

ЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ И МАГНИТНЫЕ
СВОЙСТВА

УДК 669.1:536.2

ТЕПЛОПРОВОДНОСТЬ И ТЕМПЕРАТУРОПРОВОДНОСТЬ ЖЕЛЕЗА
В ИНТЕРВАЛЕ ТЕМПЕРАТУР 300–1700 К© 2023 г. А. Ш. Агажанов^а, *, Д. А. Самошкин^а, С. В. Станкус^а^аИнститут теплофизики им. С.С. Кутателадзе СО РАН, просп. Ак. Лаврентьева, 1, Новосибирск, 630090 Россия

*e-mail: scousekz@gmail.com

Поступила в редакцию 14.06.2023 г.

После доработки 23.08.2023 г.

Принята к публикации 23.08.2023 г.

Методом лазерной вспышки измерена температуропроводность (a) карбонильного железа в интервале температур 300–1700 К с подробным обходом критической области 980–1170 К. Первичные экспериментальные данные в области магнитного фазового превращения обработаны скейлинговой степенной зависимостью. Получены значения критических индексов (γ' , γ) для температуропроводности ниже и выше точки Кюри $T_C = 1048 \pm 5$ К, которые составили $\gamma' = 0.51$ и $\gamma = 0.35$ и по абсолютной величине существенно превысили значение характерного критического индекса для теплоемкости ($\gamma \approx -0.1$). По результатам измерения температуропроводности рассчитана теплопроводность (λ). Проведено сопоставление результатов с известными литературными данными, отдельное внимание уделено поведению кривых $a(T)$, $\lambda(T)$ в области магнитного фазового превращения. Разработана таблица рекомендуемых температурных зависимостей для a и λ вместе с оцениваемыми погрешностями.

Ключевые слова: теплопроводность, температуропроводность, железо, критические индексы, метод лазерной вспышки

DOI: 10.31857/S0015323023601009, EDN: CLSRQW

ВВЕДЕНИЕ

Известно, что магнитные фазовые превращения в металлах вблизи температуры Кюри (T_C) сопровождаются резкими пиками на температурной зависимости многих теплофизических свойств: теплоемкость, теплопроводность, тепловое расширение и т.п. [1–7]. В целом, для описания поведения физических величин в околоскритической области (в окрестности T_C) существуют различные феноменологические и микроскопические подходы [8–11], среди которых наиболее популярным подходом является скейлинг-теория или гипотеза масштабной инвариантности [8, 12]. Среди модельных представлений для фазовых переходов в жидкостях и магнетиках следует отметить модели Изинга и Гейзенберга [8]. Однако практически все классические теории приводят к результатам, сильно расходящимся с экспериментальными данными, а для модельных систем не существует точных решений для трехмерного случая [8, 12]. Дополнительные сложности для экспериментального исследования теплофизических свойств в критической области связаны с тем, что сильное изменение свойств вблизи точки Кюри (или точки Нееля) приводит к тому, что незначительные градиенты давления и температуры в образце вы-

зывают большие отклонения измеряемой величины от истинного значения. Кроме того, инерционность измерительной аппаратуры может приводить к сглаживанию экстремумов измеряемой величины (теплоемкость, тепловое расширение) в точке фазового перехода [1–3], а примеси – к смещению их положения [13].

Особый интерес представляет поведение коэффициентов переноса тепла, теплопроводности (λ) и температуропроводности (a), вблизи точки магнитного разупорядочения. Большинство теорий по критическим явлениям предсказывают степенные (скейлинговые) зависимости исследуемых свойств от приведенной температуры $\varepsilon = \frac{T - T_C}{T_C}$ в области магнитных фазовых превращений:

$$F(T) \sim \begin{cases} C' |\varepsilon|^{\gamma'}, & T < T_C \\ C |\varepsilon|^{\gamma}, & T > T_C \end{cases}, \quad (1)$$

где F – физическая величина; C' , C – константы; γ' , γ – критические индексы. В частности, для теплоемкости металлов критические индексы γ' , γ , как правило, лежат в пределах от -0.08 до -0.12 [13].

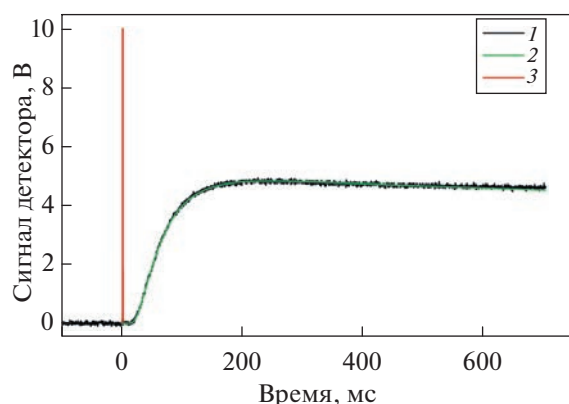


Рис. 1. Термограмма разогрева тыльной поверхности образца Fe: 1 – сигнал с ИК-детектора; 2 – расчет по модели Кэйпа–Лехмана [29]; 3 – лазерный импульс.

Вблизи критической точки наблюдаются аномалия и у температуропроводности, которая имеет температурную зависимость $\alpha(T)$, обратную теплоемкости [13]. Поскольку температуропроводность связана с теплоемкостью (c_p) простым соотношением:

$$\lambda = \rho c_p, \quad (2)$$

где ρ – плотность, то можно предположить, что критическое поведение температуропроводности следует описывать теми же критическими индексами, что и теплоемкости (но с другим знаком), поскольку аномальная часть теплопроводности обычно выражена слабо [13]. Полученные в [14] критические индексы для температуропроводности железа в некоторой степени согласуются с этим тезисом: $\gamma' = 0.16 \pm 0.04$ и $\gamma = 0.17 \pm 0.04$. Однако в [7] было показано, что для температуропроводности никеля критические индексы составляют $\gamma' = 0.86$ и $\gamma = 0.26$, т.е. разнятся между собой примерно в три раза и имеют гораздо более высокие абсолютные значения, чем классическое значение -0.1 [2, 13].

