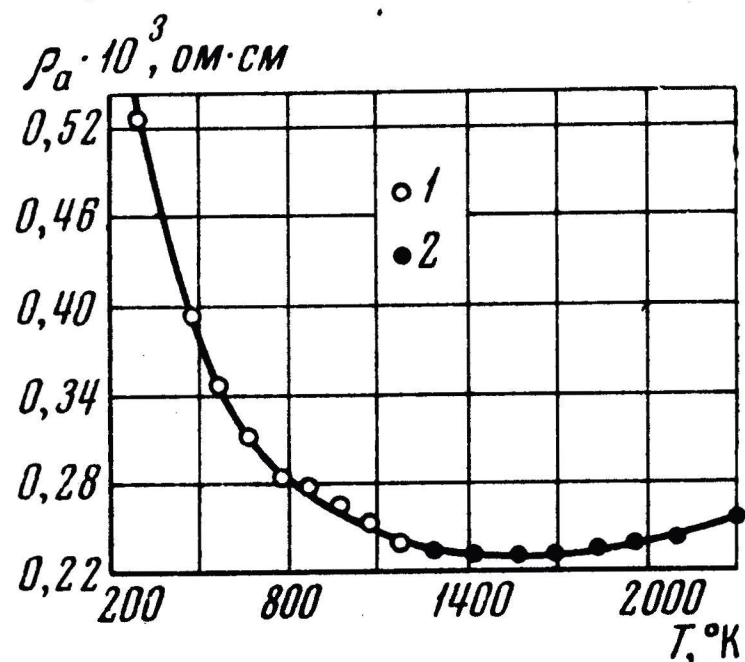


Рис. 2

(зазор между нагревателем и образцом 1,5 мм) и изолировался от него в торцах кольцами из карбонитрида бора. Постоянный ток для измерения электросопротивления подводился к образцу при помощи тонких ($\delta = 0,5$ мм) молибденовых колец (рис. 1, а). Напряжение, создаваемое этим током, снималось с одного из колец, находящихся в изотермической зоне, и измерялось так же, как и ток, на потенциометре постоянного тока Р-306. Для измерения температуры с помощью оптического микропирометра ОМП-043 в кольце выполнялось глухое сверление диаметром 0,5 и глубиной 1,8 мм.

Для определения удельного электросопротивления ρ_c при низких температурах (от комнатной до 1100° К) исследуемый образец помещался в электрическую печь типа Т-40/600. Образец представлял собой кольцо, высотой ~6 мм, наружным диаметром 12 и внутренним 8 мм, насаженное на фарфоровый стержень. Постоянный ток подводился к образцу при помощи графитовых токоподводов, плотно пригнанных к образцу (рис. 1, б). Ток и напряжение измерялись так же, как и в высокотемпературном опыте. Температура измерялась хромель-алюмелевой термопарой и платинородий-платинородиевой термопарой ПР-30/6.

На рис. 2 приведены экспериментальные данные по удельному электросопротивлению пирографита вдоль оси a (параллельно поверхности осаждения). Результаты высокотемпературного и низкотемпературного опытов, проведенных различными методами в разное время, хорошо согласуются.

Характер температурной зависимости ρ_c пирографита, не подвергнутого дополнительной термической обработке, может быть объяснен на основе простейшей двухзонной модели, разработанной для монокристаллического графита [4] и примененной к пиролитическому графиту Клейном [5, 6]. У нетермообработанного пирографита верхняя и нижняя λ -зоны не пере-

крываются и уровень Ферми находится ниже верхней границы нижней л-зоны. Температурная зависимость электросопротивления в направлении, параллельном поверхности осаждения, определяется изменением концентрации и подвижности носителей тока с ростом температуры. Уменьшение ρ_a от комнатных температур с ростом температуры связано с преобладаю-

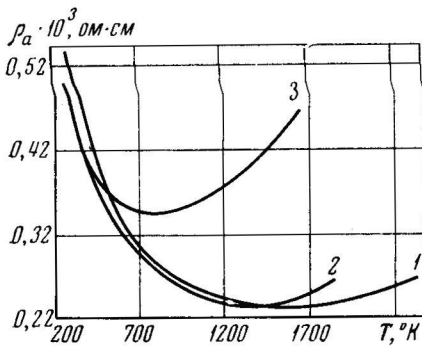


Рис. 3

Рис. 3. Сравнение данных по ρ_a с данными других авторов:

1 — результаты настоящего эксперимента; 2 — данные [7]; 3 — данные [8]

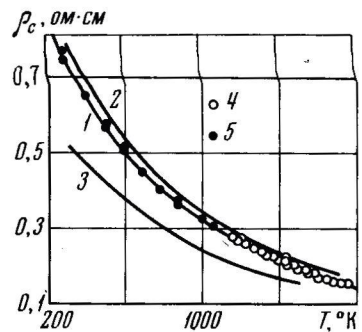


Рис. 4

Рис. 4. Данные по удельному электросопротивлению пирографита в направлении, перпендикулярном поверхности осаждения:

1 — результаты настоящей работы; 2 — данные [7]; 3 — данные [8]; 4 и 5 — результаты высокотемпературного и низкотемпературного опытов

щим влиянием роста концентрации носителей тока. Здесь длину свободного пробега носителей тока в значительной мере определяют границы кристаллитов и другие несовершенства кристаллической структуры. При температурах, больших температуры минимума, увеличение электросопротивления связано с преобладающим влиянием теплового рассеяния.

