

Экспериментальное определение теплопроводности композиционных материалов в широком диапазоне значений при комнатной температуре

© А.Н. Чистов, М.Ю. Кладов, И.Б. Пронин, А.С. Смирнов

АО «Композит», г. Королёв, 141070, Россия

Рассмотрена задача по определению важного показателя для теплообмена — теплопроводности — в образцах композиционных материалов наименьших размеров (актуально для опытных партий материала или в случаях ограниченного количества материала). Большинство распространенных методик определения теплопроводности предполагают наличие образцов относительно больших размеров. Для измерения теплопроводности на малогабаритных образцах представлен модернизированный прибор настольного исполнения, в котором используется относительный метод продольного теплового потока, заключающийся в сравнительном измерении образца, находящегося между нагревателем и эталоном, в стационарном тепловом режиме. Определение теплопроводности проводится в широком диапазоне значений при температуре, близкой к комнатной. Детально описывается конструкция прибора, перечислены требования к образцам, объясняются особенности калибровки и методика измерений. Проводится анализ результатов измерений ряда композиционных материалов, а также материалов с хорошо изученными свойствами. Погрешность определения теплопроводности на модернизированном приборе не превышает нескольких процентов.

Ключевые слова: теплопроводность, композиционные материалы, определение теплопроводности, тепловая ячейка, температура, термопары

Введение. При промышленном производстве изделий из композиционных материалов больших габаритов, особенно из материалов сложной композиции, практически невозможно получить идентичность свойств материала в различных его узлах, а часто и в одном и том же узле, но в разных его частях вследствие особенностей технологического процесса. К таким особенностям относятся:

- перетекание смолы в процессе отверждения, приводящее к увеличению ее содержания в нижних зонах деталей;
- неравномерность обжата, вызывающая неоднородность материала по плотности в разных его областях.

В результате характеристики материала в различных узлах изделия могут заметно отличаться по величине, а также от свойств, определяемых на специально изготовленных образцах.

Для проведения корректных расчетов тепловых режимов изделия необходимо надежно определить теплофизические параметры материала в различных его частях. Для решения задач теплообмена часто

требуется знать теплопроводность материала. Кроме того, в настоящее время появилось большое количество новых композиционных материалов, теплопроводность которых необходимо измерять. Поэтому весьма важной задачей является экспериментальное определение теплопроводности композиционных материалов на малых образцах, которые можно взять в том числе и непосредственно с изделия.

Решение этой задачи осложняется тем, что в ряде распространенных методик измерения теплопроводности [1–5] требуется применение образцов относительно больших габаритов, которые зачастую не могут быть вырезаны из реального изделия.

При испытании по методу плоского теплового импульса (метод Паркера) малогабаритных образцов (диаметр 10 мм, высота 1,5 мм) полимерных композиционных материалов с тонкодисперсным наполнителем отмечается заметное расхождение результатов по теплопроводности до 15 % относительно данных, полученных стационарным методом на образцах (диаметр 30 мм, высота 15 мм), изготовленных из тех же материалов [6].

Авторами работы [7] предлагается методика измерения теплопроводности широкого класса твердых композиционных материалов на образцах диаметром 25,4 мм стационарным методом. В этом случае для исключения влияния контактного термического сопротивления применяется методика измерения двух образцов разной высоты (метод «двух толщин»). Для проведения корректных измерений по этому методу требуется два образца исследуемого материала, различающихся по высоте обычно минимум в два раза. Это обстоятельство в условиях испытания опытных партий материалов часто не позволяет изготовить требуемое количество образцов для серии измерений.

Цель работы — модернизация прибора А-26 для измерения теплопроводности твердых композиционных материалов в расширенном диапазоне значений на образцах малых размеров.

Для решения этой задачи авторами настоящей статьи успешно применяется стационарный относительный метод определения теплопроводности на образцах малых размеров (диаметр 12 мм, толщина 4 мм или 20 мм). Такие образцы можно вырезать из любого узла изделия, толщина их достаточна для точной оценки свойств грубодисперсных материалов.

Описание прибора и метода. Измерение теплопроводности в широком диапазоне значений проводится на модернизированном приборе А-26. В настольном исполнении оригинальный прибор для измерения теплопроводности, разработанный во ВНИИМ им. Д.И. Менделеева, обеспечивает измерение теплопроводности твердых теплоизоляционных материалов в диапазоне от 0,1 до 2,5 Вт/(м·К) с погрешностью 5 % при комнатной температуре [8]. Потребность в модернизации прибора возникла в процессе решения задачи по измерению тепло-

проводности разрабатываемых конструкционных материалов. Кроме того, оригинальный прибор имел ряд следующих недостатков:

- длительное время установления стационарного режима;
- нестабильная работа вследствие превышения ресурса компонентов блока обработки данных;
- неудовлетворительная работа встроенного блока питания.

Для предприятий, занимающихся изготовлением и внедрением новых материалов, потребность в приборе, который имел бы расширенный диапазон измерения теплопроводности и был предназначен для массовых измерений, представляет значительный интерес.

