

Контактное термическое сопротивление в соединениях керамика–металл в интервале температур 77–300 К

**Раймундас Болшайтис,
Ян Бальцевич,
Виолета Матулёнене,
Юрате Чеснене**

Литовский энергетический институт, Лаборатория исследований и испытаний материалов, Бреслауёс, 3, 3035, Каунас

Дано описание методики, экспериментальной установки и результатов исследования контактного термического сопротивления для нитридной керамики и меди. Показано влияние направления теплового потока на термическое сопротивление контакта металл–керамика.

Ключевые слова: термическое сопротивление, тепловой поток, контактный теплообмен, термопрочность, эффективный зазор, контактная пара

1. ВВЕДЕНИЕ

Эффективность применения новых конструкционных керамических материалов в значительной степени зависит от изучения и знания их теплофизических свойств. Использование таких материалов для изготовления различных деталей и узлов энергетических устройств связано также с контактными термическими сопротивлениями мест соединений. Наличие контактного термического сопротивления приводит к температурному скачку между соприкасающимися поверхностями в составных деталях, который при тепловых потоках высокой плотности может достигать десятков и сотен градусов [1]. Сами материалы конструкционной керамики по своей природе являются поликристаллическими и содержат поры, микротрещины, всевозможные неоднородности, на границах которых, аналогично зонам контакта при неравновесных тепловых условиях, возникают сложные температурные поля, приводящие материал изделия к разупрочнению и разрушению. Сложность граничных условий и зависимость теплофизических свойств системы от температуры делают постановку аналитического решения задачи по контактному теплообмену трудновыполнимой, поэтому экспериментальное исследование и анализ отдельных составляющих при изучении контактного термического сопротивления в соединениях керамика–керамика, керамика–металл имеют первоочередное значение.

2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ УСТАНОВКА И МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА

Эксперименты по определению контактного термического сопротивления проводились на калориметрической установке (рис. 1).

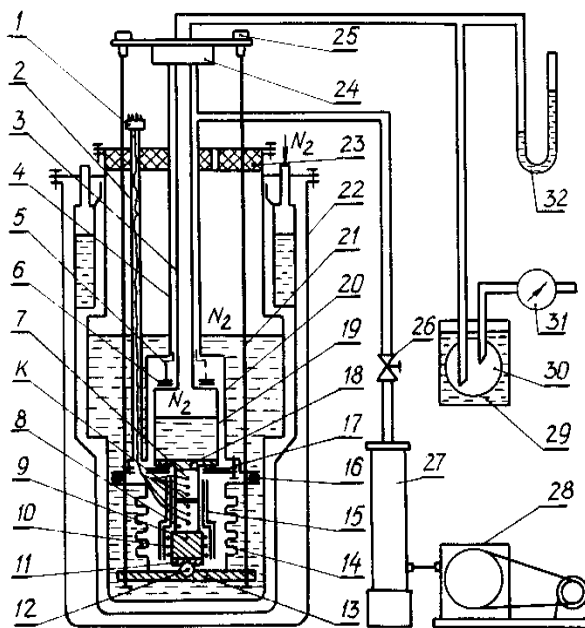


Рис. 1. Принципиальная схема калориметрической установки

Созданная экспериментальная установка позволяет:

- исследовать контактный теплообмен между металлическими и керамическими поверхностями в зависимости от сжимающего усилия, уровня граничных температур, давления остаточного газа и направления теплового потока;

- исследовать радиационный теплообмен между поверхностями в зависимости от расстояния между ними;

- определять теплопроводность материалов.