Цель настоящей работы – экспериментальное исследование теплопроводности и температуропроводности железа (Fe) в широком интервале температур, включая область магнитного разупорядочения, и определение критических индексов для величины α с использованием скейлингового подхода (1). Выбор железа в качестве объекта исследования обусловлен тем, что данный металл, как хорошо изученный ферромагнетик [5, 6, 14–23], часто использовали в качестве эталона теплопроводности до 1000 К [24, 25]. При этом сведения о поведении его теплопроводности с температурой $\lambda(T)$ в области магнитного фазового превращения достаточно противоречивы. Многие исследователи проходили этот интервал с большим шагом и отмечали лишь излом темпе-

ратурной зависимости теплопроводности $\lambda(T)$ [16, 20]. В работе [17] аномалия в критической области для армкожелеза имела сложный вид: минимум сменялся максимумом. Довольно подробные исследования по установлению формы минимума теплопроводности железа в окрестности точки Кюри были предприняты в двух работах [5, 14], однако глубина минимумов у кривых $\lambda(T)$ существенно разнилась. Таким образом, поиск вида кривой теплопроводности для Fe в критической области все еще актуален и требует уточнений.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ТЕХНИКА И МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ

Измерения температуропроводности железа выполняли на уникальной экспериментальной установке LFA-427 фирмы NETZSCH, реализующей импульсный метод лазерной вспышки (флэш-метод) [26]. В данном методе одна сторона плоскопараллельного образца нагревается коротким (менее 1 мс) лазерным импульсом и регистрируется температура на противоположной поверхности. Из временного хода этой температуры определяется температуропроводность. Флэш-метод хорошо апробирован для твердого и жидкого состояний [7, 27], имеет разработанные модели учета тепловых потерь [28] и является бесконтактным.

В экспериментах не проводится измерение теплового потока, тепловой импульс инициируется лазером, а температурный отклик тыльной поверхности образца регистрируется, в большинстве случаев, ИК-детектором (рис. 1). Для экспериментов использовали образец, изготовленный в виде цилиндра толщиной 3 мм и диаметром 12.6 мм с отшлифованными плоскопараллельными торцами. Данные по тепловому расширению Fe брали из работы [4]. Исходным материалом было карбонильное рафинированное железо чистотой 99.76 мас. %, химический состав которого приведен в табл. 1.

Расчет температуропроводности проводили по двумерной радиационной модели, предложенной Кэйпом и Лехманом [29] для цилиндрических образцов с учетом тепловых потерь в виде излучения. В этом подходе считается, что образец однороден, лазерный импульс поглощается моментально тонким поверхностным слоем, тепловые потери обусловлены излучением со всей поверхности образца. Дополнительно в расчетах вводили поправки на конечную длительность лазерного импульса и его реальную форму по методике [30]. На рис. 2 представлен типичный вид лазерного импульса для LFA-427 и его аппроксимация.

На рис. 3 показана схема установки LFA-427. Порядок проведения экспериментов состоял в

Таблица 1. Химический состав железа по данным производителя

Содержание примесей, мас. %, не более										Содержание Fe, мас. %
C	O	S	P	Ni	Cu	Si	Mn	Al	Cr	
0.003	0.1	0.005	0.003	0.025	0.03	0.01	0.006	0.05	0.01	не менее 99.76

следующем. После установки образца (7) на игольчатые подставки керамического держателя рабочий объем вакуумировали (до 1 Па) и несколько раз промывали аргоном, чистота которого составляла 99.999 об. %. Измерения α при заданной температуре проводили после стабилизации температуры образца (в пределах 1–2 К) в серии из трех “выстрелов” лазера (13), интервал между которыми составлял несколько минут. Лазерное излучение (10) к образцу подвели снизу, а излучение с верхней поверхности (5) фокусировали линзой из Ge (3) и оно попадало на ИК-детектор (1). Детектор на основе антимолибдита индия, охлаждаемый жидким азотом, регистрировал излучение с участка диаметром около 6 мм. В качестве источника импульса использовали твердотельный импульсный лазер (13) на алюмоиттриевом гранате, легированном неодимом, с длиной волны 1.064 мкм и энергией одиночного импульса до 10 Дж. Длительность импульса составляла 0.8 мс (рис. 2). При стандартных параметрах “выстрела” металлические образцы поглощают не более 4 Дж, а перегрев ΔT не превышает 3 К. Лазерное излучение с помощью оптоволоконна подвели к нижней поверхности образца таким образом, что системой линз (11) обеспечивали равномерное распределение интенсивности на пятне диаметром 13 мм. Расчет теплопроводности происходил сразу после каждого выстрела, что позволяло оперативно контролировать получаемые результаты (18). Температуру образца определяли термопарой типа S, спай которой находился рядом с держателем на расстоянии 2–3 мм, с погрешностью 5 К. Объем печи с графитовым нагревателем (8) отделен от рабочего объема вакуумноплотной трубой (6) из керамики. Оба объема при измерении заполнены высокочистым аргоном. Вся система снаружи окружена водоохлаждаемой рубашкой (9).

Инструментальная погрешность определения теплопроводности была оценена по результатам измерений α на стандартных образцах высокочистого молибдена [31] и графита марки АХМ-5Q (РОСО-графит) [28] и составила 2% при комнатной температуре и 4% при 1500 К.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Твердое железо при нормальном давлении и положительных температурах может находиться в четырех фазовых состояниях [13]. При комнатной

температуре металл обладает объемно-центрированной кристаллической решеткой и является ферромагнетиком. До точки Кюри $T_C \approx 1042$ К эту фазу принято называть α -Fe, а в парамагнитной области – β -Fe. При $T_{\beta\gamma} \approx 1183$ К железо претерпевает структурный переход из β - в γ -фазу с гранцентрированной кубической решеткой (γ -Fe). Выше $T_{\gamma\delta} \approx 1667$ К кристаллическая решетка железа вновь трансформируется в ОЦК-структуру, которая в литературе, как правило, обозначается δ -Fe.