В модернизированном приборе, так же как и в оригинальном, для определения теплопроводности используется относительный метод продольного теплового потока [9], заключающийся в сравнительном измерении образца, находящегося между нагревателем и эталоном, в стационарном тепловом режиме. В качестве эталона используется стандартный образец из стали 12Х18Н10Т, постоянно находящийся в теплоотводящем блоке прибора.

Общая блок-схема модернизированного прибора показана на рис. 1; прибор также имеет настольное исполнение. Схема блока установки образца приведена на рис. 2.

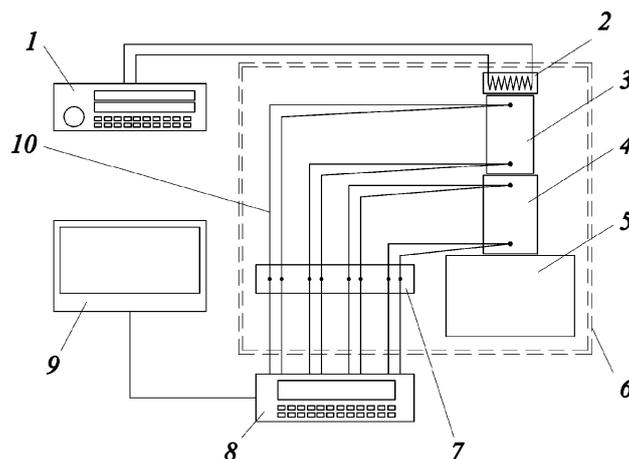


Рис. 1. Блок-схема модернизированного прибора А-26 для измерения теплопроводности твердых материалов: 1 — источник питания; 2 — нагреватель; 3 — образец; 4 — эталон; 5 — теплоотводящий блок; 6 — теплоизолирующий кожух; 7 — блок холодных спаев термопар; 8 — цифровой вольтметр; 9 — компьютер; 10 — термопара

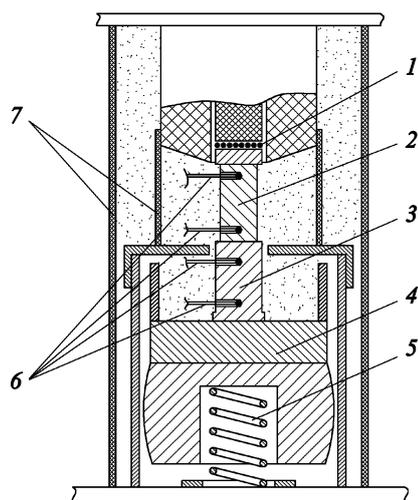


Рис. 2. Блок установки образца:

1 — нагреватель; 2 — образец; 3 — эталон;
4 — теплоотводящий блок; 5 — пружина;
6 — термопары; 7 — защитные экраны

Узел нагревателя собран в едином корпусе из оргстекла и включает в себя:

- постоянное тепловое сопротивление, выполненное из твердого пенопласта;
- нагреватель (представляет собой диск из красной меди, на одну сторону которого по спирали уложен и закреплен нихромовый провод в изоляции) для создания теплового потока, направленного сверху вниз через верхний торец образца.

Питание нагревателя осуществляется от программируемого стабилизированного линейного источника постоянного тока АКИП-1113. Контроль напряжения в цепи нагревателя выполняется встроенным в источник питания вольтметром 5,5 разряда, подключенного к персональному компьютеру по интерфейсу RS-232 через COM-порт. Управление работой источника производится с помощью фирменного программного обеспечения PV6800.

Для измерения температуры образца и эталона используются термопары хромель-копель с диаметром термоэлектродов 0,2 мм. Термопары имеют индивидуальную градуировку в диапазоне от 20 до 100 °С. Для измерения электродвижущей силы (ЭДС) термопар используется цифровой вольтметр АКИП В7-78/1 с установленной платой 10-канального сканера. С его помощью производят регистрацию показаний термопар, установленных в образце и эталоне. Передача данных с вольтметра на жесткий диск персонального компьютера под управлением Windows осуществляется по шине USB с помощью специального программного обеспечения. Защита цепи питания цифрового вольтметра и источника постоянного тока прибора производится с помощью сетевого фильтра.

Измерение теплопроводности при комнатной температуре позволяет проводить измерения с небольшим перегревом образца относительно окружающей среды. При этом эффективную теплозащиту образца и эталона обеспечивают с помощью синтетического войлока с теплопроводностью $0,05 \text{ Вт}/(\text{м}\cdot\text{К})$ (при температуре $25 \text{ }^\circ\text{C}$), которым плотно укрывают их боковые поверхности.

Для калибровки прибора используют образцы из материалов с хорошо изученными свойствами: оргстекло, кварцевое стекло КВ, нержавеющая сталь 12Х18Н10Т, а также образец из молибденового сплава ВМ-1.