Измерение теплового потока, проходящего вдоль образца через исследуемую зону, осуществляется по количеству испарившейся криогенной жидкости из контрольного сосуда. Исследуемая зона контакта находится в плоскости поперечного сечения составного образца 8, имеющего форму параллелепипеда или цилиндра длиной 50–80 мм. Диаметр поперечного сечения выбирался в зависимости от теплопроводности образца и составлял 15–20 мм. Нижняя торцевая поверхность образца нагревается с помощью электронагревателя, представляющего собой медный цилиндр 9 размером $40 \times 40 \text{ mm}^2$ с навитой вокруг него изолированной нихромовой проволокой 10 диаметром 0,2 мм и полным сопротивлением 40 Ом. Такая конструкция позволяет развивать необходимую для измерений мощность при температуре горячей поверхности образца до 400 К. Верхняя торцевая поверхность образца упирается в медное днище 18 контрольного сосуда 19 емкостью 0,744 л, изготовленного из нержавеющей стали, и может находиться при дискретных температурах 77, 50, 4 К в зависимости от используемой криогенной жидкости (азот, водород, гелий). Внешние стенки контрольного сосуда отполированы механическим способом. Контрольный сосуд подвешивается на тонкостенной дренажной трубке 3 диаметром 10 мм и помещается внутри вакуумной камеры, состоящей из верхней 20 и нижней 14 частей, которые соединяются через индиевые уплотнения 16 и стягиваются болтами. Верхняя часть, выполняющая функции охранного сосуда, изготовлена из нержавеющей стали, внутри окрашена в черный цвет для поглощения паразитного теплового излучения, которое может проникнуть через кольцевой зазор. Величина зазора между верхней частью вакуумной камеры и контрольным сосудом обусловлена их размерами и составляет 5 мм. Нижняя часть вакуумной камеры представляет собой сильфон диаметром 90 мм. Вакуумная трубка подвешивается на трубке 4 ($30 \times 0,5 \text{ mm}$, 1X18N9T), служащей для откачки вакуумного объема калориметра, и закрепляется на крышке

криостата 23. Для отражения радиационной энергии, проникающей от нагревателя к контрольному сосуду, применены экраны 17. Одномерный тепловой поток вдоль образца обеспечивается защитой его боковых поверхностей многослойной тепловой изоляцией 15 из алюминизированной фторопластовой пленки. Вывод термопар 7 и соединительных проводов электронагревателя из вакуумной камеры осуществляется через трубку 2, конец которой выведен через крышку криостата 22 в теплую зону и оканчивается многоэлектродным вакуумным вводом 1. Необходимое усилие на исследуемую зону передается через днище вакуумной камеры 13, центрирующий шарик 12, нагреватель 9, фторопластовые прокладки-теплоизоляторы 11 и 6, обойму 5 с помощью трех винтов 25 и стальных струн 21 диаметром 3 мм. Приложенная нагрузка измеряется тензорезисторным датчиком 24.

Система измерения количества испарившейся жидкости состоит из контрольного сосуда 19, герметических трубопроводов, термостата 29 с теплообменником 30, газосчетчика барабанного типа 31, U-образного жидкостного манометра 32, служащего для контроля давления газа над поверхностью испарившейся криогенной жидкости. Откачка вакуумной камеры производится форвакуумным 28 и диффузионным 27 насосами. Через вакуумный вентиль 26 производится напуск воздуха в систему.

Автоматическое поддержание заданного уровня температуры нагревателя осуществлялось с помощью устройства, созданного на базе высокоточного регулятора температуры ВРТ-2. В качестве термочувствительного датчика применена медь-константановая термопара с электродами диаметром 0,1 и 0,15 мм соответственно. Горячий (измерительный) спай термопары присоединяется припоем ПОС-61 непосредственно к корпусу электронагревателя, чем создается надежный тепловой контакт. Холодный (сравнительный) спай поддерживается при температуре кипения азота. Это позволило фиксировать небольшие изменения термоЭДС во всем интервале температур и подавать сигнал от термопары непосредственно на входной усилитель измерительного блока ВРТ-2. Правильно отрегулированный автомат после выхода на режим обеспечивал точность поддержания температуры не хуже $\pm 0,03 \text{ K}$ в течение всего цикла измерений.

Для определения температурного профиля в исследуемой системе были использованы медь-константановые термопары. Полная ошибка при измерении температуры 77,36 К составила 0,88 μV или 0,06 К, что полностью удовлетворяет условиям эксперимента.

Подготовка образцов к измерениям и заделка термопар производились аналогично [1].

Тепловой поток к контрольному сосуду вычисляется по количеству испарившегося из него сжиженного газа. Полагая, что механический унос жидкости отсутствует, тепло, притекающее к жидкости, используется только на ее испарение, а нагрева пара при этом не происходит, тепловой поток с учетом фонового эффекта Q_f можно представить [2]:

$$Q = JV\rho_1 \frac{P_2 T_1}{P_1 T_2 \tau} \rho - Q_f, \quad (1)$$

где J – теплота испарения азота; V – объемный расход газа за время τ ; P_1 , T_1 и ρ_1 – давление, температура и плотность пара азота над жидкостью в контрольном сосуде; P_2 – давление воздуха окружающей среды; T_2 – температура газа в измерителе расхода; ρ – коэффициент, учитывающий замену испарившейся жидкости газом.