Первичные результаты измерений теплопроводности, полученные в нескольких термических циклах в диапазоне температур 300–1700 К, представлены на рис. 4 вместе с рекомендациями из [13] и с наиболее надежными, по мнению авторов, литературными данными [14, 15, 32] по теплопроводности железа в области фазовых переходов. В работах [14, 15] Зиновьев В.Е. и др. определяли величину α методом модулированного потока электронов в интервале 940–1660 К для хорошо отожженных образцов железа высокой чистоты ($\rho_{300}/\rho_0 = 114...128$) с погрешностью не более 5%. Эксперименты в [32] проводили тем же методом, что и в [14, 15], но в динамическом режиме при высоких скоростях нагрева образца 1000 К/с и с более модернизированным программно-аппаратным комплексом с погрешностью измерения не более 3%. Неопределенность рекомендованных значений [13] составляет 4–5% до 1600 К и 10% – при более высоких температурах.

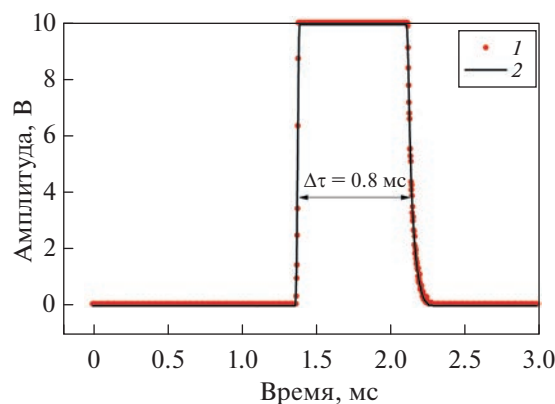


Рис. 2. Временная зависимость амплитуды лазерного импульса: 1 – исходный сигнал; 2 – аппроксимация [30].

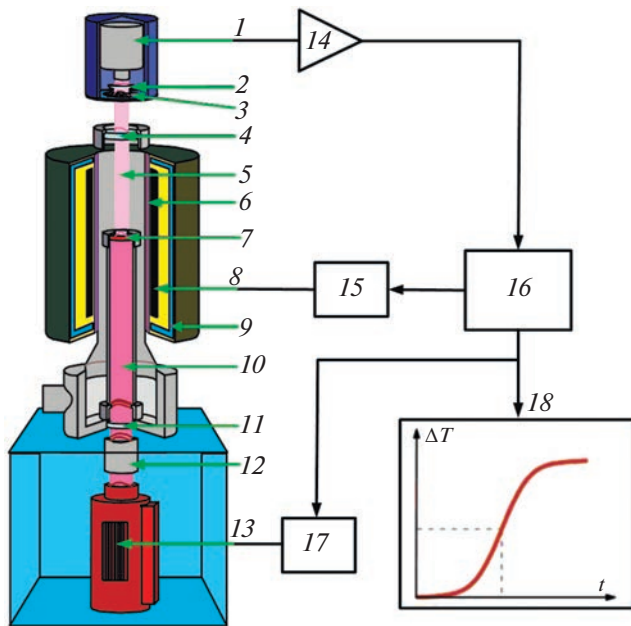


Рис. 3. Схема установки LFA-427: 1 – ИК-детектор, 2 – диафрагма, 3 – Ge линза, 4 – CaF_2 окно, 5 – излучение с верхней поверхности образца, 6 – защитная труба, 7 – образец, 8 – графитовый нагреватель, 9 – водоохлаждаемый корпус печи, 10 – лазерный импульс, 11 – линза, 12 – затвор лазера, 13 – Nd:YAG лазер, 14 – усилитель сигнала, 15 – источник питания, 16 – контроллер управления и сбора данных, 17 – лазерная плата, 18 – компьютер.

Как видно из рис. 4, на кривой температуропроводности $a(T)$ железа имеется три аномалии, обусловленные фазовыми переходами. Магнит-

ное фазовое превращение проявляется в виде острого пика с минимумом при температуре Кюри $T_C = 1048 \pm 5$ К, а вся критическая область $a(T)$ простирается в интервале 980–1170 К. При более высоких температурах наблюдаются скачки температуропроводности при $T_{\beta\gamma} = 1193 \pm 5$ К и $T_{\gamma\delta} = 1673 \pm 5$ К, связанные соответственно со структурными превращениями в γ - и δ -фазу железа. Измерения выше 1700 К не проводили из-за высокой пластичности δ -Fe и большой упругости паров железа. Сравнение с литературными данными показало, что наши результаты согласуются с данными [13–15, 32] в пределах суммарных погрешностей измерений за исключением критической области при $T \leq T_C$.

Ввиду сложного характера температурной зависимости $a(T)$, обработку полученных результатов проводили отдельно для каждой фазы. Для фаз α -Fe и γ -Fe экспериментальные точки аппроксимировали методом наименьших квадратов, и были получены следующие уравнения:

$$a(T) = 42.30 - 8.399 \times 10^{-2}T + 7.72 \times 10^{-5}T^2 - 3.1 \times 10^{-8}T^3, \quad 300 \leq T \leq 970 \text{ К}, \quad (3)$$

$$a(T) = -6.64 + 1.819 \times 10^{-2}T - 6.03 \times 10^{-6}T^2, \quad 1193 \leq T \leq 1673 \text{ К}, \quad (4)$$

где a измеряется в $10^{-6} \text{ м}^2/\text{с}$, T – в К. Среднеквадратичное отклонение первичных данных от аппроксимирующих зависимостей (3), (4) не превышает 0.5 и 0.8% соответственно. Случайная погрешность аппроксимаций (при 95% доверительной

