

Метрологическое обеспечение инновационных технологий»
«Metrological Support of Innovative Technologies»
ICMSIT-II 2021

«Теплопроводность композиционных материалов в диапазоне от 7
до 80 К, применяемых в криогенной технике»

Брагин А.В., Бродников А.Ф., Вихарева Н.А., Казанцев Ф.П., Кондратьев В.И.

ICMSIT

Метрологическое обеспечение
инновационных технологий



ICMSIT

Metrological Support
of Innovative Technologies

- Композиционные материалы широко применяются в криогенной технике. Они имеют уникальные физические и эксплуатационные свойства и дают возможность изготавливать детали конструкции в процессе создания самого материала. Разработка современных композиционных материалов для нужд криогенной техники требует проведения большого числа измерений коэффициента теплопроводности материалов, который большинство производителей, как правило, не указывают. Это связано с тем, что законы «О техническом регулировании» и «О стандартизации» отменили обязательность соблюдения государственных (национальных) стандартов изготавливаемой продукции, придав им статус «добровольного применения». Тем не менее, эти законы постепенно дополняются исключениями, которые отменяют этот статус «добровольности» в нескольких наиболее ответственных сферах государственного регулирования и, в том числе, в атомной энергетике. В настоящее время, как отечественные предприятия, так и зарубежные, поставляющие на рынок различные композиционные материалы, не имеют обязательств и возможностей осуществлять выходной контроль по колоссальному числу существующих свойств, особенно в диапазоне криогенных температур. В связи с этим была создана измерительная установка, предназначенная для получения значений теплопроводности композиционных материалов. Полученные значения позволяют подтвердить или получить новые данные по температурной зависимости теплопроводности существующих и вновь создаваемых материалов.

**II МЕЖДУНАРОДНАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ
 КРАСНОЯРСК - САНКТ-ПЕТЕРБУРГ
 3-6 марта 2021**

- Современные наиболее точные методы измерений теплопроводности используют стационарные методы пластины или цилиндра. Измерительная криогенная установка, созданная в ИЯФ СО РАН основана на методе стационарного одномерного температурного поля в пластине. Для расчета теплопроводности λ использовалась классическая формула

$$\lambda = Q_0 h / (T_H - T_X) S_0, \quad (1)$$

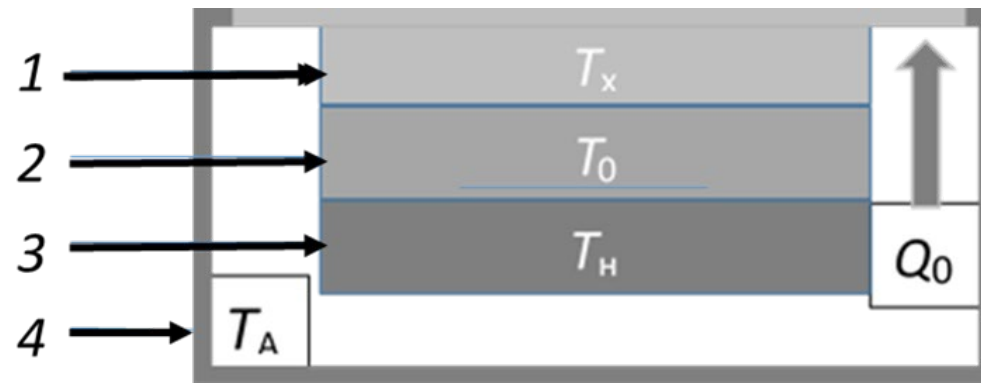


Рисунок 1. Схема метода: 1 – теплосток, 2 – исследуемый образец, 3 – нагреватель, 4 – адиабатический экран

