

УДК 537.311.3

УДЕЛЬНОЕ ЭЛЕКТРИЧЕСКОЕ СОПРОТИВЛЕНИЕ ϵ -ПОВЕРХНОСТИ ПИРОГРАФИТА УПВ-1 В ОБЛАСТИ ТЕМПЕРАТУР 2200–3200 К

© 2020 г. А. В. Костановский¹, *, М. Г. Зеодинов¹, М. Е. Костановская¹, А. А. Пронкин¹¹ФГБУН Объединенный институт высоких температур РАН, Москва, Россия

*E-mail: Kostanovskiy@gmail.com

Поступило в редакцию 02.06.2019 г.

После доработки 02.06.2019 г.

Принято к публикации 22.10.2019 г.

Представлены результаты экспериментального исследования удельного электрического сопротивления пиролитического графита марки УПВ-1 в направлении, перпендикулярном поверхности осаждения при температурах 2200–3200 К.

DOI: 10.31857/S004036442001010X

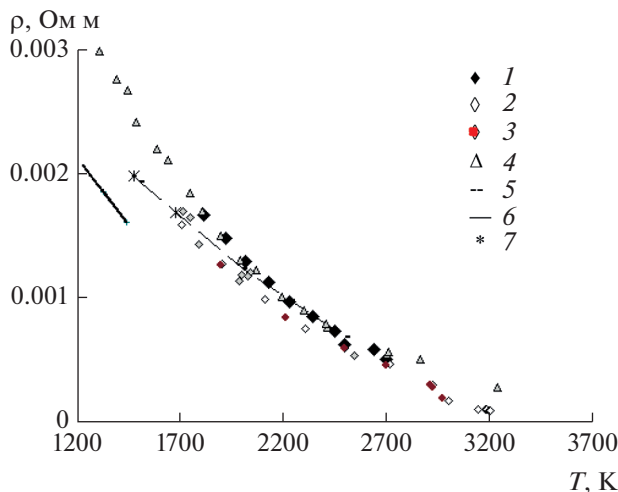
ВВЕДЕНИЕ

Для пиролитического графита (ПГ) характерна резко выраженная анизотропия тепловых и электрических свойств. Удельное электрическое сопротивление ρ ПГ в параллельном и перпендикулярном направлениях относительно плоскости осаждения определено в работе [1] в области температур $T = 500\text{--}1700$ К. Зависимость $\rho(T)$ отечественных марок ПГ УПВ-1 и УПВ-1Т приведена в справочном издании [2] и ограничена максимальным значением температуры 2500 К. Целью данного исследования является изучение удельного электрического сопротивления в направлении ϵ -плоскости осаждения $\rho^\epsilon(T)$ ПГ марки УПВ-1 при $T = 2200\text{--}3200$ К.

ЭКСПЕРИМЕНТ

Образцы ПГ УПВ-1 изготовлены в АО «НИИГрафит» методом термического разложения газообразных углеводородов и осаждения углерода на нагретую поверхность. Исследовались образцы плотностью 2.15 г/см³. В [1] показано, что плотность ПГ возрастает при увеличении температуры подложки, на которой проводится осаждение материала. Указанная плотность ПГ соответствует температуре подложки $T \approx 2100$ К. Образец представлял собой пять последовательно присоединенных друг к другу полых цилиндров диаметрами $D/d = 10.96/3.1$ мм и длиной 6.0 мм каждый. Ось цилиндров совпадала с ϵ -направлением ПГ. Торцевые поверхности каждого цилиндра составляли угол 60° с продольной осью цилиндра. К торцевым плоскостям боковых цилиндров плотно примыкали две втулки в форме полого цилиндра с $D/d = 11/3$ мм и длиной 23 мм, выполненные из графита марки МПГ-7, которые закреплялись в цанговых зажимах. Таким обра-