Образец для испытаний представляет собой цилиндр диаметром $12,0 \pm 0,1 \text{ мм}$. Высота цилиндра определяется исходя из предполагаемой теплопроводности материала образца. Для материалов с теплопроводностью от $0,2$ до $15,2 \text{ Вт}/(\text{м}\cdot\text{К})$ используют образцы высотой $4 \pm 0,1 \text{ мм}$. Для материалов с более высоким значением теплопроводности от $15,2$ до $133,0 \text{ Вт}/(\text{м}\cdot\text{К})$ — образцы высотой $20 \pm 0,1 \text{ мм}$. Отклонения от плоскопараллельности поверхностей образца не должны превышать $0,05 \text{ мм}$. До шероховатости не ниже $R_z = 0,63$, должны притираться плоские поверхности образцов, фаски на кромках не допускаются. Однако на практике в случае испытания грубодисперсных материалов этого показателя достичь не удастся. Поэтому для снижения влияния контактного теплового сопротивления на измеряемую величину применяют теплопроводную пасту Arctic MX-4.

В связи с тем что при установке образца технологически трудно добиться плоскопараллельности поверхностей нагревателя и эталона, а также для устранения возможной непараллельности плоскостей образца узел теплоотводящего блока снабжен шарниром-полусферой, который позволяет установить образец между нагревателем холодильником без зазоров.

Для создания идентичных условий при калибровке и измерениях блок установки образца снабжен пружиной, которая позволяет фиксировать образец между теплоотводящим блоком и нагревателем с постоянным усилием до $1,5 \text{ кг}$. Уровень фиксации обозначен риской на блоке.

В корпусе прибора размещены коммутационные провода и массивный блок холодных спаев термопар, выполненный из меди. Температура блока измеряется в течение всего времени эксперимента с помощью платинового термометра сопротивления, подключенного по четырехпроводной схеме с питанием от аккумулятора.

Прибор установлен в теплоизолирующий кожух, представляющий собой разъемный ящик, изготовленный из пенополистирола, толщина стенок которого составляет 30 мм . На внешнюю поверхность стенок кожуха нанесено защитное полимерное покрытие. Верхняя часть его свободно снимается. Установка производится на

нижнюю часть кожуха через резиновые лабиринтные уплотнения. Во время проведения эксперимента верхняя часть кожуха поджимается к основанию грузом массой 1,0 кг.

В нижней части кожуха установлен термометр сопротивления, работающий от аккумулятора. С его помощью контролируют температуру внутренней стенки кожуха в течение всего времени эксперимента.

Температуру и влажность лабораторного воздуха в непосредственной близости от прибора проверяют с помощью комбинированного регистратора Testo 174Н. Эти данные затем могут быть переданы для последующего анализа на жесткий диск ноутбука по интерфейсу USB с помощью программного обеспечения Comfort Software. Величину атмосферного давления измеряют настольным барометром БАММ-1.

Обработка результатов измерений, полученных от вольтметра с учетом размеров образца, его массы, коэффициентов соответствующей калибровочной кривой, и расчет теплопроводности производится в специально разработанном на языке Visual Basic приложении А-26. Вид главного окна приложения А-26 показан на рис. 3.

Теплопроводность определяется путем обработки результатов измерений габаритных размеров и перепадов температур в образце и эталоне.