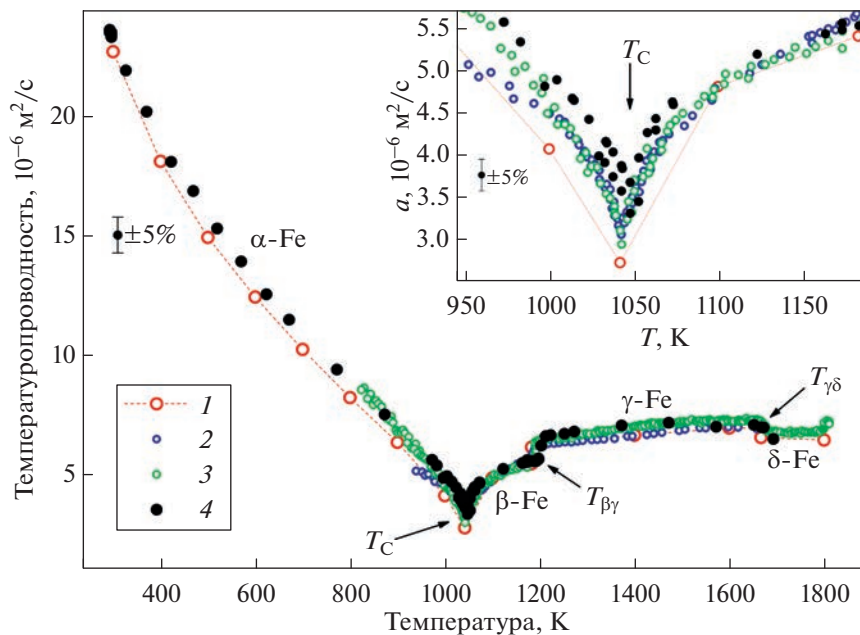


Рис. 4. Температуропроводность железа: 1 – [13]; 2 – [14, 15]; 3 – [32]; 4 – данные настоящей работы.

вероятности) температуропроводности лежит в пределах 0.3–3.4 и 0.8–1.1% для уравнений (3) и (4) соответственно.

Обработку данных в критической области 980–1170 К проводили с помощью степенных зависимостей аналогичных (1). Согласно общепринятому подходу [2, 3, 7] на первом этапе выделяется магнитный вклад (F_m) в окрестности T_C из исследуемой физической величины F : $F_m(T) = F(T) - F_p(T)$, где несингулярная составляющая $F_p(T)$, именуемая парамагнитным вкладом, находится путем аппроксимации экспериментальных значений $F(T)$ в интервале температур парамагнитного состояния, вдали от точки Кюри (как правило, при T выше T_C более чем на 100 К), и его дальнейшей экстраполяции до критической области. После этого величина F_m обрабатывается с использованием зависимости (1). В случае с железом из-за близости структурного β – γ превращения к критической области парамагнитный вклад температуропроводности a_p определяли в достаточно узком интервале температур 1170–1193 К, в котором путем линейной аппроксимации было получено уравнение:

$$a_p(T) = 5.07 + 4.11 \times 10^{-4} T. \quad (5)$$

Магнитная составляющая температуропроводности a_m была записана в виде скейлинговой зависимости:

$$a_m = A|\epsilon|^\gamma + B, \quad (6)$$

где A , B – константы, причем $B = a_m(T_C)$. После ввода переменной $Y = a_m - a_m(T_C)$ и взятия левой и правой частей уравнения под натуральный логарифм, уравнение (6) примет следующий вид:

$$\ln(Y) = \ln(A) + \gamma \ln(|\epsilon|). \quad (7)$$

Критические индексы γ' и γ определяли из линейной аппроксимации $\ln(Y)$ от $\ln(|\epsilon|)$ и соответствовали тангенсу угла наклона прямых $\ln(Y)$ для $T < T_C$ и $T > T_C$ соответственно (рис. 5).

Как видно из рисунка, для аппроксимации брали точки, попадающие в диапазон $-5.5 \leq \ln(|\epsilon|) \leq -2.0$, для которых среднеквадратичное отклонение от прямых $\ln(Y)$ составляло 12–15%. Точки вблизи самой температуры Кюри (в пределах ± 5 К, $\ln(|\epsilon|) < -36$) исключали из обработки ввиду их большого отклонения от аппроксимационных прямых $\ln(Y)$. В итоге, критические индексы составили $\gamma' = 0.51$ и $\gamma = 0.35$. Неопределенность указанного способа определения γ' , γ оценивается в 15–20% с учетом разброса точек в окрестности T_C , погрешностей определения температуры T_C в ± 5 К и величины $a_p(T)$, а также методической особенности флэш-метода, связанной с перегревом образца при его лазерном облучении на 2–3 К.

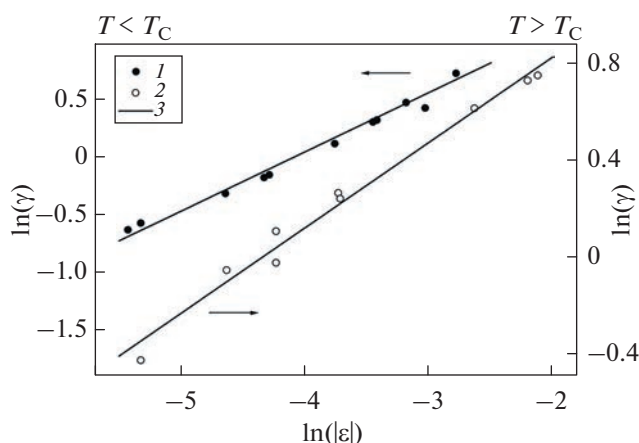


Рис. 5. Поиск критических индексов железа. 1 – Данные $\ln(Y)$ для $T < T_C$; 2 – данные $\ln(Y)$ для $T > T_C$; 3 – аппроксимационные прямые.

