

МАТЕРІАЛОЗНАВСТВО

DOI: 10.31319/2519-2884.45.2024.6

УДК 536.2

Ковальов С.В., к.х.н., доцент, ORCID: 0000-0001-8839-2392, e-mail: sv_kovalyov@i.ua

Козлов Я.М., к.т.н., доцент, ORCID: 0000-0002-6987-3753, e-mail: yaroslavklv@gmail.com

Рябик П.В., к.т.н., доцент, ORCID: 0000-0002-1804-9051, e-mail: pavelriabik@gmail.com

Ковальова Н.В., м.н.с., ORCID: 0009-0000-9347-9863, e-mail: n.kovalyova2000@gmail.com

Міщенко В.І., зав.лаб., ORCID: 0000-0002-1867-3874, e-mail: vlada28041991@gmail.com

Дацко М.О., здобувач третього (доктор філософії) рівня, ORCID 0009-0009-7854-3287, e-mail: m.o.datko@stud.ust.edu.ua

Шибка А.В., здобувач третього (доктор філософії) рівня, e-mail: andreyshibka26@gmail.com

Усатий В.В., здобувач третього (доктор філософії) рівня,

e-mail: aspirant.himteh2023@gmail.com

Український державний університет науки та технологій, Навчально-науковий інститут «Український державний хіміко-технологічний університет», м. Дніпро

Kovalyov Stanislav, Candidate of chemical sciences, Docent, Head of Energy Department

Kozlov Yaroslav, Candidate of technical sciences, Docent of Energy Department

Ryabik Pavlo, Candidate of technical sciences, Docent of Processes, Devices and General Chemical Technology Department

Kovalova Nadiia, Junior researcher of Energy Department

Mishchenko Vlada, Head of the Laboratory of Energy Department

Datsko Mykola, Postgraduate student

Shybka Andrii, Postgraduate student

Usatyi Volodymyr, Postgraduate student

Ukrainian State University of Science and Technologies, Educational and Research Institute «Ukrainian State University of Chemical Technology», Dnipro

МЕТОД ВИМІРЮВАННЯ ТЕПЛОФІЗИЧНИХ ПАРАМЕТРІВ МЕТАЛІВ З ТОНКИМИ ПОКРИТТЯМИ, НАНЕСЕНИМИ ГАЛЬВАНІЧНИМ ШЛЯХОМ В МАГНІТНОМУ ПОЛІ НИЗЬКОЇ ІНДУКЦІЇ

Робота присвячена розробці методики вимірювання теплофізичних характеристик металів з тонкими покриттями, нанесеними гальванічним шляхом на метал основи, для використання у теплотехнічному обладнанні відновлюваних джерел енергії. Спроектовано та виготовлено лабораторне обладнання для вимірювання теплофізичних характеристик металів з тонкими покриттями та тонких покриттів, нанесених на матеріал основи. Проведено дослідження для визначення теплопровідності та теплоємності на прикладі нікелевого покриття, нанесеного на мідну основу гальванічним шляхом в магнітному полі низької індукції. Запропонована в цій роботі методика дозволяє визначати теплофізичні характеристики металів з тонкими покриттями і тонких покриттів, нанесених електрохімічним шляхом на теплопровідну основу, для з'ясування доцільності їх використання в теплопровідному обладнанні.

Ключові слова: теплопровідність; теплоємність; металеві покриття; плівка; гальваніка; магнітне поле.

The work is devoted to the development of a measuring method of the thermal characteristics of metals with thin coatings applied by galvanic method on the base metal, for use in thermal equipment of renewable energy sources. Designed and manufactured laboratory equipment for measuring the thermal characteristics of metals with thin coatings and thin coatings applied to the base material. A study was conducted to determine thermal conductivity and heat capacity on the example of a nickel

coating applied to a copper base by galvanic means in a magnetic field of low induction. The method proposed in this paper allows to determine the thermophysical characteristics of metals with thin coatings and thin coatings deposited electrochemically on a heat-conducting base, in order to solve the question of the feasibility of their use in heat-conducting equipment.

Keywords: thermal conductivity; heat capacity; metal coatings; film; electroplating; magnetic field.

Постановка проблеми

Виготовлення теплопровідної апаратури неможливо без застосування сучасних технологій захисту матеріалів, одним з яких є нанесення гальванічних покриттів на теплопровідну арматуру для захисту її від корозії та накипу. Одним із таких покриттів є нікелеве покриття. В літературі немає інформації про вплив тонкого шару нікелю, нанесеного на матеріал основи, на теплофізичні властивості одержаного матеріалу. Тому була поставлена задача розробити методику та прилад для вимірювання теплофізичних характеристик теплопровідного матеріалу основи з нанесеним на нього тонким захисним покриттям.

Поставлена задача була вирішена шляхом побудови розрахункової схеми процесу, створення приладу для вимірювання теплофізичних характеристик та визначення коефіцієнтів теплопровідності та теплоємності.

Аналіз останніх досліджень та публікацій

На сьогоднішній день доступні різні методи вимірювання теплопровідності, як для масивних, так і для тонко-плівкових твердо-тільних матеріалів, у широкому діапазоні температур [1—11]. Основні методи вимірювання наведено у табл. 1.

Таблиця 1. Основні методи визначення теплових характеристик матеріалів

Метод	Масивний матеріал	Тонка плівка
Стационарний	Абсолютний метод Порівняльний метод Метод радіального теплового потоку Метод паралельної провідності	Методи стаціонарного електричного нагріву
Динамічний (у частотній області)	Метод імпульсного напруження (Pulsed power technique)	Метод 3ω Метод термовідбивання у частотній області (FDTR)
Динамічний (у часовій області)	Метод гарячого дроту (метод голчастого зонда) Метод лазерного спалаху Метод плоского джерела (TPS)	Метод термовідбивання у часовій області (TDTR)

Для термічної характеристики масивного матеріалу використовуються методи, як стаціонарного, так і динамічного режимів [2—9, 12—14]. Для вимірювання теплофізичних характеристик тонких плівок найчастіше використовуються динамічні методи, а саме, метод 3ω і метод перехідного термовідбивання, що включає аналіз як у часовій (TDTR), так і в частотній (FDTR) областях [10—11, 15—16].