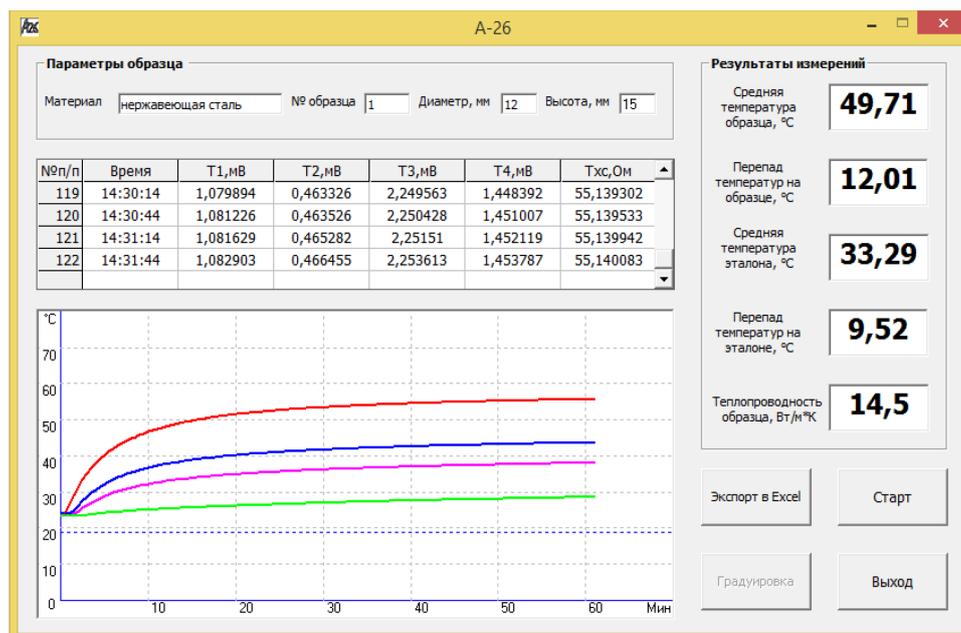


Рис. 3. Окно приложения А-26 для обработки данных

Значение теплопроводности для образцов высотой 20 мм вычисляют по формуле

$$\lambda = A \frac{h_s}{d_s^2} \frac{\Delta T_e}{\Delta T_s},$$

где $A = a\lambda + c$ — уравнение калибровочной прямой, построенной по данным экспериментов на стандартном образце из нержавеющей стали 12X18H10T и образце из молибденового сплава ВМ-1; $h_p = 15,0$ — расстояние между пирометрическими отверстиями образца, мм; $\Delta T_e = t_1 - t_2$ — перепад температур на эталоне, °С; $d_s = 12,0$ — диаметр образца, мм; $\Delta T_s = t_3 - t_4$ — перепад температур на образце, °С.

Значение теплопроводности для образцов высотой 4 мм вычисляют по формуле

$$\lambda = B \frac{h_s}{d_s^2} \frac{\Delta T_e}{\Delta T_s},$$

где $B = a\lambda^2 + b\lambda + c$ — уравнение калибровочной кривой, построенной по данным экспериментов на стандартных образцах из оргстекла, кварцевого стекла КВ и нержавеющей стали 12X18H10T; $h_s = 4,0$ — высота образца, мм.

Вычисленное значение теплопроводности относят к средней температуре образца t_m :

$$t_m = \frac{t_3 + t_4}{2}.$$

Теплопроводность оценивают как среднюю величину по измерениям на серии образцов, взятых от партии материала. Количество образцов должно быть не менее трех.

Подготовка и проведение измерений. Перед испытаниями образцы кондиционируют в течение 24 ч в эксикаторе при комнатной температуре. Производится измерение размеров образцов микрометром МК-25 с ценой деления 0,01 мм. Их взвешивание проводится на аналитических лабораторных весах Shinko HTR-220CE (0,0001 мг). Затем определяется кажущаяся плотность образцов.

При подготовке образца высотой 20 мм к испытанию его устанавливают между нагревателем и эталоном, предварительно наносится на его торцевые поверхности дозатором тонкий слой теплопроводной пасты Arctic MX-4 для уменьшения контактного сопротивления (рис. 4). После этого термопары закрепляют в пирометрических отверстиях образца, окружают боковую поверхность образца теплоизоляцией, опускают защитный экран, устанавливают защитные экраны, выполненные

из оргстекла и предназначенные для устранения возмущающих воздействий на образец во время измерений.

При подготовке образца высотой 4 мм к испытанию наносят дозатором тонкий слой теплопроводной пасты Arctic MX-4 на торцы образца, а также цилиндрических вставок из нержавеющей стали 12Х18Н10Т, помещают образец между нагревателем и эталоном. После этого фиксируют термопары в пирометрических отверстиях цилиндрических вставок.

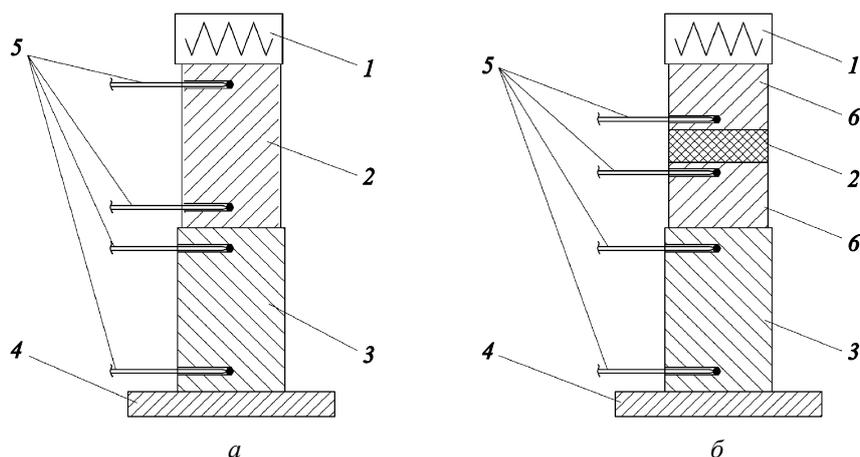


Рис. 4. Схема установки образца для измерения теплопроводности:

а — диапазон от 15,2 до 133,0 Вт/(м·К); *б* — диапазон от 0,2 до 15,2 Вт/(м·К); 1 — нагреватель; 2 — исследуемый образец; 3 — эталон; 4 — теплоотводящий блок; 5 — термопары; 6 — вставка из стали 12Х18Н10Т

Защитный кожух, предназначенный для устранения тепловых возмущающих воздействий на прибор во время измерений, закрывают.

Перед началом опыта производят термостатирование установленного образца в течение 15...20 мин для выравнивания температуры узлов прибора. После этого запускают измерение ЭДС термопар с помощью программного обеспечения. Проводят в течение нескольких минут запись нулевой линии. После этого подают напряжение на выходы стабилизированного источника тока АКПП-1113 для нагрева образца. Запись ЭДС термопар производят в течение всего времени эксперимента и завершают уже после выхода системы «образец-эталон» на стационарный режим.