Таким образом, рассчитанные значения критических индексов для температуропроводности железа до и после температуры Кюри заметно отличаются, что противоречит скейлинг-теории о равенстве критических индексов [8]. Кроме того, величины γ' , γ имеют гораздо более высокие абсолютные значения, чем классическое значение $|\gamma| = 0.1$ для теплоемкости и теплового расширения [2, 3]. Аналогичные выводы для a были сделаны при исследовании никеля [7].

Для температуропроводности в интервале 980–1170 К с учетом магнитного и парамагнитного составляющих получено следующее аппроксимационное выражение:

$$a(\epsilon) = 3.296 + 0.431\epsilon + \begin{cases} 8.11|\epsilon|^{0.51}, & 980 \text{ К} < T < T_C, \\ 4.64|\epsilon|^{0.35}, & T_C < T < 1170 \text{ К}. \end{cases} \quad (8)$$

Результаты аппроксимации в окрестности T_C представлены на рис. 6. Разброс точек от сглаженных значений носит случайный характер, и среднеквадратичное отклонение от выражения (8) не превышало 2%, что находится в пределах погрешности измерения a .

Теплопроводность λ железа рассчитывали по формуле (2). При вычислении λ использовали первичные результаты по a (рис. 4), литературные данные по ρ из [33] и сглаженные значения по c_p , измеренные на калориметре DSC 404 F1 до 1320 К, а при более высоких температурах – согласующиеся с ними рекомендуемые значения из [34]. Погрешность расчета λ с учетом неопределенностей a , ρ и c_p оценивается в 3.6–7.0% для интервала температур 300–1700 К.

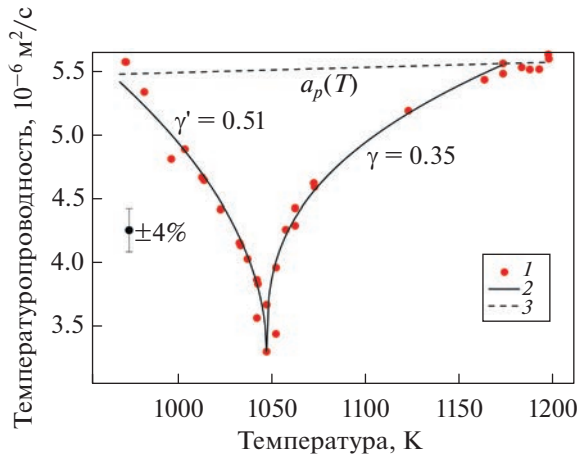


Рис. 6. Температуропроводность железа в окрестности точки Кюри: 1 – экспериментальные данные; 2 – аппроксимация (8); 3 – парамагнитный вклад $a_p(T)$, аппроксимация (5).

Измерение теплоемкости Fe на DSC 404 F1 проводили методом дифференциальной сканирующей калориметрии с погрешностью 3–4%. Эксперименты выполняли в проточной (20 мл/мин) атмосфере высокочистого аргона (99.999 об. %) со скоростью нагрева 10 К/мин, при этом масса образца составляла 136.8 мг. Для экспериментов на LFA-427 и DSC 404 F1 исследуемые образцы вытачивались из одной и той же исходной партий карбонильного железа (99.76 мас. %).

На рис. 7 представлены первичные результаты по c_p вместе с данными из [34]. Видно, что наши значения согласуются с литературными в пределах погрешности измерений, исключая области фазовых переходов. Первый пик на температурной зависимости $c_p(T)$ обусловлен магнитным превращением с максимумом при $T_C = 1048 \pm 3$ К, что совпадает с температурой T_C для a . Второй пик, связанный со структурным превращением из β - в γ -фазу железа, начинается при температуре $T_{\beta\gamma} = 1193 \pm 3$ К, что также совпадает с аналогичной температурой для a . Выше $T_{\beta\gamma}$ в пределах пика теплоемкость принимает эффективное значение, поскольку соответствует собственной теплоемкости фаз и теплоте β – γ -превращения. Величина c_p в этой области определяется экстраполяцией сглаженных значений теплоемкости для γ -Fe до температуры $T_{\beta\gamma}$.

Следует отметить, что несмотря на высокую чувствительность и производительность (5 точек на 1 К) калориметра DSC 404 F1, определение критических индексов γ' , γ для c_p является крайне сложной задачей из-за возникновения эффекта “закругленности” кривой $c_p(T)$ вблизи T_C (рис. 7). Сглаженность пика обусловлена инерционностью измерительной аппаратуры. Измерение c_p осуществляется в динамическом режиме непосредственно при нагреве образца, и при приближении к T_C тепловые процессы, приводящие к исчезновению магнитного порядка в объеме об-

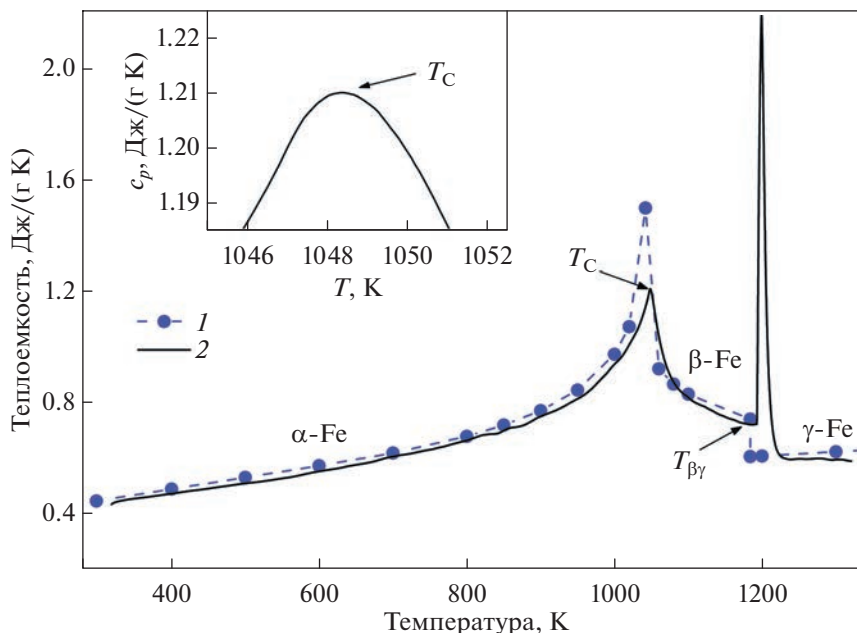


Рис. 7. Удельная теплоемкость железа: 1 – [34]; 2 – данные настоящей работы.

