

## ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ КЕРАМИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ ИЗ НАНОПОРОШКА ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ

Л.В. Кузнецова<sup>1</sup>, А.П. Кузьмин<sup>2</sup>, В.И. Ляшков<sup>3</sup>, С.Н. Мочалин<sup>3</sup>

*Институт неорганической химии, Рижский технический университет, Латвийская Республика (1); кафедры: «Химия» (2), «Гидравлика и теплотехника» (3), ФГБОУ ВПО «ТГТУ»; [teplotehnika@nnn.tstu.ru](mailto:teplotehnika@nnn.tstu.ru)*

**Ключевые слова и фразы:** диоксид циркония; керамика жаропрочная; теплопроводность.

**Аннотация:** Приведены результаты экспериментальных измерений теплопроводности керамических образцов, спекаемых из нанопорошка диоксида циркония, представленные в виде линейной зависимости коэффициента теплопроводности от температуры в интервале 100...250 °С. Измерения выполнены на измерительно-вычислительной системе, разработанной на основе прибора ИТ-λ-400.

---

Благодаря своим уникальным сочетаниям отдельных свойств (тугоплавкости, жаростойкости, прочности и др.) керамические изделия из нанопорошка диоксида циркония ( $ZrO_2$ ) находят все большее применение в энергетике, металлургии, химической промышленности, авиационно-космической технике, электронике, медицине, а также в быту. При этом в процессе разработки и создания новых конструкций и устройств возникает необходимость достаточно точно знать отдельные физические характеристики получаемой керамики, в частности ее теплопроводность, поскольку без этих сведений практически невозможен любой тепловой расчет технологического оборудования и технологических процессов. Так как для приближенной оценки этого параметра невозможно использовать известные законы (типа правила Дюлога и Пти для теплоемкости), то только экспериментальные исследования позволяют получить информацию о способности такой керамики проводить теплоту.

Образцы для исследований теплопроводности были получены спеканием нанопорошка методом Spark Plasma Sintering SPS-332 (условия: выдержка в течение 3 мин при температуре 1500 °С с предварительным прокаливанием порошка при температуре 600 °С). При этом керамика имеет кристаллическую структуру тетрагональной формы с размером кристаллитов 8 нм.

Для измерений использована измерительно-вычислительная система (ИВС), построенная в результате существенной модернизации измерителя теплопроводности ИТ-λ-400 [1]. Суть проведенной модернизации заключается в следующем. Все термодпары отсоединены от мостовой схемы прибора и их сигналы поданы на входы аналого-цифровой платы РС1-1202Н (АЦП: 12 бит, 44 кГц; ЦАП: 12 бит). Плата имеет программно управляемый усилитель сигналов, что позволяет изменять диапазон измеряемого напряжения от  $\pm 5 \cdot 10^{-3}$  до  $\pm 10$  В.

Термостатирование адиабатической оболочки прибора реализовано программными средствами через выходные каналы ЦАП названной платы. Таким же образом изменено напряжение питания основного электронагревателя прибора, обеспечивающего соблюдение условий установившегося режима второго рода при разогреве образца. При этом механическая система для задания необходимого

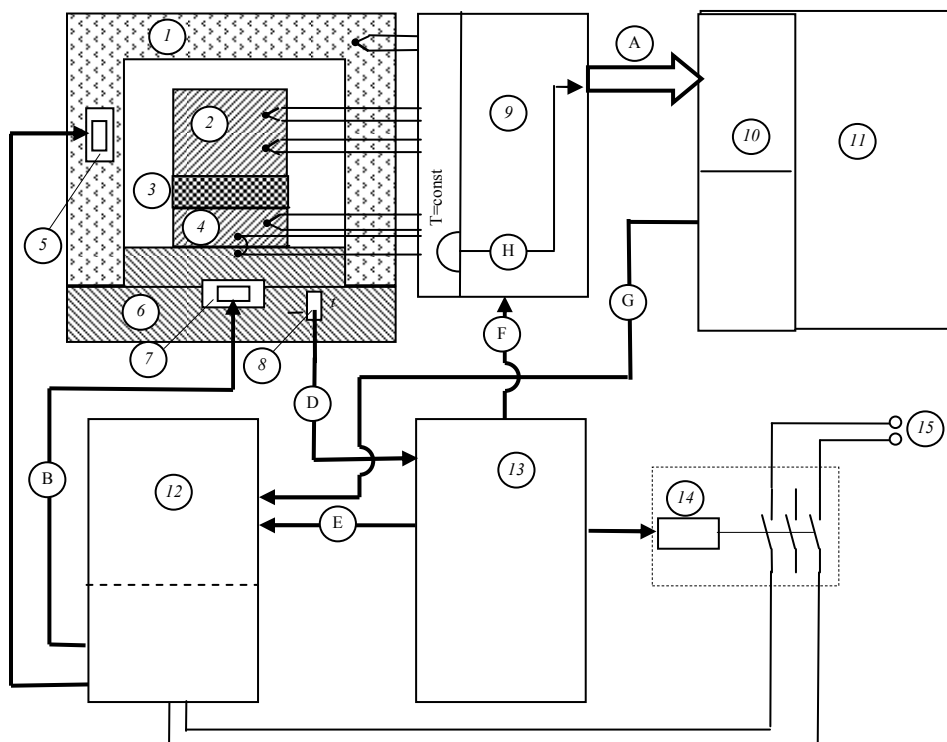
напряжения на нагревателе удалена. Для программного управления экспериментом разработана специальная программа на языке Delphi.