Были проведены исследования способов установки термопар в пирометрические отверстия. Влияние степени контактности королька термопары изучалось при установке каждой из термопар в эталоне, образце и цилиндрических вставках с помощью упругого прижима, который обеспечивался миниатюрными приспособлениями.

При установке термопар в отверстия с предварительно нанесенным слоем термопасты на их дно полученные значения теплопроводности испытанных образцов не изменились по сравнению со значениями, полученными при обычной установке. Удачным с точки зрения эксплуатации показал себя вариант по установке горячих спаев термопар в отверстия с плотной посадкой, которая обеспечивалась термоусадочной трубкой.

Измерение температурного поля ячейки прибора с образцом в течение всего времени эксперимента с установленным слоем изолятора и защитными экранами осуществляли с помощью тепловизора Optris Pi. Анализ полученных термограмм показал, что стоки тепла через защитные экраны минимальны. Отклонение температуры по поверхности теплозащитных створок не превышает ± 2 °С. Температура стенок экранов практически равняется комнатной.

Время установления стационарного режима обычно составляет от 40 до 60 мин. Охлаждение блока установки образца производится после каждого испытания принудительно с помощью вспомогательного вентилятора, имеющего специальный воздуховод. Он обеспечивает подачу потока воздуха непосредственно в измерительную ячейку. Время охлаждения элементов ячейки до комнатной температуры составляет от 15 до 20 мин.

Обсуждение экспериментальных данных. С помощью данного прибора были проведены измерения теплопроводности некоторых твердых композиционных материалов, а также ряда материалов с хорошо изученными свойствами. Количество измеренных образцов для каждого материала составило от четырех до шести. Результаты измерений приведены в табл. 1 и 2 с указанием доверительных границ суммарной погрешности для уровня доверительной вероятности $P = 0,95$.

Полученные данные по теплопроводности исследуемых материалов, полученные на образцах высотой 4 мм, приведены в табл. 1.

Таблица 1

Данные по теплопроводности исследуемых материалов (высота 4 мм)

Материал	Плотность ρ , кг/м ³	Температура отнесения t , °С	Теплопроводность λ по опытным данным, Вт/(м·К)	Теплопроводность λ по справочным и опытным данным, Вт/(м·К)
Оргстекло	1180±3	51,6	0,19±0,01	0,198 при температуре 50 °С [10]
Плавленый оптический кварц (кварцевое стекло)	2210 ± 5	44,6	1,36 ± 0,02	1,365 при температуре 50 °С [10]

Материал	Плотность ρ , кг/м ³	Температура отнесения t , °С	Теплопровод- ность λ по опыт- ным данным, Вт/(м·К)	Теплопроводность λ по справочным и опытным данным, Вт/(м·К)
Сталь 12Х18Н10Т	7965±10	49,6	14,8±0,2	15,2 при тем- пературе 50 °С [10]
Смола ЭНФБ*	1210±10	39,5	0,25±0,01	0,24
Смола ЭНФБ с наполнителем	1360±30	43,2	0,56±0,02	0,53
УП 1D на смо- ле ЭНФБ**, ⊥ волокнам	1520±10	38,4	1,00±0,01	0,94
Модельный УККМ***, ⊥ волокнам	1490±40	39,8	5,57±0,33	—
<p>* Смола ЭНФБ — эпоксиноволачная фенольнобакелитовая смола (ТУ 1-596-36–98). ** УП 1D — углепластик, структура армирования 1D, с дисперсно-наполненной матрицей (смола ЭНФБ с тонкодисперсным графитовым порошком) на основе препрега и углеродных жгутов из ПАН-волокна; измерения теплопроводности проведены перпендикулярно (⊥) волокнам препрега. *** Модельный УККМ — углерод-керамический композиционный материал на основе углеродной ткани УТ-900 и карбидокремниевой матрицы из шликера (основа — нитрид кремния); измерения теплопроводности проведены перпендикулярно (⊥) направлению армирования.</p>				

Сравнение ряда полученных значений проводится со справочными данными, а также с результатами, полученными из независимых измерений. Эти экспериментальные данные получены на приборе «Лямбда» [11] (погрешность 5 %). Проведение такого опыта было возможно, так как размеры образцов для обоих приборов идентичны. Такое сравнение проводилось для образцов (см. табл. 1):

- смолы ЭНФБ;
- смолы ЭНФБ с наполнителем;
- углепластика (УП), структура армирования 1D, с дисперсно-наполненной матрицей (смола ЭНФБ с тонкодисперсным графитовым порошком) на основе препрега и углеродных жгутов из ПАН-волокна (УП 1D на смоле ЭНФБ, ⊥ волокнам, вторая строка снизу).

Также измерена теплопроводность поперек волокон образцов УККМ на основе углеродной ткани УТ-900 и карбидокремниевой матрицы из шликера на основе нитрида кремния.

Данные теплопроводности исследуемых материалов, полученные на образцах высотой 20 мм, приведены в табл. 2.