Потрібно зауважити, що деякі методи, а саме, метод 3ω і методи термовідбивання у часовій (TDTR) та частотній (FDTR) областях, є універсальними та можуть застосовуватися для термічної характеристики як масивних, так і тонкоплівкових матеріалів. Проте вартість обладнання для вимірювання за цими методами досить висока. Кожен із цих методів має власні переваги і обмеження та підходить лише для обмеженого діапазону матеріалів, залежно від їх теплових властивостей, конфігурації зразка та температури вимірювання.

Формулювання мети дослідження

Метою роботи є: розробка простого методу та виготовлення недорогого лабораторного обладнання для вимірювання теплофізичних властивостей металів з тонкими покриттями і оде-

ржання даних про теплопровідність та теплоємність нікелевих покриттів на міді.

Для досягнення мети треба вирішити наступні задачі:

- побудувати розрахункову схему процесу вимірювання;
- спроектувати конструкцію лабораторного обладнання для вимірювання теплофізичних характеристик матеріалів, які складаються з металевої основи та нанесеного на нього тонкого покриття;
- побудувати прилад для вимірювання;
- визначити коефіцієнти теплопровідності та теплоємності металу з тонким покриттям та металевого покриття.

Виклад основного матеріалу

Після проведення аналізу методів вимірювання [1—17] для металів з тонкими покриттями, на нашу думку, більше підходить метод, який поєднує статичний та динамічний підходи. Розроблений нами метод дозволяє швидко і з певною точністю вимірювати теплопровідність гальванічного покриття і теплопровідність основи з покриттям. Об'єктом вимірювання була тонка мідна пластина, покрита шаром нікелю, який нанесено гальванічним шляхом у магнітному полі низької індукції.

Методика розрахунку

Для аналізу та розрахунку теплопровідності побудуємо розрахункову схему (рис. 1). На схемі позначені:

- температури: верху зразка — нікелеве покриття (T_v), низу зразка — мідна основа (T_n), падіння температури на міжфазній межі ($T_{m.m.}$), в камері пристрою (T_k);
- довжини: l_{Cu} — товщина мідної основи, l_{Ni} — товщина нікелевого покриття, $l_{зразка}$ — товщина усього зразка (покриття з основою);
- теплопровідності: λ_{Ni} — нікелевого покриття, λ_{Cu} — мідної основи, $\lambda_{зразка}$ — зразка (величина, що підлягає вимірюванню);
- Q — тепловий потік.

Після вимірювання температури зразків протягом часу нагрівання камери, побудови графіків залежності T_v , T_n та T_k від часу нагрівання зразка знаходимо час, при якому відбувається стабілізація температури T_v при стабільній температурі у камері пристрою T_k . Для цього часу розраховуємо різницю температур ΔT , як:

$$\Delta T = T_v - T_n, \quad (1)$$

де, T_v та T_n — температури верху і низу зразка відповідно, °С.

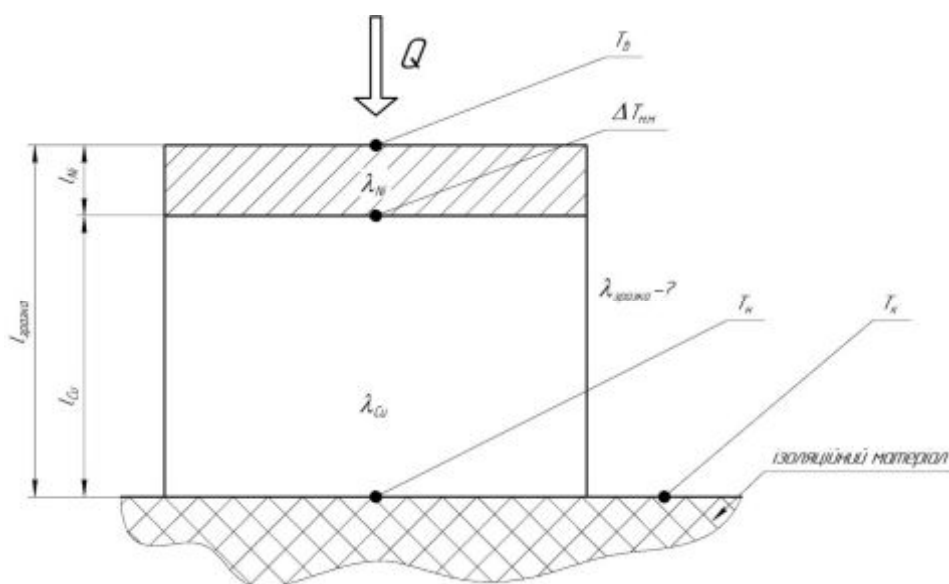


Рис. 1. Розрахункова схема

Далі з використанням закону Фур'є (2), при відомій теплоті, розраховуємо теплопровідність матеріалу:

$$\lambda = \frac{Q \cdot L}{A \cdot \Delta T}; \quad (2)$$

$$Q = p - Q_{loss}, \quad (3)$$

де Q — кількість тепла, що протікає через зразок; A — площа поперечного перерізу зразка; L і ΔT — відстань і різниця температур між датчиками температури; p — прикладена теплова потужність джерела тепла; Q_{loss} — втрати тепла через випромінювання, провідність і конвекцію в навколишнє середовище.

За зазначеною вище методикою можливо визначити теплопровідність суцільного масивного матеріалу або металеві основи для покриття. З початку ми використовували цю методику для визначення теплопровідності мідної основи з ціллю зрівняння отриманої величини з довідниковим значенням теплопровідності міді.

Далі, використовуючи відносний метод вимірювання теплопровідності, виходячи з формули (4), можливо без визначення теплового потоку знайти значення теплопровідності зразку, який складається з мідної основи та нанесеного на неї покриття.

$$\lambda_1 = \frac{A_2 \cdot \Delta T_2 \cdot L_1}{A_1 \cdot \Delta T_1 \cdot L_2}. \quad (4)$$

Запишемо формулу (4) відповідно до нашого пристрою та розрахункової схеми:

$$\lambda_{зразка} = \lambda_{Cu} \frac{A_{Cu} \cdot \Delta T_{Cu} \cdot l_{зразка}}{A_{зразка} \cdot \Delta T_{зразка} \cdot l_{Cu}}, \quad (5)$$

де λ_{Cu} — теплопровідність мідної основи, Вт/(м·°К); A_{Cu} та $A_{зразка}$ — поверхня мідної основи та нікелевого покриття відповідно, м²; l_{Cu} та $l_{зразка}$ — довжина (товщина) мідної основи та усього зразка відповідно, м; ΔT_{Cu} та $\Delta T_{зразка}$ — різниця між температурами верху і низу мідного еталону та різниця між температурами верху і низу зразка, для якого визначається теплопровідність, відповідно, °К.