Суммарный паразитный теплоприток Q_f , который передается к контрольному сосуду по стенке дренажной трубки и за счет теплопроводности остаточных газов, а также из-за излучения нагревателя, был оценен экспериментально. Специальные исследования в условиях, аналогичных условиям проведения экспериментов, показали, что после выхода калориметра на стационарный режим паразитный теплоприток практически отсутствовал. При этом почти вся мощность (98%), подводимая к электронагревателю, даже при его максимальных температурах расходовалась на испарение криогенной жидкости, что свидетельствует о надежной тепловой изоляции, удачной организации рабочего участка и одномерности теплового потока.

Необходимым условием проведения эксперимента является обеспечение в вакуумной камере достаточно глубокого вакуума для исключения влияния теплопроводности остаточных газов на результат измерений. Оценочный расчет по известному уравнению Кнудсена показывает, что в области давлений от атмосферного до $1,33 \times 10^{-4}$ Па число Кнудсена $K = 1$ и процесс теплопереноса имеют сложный характер. При снижении давления ниже $1,33 \times 10^{-2}$ Па ($K \gg 1$) количество тепловой энергии, переносимой молекулами газа пропорционально давлению газа и молекулярным теплопереносом, в первом приближении можно пренебречь [3].

В наших экспериментах собранный калориметр откачивался в течение 6–8 ч до рабочего вакуума ниже $1,33 \times 10^{-5}$ Па. Стационарный режим наступал, в зависимости от эффективной теплопроводности исследуемой системы, через

1–3 ч после заливки в контрольный сосуд азота и установки заданного уровня температуры нагревателя с помощью автоматического регулятора. О выходе системы на режим свидетельствовало совпадение трех, следующих один за другим с 15-минутным интервалом, замеров показаний термопар. Расхождение значений термоЭДС при этом не должно превышать $\pm 1 \mu\text{V}$ (при минимальной чувствительности медь-константановой термопары в области 77–400 К порядка $15 \mu\text{V/K}$ это соответствует погрешности $\pm 0,1\%$, или $\pm 0,07$ К).

Измерение температурного распределения в образце и расход газа при заданном сжимающем усилии на контакт или определенной величине зазора производились при фиксированных значениях температуры нагревателя от 100 до 400 К ступенями через 50 К.

3. ОЦЕНКА ПОГРЕШНОСТИ ЭКСПЕРИМЕНТА

Систематическая погрешность измерения контактного термического сопротивления зависит от:

– инструментальной погрешности измерения параметров, входящих в расчетную формулу

$$R = \frac{P_1 T_2 F \Delta T}{J T_1 \rho_1 \rho P_2 V \tau}, \quad (2)$$

где ΔT – скачок температуры между соприкасающимися поверхностями, определяемый из экстраполяции температурного распределения вдоль образца до и после стыка, F – площадь поперечного сечения образца;

– погрешности, связанной с колебаниями температурного распределения в образце в течение времени из-за нестабильности поддержания температуры нагревателя (около 0,04%);

– погрешности, вносимой неоднородностью теплового потока вдоль образца за счет потерь тепла от образца к стенкам вакуумной камеры (не более 2%);

– погрешности в определении теплового потока, связанной с паразитным теплопритоком к контрольному сосуду (практически равен нулю);

– наличия примесей в заливаемой криогенной жидкости (используемый для заливки азот содержит не более 2% жидкого кислорода, что приводит к повышению температуры кипения на 0,4% [4]);

– погрешности определения сжимающего усилия на исследуемый контакт (для тензорезисторного датчика силы 1805 ДСТВ-0,05 при измерении выходного сигнала прибором Ф-30 на пределе 100 mV, 0,7%).

Значения J , T_1 , ρ_1 и ρ , входящие в (2), полученные из таблиц [5] по известному давлению газа в контрольном сосуде P_1 , определены с точностью 0,002–0,005% и не вносят существенной погрешности в результат измерений. Измерение давления газа в контрольном сосуде P_1 осуществлялось с помощью жидкостного манометра с точностью не хуже 0,2%.

Относительная погрешность измерения температуры в измерителе расхода газа $\Delta T_2/T_2$ определялась погрешностью поддержания температуры в термостате типа СЖМЛ-19/2,5-И1, равной 0,02 К, и погрешностью определения температуры воды и составляла не более 0,2%.