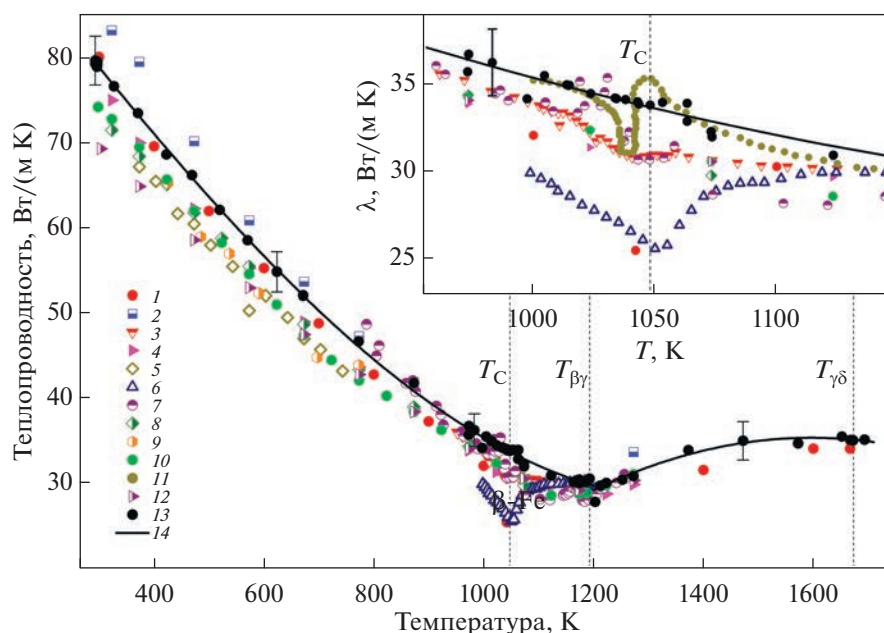


Рис. 8. Теплопроводность железа: 1 – [13]; 2 – [19]; 3 – [5]; 4 – [20]; 5 – [18]; 6 – [14, 15]; 7 – [21]; 8 – [22]; 9 – [23]; 10 – [6]; 11 – [17]; 12 – [16]; 13 – данные настоящей работы, 14 – аппроксимация (9), (10).

разца, предшествуют моменту регистрации аппаратурой максимума на пике.

Опыты с Fe, Ni и Co подтвердили, что оптимальным темпом нагрева для исследования критической области является скорость 10 К/мин. При больших скоростях имеет место смещение максимума пика, что приводит к неточности определения T_C и увеличению погрешности измеряемой c_p . При меньших скоростях максимум пика относительно $T_C = 1048 \pm 3$ К становится еще более пологим.

На рис. 8 представлены результаты расчета теплопроводности Fe в интервале температур 300–1700 К вместе с литературными данными [5, 6, 13–23]. Анализ сравнения данных показал, что результаты настоящей работы согласуются с литературными в пределах суммарных погрешностей измерений за исключением критической и околокомнатной областей.

Рассматриваемые работы [5, 6, 14–23] датируются 60–70 гг. XX века, причем в большинстве из них исследовали технически чистое железо марки Армко, которое являлось практически эталонным материалом в ранние годы развития методов измерения теплопроводности [24]. Как видно по результатам настоящего исследования, на полученной температурной зависимости $\lambda(T)$ аномальные особенности проявляются лишь для β – γ превращения в виде небольшого скачка при $T_{\beta\gamma}$. В критической области зависимость $\lambda(T)$, получен-

ная авторами настоящей работы, монотонно спадает без явных минимума, максимума или излома в отличие от результатов [5, 13–17, 20]. Данное поведение зависимости $\lambda(T)$ выглядит весьма обоснованным, поскольку величина λ определяется как произведение двух сингулярных функций $a(T)$ и $c_p(T)$, при этом кривые $a(T)$, $c_p(T)$ в окрестности T_C зеркально симметричны относительно друг друга (см. рис. 4, 7), а температура максимума пика $c_p(T)$ совпадает с температурой минимума пика $a(T)$.

Из рис. 8 видно, что наиболее сильное различие по характеру поведения теплопроводности от нашей зависимости наблюдаются у точек 6 и 11 из [14, 15, 17]. Так данные [14, 15] имеют аномалию в виде явного глубокого минимума, который охватывает достаточно широкий диапазон температур 1000–1080 К. Как и в настоящей работе, величина λ в [14, 15] определена по формуле (2), при этом температуры T_C у кривых $a(T)$, $c_p(T)$ различаются на 1–2 К. Возможно, такое различие в температурах экстремумов оказалось достаточным для появления явного минимума на кривой $\lambda(T)$. С другой стороны, в работе [5] (точки 3) теплопроводность напрямую определяли стационарным методом Кольрауша, и был выявлен небольшой минимум (глубина порядка 0.5%) вблизи T_C . Можно предположить, что в критической области Fe на кривой $\lambda(T)$ действительно имеет место минимум, однако величина этого минимума в настоящей работе должна быть явно меньше погрешности определе-