Представлена методика не дозволяє вимірювати теплопровідність самого покриття, але ми отримуємо експериментальні значення теплопровідності матеріалу з покриттям, що дає можливість порівнювати теплопровідності різних матеріалів з покриттями. Визначити теплопровідність покриття можливо розрахунковим шляхом з використанням наступної формули (6), яка виводиться з умови відносної залежності теплопровідності від товщини матеріалу:

$$\lambda_{зразка} = \lambda_{Cu} \frac{l_{Cu}}{l_{зразка}} + \lambda_{покриття} \frac{l_{покриття}}{l_{зразка}}, \quad (6)$$

де $l_{покриття}$ — довжина (товщина) покриття (в нашому випадку нікелевого).

Пристрій для вимірювання теплопровідності

Розроблена схема пристрою показана на рис. 2.

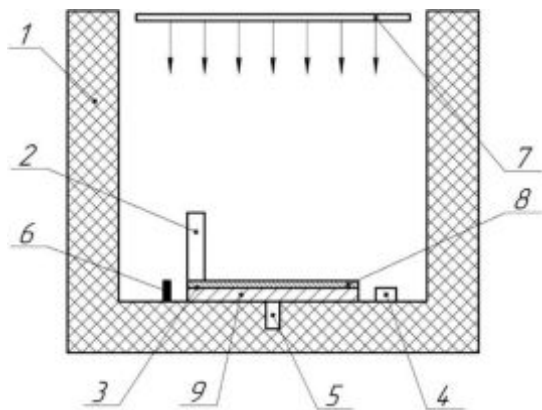


Рис. 2. Схема пристрою для вимірювання теплопровідності: 1 — корпус із теплоізоляційного матеріалу, 2 — термопара для вимірювання зовнішньої температури зразка (знаходиться в ізольованому корпусі), 3 — зразок з гальванічним покриттям, для вимірювання теплопровідності, 4 — термопара для вимірювання температури в корпусі біля зразку, 5 — термопара для вимірювання внутрішньої температури зразка, 6 — прилад для вимірювання світлового потоку, 7 — джерело енергії, 8 — покриття, 9 — основа

Схема складається зі зразка 3, з нанесеним покриттям 8 на основу 9, датчика температури на поверхні зразка 2 та датчика температури, розташованого під зразком 5, датчика температури камери 4, приладу для вимірювання світлового потоку 6, джерела енергії 7 та теплоізованого корпусу 1 (без кришки).

Принцип роботи пристрою полягає у наступному: зразок з покриттям 3 розташовують усередині корпусу 1, до нижньої частини пластинки основи прикріплюють термопару 5, яка вимірює температуру на нижній частині основи після проходження крізь зразок теплового потоку. Другу термопару 2 розташовано на поверхні зразка та ізовано від впливу теплоти пристрою, що випромінює. Вона вимірює температуру покриття. Термопара 4, що вимірює температуру поверхні, притискає зразок зверху. Біля зразка розташовується термопара 4, яку використовують для вимірювання температури в камері пристрою 1. Датчик 10 призначено для вимірювання світлового потоку, який прямує на зразок. Одночасно з вмиканням джерела енергії 7 вмикається таймер (на схемі не позначено). Проводиться реєстрація вимірювань термопар 2, 4 та 5. За одержаними даним будуються графічні залежності між часом випромінювання та температурою поверхні покриття, температурою основи (після проходження крізь зразок теплового потоку), температурою повітря у камері поблизу зразка. Далі шляхом аналізу отриманих даних визначається теплопровідність зразка з покриттям, а також розраховується теплопровідність самого покриття. Методика розрахунку теплопровідності покриття описана нижче на прикладі визначення теплопровідності покритої нікелем мідної основи.

Дослідження теплопровідності міді

Визначення коефіцієнту теплопередачі виконувалось у наступному порядку. Зразок міді у вигляді пластинки площею (A_{Cu}) 400 мм² і товщиною (l_{Cu}) 0,25 мм закріплювали в установці дослідження шляхом затиснення між двома термопарами, які вимірювали температуру зразка зверху і знизу. Після включення джерела тепла проводили вимірювання відповідних температур. Тепловий потік навірлявся на верх зразка. Після одержання даних будувались криві залежності температури від часу нагрівання зразка (рис. 3).

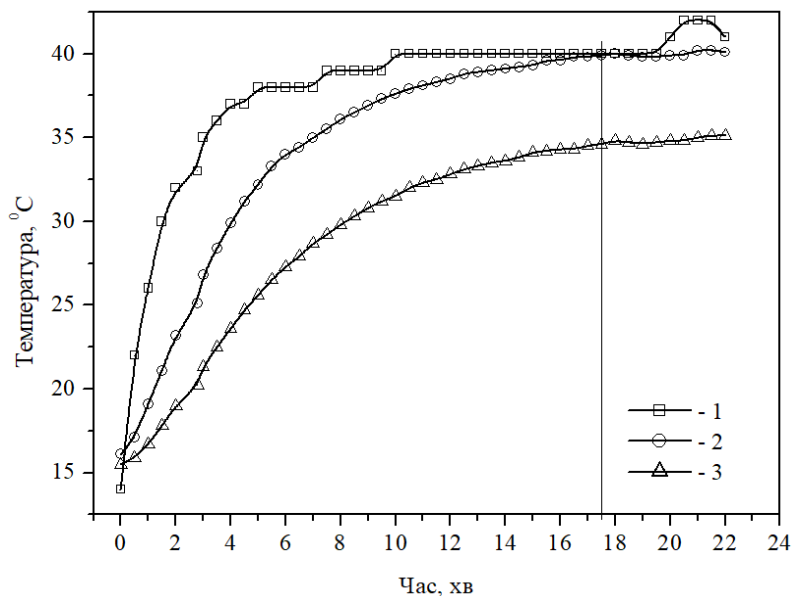


Рис. 3. Експериментальні залежності температури від часу нагрівання мідного зразка товщиною 0,25 мм: 1 — температура камери, 2 — температура верху зразка, 3 — нижньої частини зразка

Далі за допомогою аналізу кривих визначали час, при якому значення температури в камері пристрою (T_k) та температури поверхні зразка (T_v) виходять на стаціонарні. Це вказує на баланс теплоти, яка приходить до зразка і відводиться від нього у навколишнє середовище шляхом теплообміну крізь покриття (формула (3)). Знаходили різницю температур (ΔT_{Cu}) для зразка при цьому часі (на рис. 3 показано вертикальною прямою лінією) за формулою (1).

