

УДК 536.21.+661.665.1+546.28

ТЕПЛОПРОВОДНОСТЬ СИЛИЦИРОВАННОГО КАРБИДА КРЕМНИЯ ПРИ 1400–2200 К

© 2019 г. А. В. Костановский¹, *, М. Г. Зеодинов¹, М. Е. Костановская¹, А. А. Пронкин¹¹Объединенный институт высоких температур РАН, Москва, Россия

*E-mail: Kostanovskiy@gmail.com

Поступило в редакцию 29.12.2017 г.

После доработки 05.03.2018 г.

Принято к печати 13.03.2018 г.

Представлены результаты экспериментального исследования теплопроводности силицированного карбида кремния в диапазоне температур 1400–2200 К.

DOI: 10.1134/S0040364419010150

ВВЕДЕНИЕ

Силицированный карбид кремния является высокотемпературным материалом. Он производится в России и используется, как правило, при изготовлении нагревателей, работающих на воздухе при температурах $T = 300$ – 1400 К. В инертной среде силицированный SiC может работать и при более высоких температурах. Исследования теплопроводности SiC проводились в середине прошлого века, и полученные результаты существенно отличаются друг от друга. Теплопроводность силицированного SiC в широком диапазоне температур, по-видимому, не изучалась.

Целью данной работы является определение теплопроводности силицированного SiC в интервале $T = 1400$ – 2200 К. Данная задача решается стационарным методом двух цилиндров, использованным ранее для изучения теплопроводности графита марки DE-24 [1].

ЭКСПЕРИМЕНТ

Кратко представим основные особенности методики и экспериментальной реализации метода двух цилиндров. Исходное одномерное дифференциальное уравнение теплопроводности в цилиндрических координатах в предположении постоянных свойств материала и постоянной объемной мощности внутренних источников теплоты q_v имеет вид

$$k \left(\frac{\partial^2 T}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T}{\partial r} \right) + q_v = 0, \quad (1)$$

где k – коэффициент теплопроводности, r – текущий радиус. Аналитическое решение уравнения (1) для случая, когда теплота отводится через наружную поверхность цилиндра, записывается следующим образом:

$$T = T_2 + \frac{q_v r_2^2}{4k} \left[1 + \left(\frac{r_1}{r_2} \right)^2 2 \ln \left(\frac{r}{r_2} \right) - \left(\frac{r}{r_2} \right)^2 \right]. \quad (2)$$

Здесь r_1 и r_2 – радиусы внутренней и внешней поверхностей соответственно. Если удельные тепловые потоки с поверхности двух образцов имеют одинаковое значение $(q_{r2})_1 = (q_{r2})_2 = q_s$, то равны и температуры этих поверхностей $(T_{r2})_1 = (T_{r2})_2 = T_s$ ($r_2 = \text{idem}$). Тогда может быть найден перепад температур на первом и втором ΔT_i ($i = 1, 2$) образцах:

$$\Delta T_i = (T_{r1})_i - (T_{r2})_i = (q_s/k) A_i, \quad (3)$$

где A_i – геометрические коэффициенты

$$A_i = (r_2)_i \left[1 - \frac{2(r_1)_i^2}{(r_2)_i^2 - (r_1)_i^2} \ln(r_2/r_1)_i \right].$$

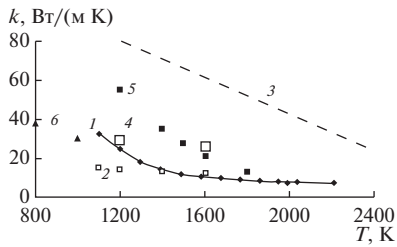
Решая систему уравнений (2) и (3), можно найти коэффициент теплопроводности и значение температуры на внешней поверхности образцов T_{r2} :

$$k = \frac{q_s (A_1 - A_2)}{(T_{r1})_1 - (T_{r1})_2}, \quad (4)$$

$$(T_{r2})_i = (T_{r1})_i - (q_s/k) A_i.$$

Обработка экспериментальных данных сводится к построению кривых $q_s = f(T_{r1})$ для двух образцов. При одинаковых значениях плотностей теплового потока $(q_{r2})_1 = (q_{r2})_2 = q_s$ можно определить температуры $(T_{r1})_1$ и $(T_{r1})_2$ и по формулам (4) рассчитать k и T_{r2} .

Экспериментальные образцы силицированного карбида кремния чистотой не менее 98% представляли собой полые цилиндрические трубки длиной 33.5 мм и диаметрами $D/d = 8.2/3.5$ мм (образец № 1), 8.2/3.84 (№ 2). Предварительные



Зависимости теплопроводности карбида кремния от температуры, построенные по различным данным: 1 — силицированный SiC, 2 — SiC [6], 3 — SiC [7], 4 — SiC [8], 5 — SiC [9], 6 — Si [9].

эксперименты позволили определить длину изотермического участка, в центре которого было изготовлено отверстие диаметром 1.1 мм и длиной, равной толщине цилиндра. Данное отверстие и внутренняя полость цилиндра служили моделью абсолютно черного тела (АЧТ), которая использовалась для определения температуры внутренней поверхности цилиндра. На торцах полого цилиндра были установлены заглушки с целью повышения степени совершенства модели АЧТ. Температура модели измерялась через окно камеры автоматическим микропирометром с диаметром пятна визирования 0.3 мм, работающим на длине волны 0.65 мкм. Для определения действительной температуры внутренней поверхности цилиндра вводились поправки на поглощение в стекле окна камеры и на совершенство геометрических размеров модели АЧТ. Поправка на степень совершенства модели АЧТ составила 1.5% при $T = 2200$ К и была получена на основе решения [2], в котором модель рассматривается как изотермическая трубка с отверстием в центре боковой поверхности. Определяющая температура принята равной среднеарифметическому значению температур внутренней и внешней поверхностей образца № 2.

