

УДК 546.883:536.2.023

Температуропроводность и теплопроводность тантала в интервале температур 293–1800 К*

И.В. Савченко, С.В. Станкус

Институт теплофизики им. С.С. Кутателадзе СО РАН, Новосибирск

E-mail: gamma@itp.nsc.ru

Методом лазерной вспышки с погрешностью 2–4 % измерен коэффициент температуропроводности поликристаллического тантала в интервале температур от 293 до 1800 К. С использованием литературных данных по плотности и теплоемкости рассчитан коэффициент теплопроводности. Получены аппроксимирующие уравнения и таблицы справочных данных для температурной зависимости коэффициентов переноса тепла, проведено сопоставление с известными литературными данными.

Ключевые слова: метод лазерной вспышки, тантал, теплопроводность, температуропроводность, высокие температуры.

Металлический тантал обладает рядом уникальных свойств, и прежде всего высокой температурой плавления и исключительной коррозионной стойкостью. Это обуславливает его применение в химической промышленности, при получении тугоплавких материалов, в электронике, медицине и т. д. Коэффициенты переноса тепла тантала, которые необходимы для проведения научных и инженерных расчетов, измерялись в достаточно большом количестве работ [1–10]. Однако данные разных авторов заметно расходятся между собой.

Целью настоящей работы являлось экспериментальное исследование температуропроводности металлического тантала в широком интервале температур и определение его коэффициента теплопроводности с использованием литературных данных по плотности и теплоемкости.

Эксперименты проведены методом лазерной вспышки на автоматизированном экспериментальном стенде LFA-427 фирмы NETZSCH (Германия). Образец, установленный в танталовый держатель, размещался в высокотемпературной электропечи, в которой с помощью турбомолекулярного насоса поддерживается вакуум не хуже $3 \cdot 10^{-5}$ мбар. Нижняя поверхность образца нагревалась импульсом длительностью 0,8 мс от Nd: YAG лазера с длиной волны 1,064 мкм. Общий разогрев образца не превышал $1 \div 3$ К. Изменение температуры верхней поверхности образца регистрировалось ИК-детектором (InSb), который охлаждался жидким азотом.

Образцы поликристаллического тантала марки ЭЛП-2 чистотой 99,92 мас. % имели форму цилиндров диаметром 12,6 мм и толщиной 2,5 мм с плоскопарал-

* Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант № 07-08-00071).

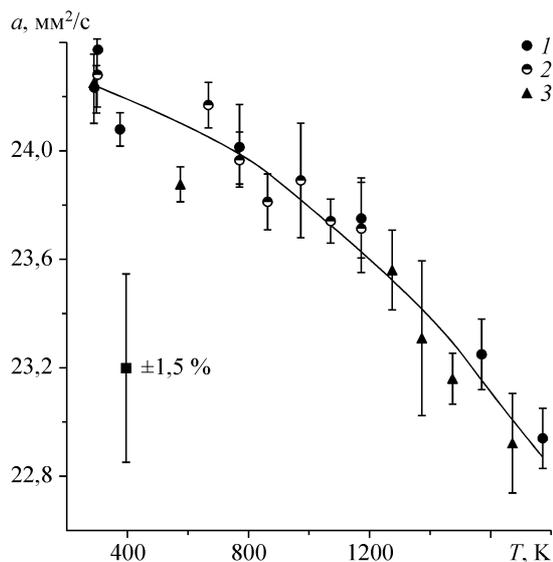


Рис. 1. Температурная зависимость коэффициента температуропроводности тантала.

1–3 — экспериментальные данные (три последовательные серии измерений, указаны случайные погрешности), линия — уравнение (1).

лельными шлифованными торцами. До 500 К тантал исключительно устойчив к действию большинства реагентов, однако при более высоких температурах он активно взаимодействует с углеродом, кремнием, азотом и кислородом. По этой причине большое внимание в работе уделялось подготовке образцов и условиям проведения опытов.

Эксперименты показали, что все шесть исходных образцов при комнатной температуре имели одинаковую (около $24,2 \text{ мм}^2/\text{с}$) температуропроводность. Однако после нагрева до $1400\div 1800 \text{ К}$ образцы, которые не подвергались дополнительной очистке поверхности или были установлены в держатель с графитовой крышкой (без контакта с танталом), уменьшали свою температуропроводность на $7\div 10 \%$. Поэтому в высокотемпературных экспериментах нами использовался протравленный в царской водке образец без графитового покрытия (для увеличения поглощения лазерного излучения), который устанавливался в держатель, целиком выполненный из тантала той же марки.

Расчет коэффициента температуропроводности проводился с учетом тепловых потерь со всех поверхностей образца по модели [11]. Вводилась поправка на конечную длительность лазерного импульса и его реальную форму [12].