Погрешность измерения площади поперечного сечения образца $\Delta F/F$ равнялась 0,25%. Относительная погрешность определения температурного скачка ΔT складывалась из инструментальной погрешности измерения температуры прибором Ф-30 (1,5%), погрешности, связанной с переводом термоЭДС в градусы термодинамической шкалы (по данным градуировки используемых термопар в точке кипения азота – не более 0,1%), и погрешности экстраполяции температурного распределения в образце до и после зоны контакта (при экстраполяции по 6–10 точкам около 1,5%). Таким образом, $\Delta(\Delta T)/\Delta T$ составляет 3,1%.

Атмосферное давление P_2 измерялось барометром – anerоидом с погрешностью 0,5%. Относительная погрешность измерения объема испарившейся жидкости $\Delta V/V$, определяемая с помощью газосчетчика ГСБ-400, не превышает 1%. Погрешность определения промежутка времени $\Delta t/\tau$ хронометром с ценой деления 0,1 s составляет 0,2%.

Таким образом, суммарная относительная погрешность измерения R , определяемая по выражению

$$S = k \sqrt{\sum_{i=1}^n S_i^2}, \quad (3)$$

где S_i – относительная погрешность измерений отдельных величин; коэффициент $k = 1,4$ при доверительной вероятности 0,99 не превышает 5,5%.

4. РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЙ КОНТАКТНОГО ТЕРМИЧЕСКОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ

На рис. 2 приведено температурное распределение в образце из нитридной керамики Si_3N_4 при различных удельных давлениях. Для исследований

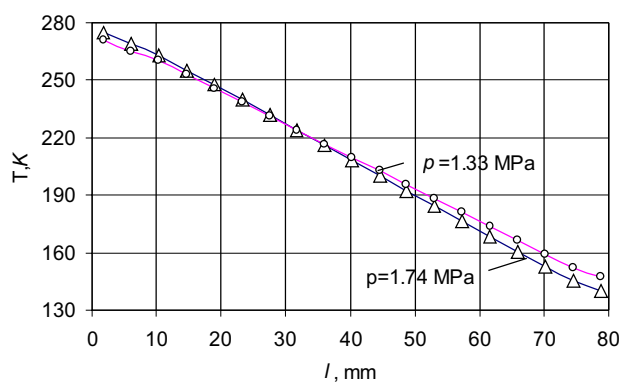


Рис. 2. Температурное распределение в образце из керамики Si_3N_4 . Температура нагревателя 300 К

использовался образец длиной 84 mm с поперечным сечением $35 \times 15 \text{ mm}^2$. Распределение температуры вдоль образца определялось по показаниям 20 термопар. Температуры поверхностей нагревателя и холодильника измерялись термопарами, корольки которых припаивались к соответствующим поверхностям в непосредственной близости от контактной зоны. Для создания надежного теплового контакта соприкасающиеся поверхности образца, нагревателя и холодильника обрабатывались по методике [1]. Средняя высота выступов микронеровностей обработанных поверхностей не превышала 2 μm .

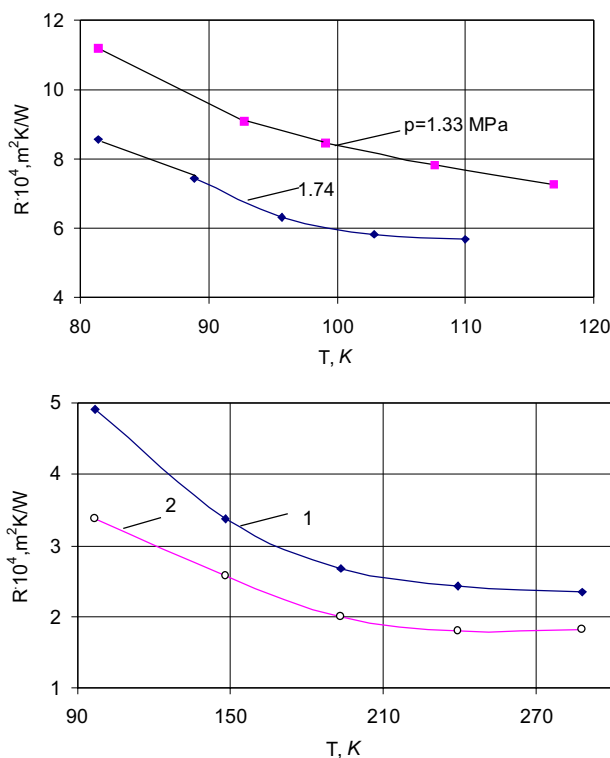


Рис. 3. Зависимость термического сопротивления контактов керамика–металл (а) и металл–керамика (б) от средней температуры контактной зоны

