

УДК 669.14.018.41; 536.2.08

# Теплопроводность, теплоемкость и электросопротивление аустенитных сталей в диапазоне температур 4,2...293 К

Д-р техн. наук В.А. САМОЛЕТОВ, канд. техн. наук О.А. ФЕДОРОВА  
СПбГУНПТ

*Research results of thermophysical properties and electrical resistance experimental austenitic Cr-Ni-Mn-Mo-N steels in a large alloying range in the interval of temperatures 293 – 4,2 K are presented. The choice of compositions was made by the method of main alloying elements variation covered almost all spectrum of austenitic steels using in cryogenics. Testing were carried out on the plant developed in Saint-Petersburg University of refrigerating and food technologies. The experimental curves were built for 23 alloys. The character of these correlations between 293...77 K, 77...20 K and 20...2,4 K were found out. There is a connection between characteristics and chemical composition of steels. Due to the experimental results, equations of the regression for specific electrical resistance depending on the concentration of alloying elements were deduced.*

Условия работы изделий криогенной техники в диапазоне температур 293...4,2 К требуют создания сталей, обладающих комплексом высоких физических и механических свойств. Стали, признанные наиболее перспективными для работы при криогенных температурах, имеют аустенитную структуру на хромоникелевой основе. Целью работы было создание банка данных по теплофизическим характеристикам аустенитных сталей, выявление закономерностей зависимости теплоемкости  $c_p$ , теплопроводности  $\lambda$  и электросопротивления от температуры, позволяющих прогнозировать свойства новых сталей.

В данной работе приведены результаты исследования теплофизических свойств ( $c_p, \lambda$ ) и электросопротивления экспериментальных аустенитных Cr – Ni – Mn – Mo – N сталей в широком диапазоне легирования в интервале эксплуатационных температур 4,2...293 К. Выбор составов был проведен методом планирования эксперимента, пределы варьирования основных легирующих элементов охватывали практически весь спектр аустенитных сталей, используемых в криогенной технике: 17 – 23 % Cr, 10 – 20 % Ni, 0 – 10 % Mn, 0 – 2,5 % Mo (см. таблицу).

## Метод и установка для определения тепловых свойств электропроводных материалов в широком интервале температур

Для проведения измерений теплопроводности и удельного электросопротивления был использован метод, основанный на пропускании электрического

тока через образец при монотонном изменении температуры среды (А.с. 913199), прототипом которого является метод Кольрауша (1899 г.). Суть метода заключается в следующем. Через электропроводный образец в виде стержня пропускают электрический ток. При адиабатизации боковой поверхности тепловой поток уходит только через торцы стержня и вдоль образца устанавливается параболическое температурное поле. Измеряют температуру в трех точках образца, падение напряжения на образце и силу тока через него. По этим данным рассчитывают теплопроводность и удельное электросопротивление образца. Температуру среды и торцов образца изменяют во времени по линейному закону.

Функциональная схема установки для проведения измерений при низких температурах (80...400 К) показана на рис. 1. Установка включает теплоизмерительную ячейку, блоки питания образца и охранных нагревателей и измерительно-вычислительный комплекс (ИВК).

Электрические измерения проводили с помощью цифрового вольтметра Щ68002, обладающего чувствительностью 1 мВ на пределе измерения 100 мВ. Датчики электрических сигналов подключаются к выходу вольтметра с помощью электронного коммутатора. В качестве коммутирующих элементов выбраны газонаполненные герметичные реле РПС-20. Для их переключения необходимы импульс тока энергией 0,01 Дж и длительностью 6 мс. Во время измерения реле обесточены, что позволяет снизить влияние паразитных термо-ЭДС в контактах. Все реле вместе с блоком холодных