Теплопроводность исследуемых материалов (высота образца 20 мм)

Материал	Плотность ρ , кг/м ³	Температура отнесения t , °С	Теплопроводность λ по опытным данным, Вт/(м·К)	Теплопроводность λ по справочным данным, Вт/(м·К)
Сталь 12Х18Н10Т	7965±10	49,7	14,5±0,2	15 при температуре 50 °С [10]
Молибденовый сплав ВМ-1	10180±10	35,2	133,5±1,5	130 при температуре 50 °С [10], 133,6 при 50 °С [12]
Латунь ЛС59-1	8390±10	45,9	109,5±0,9	110 при температуре 50 °С [12]
Графит МПГ-8, // оси*	1700±10	41,3	119,0±2,3	120 при температуре 50 °С [13]
УП 1D на смоле ЭНФБ, // волокнам**	1550±15	38,4	91,9±2,4	—
Модельный УУКМ 2D, по оси X***	1930±20	36,2	117,0±3,00	—
Модельный УУКМ 2D, по оси Y***	1930±20	36,6	114,0±6,00	—
Модельный УУКМ 2D, по оси Z***	1940±20	37,6	64,5±3,00	—

* Малозольный высокопрочный графит МПГ-8, измерения теплопроводности проведены параллельно оси (//) преимущественной ориентации элементов структуры.
 ** Углепластик, структура армирования 1D, с дисперсно-наполненной матрицей (смола ЭНФБ с тонкодисперсным графитовым порошком) на основе препрега и углеродных жгутов из ПАН-волокна, измерения теплопроводности проведены параллельно (//) волокнам препрега.
 *** Модельный УУКМ, структура армирования 2D, измерения теплопроводности проведены по осям X, Y, Z анизотропии материала соответственно.

Для проверки работы прибора на образцах указанных размеров были проведены дополнительные измерения образцов опытного УУКМ (плотность 1700±20 кг/м³), структура армирования 1D, из углепластиковых стержней на основе углеродной нити УКН-М-6К и высокотемпературного каменноугольного пека в качестве объемно-изотропной углеродной матрицы. Для этого было вырезано по одному образцу высотой 4 и 12 мм из одной области заготовки. Каждый из образцов измеряли по три раза. Направление теплового потока при измерении образцов совпадало с направлением армирования материала. Полученные средние значения теплопроводности составили на

дисках высотой 4 мм 14,9 Вт/(м·К); на цилиндрах высотой 20 мм 15,2 Вт/(м·К). Совпадение результатов по средним значениям удовлетворительное.

Выводы. В результате проведенной модернизации прибора А-26 для измерения теплопроводности твердых теплоизоляционных материалов были решены следующие задачи:

- диапазон измерения теплопроводности значительно расширен, теплопроводность исследуемых материалов может составлять от 0,2 до 133 Вт/(м·К);
- время установления стационарного режима (зависит от теплофизических свойств исследуемых образцов) сокращено до 40...60 мин (вместо 90 мин);
- время охлаждения измерительной ячейки сокращено до 15...20 мин (вместо 60 мин);
- мощность нагревателя поддерживается постоянной, так как используется стабилизированный источник питания постоянного тока;
- обработка экспериментальных данных проводилась автоматически с помощью персонального компьютера и специализированного программного обеспечения.

Выполнена калибровка прибора по материалам с хорошо изученными свойствами. По калибровочным зависимостям найдены значения теплопроводности образцов из оргстекла, кварцевого стекла КВ, нержавеющей стали 12Х18Н10Т, а также ряда сплавов, полимерных и углеродных материалов, которые согласуются с данными экспериментов других исследователей и результатами независимых измерений в пределах 4...7 % погрешности.

Модернизированный прибор показал свою эффективность:

- при испытаниях материала до и после термовлажностной обработки;
- в сравнительных испытаниях полимерных композиционных материалов с различным содержанием массовой доли тонкодисперсного наполнителя;
- при испытаниях образцов, изготовленных из припуска готовой конструкции, а также из элемента конструкции, подвергшегося воздействию.

Прибор позволяет испытывать образцы малых размеров. Это дает возможность проводить исследование материалов, находящихся на стадии проектирования. Диапазон температур отнесения для данного прибора составляет 30...50 °С. Это позволяет проводить испытания различных типов материалов без дополнительных устройств для термостатирования теплоотводящего блока, а также использовать только пассивную тепловую изоляцию блока установки образца. Таким об-

разом, данные значения теплопроводности возможно соотносить с данными, полученными при комнатной температуре.

Проведенная работа обеспечила успешное применение модернизированного прибора А-26 для технических измерений. Эксплуатация прибора в течение последних трех лет подтвердила надежность оборудования, простоту в обслуживании и высокую точность получаемых экспериментальных данных.