Особливу складність викликає визначення часу виходу на стаціонарне значення. Для його знаходження радимо використовувати наступну методику. Спочатку визначається час, коли у камері виникає постійна температура, тобто значення температури T_k виходить на плато. Це і відповідає стаціонарному режиму нагрівання, тобто встановлюється рівновага між теплом, що приходить із зовні до зразка і теплом, яке відводиться в навколишнє середовище. З моменту, коли температура в камері стає постійною, вибираємо на кривій залежності температури верху зразка від часу значення часу, коли температура верху зразка виходить на плато (T_v). З точки початку плато температури верху зразка опускаємо вертикальну лінію вниз і визначаємо час. В точці, де лінія перетинає графік температурної залежності температури низу зразка, визначаємо (T_n). При цьому значенні часу знаходимо різницю температур верху і низу зразка за формулою (1).

Визначивши ΔT , знаходимо значення коефіцієнту теплопровідності за законом Фур'є (формула (2)). Одержати значення теплового потоку Q для формули (2) можна шляхом розрахунку, виходячи з того, що тепловий потік, який ми застосовуємо, викликаний джерелом енергії (в нашому випадку лампою розжарювання потужністю 100 Вт). Лампа розжарювання нагріває повітря, яке знаходиться між нею та зразком, теплоємність якого складає $1 \text{ кВт}/(\text{кг}\cdot\text{K}^\circ)$. Температура нитки лампи розжарювання складає $2250 \text{ }^\circ\text{C}$. У стаціонарному режимі, який утворюється при виході температури в камері на стаціонарне значення, температура складає 40°C (рис. 3). Порахувавши і підставивши ці значення в формулу для знаходження теплоти, отримаємо її значення. Підставив у формулу (2) одержане значення теплового потоку, розраховуємо теплопровідність міді. В нашому випадку визначена різниця температур між поверхнями зразка складає $5,3 \text{ }^\circ\text{K}$. Підставив це значення в формулу (2) знаходимо теплопровідність міді, яка складає $394 \text{ Вт}/(\text{м}\cdot\text{K}^\circ)$. Це значення добре збігається з табличним значенням теплопровідності міді при заданій температурі ($404 \text{ Вт}/(\text{м}\cdot\text{K}^\circ)$) [18]. Отже можна зробити висновок, що запропонована в роботі методика дозволяє визначити теплопровідність металевих матеріалів.

Дослідження покриттів

Рентгеноструктурний аналіз отриманих покриттів проводили за допомогою рентгенівського дифрактометра ДРОН-2.

Морфологію поверхні нікелевих осадів вивчали за допомогою растрової електронної мікроскопії (РЕМ) РЕМ-106І з використанням формування зображень у вторинних електронах.

Дослідження теплопровідності міді з нікелевим покриттям та розрахунок теплопровідності покриття

Теплопровідність зразка з покриттям визначається за описаною вище методикою шляхом вимірювання температури і побудови графічної залежності температури від часу нагрівання зразка (рис. 4). З рис. 4. визначаємо T_v та T_n , і за формулою (1) $\Delta T_{\text{зразка}}$, що складає $7,5 \text{ }^\circ\text{K}$.

Маючи значення різниці температур і розмірів мідної основи і покриття, за формулою (5) розраховуємо коефіцієнт теплопровідності зразка з покриттям, що складає $326 \text{ Вт}/(\text{м}\cdot\text{K}^\circ)$. В формулі (5) ми використовували наступні данні: λ_{Cu} — теплопровідність мідної основи, $394 \text{ Вт}/(\text{м}\cdot\text{K}^\circ)$; A_{Cu} та $A_{\text{зразка}}$ — поверхня мідної основи та основи з нікелевим покриттям дорівнювали 400 мм^2 ; l_{Cu} — довжина (товщина) мідної основи $0,25 \text{ мм}$; $l_{\text{зразка}}$ — довжина (товщина) зразка з покриттям $0,293 \text{ мм}$; ΔT_{Cu} — різниця між температурами верху і низу мідного еталону розрахована по залежності (рис. 3) та складає $5,3 \text{ }^\circ\text{C}$; $\Delta T_{\text{зразка}}$ — різниця між температурами верху і низу зразка, для якого визначається теплопровідність, визначена за рис. 4 і формулою (1) та складає $7,5 \text{ }^\circ\text{C}$.

Розрахований за формулою (6) коефіцієнт теплопровідності нікелевого покриття має значення $67,76 \text{ Вт}/(\text{м}\cdot\text{K}^\circ)$. Слід зауважити, що табличне значення коефіцієнта теплопровідності нікелю при заданій температурі складає $89 \text{ Вт}/(\text{м}\cdot\text{K}^\circ)$ [18]. Зменшення коефіцієнту теплопровідності нікелю, на нашу думку, пов'язано зі зміною текстури нікелевого покриття, утвореного за допомогою метода гальванічного осадження в магнітному полі низької індукції. На рис. 5 наведені рентгенівські дифрактограми електроосадженого нікелевого покриття на мідну основу. Наявність піків при чотирьох кутах 2θ впевнено показують, що покриття є однією фазою нікелю без домішок. Але більш вираженим є орієнтація (220). Можливо, саме ця структура є менш теплопровідною.