## Химический состав опытных сталей

№ стали	Содержание элементов, мас. %										
	C	Cr	Ni	Mn	N	Mo	V	Cu	Si	S	P
1	0,03	16,3	10,1	10,0	0,17	2,7	0,15	1,4	0,50	0,005	0,007
2	0,03	21,7	19,5	5,0	0,28	2,7	0,10	1,2	0,43	0,005	0,008
3	0,03	20,9	14,9	4,9	0,33	—	0,12	0,7	0,46	0,004	0,012
4	0,04	22,1	15,0	4,8	0,18	2,6	0,11	0,7	0,45	0,004	0,013
5	0,04	16,3	12,1	0,1	0,17	2,7	0,13	1,4	0,33	0,005	0,011
6	0,03	16,8	10,1	10,4	0,33	2,7	0,14	1,3	0,34	0,005	0,011
7	0,04	21,7	19,1	4,8	0,18	2,6	0,12	1,2	0,51	0,005	0,012
8	0,04	16,7	15,4	10,1	0,19	—	0,11	0,8	0,17	0,005	0,007
9	0,04	17,0	10,2	5,3	0,28	—	0,12	0,9	0,13	0,004	0,008
10	0,04	17,0	15,4	0,1	0,26	2,4	0,10	1,1	0,10	0,004	0,010
11	0,03	17,5	10,1	5,1	0,21	—	0,11	1,2	0,10	0,005	0,011
12	0,03	16,9	10,4	10,1	0,15	2,3	0,12	0,8	0,10	0,005	0,009
13	0,04	17,1	15,4	0,1	0,19	—	0,09	0,9	0,11	0,004	0,012
14	0,04	17,1	10,3	4,8	0,31	2,5	0,10	0,7	0,14	0,004	0,013
15	0,04	17,1	15,1	0,1	0,25	—	0,22	1,1	0,10	0,005	0,008
16	0,04	17,6	15,6	5,0	0,23	2,5	0,11	1,2	0,12	0,004	0,007
17	0,03	15,8	14,3	9,1	0,27	—	0,10	1,0	0,11	0,005	0,010
18	0,04	15,9	9,4	8,9	0,30	—	0,11	0,9	0,13	0,005	0,012
19	0,04	17,3	10,1	9,9	0,19	2,5	0,11	1,1	0,10	0,004	0,009
20	0,04	16,8	15,2	10,3	0,17	2,5	0,10	0,8	0,10	0,005	0,011
21	0,04	16,8	15,3	10,4	0,31	2,5	0,11	0,7	0,09	0,005	0,009
22	0,03	17,3	10,4	10,0	0,19	—	0,10	1,3	0,10	0,004	0,012
23	0,03	23,1	16,5	5,1	0,38	1,8	0,16	1,1	0,18	0,004	0,013

спаев размещены в массивном металлическом блоке, который предназначен для пассивного термостатирования коммутатора. Искажение сигнала, которое вносит коммутатор, не превышает 0,5 мкВ.

Теплоизмерительная ячейка позволяет проводить измерения как в режиме охлаждения, так и нагрева. Охлаждение ее до низких температур осуществляется путем непосредственного погружения в сосуд Дьюара типа СДП-25. Размеры и масса деталей выбраны таким образом, чтобы при погружении ячейки в жидкий

азот обеспечивалась скорость изменения температуры ячейки не более 0,05 К/с.

Испытываемый образец, имеющий форму цилиндра длиной 100 мм и диаметром 5 мм, зажимается в цанговых зажимах. Температура измерялась хромель-копелевыми термопарами, имеющими самую большую чувствительность в диапазоне температур 80...400 К. Термопары контактируют с образцом в центре и на расстоянии 30 мм по обе стороны от центра. Одна термопара установлена в центре охранной оболочки. Для ис-