Принципиальная схема установки включает в себя камеру, газовакуумную и диагностическую системы. Образец закреплялся горизонтально между токоподводами. Камера заполнялась аргоном высокой чистоты до давления 0.1–0.15 МПа. Образец нагревался постоянным электрическим током. Эксперимент проводился в режиме пошагового увеличения подводимой к образцу мощности и с выдержкой до наступления стационарного режима. Для измерения падения напряжения на изотермическом участке были использованы два “точечных” зонда, описание конструкции которых приведено в [3]. Расстояние между центрами зондов составило $l_{pr} = 9.48$ мм для образца № 1 и $l_{pr} = 9.11$ мм для № 2. При расчете плотности теплового потока вводились поправки на увеличение $r_2 + \Delta r_2(T)$ и расстояния между зондами $l_{pr} + \Delta l_{pr}(T)$ в результате нагрева. Температурная зависимость

относительного удлинения изучаемого силицированного SiC была получена ранее [4]. Оценка выполнения одномерного приближения для поля температур экспериментального участка проводилась по выражению $l_{pr}/R_v \gg 1$, где R_v — обобщенный радиус сплошного цилиндра, который находится как отношение объема между зондами к соответствующей площади поверхности полого цилиндра [5]. Оценка показала, что $l_{pr}/R_v = 9.48/(2 \times 0.94) = 5.0$ для образца № 1 и $l_{pr}/R_v = 5.2$ для № 2. Длина изотермического участка больше расстояния l_{pr} , поэтому можно предположить, что одномерное приближение для поля температуры при проведении экспериментов на обоих образцах выполняется.

РЕЗУЛЬТАТЫ

Результаты определения коэффициента теплопроводности силицированного SiC методом двух цилиндров представлены на рисунке. Для сравнения на рисунке приведены данные для несилицированного SiC. Силицированный карбид кремния и SiC имеют падающую температурную зависимость теплопроводности. При 1400 К значения k силицированного SiC близки к результатам работы [9], но значительно превышают данные [6]. При повышении температуры в диапазоне 1600–2200 К величины k практически совпадают с результатами [6]. Теоретическая работа [7] позволила обосновать механизм теплопроводности SiC решеточной составляющей — рассеянием фононов на фононах. Несмотря на то что значения k в [7] превышают экспериментальные значения, температурная зависимость оказывается правильной.

После экспериментов было проведено изучение рентгеновских дифракционных спектров на установке ДРОН-2 двух поперечных сечений образца до и после нагрева. Все спектры показали дифракционные линии, принадлежащие SiC и свободному кремнию. Максимальное содержание свободного кремния до нагрева составляло 45 об. % и после эксперимента уменьшилось до 35 об. %. Эти результаты показывают, что количество свободного кремния в изучаемом материале даже после эксперимента было достаточно высоким.

На рисунке приведены данные теплопроводности кремния, которые позволяют предположить, что свободный кремний может приводить к повышению теплопроводности силицированного SiC по сравнению с “чистым” SiC. Тот факт, что после эксперимента доля свободного кремния в образцах силицированного карбида кремния уменьшается, может объяснить более резкую падающую зависимость $k(T)$ изучаемого материала, чем у образцов “чистого” SiC, и зависимость, полученную теоретически [7]. Суммарная не-

определенность значений k составляет ~14% при 1400 К и понижается до ~11% при 2200 К.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Экспериментальные результаты о теплопроводности силицированного карбида кремния отечественного производства в области температур 1400–2200 К получены, по-видимому, впервые. Данные по теплопроводности могут быть полезными при проектировании изделий из силицированного карбида кремния отечественного производства.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант № 15-08-06279).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Костановский А.В., Зеодинов М.Г., Костановская М.Е.* Теплопроводность и излучательная способность графита DE-24 при температурах 2300–3000 К // Изм. техн. 2010. № 12. С. 38.
2. *Латыев Л.Н., Петров В.А., Чеховской В.Я., Шестаков Е.Н.* Излучательные свойства твердых материалов. Спр. / Под ред. Шейндлина А.Е. М.: Энергия, 1974. 472 с.
3. *Костановский А.В., Зеодинов М.Г., Костановская М.Е., Пронкин А.А.* Удельное электрическое сопротивление силицированного карбида кремния // ТВТ. 2018. Т. 56. № 5. С. 841.
4. *Костановский А.В., Зеодинов М.Г., Костановская М.Е., Пронкин А.А.* Относительное удлинение силицированного карбида кремния при температурах 1150–2500 К // ТВТ. 2018. Т. 56. № 2. С. 310.
5. *Лыков А.В.* Теория теплопроводности. М.: Высшая школа, 1967. 599 с.
6. *Чиркин В.С.* Теплофизические свойства материалов ядерной техники. М.: Атомиздат, 1968. 484 с.
7. *Парфенова И.И., Таиров Ю.М., Цветков В.Ф.* Теплопроводность карбида кремния в области температур 300–3000 К // Физика и техника полупроводников. 1990. Т. 24. № 1. С. 258.
8. *Munro R.G.* Material Properties of a Sintered α -SiC // J. Phys. Chem. 1997. V. 26. № 5. P. 1195.
9. Thermophysical Properties of High Temperature Solid Materies / Ed. Touloukian Y.S. N.Y.–London: Collier–Macmillan Ltd., 1967. V. 5. 687 p.