зом, экспериментальный образец общей длиной 76 мм представлял собой сборку из ПГ длиной 30 мм с высоким электрическим сопротивлением и двух втулок из графита с низким сопротивлением. Предварительные эксперименты проводились с целью определения длины изотермического участка образца. Указанный вариант сборки позволил получать в центральной части образца изотермический участок длиной не менее 16 мм. В центре изотермического участка перпендикулярно оси центрального кольца изготовлено отверстие диаметром 0.5 мм и длиной, равной толщине стенки цилиндра. Данное отверстие и внутренняя полость экспериментального образца имитировали модель абсолютно черного тела (АЧТ). Температура внутренней поверхности цилиндра с использованием модели АЧТ измерялась через окно камеры оптическим автоматическим микропирометром с диаметром пятна визирования 0.3 мм, который работал на длине волны 0.65 мкм. Для определения действительной температуры вводилась поправка на поглощение в стекле окна камеры. При оценке степени совершенства модели АЧТ не учитывалась часть поверхности модели, образованная отверстием, просверленным перпендикулярно оси цилиндра, так как из-за высокой теплопроводности ПГ параллельно оси осаждения ($\lambda = 250\text{--}100$ Вт/(м К) [2]) перепад температуры по радиусу образца был незначительным. Степень совершенства модели АЧТ оценивалась с использованием решения [3], при этом внутренняя поверхность образца рассматривалась как изотермическая трубчатая модель с открытыми концами и отверстием в центре боковой поверхности с диффузным отражением стенок и отношением длины к радиусу $l/r = 30/1.55 = 19.35 \approx 20$. Нормальная эффективная



Зависимость удельного электрического сопротивления c -поверхности ПГ УПВ-1 от температуры: 1–3 – предварительно отожженный образец, 4 – образец без отжига, 5 – УПВ-1 [2], 6 – [1], 7 – [7].

излучательная способность данной модели равна 0.997.

В двух кольцах, прилегающих к центральному кольцу, в центре боковой поверхности перпендикулярно продольной оси просверлены два отверстия диаметром 0.5 мм. Данные отверстия использовались для крепления точечных потенциальных зондов – проволочки из вольфрама диаметром 0.138 мм. Один конец проволочки трижды складывался и вставлялся жесткой осадкой в отверстие для зонда, другой конец проволочки выводился через окно камеры.

Принципиальная схема установки включает в себя камеру, газовакуумную и диагностическую системы [4]. Внутри камеры расположены токоподводы, которые охлаждаются водой. Образец закреплялся горизонтально между токоподводами. Камера заполнялась аргоном высокой чистоты, давление составляло 0.1–0.15 МПа. Нагрев образца осуществлялся постоянным электрическим током. Скорость изменения температуры в режимах нагрева и охлаждения не превышала 1 К/с. В процессе эксперимента использовалась специальная программа, которая контролировала подводимую к образцу мощность [5, 6]. Эксперимент проводился в стационарном тепловом режиме, время выдержки составляло ~5 мин. В процессе эксперимента измерялись температуры внутренней и внешней поверхностей образца на изотермическом участке, сила тока I и падение напряжения U на длине между зондами. Сигналы выводились на персональный компьютер с помощью LCard-780. Действительное значение температуры внешней поверхности образца определялось с использованием закона Вина, измерений яркостной температуры и справочных данных о

нормальной спектральной излучательной способности c -поверхности ПГ [3]. Среднеарифметическое значение действительных значений температуры внутренней и внешней поверхностей было принято за температуру отнесения для удельного электрического сопротивления, которое определялось по формуле

$$\rho^c = \frac{\pi U(D^2 - d^2)}{4I l_{pr}},$$

где D и d – внешний и внутренний диаметры образцов ПГ, l_{pr} – расстояние между зондами. Поправка на зависимость линейных размеров l_{pr} от температуры не вводилась, так как образец был достаточно жестко зажат между токоподводами и не имел возможности для свободного удлинения. Поправка на увеличение площади сечения ($D^2 - d^2$) в результате линейного термического расширения не превышала 2% при 2500 К и не могла быть распространена на область более высоких температур по данным [2]. Поправка на испарение материала за время эксперимента (6600 с) не превышала 1.5%, оценка выполнена по скорости уноса графита в среде азота при 2350 К, которая, согласно [2], имеет порядок $m \sim 5 \times 10^{-6}$ г/(см² с) (в аргоне m неизвестна). Влияние термического увеличения D , d и испарения материала возрастало при повышении T , но воздействие данных эффектов частично взаимно компенсировалось. Полученные в режиме нагрева результаты $\rho^c(T)$ приведены на рисунке. При возрастании температуры от 1500 до 3000 К ρ^c ПГ уменьшается примерно в десять раз. Температурная зависимость удельного электрического сопротивления ПГ марки УПВ-1 [2] качественно и количественно совпадает с результатами настоящей работы, но ограничена значением определяющей температуры $T = 2500$ К. Данные ρ^c , полученные на материале, который не был подвергнут предварительному отжигу, оказываются выше температурной кривой $\rho^c(T)$ работы [2] (рисунок), причем отличие тем сильнее, чем ниже температура. Однако авторские данные ρ^c , полученные на материале, который предварительно был отожжен при $T = 2500$ К, и результаты работы [2] совпадают. Отметим, что значения ρ^c ПГ марки УПВ-1 в диапазоне температур 2500–3200 К получены впервые. Сравнение с результатами исследования ρ^c ПГ импортного производства [1, 7] также приведено на рисунке, однако температурный диапазон не превышает 1450 К [1] и 1670 К [7].