На рис. 3 приведены зависимости контактного термического сопротивления от среднеарифметической температуры \bar{T} контактной зоны между исследуемым образцом и холодильником, а также нагревателем и образцом (а и б соответственно) при различных удельных давлениях. В обоих случаях обнаружено асимптотическое снижение значения R в 2 раза с ростом температуры, что связано со значительным увеличением приведенной теплопроводности $\bar{\lambda} = 2 \lambda_1 \lambda_2 / (\lambda_1 + \lambda_2)$ контактирующих материалов с теплопроводностями λ_1 и λ_2 [6, 7].

Абсолютные значения R при одинаковом уровне средних температур контактной зоны (80–110 К) для пары керамика–медь оказались приблизительно на 100% больше, чем для пары медь–керамика. При этом получено, что в данном интервале зависимость ΔT от плотности теплового потока для обеих пар в первом приближении близка к линейной (рис. 4). Отклонение от линейного закона изменения ΔT с ростом тепловой нагрузки связано с нелинейным характером зависимости $\bar{\lambda}$ исследуемой контактной пары от средней температуры контакта [8].

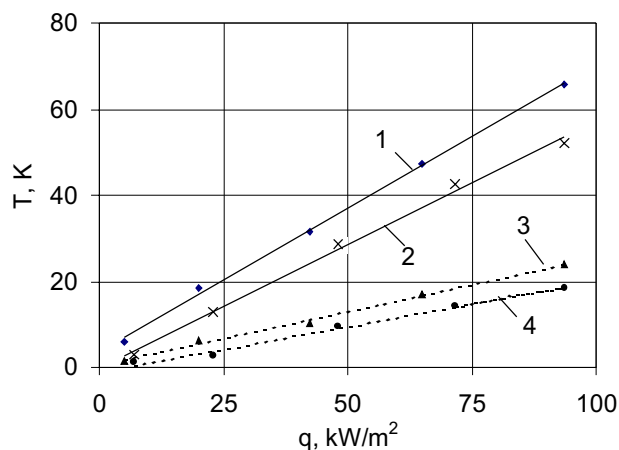


Рис. 4. Зависимость скачка температуры от плотности теплового потока при нагрузках: 1 и 3 – 1,33 МПа; 2 и 4 – 1,74 МПа для контактных пар: керамика–металл (сплошные линии) и металл–керамика (пунктир)

На рис. 5 приведена зависимость R от удельной нагрузки p на контакт при различных температурах контактной зоны. Во всех случаях значение R с ростом удельного давления на контакт резко уменьшается, что связано со значительным увеличением площади фактического касания при изменении p вблизи нулевых значений (1–2,5 МПа). Из анализа рисунка следует, что при одинаковых средних температурах контактной зоны (например, $\bar{T} = 98$ К) во всем интервале измерений значение R для контактной пары

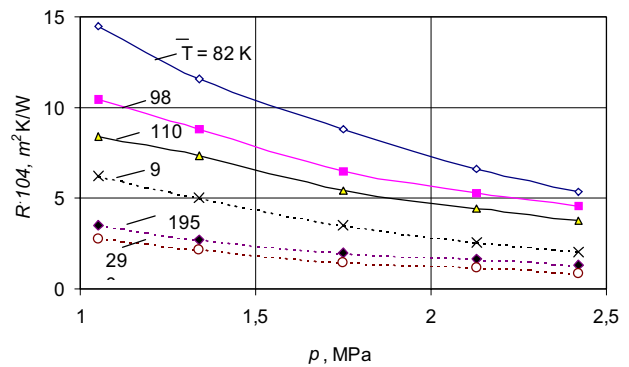


Рис. 5. Зависимость термического сопротивления контактов керамика–металл (сплошные линии) и металл–керамика (пунктир) от давления

керамика–медь в 1,5–2 раза превышает R контакта медь–керамика.

5. ВЫВОДЫ

1. Предложена и реализована оригинальная методика для исследования контактного термического сопротивления в зонах керамика–керамика, керамика–металл в области низких температур 77–300 К в условиях вакуума при определении проходящего теплового потока по скорости испарения криогенной жидкости из контрольного сосуда. Полученные данные подтверждают основные закономерности контактного теплообмена, приведенные в [1] для соединений керамика–металл в области температур 300–1000 К в атмосфере воздуха.