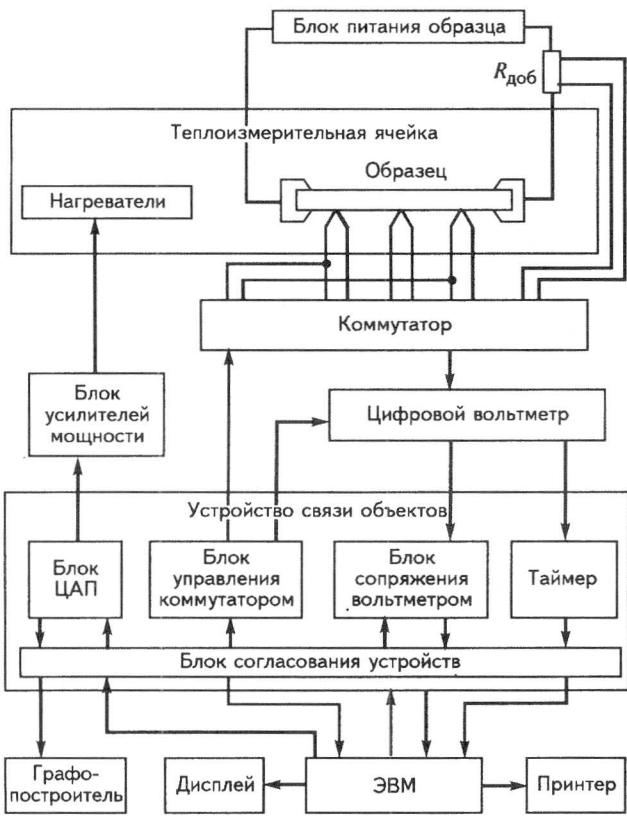


Рис. 1. Функциональная схема установки для проведения измерений при низких температурах

следования температурных полей в системе дополнительно были размещены термопары на краях оболочки и в цанговых зажимах.

Погрешность измерения теплопроводности 4 %, а удельного электросопротивления 1,1 %.

### Обсуждение результатов

Зависимость теплопроводности и теплоемкости опытных сталей от температуры приведена на рис. 2, а, б. В интервале температур 293...77 К наблюдается плавное, равномерное снижение  $\lambda$  и  $c_p$  при понижении температуры. Ниже 77 К падение  $c_p$  становится более выраженным.

Для сталей всех 23 опытных составов различия в экспериментальных значениях теплоемкости не превышали погрешности измерений и укладывались на одну кривую (см. рис. 2, а). Значение теплоемкости при комнатной температуре составляло 477 Дж/(кг·К), с понижением температуры до 4,2 К оно уменьшилось до 1,2 Дж/(кг·К).

Значения теплопроводности сталей экспериментальных составов при температуре от 293 до 77 К укладываются в полосу шириной 10–5 % от среднего значения и уменьшаются незначительно [от 14,9...13,5 до 7,77...7,53 Вт/(м·К)]. Более резкое падение теплопро-

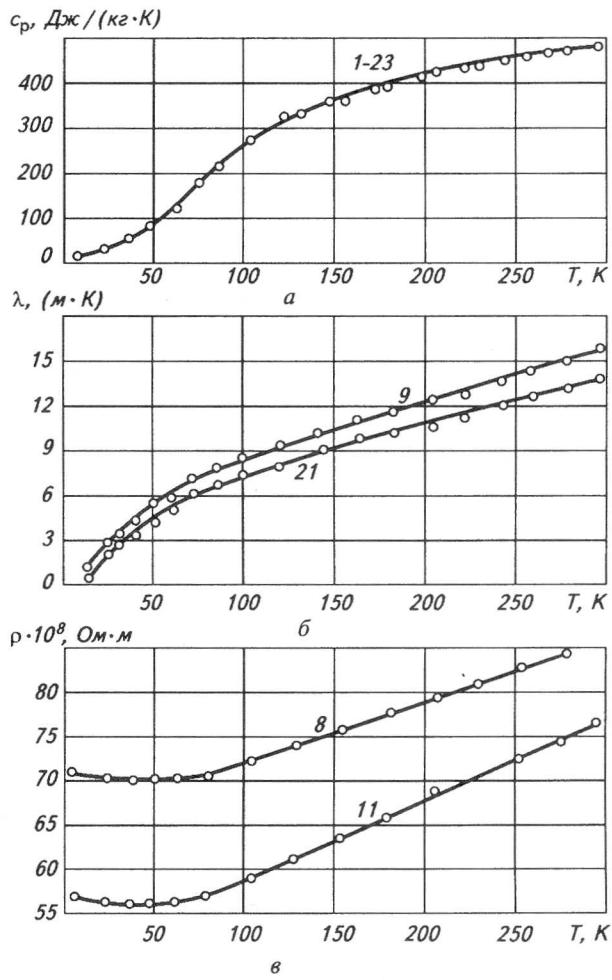


Рис. 2. Зависимости теплоемкости (а), теплопроводности (б) и удельного электрического сопротивления (в) от температуры исследуемых сталей (1–23 – номера составов по таблице)

водности [до значений 0,55...0,35 Вт/(м·К)] происходит в интервале температур 77...4,2 К.