Сравнение значений ρ для a -поверхности и c -поверхности показывает, что при 1500 К отношение $\rho^c/\rho^a = 1950 \times 10^{-6}/3 \times 10^{-6}$ Ом м = 650, при 2500 К – $700 \times 10^{-6}/4 \times 10^{-6} = 175$ и при 3200 К – $111 \times 10^{-6}/4.58 \times 10^{-6} = 24.3$ (данные ρ^a при 3200 К получены экстраполяцией результатов работы [2]). Следовательно, искусственно созданная анизотропия

тропия свойств ПГ уменьшается с ростом температуры и, по-видимому, нивелируется при приближении к температуре плавления графита.

Оценка расширенной суммарной неопределенности удельного электрического сопротивления проводилась для двух значений определяющей температуры с коэффициентом охвата $k_p = 2$. При $T = 1700$ К $\rho^c = 1.86 \times 10^{-3} \pm 0.045 \times 10^{-3}$ Ом м (нормальное распределение) и при $T = 3000$ К $\rho^c = 1.91 \times 10^{-4} \pm 0.12 \times 10^{-4}$ Ом м. Бюджет неопределенности показал, что при низких значениях T наибольший вклад в неопределенность вносит расстояние между зондами $U(I_{gr}) \sim 70\%$. Диаметр зондов также может влиять на точность определения ρ^c . В данной работе диаметр зондов составлял 0.138 мм, в [2] – 0.5 мм. Кроме того, исследования, выполненные на полых цилиндрах, позволяют уменьшить влияние радиальных градиентов температуры. В работе [2] исследования проводились на сплошных цилиндрах диаметром $D_{[2]} = 15$ мм, что, по оценкам [8], при $T = 2500$ К соответствует перепаду температуры по радиусу $\Delta T \approx \epsilon \sigma T^4 D_{[2]} / 4\lambda \approx 145$ К ($\epsilon = 0.92$ – интегральная полусферическая излучательная способность s -поверхности ПГ [9], $\sigma = 5.67 \times 10^{-8}$ Вт/(м² К⁴), $T = 2500$ К – действительная температура поверхности, $\lambda = 100$ Вт/(м К) – теплопроводность a -поверхности. В данной работе эксперимент показал $\Delta T \approx 30$ К.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Приведены результаты исследования удельного электрического сопротивления ПГ марки УПВ-1, измеренные в направлении s -поверхности. Показано, что удельное электрическое со-

противление уменьшается более чем на порядок в диапазоне изменения температуры от 1500 до 3200 К. Диапазон определяющей температуры расширен в область более высоких значений на 700 К.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Klein C.A. Electrical Properties of Pyrolytic Graphites // Rev. Modern Phys. 1962. V. 14. № 1. P. 56.
2. Свойства конструкционных материалов на основе углерода. Спр. / Под ред. Соседова В.П. М.: Металлургия, 1975. 333 с.
3. 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.
4. Костановский А.В., Зеодинов М.Г., Костановская М.Е., Пронкин А.А. Изучение стабильности относительного удлинения графита марки DE-24 при циклических термических нагрузках // ТВТ. 2015. Т. 53. № 1. С. 54.
5. Костановский А.В., Зеодинов М.Г., Костановская М.Е., Пронкин А.А. Удельное электрическое сопротивление силицированного карбида кремния // ТВТ. 2018. Т. 56. № 5. С. 824.
6. Костановский А.В., Пронкин А.А., Зеодинов М.Г., Костановская М.Е. Особенности омического нагрева силицированного карбида кремния при измерении удельного электрического сопротивления в области высоких температур // Приборы. 2018. № 6. С. 26.
7. Pappis J., Blum S.L. Properties of Pyrolytic Graphite // J. Amer. Ceram. Soc. 1961. V. 44. № 12. P. 592.
8. Исаченко В.А., Осипова В.А., Сукомел А.С. Теплопередача. М.: Энергия, 1975. 484 с.
9. Чеховской В.Я., Петров В.А., Петрова И.И., Люкшин Е.Н. Экспериментальное определение излучательной способности пиролитического графита // ТВТ. 1970. Т. 8. № 6. С. 1204.