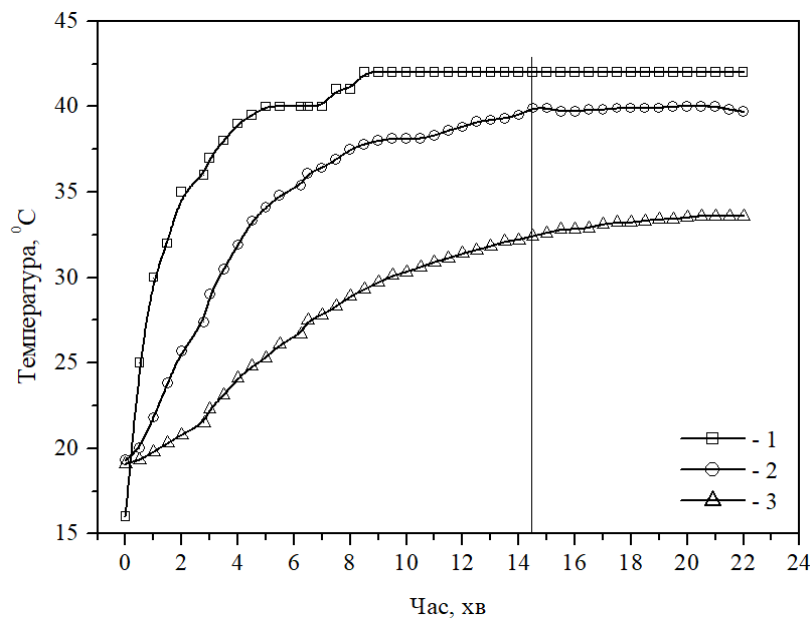


Рис. 4. Експериментальні залежності температури від часу нагрівання мідного зразка з нанесеним покриттям нікелю товщиною 0,043 мм: 1 — температура камери, 2 — температура верху зразка, 3 — нижньої частини зразка

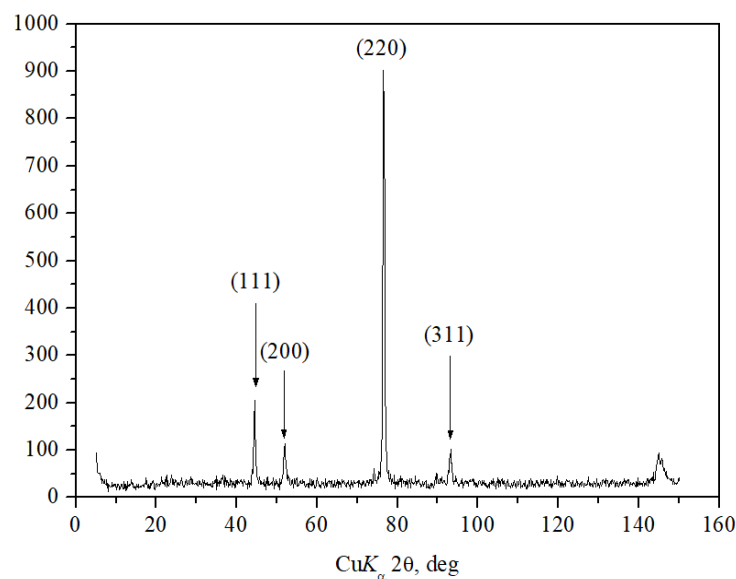


Рис. 5. Рентгенівські дифрактограми електроосаджених покриттів нікелю на мідну основу

На рис. 6 наведені фотографії, отримані методом растрової мікроскопії. Покриття нікелю на міді мають рівномірний характер при низькому (рис. 6, б) і при великому (рис. 6, а) збільшенні, що приводить до висновку, що морфологія поверхні не впливає на теплопровідність покриття.

Крім того, на зменшення коефіцієнту теплопровідності нікелю може впливати зміна фази та відповідно теплопровідності при переході від нікелю до міді. Нажаль, ми не можемо визначити різницю температур на цій границі у зв'язку з дуже малими поперечними розмірами зразка і покриття.

Методика і розроблений пристрій дозволяють доволі швидко визначати теплопровідність будь якого матеріалу, будь то пластина чи масивний зразок. Слід зауважити, що при використанні масивного зразка необхідно ізолювати його бічні поверхні для того, щоб не відбувалась втрата теплоти при нагріванні зразка.

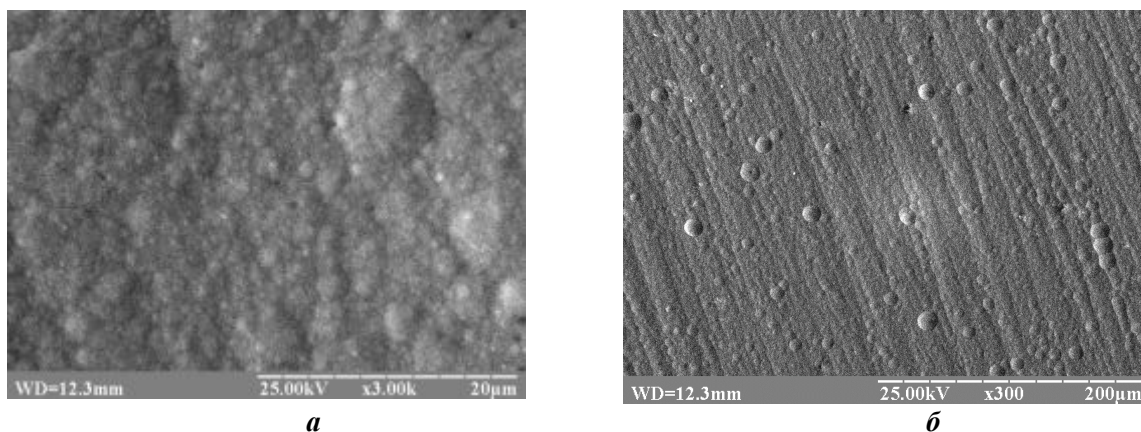


Рис. 6. Фото поверхні нікелевого покриття, отриманого методом РЕМ, збільшення: *a* — в 3000 разів, *б* — в 300 разів

Теплоємність міді

Теплоємність міді розраховувалась за методикою, яка полягала в аналізі залежності температури від часу. Ця залежність побудована експериментальним шляхом наступним чином. Нагрітий зразок мідної пластинки охолоджується, віддаючи у навколишнє середовище певну кількість теплоти за певний період часу. Тепловий потік, який випромінюється поверхнею зразка, може бути визначений на основі закону Фур'є за формулою (2). Таким чином, порахувавши тепловий потік за певний час, можливо визначити кількість теплоти, яка випромінюється зразком. Теплоємність визначаємо за формулою:

$$Q = c \cdot m \cdot (t_2 - t_1), \quad (7)$$

де, c — питома теплоємність, Дж/(г·°К); m — маса зразка, г; t_1 та t_2 — температури, °К.

На рис. 7 наведені експериментальні данні залежності зміни температури зразка при його охолодженні.

Якщо взяти різницю температур між кривою 1, яка відповідає температурі верхньої поверхні зразка, і кривою 2, яка відповідає температурі нижньої поверхні зразка; то отримаємо величину ΔT за формулою (1). Далі за формулою (2) розраховуємо тепловий потік. Розрахунок теплового потоку проводимо з початку експерименту до часу коли криві 1 і 2 збігаються в одній точці. На рис. 7 криві перетинаються в одній точці при часі 2,7 хв.