- Образец исследуемого материала в виде плоскопараллельной пластины устанавливают между поверхностями нагревателя и теплостока. Стационарность температуры T_0 образца обеспечивают стабилизацией температуры T_x теплостока. Тепловой поток Q_0 в образце задают электрическим нагревателем с известной мощностью. Для исключения теплообмена на нижней и боковой поверхностях нагревателя используют адиабатический экран, температуру T_A которого поддерживают равной температуре T_H нагревателя. В этом случае значение теплового потока, направляемого в образец, равно мощности P_H нагревателя и уравнение (1) принимает вид

$$\bullet \lambda = P_H h / (T_H - T_x) S_0. \quad (2)$$

- Достоверность значений теплопроводности, полученных данным методом, зависит от погрешностей измерений величин, входящих в (2). При этом их главным источником является несоответствие измеренных значений мощности P_H фактическим значениям теплового потока Q_0 , обусловленное несоблюдением условий адиабатичности и стационарности. Если разность $\Delta T_{АН}$ температуры T_A адиабатического экрана и T_H нагревателя образца не равна нулю, то между ними в общем случае возникают тепловые потоки, обусловленные теплопроводностью проводов (Q_λ), конвекцией (Q_α) и тепловым излучением (Q_ϵ). При этом в образец будет направлен тепловой поток, равный

$$\bullet Q_0 = P_H \pm (Q_\lambda + Q_\alpha + Q_\epsilon) = P_H \pm (\lambda_{ПР} S_{ПР} / l + \alpha F_H + 4\epsilon \sigma T_H^3 F_H) \Delta T_{АН}, \quad (3)$$

- где P_H - мощность нагревателя образца, $\lambda_{ПР}$, $S_{ПР}$ и l - теплопроводность, площадь сечения и длина проводов, идущих от нагревателя к экрану; α и F_H - коэффициент теплообмена на открытой поверхности нагревателя и её площадь; ϵ - приведённый коэффициент черноты в системе нагреватель-экран, σ - константа Стефана-Больцмана.

- В условиях вакуума теплопроводностью остаточного газа, а также конвективной составляющей теплообмена между нагревателем и экраном можно пренебречь ($\alpha = 0$ и $P_\alpha = 0$).
- При реализации метода важно также соблюдать условие стационарности, при котором тепловой поток Q_v , поглощаемый или выделяемый при изменении средней температуры T_0 образца, пренебрежимо мал по сравнению с тепловым потоком Q_0 , идущим от нагревателя. В этом случае зависимость δ_v относительной погрешности от скорости v изменения температуры образца имеет вид:

$$\delta_v = cmv / Q_0 = c\rho\pi r^2 h v / Q_0. \quad (4)$$

- Здесь c , m , ρ , r , h – удельная теплоёмкость, масса, плотность, радиус и толщина образца. При заданном значении δ_v относительной погрешности формула (4) позволяет установить требования к стационарности температуры в зависимости от характеристик образца.