Результаты измерений приведены на рис. 1 и в табл. 1. При определении температуропроводности учитывалось тепловое расширение образцов. Каждая точка на рис. 1 является усредненным значением по трем измерениям. Данные получены в трех сериях измерений как при нагреве, так и при охлаждении образца в интервале температур $291\div 1775 \text{ К}$. Значимого отличия в результатах для разных серий и термической истории не наблюдалось.

Таблица 1

Результаты измерений коэффициента температуропроводности тантала (с учетом теплового расширения)

$T, \text{ К}$	$a, \text{ мм}^2/\text{с}$	$T, \text{ К}$	$a, \text{ мм}^2/\text{с}$
291,3	24,23	969,9	23,90
291,3	24,24	1070,7	23,74
301,3	24,27	1172,7	23,75
304,9	24,37	1175,1	23,72
372,1	24,08	1274,6	23,56
572,5	23,87	1372,3	23,31
664,9	24,17	1472,9	23,16
772,0	24,02	1572,0	23,25
772,6	23,97	1672,8	22,92
868,7	23,81	1773,5	22,94

Рис. 2. Температурная зависимость коэффициента теплопроводности тантала: 1 [1], 2 [2], 3 [3], 4 [4], 5 [5], 6 [6], 7 [7], 8 [8], 9 — уравнение (3).

Аппроксимацией экспериментальных данных получено уравнение

$$a(T) = 24,24 - 3,14 \cdot 10^{-4} \Delta T - 3,97 \cdot 10^{-7} \Delta T^2, \quad (1)$$

где a в $\text{мм}^2/\text{с}$, $\Delta T = T - 273,15$, T — температура в К. Среднеквадратичное отклонение экспериментальных точек от уравнения (1) не превышает 0,4 %. Общая погрешность определения коэффициента температуропроводности (2 % при 300 К и 4 % при 1800 К) была оценена по результатам измерений a молибдена и стандартных образцов инконеля и пирокерама.

Используя уравнение (1) и известное соотношение (2), была рассчитана температурная зависимость коэффициента теплопроводности λ тантала

$$\lambda = a\rho C_p. \quad (2)$$

Здесь C_p — теплоемкость (данные [13]), ρ — плотность (данные [14, 15]). Аппроксимация результатов расчета в области температур 293–1800 К дала уравнение

$$\lambda(T) = 57,5 + 0,0025 \Delta T, \quad (3)$$

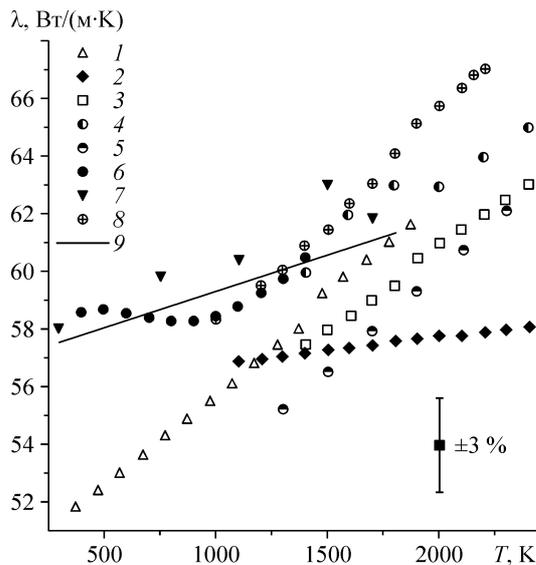


Таблица 2

Коэффициенты теплопроводности и температуропроводности тантала*

T , К	a , $\text{мм}^2/\text{с}$	Δa , %	λ , Вт/(м·К)	$\Delta \lambda$, %
293	24,2	2	57,6	3
300	24,2	2	57,6	3
400	24,2	2	57,9	3
500	24,1	2	58,1	3
600	24,1	3	58,4	4
700	24,0	3	58,6	4
800	24,0	3	58,9	4
900	23,9	3	59,1	4
1000	23,8	3	59,4	4
1100	23,7	3	59,6	4
1200	23,6	3	59,9	4
1300	23,5	3	60,1	4
1400	23,4	3	60,4	4
1500	23,3	4	60,6	5
1600	23,1	4	60,9	5
1700	23,0	4	61,1	5
1800	22,8	4	61,4	5

* Δ — общая погрешность определения коэффициентов теплопроводности и температуропроводности тантала.