Таблица 2. Сглаженные значения теплопроводности и температуропроводности железа

T, K	$\lambda, \text{Вт/(м К)}$	$a \times 10^{-6}, \text{м}^2/\text{с}$	$\delta\lambda, \%$	$\delta a, \%$
300	78.7	23.2	3.6	2.0
400	70.9	19.1	3.8	2.1
500	63.5	15.8	4.0	2.2
600	56.5	13.1	4.4	2.3
700	50.2	10.9	4.6	2.6
800	44.5	8.9	4.8	3.0
900	39.5	7.0	5.0	3.3
950	37.3	6.0	5.2	3.9
1000	35.3	4.9	5.3	3.6
1020	34.6	4.6	5.3	3.6
1040	33.9	4.0	5.3	3.6
1048	33.6	3.3	5.4	3.7
1060	33.2	4.3	5.4	3.3
1080	32.6	4.7	5.5	3.4
1100	32.0	4.9	5.5	3.4
1150	30.7	5.4	5.7	3.4
1193	29.8	5.7	6.0	3.5
1193	28.9	6.5	6.0	3.5
1200	29.1	6.5	6.0	3.5
1300	31.9	6.8	6.1	3.7
1400	33.8	7.0	6.7	3.9
1500	34.9	7.1	6.6	4.1
1600	35.3	7.0	6.8	4.3
1673	35.1	6.9	7.1	4.5

ния λ , поэтому данная особенность не заметна на $\lambda(T)$. У точек II из [17] минимум на зависимости $\lambda(T)$ сменяется максимумом. По-видимому, такое поведение теплопроводности обусловлено примесями в образце, поскольку похожие, но менее выраженные, аномалии в окрестности T_C наблюдали при исследовании сплавов Fe–Si с содержанием кремния до 3 ат. % [14].

Аппроксимация результатов расчета теплопроводности методом наименьших квадратов дала следующие уравнения:

$$\lambda(T) = 103.77 - 8.614 \times 10^{-2}T + 4.39 \times 10^{-6}T^2 + 1.3 \times 10^{-8}T^3, \quad 300 \leq T \leq 1193 \text{ К}, \quad (9)$$

$$\lambda(T) = -64.13 + 1.245 \times 10^{-1}T - 3.90 \times 10^{-5}T^2, \quad 1193 \leq T \leq 1673 \text{ К}, \quad (10)$$

где λ измеряется в Вт/(м К). Среднеквадратичное отклонение рассчитанных точек от их аппроксимирующих зависимостей (9), (10) составляет порядка 1%. Случайная погрешность аппроксимаций (при 95% доверительной вероятности) теплопроводности лежит в пределах 0.4–1.3 и 0.9–1.4% для уравнений (9) и (10) соответственно.

В табл. 2 приведены рассчитанные по уравнениям (3), (4), (8)–(10) значения теплопроводности и температуропроводности железа в интервале температур 300–1673 К вместе с оценкой их относительных погрешностей $\delta\lambda$, δa . Погрешности сглаженных значений λ , a определяли с учетом случайных погрешностей аппроксимаций.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Получены новые надежные экспериментальные данные по температуропроводности и теплопроводности карбонильного железа в интервале температур 300–1700 К с подробным обходом критической области 980–1170 К.

Рассчитаны значения критических индексов (γ' , γ) температуропроводности ниже и выше точки Кюри $T_C = 1048 \text{ К}$, которые составили $\gamma' = 0.51$ и $\gamma = 0.35$ и по абсолютной величине существенно превысили значение характерного критического индекса, для теплоемкости ($|\gamma| = 0.1$).

Показано, что фазовое превращение железа из ферромагнетика в парамагнетик практически не оказывает никакого влияния на температурную зависимость теплопроводности.

Исследование выполнено в рамках государственного задания ИТ СО РАН (№ 121031800219-2).