На рисунке 1 приведена схема измерительной системы модернизированного прибора, более полно и наглядно отражающая вышеописанные изменения.

В результате таких усовершенствований получена возможность автоматизировать проведение и обработку эксперимента, программно управлять режимами работы прибора, непрерывно записывать особенности обрабатываемого режима и результаты обработки исходных опытных данных в файлы.

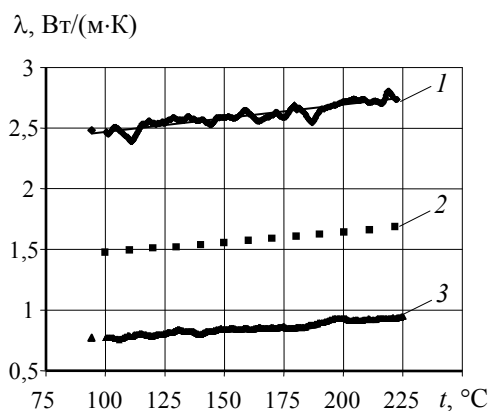
После модернизации прибора проведена его калибровка по аттестованным образцам (из стекла КВ, оргстекла и по медному образцу) с определением таких констант прибора, как коэффициент преобразования термомера и поправка на величину контактных термических сопротивлений между образцом и поверхностью термомера.

Для того чтобы получить убедительные и достоверные результаты, при планировании исследований принято решение кроме трех параллельных опытов с испытуемым образцом провести измерение теплопроводности аттестованного



**Рис. 1. Схема измерительной системы модернизированного прибора ИТ-λ-400:**

1 – адиабатная оболочка; 2 – стержень; 3 – образец; 4 – термомер; 5 – нагреватель оболочки; 6 – основание; 7 – нагреватель основания; 8 – датчик температуры основания; 9 – блок холодных спаев; 10 – PCI совместимая плата АЦП/ЦАП; 11 – ПК под управлением ОС Windows; 12 – блок питания и регулирования; 13 – блок аппаратной защиты и коммутации; 14 – силовое реле; 15 – сеть 220 В 50Гц; А – сигналы термопар; В – питание нагревателя основания; С – питание нагревателя адиабатической оболочки; D – сигнал от датчика температуры основания; Е – питание низковольтной части блока питания и регулирования; F – питание блока холодных спаев термопар; G – сигналы управления мощностью нагревателя основания и нагревателя оболочки; H – сигнал с датчика температуры холодных спаев термопар



**Рис. 2. Результаты измерений и сопоставления теплопроводностей:**  
 1 – исследуемый образец; 2 – стекло KV; 3 – стекло ТФ-1

образца из стекла марки ТФ-1, а также представить на общем графике значения коэффициента теплопроводности для образца из стекла KV, по которому проводилась калибровка тепломера (рис. 2). Кривая  $\lambda = f(t)$  для исследованного образца представляет собой результат усреднения трех параллельных опытов.

Обработка приведенных данных (см. рис. 2) позволила получить регрессионную зависимость  $\lambda = 0,0022t + 2,2459$  с коэффициентом детерминации  $R^2 = 0,8263$ . Чтобы повысить точность регрессионной связи, использовался известный прием: сначала методом наименьших квадратов (МНК) определялась линия тренда и параметры этой линейной формулы.