ICMSIT

Метрологическое обеспечение
инновационных технологий

ICMSIT

Metrological Support
of Innovative Technologies

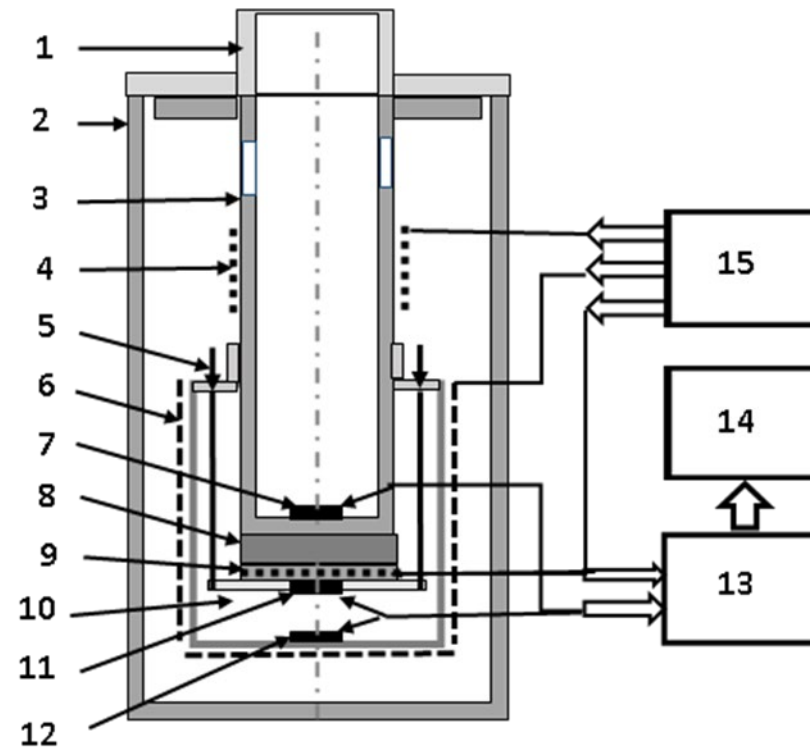


Рисунок 2. Тепловой измерительный блок установки: 1 – фланец, 2 – вакуумная камера, 3 – теплосток, 4 –нагреватель теплостока, 5 –тяга, 6 –адиабатический экран с нагревателем, 7 – датчик температуры теплостока, 8 –образец, 9 – основной нагреватель, 10 – прижимной упор, 11 –датчик температуры нагревателя, 12 –датчик температуры адиабатического экрана, 13 – многоканальный мультиметр, 14 –компьютер, 15 – источник питания

• Расчет погрешности измерений на такой установке в диапазоне теплопроводности от 0,05 до 5 Вт/(м · К) и значений температуры от 7 до 80 К при условии, что температура адиабатического экрана отличается от температуры нагревателя не более, чем на 0,02 К, а нестабильность температуры образца в течение 30 минут не превышает 0,05 К, показывает, что её значение составляет менее 5 %. Исследования погрешности установки с помощью стандартных образцов теплопроводности из кварцевого стекла марки КВ и оргстекла (ПММА) диаметром 30 мм и толщиной 10 мм подтвердили результат расчета. Полученная оценка погрешности соответствует требованиям ГОСТ 8.511-84 (ГСИ. Государственный специальный эталон и государственная поверочная схема для средств измерений теплопроводности твердых тел в диапазоне температур от 4,2 до 90 К.), предъявляемым к средствам измерений теплопроводности в указанном диапазоне температур.

Таблица 1

№	Материал образца	Теплопроводность, Вт/(м·К)	
		7К	80К
1	Эд20/BN	0,082	0,562
2	Эд20/TUBALL	0,073	0,157
3	Эд20/Gd ₂ O ₃	0,057	0,225
4	Эд20	0,083	0,157
5	Эд20/Gd ₂ O ₂ S	0,118	0,676
6	Эд20/Al ₂ O ₃	0,051	0,296
7	РЕЕК	0,021	0,175
8	ЦСП (Китай)	0,078	0,335
9	ЦСП (Россия)	0,068	0,303

- При помощи измерительной установки проведены исследования температурной зависимости теплопроводности ряда конструкционных материалов, используемых при изготовлении сверхпроводящих магнитов, на основе окиси алюминия (Al₂O₃), нитрида бора (BN), окисульфида гадолиния (Gd₂O₂S), оксида гадолиния (Gd₂O₃), одностенных углеродных нанотрубок (состав: TUBALL 78%, металлические примеси 12%), смолы без наполнителя (Эд-20). Измерялись материалы РЕЕК (Полиэфирэфиркетон) и цилиндрические стеклопластики (ЦСП). Последние являются многослойным композитным материалом на основе эпоксидной/эфирной смолы, стекловолокна и стеклоткани от отечественных производителей и КНР. Результаты измерений приведены в таблице 1.

- Результаты, полученные при проведении ряда измерений, являются основой для разработки технологии изготовления новых композиционных материалов при проектировании сверхпроводящих магнитов и других объектов криогенной техники с заданными значениями теплопроводности и характером её температурной зависимости в области криогенных температур. Полученные значения играют важную роль при проектировании современных криогенных и сверхпроводящих устройств. Созданная для этой цели измерительная установка позволяет, кроме этого, осуществлять входной контроль соответствия данных по теплопроводности материалов, поступающих от фирм-изготовителей, её фактическим значениям.



Контакты

Бродников Александр Федорович

ИЯФ СО РАН

E-mail: A.F.Brodnikov@inp.nsk.su

II МЕЖДУНАРОДНАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ
КРАСНОЯРСК - САНКТ-ПЕТЕРБУРГ
3-6 марта 2021

Метрологическое обеспечение инновационных
технологий» - «Metrological Support of Innovative
Technologies» - ICMSIT-II 2021