Нет конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Lewis E.A.S.* Heat capacity of gadolinium near the Curie point // *Phys. Rev. B.* 1970. V. 1. № 11. P. 4368–4377.
2. *Connelly D.L., Loomis J.S., Mapother D.E.* Specific heat of nickel near the Curie temperature // *Phys. Rev. B.* 1971. V. 3. № 3. P. 924–934.
3. *Kollie T.G.* Measurement of the thermal-expansion coefficient of nickel from 300 to 1000 K and determination of the power-law constants near the Curie temperature // *Phys. Rev. B.* 1977. V. 16. № 11. P. 4872–4881.
4. *Kozlovskii Yu.M., Stankus S.V.* The linear thermal expansion coefficient of iron in the temperature range of 130–1180 K // *J. Phys. Conf. Ser.* 2019. V. 1382. № 012181. P. 1–6.
5. *Lanchbury M.D., Saunders N.H.* Critical behaviour in the transport properties of pure iron // *J. Phys. F: Met. Phys.* 1976. V. 6. № 10. P. 1967–1977.
6. *Shanks H.R., Klein A.H., Danielson G.C.* Thermal properties of Armco iron // *J. Appl. Phys.* 1967. V. 38. № 7. P. 2885–2892.
7. *Agazhanov A.Sh., Samoshkin D.A., Kozlovskii Yu.M.* Critical indexes of the nickel thermal diffusivity // *J. Phys. Conf. Ser.* 2020. V. 1677. № 012163. P. 1–4.
8. *Стенли Г., Мицек А.И., Шубин Т.С.* Фазовые переходы и критические явления. М.: Мир, 1973. 298 с.
9. *Паташинский А.З., Покровский В.Л.* Флуктуационная теория фазовых переходов. М.: Наука, 1992. 256 с.
10. *Ма Ш.К.* Современная теория критических явлений. М.: Мир, 1980. 299 с.
11. *Ландау Л.Д., Лифшиц Е.М.* Статистическая физика. М.: Наука, 1976. 584 с.
12. *Румер Ю., Рывкин М.* Термодинамика, статистическая физика и кинетика. М.: Наука, 1977. 552 с.
13. *Зиновьев В.Е.* Теплофизические свойства металлов при высоких температурах. М.: Металлургия, 1989. 384 с.
14. *Зиновьев В.Е., Абельский Ш.Ш., Сандакова М.И., Дик Е.Г., Петрова Л.Н., Гельд П.В.* Тепловые свойства железа и твердых растворов кремния в нем вблизи точки Кюри // *ЖЭТФ.* 1974. Т. 66. № 1. С. 354–359.
15. *Зиновьев В.Е., Кренцис Р.П., Гельд П.В.* Температуропроводность и теплопроводность железа при высоких температурах // *ФММ.* 1968. Т. 26. С. 743–745.
16. *Laubitz M.J.* Thermal and electrical properties of Armco iron at high temperatures // *Can. J. Phys.* 1960. V. 38. № 7. P. 887–907.
17. *Richter F., Kohlhaas R.* The thermal conductivity of pure iron between –180 and plus 1000°C. With particular emphasis on phase transformations // *Arch Eisenhüttenw.* 1965. V. 36. № 11. P. 827–833.
18. *Busch G., Steigmeier E.* Wärmeleitfähigkeit, elektrische Leitfähigkeit, Hall-Effekt und Thermospannung von InSb // *Helv. Phys. Acta.* 1961. V. 34. P. 1–28.
19. *Неймарк Б.Е., Воронин Л.К., Меркульев А.И.* Теплопроводность технического железа. Теплофизические свойства твердых веществ. М.: Наука, 1971.
20. *Fulkerson W., Moore J.P., McElroy D.L.* Comparison of the thermal conductivity, electrical resistivity and Seebeck coefficient of a high-purity iron and armco-iron to 1000°C // *J. Appl. Phys.* 1966. V. 37. № 7. P. 2639–2653.
21. *Зарецкий Е.Б., Пелецкий В.Э.* Установка для комплексного исследования теплофизических свойств металлов и сплавов // *ТВТ.* 1979. Т. 17. № 1. С. 124–132.
22. *Powell R.W., Tye R.P.* New measurements on thermal conductivity reference materials // *Int. J. Heat Mass Transf.* 1967. V. 10. № 5. P. 581–596.
23. *Банаев А.М., Чеховский В.Я.* Экспериментальное определение коэффициентов теплопроводности твердых веществ в интервале температур 200–1000°C // *ТВТ.* 1965. Т. 3. № 1. С. 57–63.
24. *Ho C.Y., Powell R.W., Liley P.E.* Thermal conductivity of the elements: a comprehensive review // *JPCRD.* 1974. V. 3. № 1. P. 279–422.
25. *Зиновьев В.Е., Коршунов И.Г.* Теплопроводность и температуропроводность переходных металлов при высоких температурах. Ч. 1. Обзоры по теплофизическим свойствам веществ. М.: ИВТАН, 1978. 122 с.
26. *Parker W.J., Jenkins R.J., Butler C.P., Abbott G.L.* Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity, and thermal conductivity // *J. Appl. Phys.* 1961. V. 32. № 9. P. 1679–1684.
27. *Станкус С.В., Савченко И.В.* Измерение коэффициентов переноса тепла жидких металлов методом лазерной вспышки // *Теплофизика и аэромеханика.* 2009. Т. 16. № 4. С. 625–632.
28. *Clark III L.M., Taylor R.E.* Radiation loss in the flash method for thermal diffusivity // *J. Appl. Phys.* 1975. V. 46. № 2. P. 714–719.
29. *Cape J.A., Lehman G.W.* Temperature and Finite Pulse-Time Effects in the Flash Method for Measuring Thermal Diffusivity // *J. Appl. Phys.* 1963. V. 34. № 7. P. 1909–1913.
30. *Blumm J., Opfermann J.* Improvement of the Mathematical Modeling of Flash Measurement // *High Temp.–High Press.* 2002. V. 34. P. 515–521.
31. *Пелецкий В.Э., Чеховской В.Я., Латышев Л.Н. и др.* Теплофизические свойства молибдена и его сплавов. Справочник / Под ред. А.Е. Шейндлина. М.: Металлургия, 1990. 301 с.
32. *Горбатов В.И., Полев В.Ф., Коршунов И.Г., Талуц С.Г.* // *ТВТ.* 2012. Т. 50. № 2. С. 313–315.
33. *Abdullaev R.N., Khairulin R.A., Stankus S.V.* Volumetric properties of iron in the solid and liquid states // *J. Phys. Conf. Ser.* 2020. V. 1675. № 012087. P. 1–6.
34. *Hultgren R., Desai R.D., Hawkins D.T. et al.* Selected values of thermodynamic properties of elements. Ohio: Amer. Soc. Metals, 1973. 636 p.

Thermal Conductivity and Thermal Diffusivity of Iron in the Temperature Range of 300–1700 K

A. Sh. Agazhanov^{1, *}, D. A. Samoshkin¹, and S. V. Stankus¹

¹*Kutateladze Institute of Thermophysics, Siberian Division, Russian Academy of Sciences, Novosibirsk, 630090 Russia*

**e-mail: scousekz@gmail.com*

Abstract—Using the laser flash method, the thermal diffusivity (a) of carbonyl iron is measured in the temperature range of 300–1700 K with a detailed study of the critical region 980–1170 K. The initial experimental data in the field of magnetic phase transformation are processed by the scaling power law. The values of the critical indexes for thermal diffusivity (γ' , γ) are obtained below and above the Curie temperature $T_C = 1048 \pm 5$ K: $\gamma' = 0.51$ and $\gamma = 0.35$, which in absolute value significantly exceed the value of the characteristic critical index for the heat capacity ($\gamma \approx -0.1$). The thermal conductivity (λ) is calculated from measured data of the thermal diffusivity. The results are compared with the known literature data, special attention is paid to the behavior of the curves $a(T)$, $\lambda(T)$ in the region of the magnetic phase transformation. A table of recommended temperature dependences for a and λ along with estimated errors has been developed.

Keywords: thermal conductivity, thermal diffusivity, iron, critical indexes, laser flash method