На рис. 3 проводится сравнение полученных данных с крайне немногочисленными литературными данными. Наиболее хорошее согласование наблюдается с данными Папписа и Блюма [7]. Кривая Клейна [8] лежит значительно выше наших результатов и данных Папписа и Блюма, хотя условия получения образцов у всех авторов одинаковы (пирографит получен из метана при температуре осаждения 2100°C). Следует отметить, что Клейн провел при высоких температурах лишь единичные измерения, а основные и очень тщательные измерения им проводились при низких температурах.

Данные по удельному электросопротивлению пирографита вдоль оси c приведены на рис. 4. Удельное электросопротивление в этом направлении более чем на три порядка выше, чем в направлении оси a . На рис. 4 приведены также для сравнения данные других авторов. Наилучшее согласование, так же как и в направлении a , наблюдается с кривой Папписа и Блюма [7]. Кривая Клейна лежит существенно ниже полученных нами данных. Большое расхождение данных по удельному электросопротивлению, так же как и по другим теплофизическим свойствам пирографита, в значительной мере объясняется сложностью исследования. К тому же в направлении оси c толщина исследованного образца обычно не превышает нескольких мм . В связи с этим трудно осуществить равномерный подвод тока к образцу и достаточно точно определить расстояние, на котором измеряется падение напряжения. Если поверхности образца, к которым подводится ток, и положение потенциальных зондов несколько не строго перпендикулярны оси c , то из-за меньшей почти в 1000 раз величины сопротивления в направлении оси a можно получить в эксперименте существенно заниженные значения ρ_c . В данной работе опыты были проведены на нескольких образцах. При этом максимальный разброс в значениях ρ_c при комнатной температу-

ре составлял 9%. На рис. 4 приведены опытные точки, а в таблице — сглаженные данные для наиболее типичного образца.

Следует отметить еще одну особенность пирографита, связанную с технологией его получения. При исследовании некоторых образцов мы столкнулись с уменьшением удельного электросопротивления при температурах

Удельное электросопротивление пирографита

$T, ^\circ\text{K}$	$\rho_a \cdot 10^3,$ ом·см	$\rho_c,$ ом·см	$T, ^\circ\text{K}$	$\rho_a \cdot 10^3,$ ом·см	$\rho_c,$ ом·см	$T, ^\circ\text{K}$	$\rho_a \cdot 10^3,$ ом·см	$\rho_c,$ ом·см
300	0,525	0,75	1000	0,258	0,33	1700	0,234	0,16
400	0,445	0,65	1100	0,248	0,29	1800	0,236	0,14
500	0,381	0,57	1200	0,240	0,26	1900	0,240	—
600	0,332	0,50	1300	0,235	0,24	2000	0,244	—
700	0,302	0,45	1400	0,232	0,22	2100	0,249	—
800	0,285	0,40	1500	0,232	0,19	2200	0,254	—
900	0,270	0,36	1600	0,232	0,17			

порядка 1600°K и выше, которое было намного больше, чем это следовало из характера температурной зависимости $\rho_c(T)$. Причем при последующем охлаждении образца электросопротивление оставалось существенно ниже, вплоть до комнатных температур. При рассмотрении такого образца под микроскопом, а иногда и невооруженным глазом обнаруживались трещины, слегка наклонные к поверхности осаждения, но не замкнутые по кольцу. Наличие этих трещин приводило к тому, что часть пути измерительный ток проходил в направлении оси a . Такие образцы с момента отмеченного уменьшения ρ_c из дальнейших измерений исключались. Контроль за отсутствием возникновения трещин в образце при нагреве проводился по измерению удельного электросопротивления при комнатной температуре до и после опыта.

Проведенный анализ погрешности полученных экспериментальных данных показал, что максимальная ошибка определения удельного электросопротивления в направлении, параллельном поверхности осаждения, составляет 2,8%, а в направлении, перпендикулярном поверхности осаждения, —

Институт высоких температур
Академии наук СССР

Поступила в редакцию
25 III 1970

ЛИТЕРАТУРА

1. В. Я. Чеховской, В. А. Петров, И. И. Петрова, Е. Н. Люкшии. Теплофизика высоких температур, 8, № 5, 1970.
2. В. Я. Чеховской, В. А. Петров, И. И. Петрова, Е. Н. Люкшии. Теплофизика высоких температур, 9, № 1, 1970.
3. В. А. Петров, В. Я. Чеховской, А. Е. Шейндлин. Теплофизика высоких температур, 1, № 1, 1963.
4. J. W. McClure, L. B. Smith. Proc. Fifth Conf. on Carbon, 2, 3, Pergamon Press, N. Y., 1963.
5. C. A. Klein. J. Appl. Phys., 35, № 10, 1964.
6. C. A. Klein. J. Appl. Phys., 33, № 11, 1962.
7. J. Pappis, S. L. Blum. J. Amer. Ceram. Soc., 44, № 12, 1961.
8. C. A. Klein. Rev. Mod. Phys., 34, № 1, 1962.