В интервале температур 293...77 К удельное электрическое сопротивление равномерно уменьшается от 90 до  $70 \cdot 10^{-8}$  Ом·м для составов с суммарным содержанием легирующих элементов 42–47 % и от 75 до  $50 \cdot 10^{-8}$  Ом·м для менее легированных составов (32–34 %). Зависимость удельного электрического сопротивления от химического состава возрастает с понижением температуры. Отклонения от среднего значения максимальных и минимальных значений  $\rho$  (рис. 2, в) составляют при комнатной температуре 10 %, а при температуре 77 К – 20 %. При дальнейшем понижении температуры интенсивность снижения удельного электрического сопротивления падает.

Для выявления закономерностей зависимости  $\rho$  от химического состава были проведены более тонкие исследования с погрешностью измерений менее 0,6 %. По результатам уточненных измерений получено уравнение регрессии, характеризующее зависимость  $\rho$  от

$$- 3,4\text{Ni}\cdot\text{N} + 2,5 \text{ Mo} \text{ (Ом}\cdot\text{м)}; \quad (2)$$

$$\rho_{20K} \cdot 10^{-8} = 38 + 0,1 \text{ Cr}\cdot\text{Ni} + 0,1 \text{ Ni}\cdot\text{Mn} -$$

$$- 3 \text{ Ni}\cdot\text{N} + 11 \text{ Cr}\cdot\text{Mo} \text{ (Ом}\cdot\text{м)}; \quad (3)$$

$$\rho_{4K} \cdot 10^{-8} = 38 + 0,1 \text{ Cr}\cdot\text{Ni} - 2,9 \text{ Ni}\cdot\text{N} +$$

$$+ 0,11 \text{ Cr}\cdot\text{Mo} \text{ (Ом}\cdot\text{м)}. \quad (4)$$

Из уравнений видно, что зависимости удельного электрического сопротивления от химического состава при температурах 20 и 4,2 К почти идентичны и мало отличаются от уравнения для 77 К. Однако анализ уравнений показал, что при температуре 77 К 72 % доли объясненной вариации приходится на второе слагаемое Cr·Ni и лишь 18 % – на третье Ni·Mn. При понижении температуры до 20 К влияние никеля во взаимодействии с марганцем увеличивается (что хорошо коррелирует с изменением температурных зависимостей  $\rho$ ) и вносимая этими элементами доля объясненной вариации возрастает до 76 %. Увеличение содержания азота в стальах резко повышает значения  $\rho$ , особенно при высоких концентрациях никеля.

При повышении температуры испытаний возрастает роль хрома в формировании электрических свойств. При температуре 77 К изменения его содержания в диапазоне легирования 16 – 22 % увеличивают  $\rho$  на  $18 \cdot 10^{-8}$  Ом·м

при минимальном содержании Ni и Mn и на  $24 \cdot 10^{-8}$  Ом·м при максимальном.

### **Заключение**

Таким образом, при комнатной температуре изменение удельного электрического сопротивления определяется в основном влиянием никеля и хрома как во взаимодействии друг с другом, так и в отдельности. При понижении температуры возрастает роль марганца, и при криогенных температурах фактором, определяющим электрические свойства, становится содержание никеля и марганца. Наибольших значений удельного электрического сопротивления можно достичь при максимальных концентрациях хрома и никеля при комнатной температуре и температуре кипения жидкого азота.

Приведенный банк данных позволяет дать оценку коэффициента теплопроводности и теплоемкости любой неаттестованной высоколегированной austenитной стали. При наличии экспериментальных данных такой стали хотя бы при одной из температур возможно более точное прогнозирование характеристик и построение их температурных зависимостей во всем диапазоне 293...4,2 К без дополнительных дорогостоящих и трудоемких экспериментов.