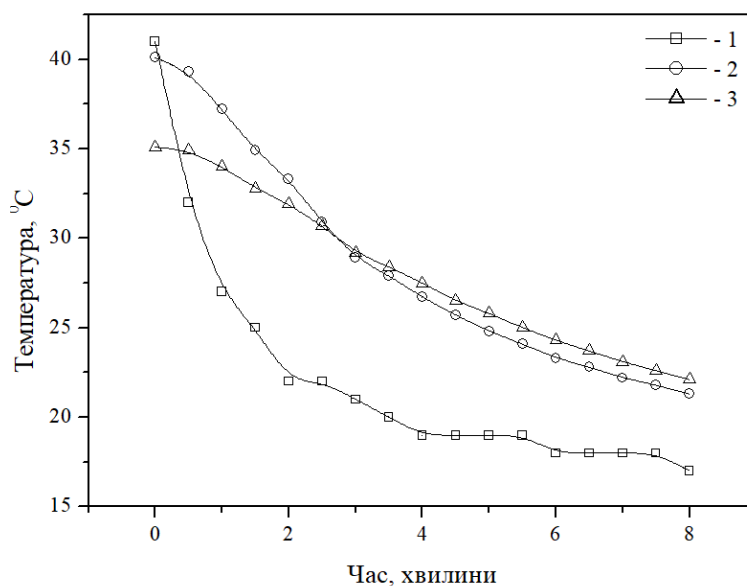


Рис. 7. Експериментальні залежності температури від часу охолодження мідного зразка товщиною 0,25 мм: 1 — температура камери, 2 — температура верху зразка, 3 — нижньої частини зразка

Інтегрально визначимо тепловий потік, який видається зразком, за законом Фур'є для нашого випадку:

$$q = \frac{\lambda_{Cu} \cdot S_{Cu} \cdot (t_2 - t_1)}{l_{Cu}}, \text{ Вт.} \quad (8)$$

Одержаний за формулою (8) тепловий потік дорівнював 3152 Вт. Скоректуємо його на час випромінення, поділивши значення теплового потоку на час випромінення. Одержуємо теплоту 19,49 Дж.

Далі за формулою (7) визначаємо теплоємність. Одержане значення теплоємності, 0,385 кДж/(кг·°К), добре збігається з табличним значенням теплоємності міді при заданій температурі, яке складає 0,386 кДж/(кг·°К) [18]. Отже, запропоновану методику розрахунку теплоємності металу основи можна поширити на визначення теплоємності металу з тонким покриттям.

Теплоємність матеріалу з покриттям

Теплоємність зразка (мідної основи та нікелевого покриття) визначаємо за методикою, яка розглянута вище. Спочатку одержимо експериментальну залежність між температурою та часом охолодження зразка (рис. 8).

Для одержання величини ΔT за формулою 1 визначимо різницю температур між кривою 1, яка відповідає температурі верхній поверхні зразка, і кривою 2, яка відповідає температурі нижньої поверхні зразка (рис. 8). На рис. 8 ці криві перетинаються в одній точці при часі 2,4 хв.

Інтегрально визначимо тепловий потік, який видається зразком, за законом Фур'є за формулою (8) з урахуванням зразка з покриттям:

$$q = \frac{\lambda_{\text{зразок}} \cdot S_{\text{зразок}} \cdot (t_в - t_н)}{l_{\text{зразок}}}. \quad (9)$$

Розраховане значення теплового потоку склало 2715 Вт. Скоректуємо його на час випромінення, поділивши значення теплового потоку на час випромінення. Одержуємо теплоту 18,85 Дж. Далі за формулою (7) визначаємо теплоємність зразка з покриттям. Розраховане значення теплоємності склало 0,4285 кДж/(кг·°К). Це значення знаходиться між довідниковими значеннями теплоємності міді 0,386 кДж/(кг·°К) та нікелю 0,496 кДж/(кг·°К) [18].

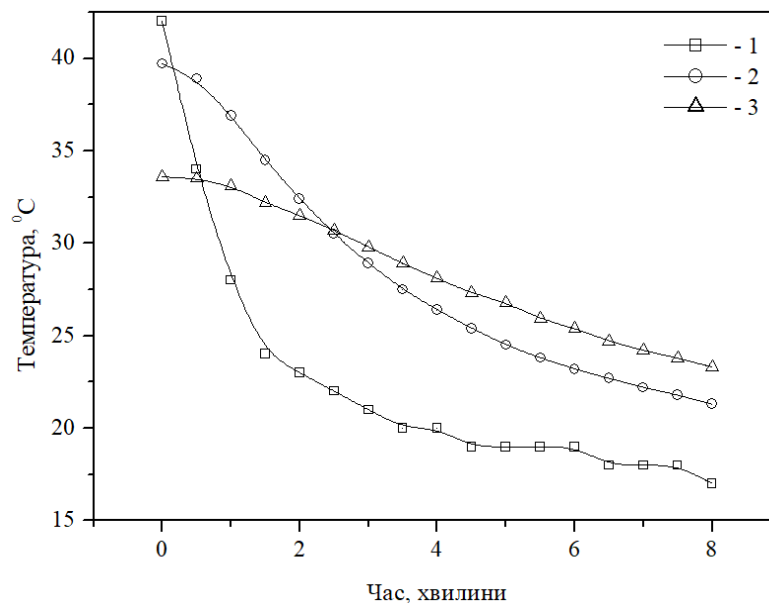


Рис. 8. Експериментальні залежності температури від часу охолодження зразка мідної пластини товщиною 0,25 мм з нанесеним покриттям нікелю товщиною 0,043 мм: 1 — температура камери, 2 — температура верху зразка, 3 — нижньої частини зразка

Висновки

Розроблено просту методику для вимірювання теплопровідності металу з тонким металевим покриттям, нанесеним на метал основи гальванічним шляхом в магнітному полі низької індукції.

Спроектовано та виготовлено недороге лабораторне обладнання для вимірювання теплофізичних характеристик металу з тонким покриттям.

Проведено визначення теплопровідності та теплоємності мідної основи, мідної основи з нікелевим покриттям та нікелевого покриття. Результати визначених за розробленою методикою теплофізичних характеристик мідної основи добре збігаються з довідковими величинами. Це дозволяє зробити висновок, що запропоновану в роботі методику можна використовувати для визначення теплофізичних характеристик металу з тонкими покриттями та тонких покриттів з ціллю вирішення питання доцільності їх використання в теплопровідному обладнанні.