2. Экспериментально подтверждена пропорциональная зависимость скачка температуры от плотности теплового потока в контактах керамика–металл в условиях вакуума и низких температур при одной и той же шероховатости соприкасающихся поверхностей и одинаковом контактном давлении. Настоящий вывод позволяет подойти к исследованию термопрочности керамических материалов при термоударах, связывая температурное поле в материале с величиной теплового потока, а также подбирать технологические режимы пуска и остановки устройств и агрегатов в целях увеличения их долговечности.

3. Экспериментальные данные зависимости контактного термического сопротивления от нагрузки при данной чистоте обработки соприкасающихся поверхностей характеризуются асимптотическим приближением к некоторому пределу, обусловленному, в основном, величиной эффективного зазора, уровнем температуры в контактной зоне, свойствами материала поверхностей и среды в зазоре.

Вместе с тем экспериментально обнаружено изменение контактного термического сопротивления на 50–100% при реверсировании теплового потока для контактных пар с различными типами проводимостей (медь–керамика) в интервале средних температур соединения 100–150 К. Существование эффекта возможно связано с особенностями взаимодействия ближних квазистационарных полей диэлектрических и металлических поверхностей при малых толщинах зазора [9] и требует дальнейшего изучения.

Поступило
15.12.1999

Литература

1. Бальцевич Я. А., Болшайтис Р. А. Контактное термическое сопротивление при больших тепловых потоках // *Energetika*. 1990. № 3. Р. 46–63.
2. Кропит Р. Низкотемпературная изоляция // *Вопросы глубокого охлаждения: Сб. научн. трудов*. Москва, 1961. С. 320–324.
3. Михальченко Р. С., Гершин А. Г., Архипов В. Т. и др. Теплоперенос остаточными газами в слоисто-вакуумных изоляциях // *Инж. физ. журнал*. 1977. Т. 4, № 1. С. 148–155.
4. Орлова М. П., Погорелова О. Ф., Улыбкин С. А. Низкотемпературная термометрия. Москва, 1987. 280 с.
5. Малков М. П., Данилов И. Б., Зельдович А. Г. и др. Справочник по физико-техническим основам криогеники / Под ред. М. П. Малкова. Москва, 1973. 382 с.
6. Охотин А. С., Боровиков Р. П., Нечаева Т. В. и др. Теплопроводность твердых тел: Справочник / Под ред. А. С. Охотина. Москва, 1984. 320 с.
7. Справочник по композиционным материалам: в 2-х книгах / Под ред. Дж. Любина. Москва, 1988. 448 с.
8. Kazakevičius K., Bolšaitis R. and Balcevič J. Determination of the temperature dependence of thermal Conductivities of Solids in the cryogenic range // *Heat Transfer Research*. 1993. Vol. 25, N 5, P. 694–700.
9. Полевой В. Г. Теплообмен флуктуационным электромагнитным полем. Москва, 1990. 190 с.

Raimundas Bolšaitis, Jan Balcevič, Violeta Matulionienė, Jūratė Čėsnienė

KONTAKTINĖ TERMINĖ VARŽA KERAMIKA–METALAS JUNGINIULOSE 77–300 K TEMPERATŪRŲ INTERVALE

S a n t r a u k a

Pateikta metodikos aprašymas, eksperimentinio įrengimo ir kontaktinės terminės varžos nitrido keramika ir varis tyrimų rezultatai. Parodyta šilumos srauto krypties įtaka kontakto metalas–keramika terminėi varžai.

Raktažodžiai: terminis pasipriešinimas, šilumos srautas, kontaktiniai šilumos mainai, patvarumas, efektyvus tarpas, kontaktinė pora

Raimundas Bolšaitis, Jan Balcevič, Violeta Matulionienė, Jūratė Čėsnienė

CONTACT THERMAL RESISTANCE OF CERAMIC–METAL CONNECTIONS AT TEMPERATURE RANGE 77–300 K

S u m m a r y

The technique, experimenal apparatus and results of the thermal contact resistance investigation for nitride ceramics and copper are given. The influence of heat flux direction on contact thermal resistance of metal–ceramics is shown.

Key words: thermal resistance, heat flux, contact heat transfer, offective distance, contactive pairs