Далее рассчитывали величину погрешности между экспериментальным и расчетным значениями для каждой точки на графике, определяли наибольшее и наименьшее значения из всех результатов. После этого, реализуя критерий  $\min(\max)$ , вручную незначительно изменяли постоянную составляющую линейной формулы так, чтобы добиться одинаковых (по абсолютной величине) значений минимальных и максимальных отклонений. Такой прием позволил, например, скорректировать зависимость, приведенную на рис. 2, и записать ее в виде  $\lambda = 0,0022t + 2,225$ , которая обеспечивает разброс опытных точек относительно осредняющей прямой с точностью  $\pm 3,6\%$ , в то время как при МНК соответствующие погрешности равны  $+2,8$  и  $-4,4\%$ .

**Вывод.** Получена достоверная информация о способности проводить тепло для нанокерамики на основе диоксида циркония.

#### Список литературы

1. Измерительная система для исследования температурной зависимости теплопроводности материалов / С.О. Юрина [и др.] // Материалы III Международной научно-инновационной конференции «Современные твердофазные технологии: теория, практика и инновационный менеджмент» / Тамб. гос. техн. ун-т, НОЦ ТамбГТУ – ИСМАН «Твердофазные технологии». – Тамбов, 2011. – С. 178–179.
2. Теплофизические измерения и приборы / Е.С. Платунов [и др.] ; под ред. Е.С. Платунова. – Л. : Машиностроение, Ленингр. отд-ние, 1986. – 256 с.

## Study of Thermal Conductivity of Ceramic Samples from Zirconium Dioxide Nanopowders

L.V. Kuznetsova<sup>1</sup>, A.P. Kuzmin<sup>2</sup>, V.I. Lyashkov<sup>3</sup>, S.N. Mochalin<sup>3</sup>

*Institute of Inorganic Chemistry, Riga Technical University, Latvia (1);  
 Departments: "Chemistry" (2), "Hydraulics and Heat Engineering" (3), TSTU;  
 teplotehnika@nnn.tstu.ru*

**Key words and phrases:** dioxide zirconium; heat resistant ceramics; thermal conductivity.

**Abstract:** The authors present the results of experimental measurements of the thermal conductivity of ceramic zirconium nanopowder. They are represented as a linear dependence of thermal conductivity on temperature in the range 100...250 °C. The measurements were performed on the measuring-computing system developed on the basis of IT-λ-400 device.

---

### **Forschung der Wärmeleitfähigkeit der keramischen Muster aus dem Nanopulver des Dioxids des Zirkoniums**

**Zusammenfassung:** Es sind die Ergebnisse der experimentalen Messungen der Wärmeleitfähigkeit der keramischen aus dem Nanopulver des Zirkoniumdioxides sinternden Muster, die in Form von der linearen Abhängigkeit des Koeffizienten der Wärmeleitfähigkeit von der Temperatur im Intervall von 100 bis 250 °C dargelegt sind, angeführt. Die Messungen sind auf dem Messrechensystem, das aufgrund des Gerätes IT-λ-400 erarbeitet ist, erfüllt.

---

### **Etude de la conductibilité thermique des échantillons de céramique à partir de nanopoudre du dyoxide de zirconium**

**Résumé:** Sont cités les résultats des mesures expérimentales de la conductibilité thermique des échantillons de céramique à partir de nanopoudre du dyoxide de zirconium présentés en vue de la dépendance linéaire du coefficient de la conductibilité thermique à partir de la température dans l'intervalle de 100...250 °C. Les mesures sont effectuées par un système de calcul élaboré à la base du dispositif IT-λ-400.

---

**Авторы:** *Кузнецова Леонора Викторовна* – доктор философии (Ph. D.), старший научный сотрудник института неорганической химии, Рижский технический университет, г. Рига, Латвийская Республика; *Кузьмин Александр Петрович* – кандидат технических наук, старший преподаватель кафедры «Химия»; *Ляшков Василий Игнатьевич* – кандидат технических наук, профессор кафедры «Гидравлика и теплотехника»; *Мочалин Сергей Николаевич* – кандидат технических наук, ассистент кафедры «Гидравлика и теплотехника», ФГБОУ ВПО «ТГТУ».

**Рецензент:** *Дивин Александр Георгиевич* – доктор технических наук, доцент кафедры «Управление качеством и сертификация», ФГБОУ ВПО «ТГТУ».

---