где λ в Вт/(м·К). Общая погрешность определения коэффициента теплопроводности (3 % при 300 К и 5 % при 1800 К) несколько больше, чем у температуропроводности из-за вклада погрешностей плотности и теплоемкости. На рис. 2 приведено сопоставление полученных результатов с наиболее надежными литературными данными. Видно, что существующие результаты можно условно разделить на две группы. Первая — наша и последние работы [5–7], также [3], в которых при температурах 300–1000 К теплопроводность имеет значение ~ 58 Вт/(м·К). Вторая — [1, 2, 4] с меньшей (на 5+10 %) абсолютной величиной теплопроводности и с большим температурным коэффициентом $d\lambda/dT$. Как было показано выше, уменьшение температуропроводности и, следовательно, теплопроводности в наших экспериментах наблюдалось при загрязнении тантала. Это дает основание предполагать, что в экспериментах второй группы работ либо использовались изначально более грязные образцы, либо условия проведения опытов не обеспечивали сохранение их чистоты. Дополнительным подтверждением этого является тот факт, что к первой группе относится работа [7]. В ней изучался высокочистый монокристаллический тантал при высоких (10^2 + 10^3 К/с) скоростях нагрева, что исключало дополнительное загрязнение образцов в ходе измерений. Кроме того, в монокристаллическом тантале отсутствуют межзеренные границы, которые оказывают заметное влияние на процессы переноса тепла. В табл. 2 приведена температурная зависимость a и λ в интервале температур 293–1800 К, рассчитанная по уравнениям (1), (3).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Неймарк Б.Е., Воронин Л.К.** Теплопроводность, удельное электросопротивление и интегральная степень черноты тугоплавких металлов при высоких температурах // Теплофизика высоких температур. — 1968. — Т. 6, № 6. — С. 1044–1056.
2. **Filippov L.P.** Untersuchung der thermischen eigenschaften im stoff an der moskauer universitat // Inter. J. Heat Mass Transfer. — 1973. — Vol. 16, No. 5. — P. 865–885.
3. **Вертоградский В.А.** Тепло- и электропроводность тантала при высоких температурах // Теплофизика высоких температур. — 1972. — Т. 10, № 1-2. — С. 77–81.
4. **Пелецкий В.Э.** Исследование электронных свойств переходных металлов в области высоких температур. Дис... д-ра техн. наук. Институт высоких температур АН СССР. — М., 1978.
5. **Binkele L.** Significance of discrete Lorenz function levels at high temperatures resulting from new metallic conductivity measurements // High Temp. — High Press. — 1986. — Vol. 18, No. 6. — P. 599–607.
6. **Araki N., Baba T., Ohta H., Ogawa M., Shinzato K., Takasaki Y., Hosono K., Yamane T. and Tang D. W.** Thermal Diffusivity Measurements of Refractory Metals as Candidate Reference Materials by the Laser Flash Method // Inter. J. Thermophys. — 2005. — Vol. 26, No. 6. — P. 1873–1881.
7. **Талуц С.Г., Полев В.Ф., Зиновьев В.Е., Тагирова Д.М., Насыров Р.Ш.** Температуро- и теплопроводность монокристаллов высокочистых тугоплавких металлов от 1000 К до температуры плавления // Высокочистые вещества. — 1988. — № 3. — С. 208–211.
8. **Арутюнов А.В., Макаренко И.Н., Труханова Л.И., Филиппов Л.П.** Тепловые свойства тантала при высоких температурах // Вест. МГУ. Серия 3. Физика, астрономия. — 1970. — № 3. — С. 340–343.
9. **Поздняк Н.З., Ахметзянов К.Г.** Теплопроводность и электропроводность тантала и ниобия // Теплофизика высоких температур. — 1963. — Т. 1, № 2. — С. 316–318.
10. **Гуменюк В.С., Иванов В.Е., Лебедев В.А.** Определение тепло- и электропроводности металлов при температурах выше 1000°C // Приборы и техника эксперимента. — 1962. — № 1. — С. 185–189.
11. **Cape J.A., Lehman G.W.** Temperature and Finite Pulse-Time Effects in the Flash Method for Measuring Thermal Diffusivity // J. Appl. Phys. — 1963. — Vol. 34, No. 7. — P. 1909–1913.
12. **Blumm J., Opfermann J.** Improvement of the Mathematical Modeling of Flash Measurement // High Temp.—High Press. — 2002. — Vol. 34, No. 5. — P. 515–521.
13. **Hultgren R., Desai P.Э., Hawkins D.T., etc.** Selected values of the thermodynamic properties of elements. — Ohio: Amer. Soc. Met., 1973. — 636 p.
14. **Touloukian Y.S., Kirby R.K., Taylor R.E., etc.** Thermal expansion. Metallic elements and alloys // Thermophys. Prop. Matter., N.-Y. — 1975. — Vol. 12. — 1348 p.
15. **Schober T., Dieker C., Feenstra R.** Dilute hydrides, deuterides and tritides of V, Nb and Ta: density measurements // J. Phys. F: Met. Phys. — 1988. — Vol. 18, No. 6. — P. 1119–1125.

Статья поступила в редакцию 20 мая 2008 г.