ЛИТЕРАТУРА

- [1] Вей П.М. *Физико-технические основы создания композиционных материалов на базе промышленных порошков вольфрама*. Дис. ... канд. техн. наук. Калуга, 2015, 115 с.
- [2] Чишкала В.А., Рябчиков Д.Л., Клочко Е.В., Кудин Д.В., Лотоцкий Н.М. Теплопроводность композиционных материалов на основе гидрида алюминия и терморасширенного графита. *Вестник Харьковского университета. Сер. Ядра, частицы, поля*, 2008, № 794, вып. 1/37, с. 81–84.
- [3] *ГОСТ Р 54254–2010. Материалы углеродные. Метод определения теплопроводности при комнатной температуре*. Москва, Изд-во Стандартинформ, 2013, 8 с.
- [4] Платунов Е.С., Баранов И.В., ред. *Теплофизические измерения*. Санкт-Петербург, СПбГУниПТ, 2010, 738 с.
- [5] Кладов М.Ю. Экспериментальное определение теплопроводности теплозащитных материалов в диапазоне температур от 20 °С до 1200 °С. *Сб. докл. Третьей Всерос. конф. по испытаниям и исследованиям свойств материалов «ТестМат-2013»*. Москва, 3–4 декабря 2013 г. ФГУП ГНЦРФ «ВИАМ». [Электрон. ресурс]. Москва, 2013 (1 CD-ROM).
- [6] Araki N., Tang D.W., Makino A., Hashimoto M., Sano T. Transient Characteristics of Thermal Conduction in Dispersed Composites. *Int. J. of Thermophysics*, 1998, vol. 19 (4), pp. 1239–1251.
- [7] Brzezinski A., Tleubaev A. Effect of Interface Resistance on Measurements of Thermal Conductivity of Composites and Polymers. *Proc. of the 30th North American Thermal Analysis Society Conference*. Pittsburgh, 23–25 September 2002. Lubrizoil Corp., pp. 512–517.
- [8] Ипатов Ю.С., Лейкум В.И., Олейник Б.М., Патовская З.К. Приборы для измерения теплопроводности. *Труды ВНИИМ*, 1962, № 63(123), с. 3–24.
- [9] Осипова В.А. *Экспериментальное исследование процессов теплообмена*. 2-е изд. Москва, Энергия, 1969, 392 с.
- [10] Платунов Е.С., Буравой С.Е., Курепин В.В., Петров Г.С. *Теплофизические измерения и приборы*. Ленинград, Машиностроение, Ленингр. отд-ние, 1986, 256 с.
- [11] Сергеев О.А., Филатов Л.И., Френкель И.М. Прибор «Ламбда» с непосредственным отсчетом значений теплопроводности. *Измерительная техника*, 1971, № 7, с. 35–36.
- [12] Бабичев А.П., Бабушкина Н.А., ред. *Физические величины: Справочник*. Москва, Энергоатомиздат, 1991, 1232 с.
- [13] Нагорный В.Г., Котосонов А.С., ред. *Свойства конструкционных материалов на основе углерода. Справочник*. Москва, Металлургия, 1975, 336 с.

Статья поступила в редакцию 20.08.2019

Ссылку на эту статью просим оформлять следующим образом:

Чистов А.Н., Кладов М.Ю., Пронин И.Б., Смирнов А.С. Экспериментальное определение теплопроводности композиционных материалов в широком диапазоне значений при комнатной температуре. *Инженерный журнал: наука и инновации*, 2019, вып. 9. <http://dx.doi.org/10.18698/2308-6033-2019-9-1920>

Чистов Алексей Николаевич — главный специалист сектора исследования теплофизических свойств материалов и покрытий АО «Композит».
e-mail: info@kompozit-mv.ru

Кладов Максим Юрьевич — старший научный сотрудник лаборатории разработки и исследований клеящих материалов АО «Композит».
e-mail: maksim.kladov@gmail.com

Пронин Илья Борисович — ведущий инженер лаборатории разработки и исследования радиопрозрачных и теплозащитных стеклопластиков АО «Композит».
e-mail: profil14@yandex.ru

Смирнов Александр Сергеевич — инженер 1-й категории сектора исследования теплофизических свойств материалов и покрытий АО «Композит».
e-mail: snowjet@yandex.ru

Experimental determination of thermal conductivity of composite materials in a wide range of values at room temperature

© A.N. Chistov, M.Yu. Kladov, I.B. Pronin, A.S. Smirnov

JSC «Composite», Korolyov, 141070, Russia

In developing new composite materials and solving heat transfer problems, the thermal conductivity is an important characteristic that must be reliably determined. This often requires samples of the smallest dimensions, which is relevant for the production of pilot batches of material, as well as if they are taken directly from the product, when the amount of material is very limited. Most common methods for determining thermal conductivity require samples of relatively large sizes. To measure thermal conductivity on small-sized samples, an upgraded benchtop instrument is introduced. The instrument uses the relative method of longitudinal heat flux, which consists in a comparative measurement of a sample located between the heater and the standard in a stationary thermal mode. This paper presents the instrument design details, the requirements for the samples, explains the calibration features and the measurement procedure. The measurement results in a number of composite materials, as well as in materials with well-studied properties are analyzed. Findings show that the error of determining the thermal conductivity on a modernized instrument does not exceed several percent.