Отримані результати, показали, що теплопровідність мідної основи з нікелевим покриттям ($326 \text{ Вт}/(\text{м}\cdot^\circ\text{К})$) є меншою, ніж теплопровідність міді ($394 \text{ Вт}/(\text{м}\cdot^\circ\text{К})$), а теплоємність мідної основи з нікелевим покриттям ($0,4285 \text{ кДж}/(\text{кг}\cdot^\circ\text{К})$) є більшою за теплоємність міді ($0,385 \text{ кДж}/(\text{кг}\cdot^\circ\text{К})$). Зміни теплофізичних характеристик міді після нанесення нікелевого покриття можуть бути обумовлені тим, що теплопровідність нікелю набагато менша, ніж у міді; а теплоємність нікелю більша за теплоємність міді. Окрім того на межі мідь-нікель утворюється додатковий перехідний шар, що може також погіршувати теплотехнічні характеристики матеріалу. У загальному випадку теплопровідність та теплоємність мідної основи з захисним нікелевим покриттям мають досить високі значення, що дозволяє застосовувати їх в теплопровідному обладнанні.

Надалі дослідження методів визначення теплофізичних характеристик теплопровідних матеріалів з тонкими покриттями будуть спрямовані на підвищення точності моделі у широкому діапазоні температур для можливості розширення сфери застосування даної методики.

Список використаної літератури

1. Shi, L., Dames, C., Lukes, J. R., Reddy, P., Duda, J., Cahill, D. G., Lee, J., Marconnet, A., Goodson, K. E., Bahk, J.-H., Shakouri, A., Prasher, R. S., Felts, J., King, W. P., Han, B., and Bischof, J. C., 2015, "Evaluating Broader Impacts of Nanoscale Thermal Transport Research," *Nanoscale Microscale Thermophys. Eng.*, 19(2), pp. 127–165.
2. ASTM, 2013, "Standard Test Method for Steady-State Heat Flux Measurements and Thermal Transmission Properties by Means of the Guarded-Hot-Plate Apparatus," ASTM International, West Conshohocken, PA, Standard No. ASTM C177-13.
3. ASTM, 2015, "Standard Test Method for Steady-State Thermal Transmission Properties by Means of the Heat Flow Meter Apparatus," ASTM International, West Conshohocken, PA, Standard No. ASTM C518-15.
4. ASTM, 2011, "Standard Test Method for Evaluating the Resistance to Thermal Transmission of Materials by the Guarded Heat Flow Meter Technique," ASTM International, West Conshohocken, PA, Standard No. ASTM E1530-11.
5. Zawilski, B. M., Iv, R. T. L., Tritt, T. M., 2001, "Description of the Parallel Thermal Conductance Technique for the Measurement of the Thermal Conductivity of Small Diameter Samples," *Rev. Sci. Instrum.*, 72(3), pp. 1770–1774.
6. Romao, C. P., Miller, K. J., Johnson, M. B., Zwanziger, J. W., Marinkovic, B. A., White, M. A., 2014, "Thermal, Vibrational, and Thermoelastic Properties of $\text{Y}_2\text{Mo}_3\text{O}_{12}$ and Their Relations to Negative Thermal Expansion," *Phys. Rev. B*, 90(2), p. 24305.
7. Assael, M. J., Antoniadis, K. D., Metaxa, I. N., Mylona, S. K., Assael, J.-A. M., Wu, J., Hu, M., 2015, "A Novel Portable Absolute Transient Hot-Wire Instrument for the Measurement of the Thermal Conductivity of Solids," *Int. J. Thermophys.*, 36(10-11), pp. 3083–3105.
8. Ruoho, M., Valsset, K., Finstad, T., Tittonen, I., 2015, "Measurement of Thin Film Thermal Conductivity Using the Laser Flash Method," *Nanotechnology*, 26 (19), p. 195706.
9. ASTM, 2016, "Standard Test Method for Measurement of Thermal Effusivity of Fabrics Using a Modified Transient Plane Source (MTPS) Instrument," ASTM International, West Conshohocken, PA, Standard No. ASTM D7984-16.

10. Volklein, F., Reith, H., Meier, A., 2013, "Measuring Methods for the Investigation of In-Plane and Cross-Plane Thermal Conductivity of Thin Films," *Phys. Status Solidi A*, 210(1), pp. 106–118.
11. Mishra, V., Hardin, C. L., Garay, J. E., Dames, C., 2015, "A 3 Omega Method to Measure an Arbitrary Anisotropic Thermal Conductivity Tensor," *Rev. Sci. Instrum.*, 86(5), p. 54902.
12. Afriyie, E. T., Karami, P., Norberg, P., Gudmundsson, K., 2014, "Textural and Thermal Conductivity Properties of a Low Density Mesoporous Silica Material," *Energy Build.*, 75, pp. 210–215.
13. Abdulagatov, I. M., Abdulagatova, Z. Z., Kallaev, S. N., Bakmaev, A. G., Ranjith, P. G., 2015, "Thermal-Diffusivity and Heat-Capacity Measurements of Sandstone at High Temperatures Using Laser Flash and DSC Methods," *Int. J. Thermophys.*, 36(4), pp. 658–691.
14. ISO, 2015, "Plastics-Determination of Thermal Conductivity and Thermal Diffusivity-Part 2: Transient Plane Heat Source (Hot Disc) Method," International Organization for Standardization, New York, Standard No. ISO 22007-2:2015.
15. Feser, J. P., Chan, E. M., Majumdar, A., Segalman, R. A., Urban, J. J., 2013, "Ultralow Thermal Conductivity in Polycrystalline CdSe Thin Films With Controlled Grain Size," *Nano Lett.*, 13(5), pp. 2122–2127.
16. Dames, C., 2013, "Measuring the Thermal Conductivity of Thin Films: 3 Omega and Related Electrothermal Methods," *Annu. Rev. Heat Transfer*, 16(16), pp. 7–49.
17. Marconnet, A. M., Panzer, M. A., Goodson, K. E., 2013, "Thermal Conduction Phenomena in Carbon Nanotubes and Related Nanostructured Materials," *Rev. Mod. Phys.*, 85(3), pp. 1295–1326.
18. Лариков Л. Н., Юрченко Ю. Структура и свойства металлов и сплавов. Тепловые свойства металлов и сплавов: справочник. К.: Наукова думка. 1985. 438 с.