Keywords: thermal conductivity, composite materials, thermal conductivity determination, heat cell, temperature, thermocouples

REFERENCES

- [1] Vey P.M. *Fiziko-tehnicheskie osnovy sozdaniya kompozitsionnykh materialov na baze promyshlennykh poroshkov volframa*. Diss. kand. tekhn. nauk [Physico-technical fundamentals of creating composite materials based on industrial tungsten powders. Cand. eng. sc. diss.]. Kaluga, 2015, 115 p.
- [2] Chishkala V.A., Ryabchikov D.L., Klochko E.V., Kudin D.V., Lototskiy N.M. *Vestnik Harkovskogo Universiteta. Ser. Yadra, Chastitsy, Polya — The Journal of Kharkiv National University, Physical series "Nucleus, Particles, Fields"*, 2008, no. 794, iss. 1/37, pp. 81–84.
- [3] *GOST R 54254–2010. Materialy uglirodnye. Metod opredeleniya teploprovodnosti pri komnatnoy temperature* [State Standard R 542542010 Carbon materials. The method for determining thermal conductivity at room temperature]. Standartinform Publ., 2013, 8 p.
- [4] Platonov E.S., Baranov I.V., ed. *Teplofizicheskie izmereniya [Thermophysical measurements]*. St. Petersburg State University of Low-Temperature and Food Technologies Publ., 2010, 738 p.
- [5] Kladov M.Yu. *Eksperimentalnoe opredelenie teploprovodnosti teplozashhitnykh materialov v diapazone temperatur ot 20 °C do 1200 °C* [Experimental study of thermal conductivity of heat-shielding materials in the temperature range from 20 °C to 1200 °C]. *Sb. dokl. Tretyey Vseros. konf. po ispytaniyam i issledovaniyam svoystv materialov «TestMat-2013»* [Proc. of the Third All-Russian Conf. for testing and research of the properties of materials "TestMat-2013"]. Moscow, FGUP GNCRF «VIAM», 2013 (1 CD-ROM).

- [6] Araki N., Tang D.W., Makino A., Hashimoto M., Sano T. Transient Characteristics of Thermal Conduction in Dispersed Composites. *Int. J. of Thermophysics*, 1998, vol. 19 (4), pp. 1239–1251.
- [7] Brzezinski A., Tleubaev A. Effect of Interface Resistance on Measurements of Thermal Conductivity of Composites and Polymers. *Proc. of the 30th North American Thermal Analysis Society Conference*. Pittsburgh 23–25 September 2002, Lubrizoil Corp., pp. 512–517.
- [8] Ipatov Yu.S., Leykum V.I., Oleynik B.M., Patovskaya Z.K. Pribory dlya izmereniya teploprovodnosti [Instruments for measuring thermal conductivity]. *Trudy VNIIM* [Proc. of All-Russian Research Institute of Metrological Service]. Moscow, 1962, no. 63 (123), pp. 3–24.
- [9] Osipova V.A. *Eksperimentalnoe issledovanie protsessov teploobmena*. [An experimental study of heat transfer processes]. Second ed., Moscow, Energiya Publ., 1969, 392 p.
- [10] Platanov E.S., Buravoy S.E., Kurepin V.V., Petrov G.S. *Teplofizicheskie izmereniya i pribory* [Thermophysical measurements and instruments]. Leningrad, Mashinostroenie Publ., 1986, 256 p.
- [11] Sergeev O.A., Filatov L.I., Frenkel I.M. *Izmeritelnaya tekhnika — Measurement Techniques*, 1971, no. 7, pp. 35–36.
- [12] Babichev A.P., Babushkina N.A., red. *Fizicheskie velichiny: Spravochnik* [Physical quantities]. Moscow, Energoatomizdat Publ., 1991, 1232 p.
- [13] Nagorny V.G., Kotosonov A.S., ed. *Svoystva konstruktsionnykh materialov na osnove ugleroda. Spravochnik*. [Properties of carbon-based structural materials]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1975, 336 p.

Chistov A.N., Chief Specialist, Research Sector of Thermophysical Properties of Materials and Coatings, JSC “Composite”. Research interests: experimental methods for studying the thermophysical properties of composite materials.
e-mail: info@kompozit-mv.ru

Kladov M.Yu., Senior Research Fellow, Laboratory for the Development and Research of Adhesive Materials, JSC “Composite”. Research interests: experimental-calculation methods for studying the thermophysical properties of polymer composite materials.
e-mail: maksim.kladov@gmail.com

Pronin I.B., Leading Engineer, Laboratory for the Development and Research of Radiolucent and Heat-Protective Fiberglass Plastic, JSC “Composite”. Research interests: experimental methods for studying the thermophysical properties of composite materials.
e-mail: profil14@yandex.ru

Smirnov A.S., Engineer, Research Sector for the Development and Research of the Thermophysical Properties of Materials and Coatings, JSC “Composite”. Research interests: experimental methods for studying the thermophysical properties of composite materials. e-mail: snowjet@yandex.ru