A METHOD OF MEASURING THERMOPHYSICAL PARAMETERS OF METALS WITH THIN COATINGS APPLIED BY GALVANIC METHOD IN A MAGNETIC FIELD OF LOW INDUCTION

Abstract

The work is devoted to the development of a measuring method of the thermal characteristics of metals with thin coatings applied by galvanic method on the base metal, for use in thermal equipment of renewable energy sources. Designed and manufactured laboratory equipment for measuring the thermal characteristics of metals with thin coatings and thin coatings applied to the base material. A study was conducted to determine thermal conductivity and heat capacity on the example of a nickel coating applied to a copper base by galvanic means in a magnetic field of low induction. The calculation results showed that the thermal conductivity of the coated base is 326 W/(m·°K) and is lower than the thermal conductivity of the copper base (394 W/(m·°K)). This is due to the fact that nickel has a much lower thermal conductivity than copper. In addition, an additional transition layer is formed at the copper-nickel interface, which can also impair thermal conductivity. The heat capacity of nickel-plated copper was 0.4285 kJ/(kg·°K) and is greater than the heat capacity of pure copper. In general, a copper base with a protective nickel coating has good thermal characteristics and can be used in heat-conducting equipment. The method proposed in this paper allows to determine the thermal characteristics of metals with thin coatings and coatings applied electrochemically on a heat-conducting base, and to determine the possibility of their use in heat-conducting equipment.

References

- [1] Shi, L. & Dames, C. & Lukes, J.R. & Reddy, P. & Duda, J. & Cahill, D.G. «et al.» (2015). Evaluating Broader Impacts of Nanoscale Thermal Transport Research. *Nanoscale and Microscale Thermophysical Engineering*, 19(2), 127–165 [in English].
- [2] Standard Test Method for Steady-State Heat Flux Measurements and Thermal Transmission Properties by Means of the Guarded-Hot-Plate Apparatus. (2013). *ASTM C177-13*. West Conshohocken, PA: ASTM International [in English].
- [3] Standard Test Method for Steady-State Thermal Transmission Properties by Means of the Heat

- Flow Meter Apparatus. (2015). *ASTM C518-15*. West Conshohocken, PA: ASTM International [in English].
- [4] Standard Test Method for Evaluating the Resistance to Thermal Transmission of Materials by the Guarded Heat Flow Meter Technique. (2011). *ASTM E1530-11*. West Conshohocken, PA: ASTM International [in English].
- [5] Zawilski, B.M. & Iv, R.T.L. & Tritt, T.M. (2001). Description of the Parallel Thermal Conductance Technique for the Measurement of the Thermal Conductivity of Small Diameter Samples. *The Review of scientific instruments*, 72(3), 1770–1774 [in English].
- [6] Romao, C.P. & Miller, K.J. & Johnson, M.B. & Zwanziger, J.W. & Marinkovic, B.A. & White, M.A. (2014). Thermal, Vibrational, and Thermoelastic Properties of $Y_2Mo_3O_{12}$ and Their Relations to Negative Thermal Expansion. *Physical review. B, Condensed matter*, 90(2), 024305 [in English].
- [7] Assael, M.J. & Antoniadis, K.D. & Metaxa, I.N. & Mylona, S.K. & Assael, J.-A.M. & Wu, J. «et al.» (2015). A Novel Portable Absolute Transient Hot-Wire Instrument for the Measurement of the Thermal Conductivity of Solids. *International Journal of Thermophysics*, 36(10-11), 3083–3105 [in English].
- [8] Ruoho, M. & Valset, K. & Finstad, T. & Tittonen, I. (2015). Measurement of Thin Film Thermal Conductivity Using the Laser Flash Method. *Nanotechnology*, 26 (19), 195706. [in English].
- [9] Standard Test Method for Measurement of Thermal Effusivity of Fabrics Using a Modified Transient Plane Source (MTPS) Instrument. (2016). *ASTM D7984-16*. West Conshohocken, PA: ASTM International [in English].
- [10] Volklein, F. & Reith, H. & Meier, A. (2013). Measuring Methods for the Investigation of In-Plane and Cross-Plane Thermal Conductivity of Thin Films. *Physica Status Solidi A*, 210(1), 106–118 [in English].
- [11] Mishra, V. & Hardin, C.L. & Garay, J.E. & Dames, C. (2015). A 3 Omega Method to Measure an Arbitrary Anisotropic Thermal Conductivity Tensor. *The Review of scientific instruments*, 86(5), 054902 [in English].
- [12] Afriyie, E.T. & Karami, P. & Norberg, P. & Gudmundsson, K. (2014). Textural and Thermal Conductivity Properties of a Low Density Mesoporous Silica Material. *Energy and Buildings*, 75, 210–215 [in English].
- [13] Abdulagatov, I.M. & Abdulagatova, Z.Z. & Kallaev, S.N. & Bakmaev, A.G. & Ranjith, P. G. (2015). Thermal-Diffusivity and Heat-Capacity Measurements of Sandstone at High Temperatures Using Laser Flash and DSC Methods. *International Journal of Thermophysics*, 36(4), 658–691 [in English].
- [14] Plastics-Determination of Thermal Conductivity and Thermal Diffusivity-Part 2: Transient Plane Heat Source (Hot Disc) Method. (2015). *ISO 22007-2:2015*. New York: International Organization for Standardization [in English].
- [15] Feser, J.P. & Chan, E.M. & Majumdar, A. & Segalman, R.A. & Urban, J.J. (2013). Ultralow Thermal Conductivity in Polycrystalline CdSe Thin Films With Controlled Grain Size. *Nano Letters*, 13(5), 2122–2127 [in English].
- [16] Dames, C. (2013). Measuring the Thermal Conductivity of Thin Films: 3 Omega and Related Electrothermal Methods. *Annual Reviews of Heat Transfer*, 16(16), 7–49 [in English].
- [17] Marconnet, A.M. & Panzer, M.A. & Goodson, K.E. (2013). Thermal Conduction Phenomena in Carbon Nanotubes and Related Nanostructured Materials. *Review of Modern Physics*, 85(3), 1295–1326 [in English].
- [18] Larikov L. N. & Yurchenko Yu. (1985). *Struktura i svoistva metallov i splavov. Teplovie svoistva metallov i splavov [Structure and properties of metals and alloys. Thermal properties of metals and alloys]*. Kiev: Naukova dumka [in Russian].