

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Объединенный институт высоких температур Российской академии наук (ОИВТ РАН)

На правах рукописи

Кондратьев Арсений Михайлович

Теплофизические свойства флюидов металлов и углерода в широкой области состояний на плоскости давление - удельный объем

Специальность 1.3.14 —

«Теплофизика и теоретическая теплотехника»

Диссертация на соискание учёной степени
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:
кандидат физико-математических наук,
ФГБУН Объединенный институт высоких температур Российской академии наук,
старший научный сотрудник
Рахель Анатолий Дмитриевич

Москва — 2026

Оглавление

Введение.....	4
Глава 1. Обзор литературных данных	11
1.1. Экспериментальные методики для изучения свойств металлов при высоких давлениях и температурах.....	11
1.2. Литературные данные по свойствам свинца	12
1.3. Литературные данные по свойствам свинцово-висмутовой эвтектики.....	17
1.4. Литературные данные по свойствам графита и жидкого углерода.....	18
1.5. Выводы по Главе 1	30
Глава 2. Экспериментальная методика.....	31
2.1. Введение	31
2.2. Основы методики взрывающихся фольг	32
2.3. Образцы	45
2.4. Экспериментальная установка «У-2»	48
2.5. Погрешности измерений.....	58
2.6 Выводы по Главе 2.....	64
Глава 3. Результаты по исследованию свинца	65
3.1. Измерение термодинамических величин и удельного электросопротивления свинца.....	65
3.2. Методика измерения скорости слабых ударных волн и результаты для флюида свинца	70
3.3. Выводы по Главе 3	81
Глава 4. Результаты по исследованию свинцово-висмутового эвтектического сплава (СВЭС)	82

4.1. Измерение термодинамических величин и удельного электросопротивления СВЭС	82
4.2. Проверка квазистатичности процесса нагрева образцов СВЭС в динамических экспериментах.....	89
4.3. Выводы по Главе 4	92
Глава 5. Результаты по исследованию графита и жидкого углерода	93
5.1. Измерение термодинамических свойств и удельного электросопротивления графита и жидкого углерода	93
5.2. Обсуждение интерферометрической методики измерения давления.....	100
5.3. Выводы по Главе 5	104
Заключение	105
Список сокращений и условных обозначений	107
Список литературы	108
Приложение А. Экспериментальные данные для свинца	117
Приложение Б. Экспериментальные данные для СВЭС	121

Введение

Актуальность темы

Настоящая работа посвящена экспериментальному исследованию теплофизических свойств свинца, свинцово-висмутового эвтектического сплава (СВЭС) в жидком и сверхкритическом состояниях, а также изучению свойств квазимонокристаллического графита и жидкого углерода.

Свинец используется в качестве жидкометаллического теплоносителя в перспективном отечественном реакторе БРЕСТ-ОД-300, являющемся частью проекта «Прорыв», основная цель которого это практическая реализация концепции замкнутого ядерного топливного цикла. Несмотря на то, что при нормальной работе реактора давление жидкометаллического теплоносителя не превышает нескольких бар, а температура нескольких сотен градусов, в аварийных режимах работы или при тяжелых авариях локально эти величины могут возрастать многократно. Для оценки поведения реактора в таких условиях могут понадобиться данные по теплофизическим свойствам свинца в жидком и сверхкритическом состояниях. По тем же причинам могут потребоваться высокотемпературные свойства СВЭС, так как он применяется в качестве теплоносителя в разрабатываемом в настоящее время модульном реакторе СВБР-100.

Графит, благодаря высокой температуре плавления, является широко распространенным высокотемпературным конструкционным материалом. Он используется, в частности, для строительства ядерных реакторов и создания элементов реактивных двигателей. Поскольку при определенных условиях графит плавится, для оценки механической и термической устойчивости конструкций из графита необходимы данные о теплофизических свойствах графита вплоть до температуры плавления, а также в жидком состоянии. Эти данные могут потребоваться также для оптимизации таких процессов, как рост алмаза из графита, получение аморфного углерода и лазерная обработка графита. Знание теплофизических свойств жидкого углерода необходимо для построения фазовой диаграммы углерода, что имеет решающее значение для понимания различных физических явлений в геофизике и астрономии. Кроме того, свойства квазимонокристаллического графита могут быть востребованы для изучения и производства такого перспективного материала, как графен, так как графен, по сути, представляет собой структурную единицу монокристалла графита.

Цели диссертационной работы

Получение экспериментальных данных по теплофизическим свойствам жидкого свинца, СВЭС в жидком состоянии, а также графита и жидкого углерода в области состояний, которая до настоящего времени экспериментально не исследовалась и на плоскости плотность – давление соответствует относительно широкому интервалу давлений (0,4–5 ГПа) и значений удельного объема (от нормального значения и до значений в 5–20 раз больших).

Получение экспериментальных данных по теплофизическим свойствам графита и жидкого углерода в окрестности линии плавления при давлениях 0,5–1,5 ГПа.

Оценка систематической погрешности измерений при высоких давлениях и больших значениях удельного объема, для которых литературные экспериментальные данные отсутствуют.

Для достижения поставленной цели были решены следующие задачи

Создана новая экспериментальная электроимпульсная установка для изучения свойств металлов и графита при давлениях 0,3–5 ГПа и плотностях в интервале 1,0–0,1 от нормального значения, которая позволяет проводить измерения полного набора термодинамических величин, необходимых для построения калорического и термического уравнений состояния исследуемого материала.

Проведено более ста экспериментов со свинцом, СВЭС и графитом.

Поскольку практически для всей области состояний, исследованной в настоящей работе (для указанных веществ), литературные экспериментальные данные отсутствуют, то невозможно достоверно оценить систематическую погрешность настоящих измерений, так как эта погрешность оценивается путем сравнения с результатами измерений другим методом. Для решения этой задачи была создана оригинальная экспериментальная методика по измерению скорости слабых ударных волн в исследуемом материале в интересующей нас области состояний и были проведены измерения скорости ударных волн для жидкого свинца пониженной плотности. Также на базе имевшегося в лаборатории интерферометра был создан двухканальный интерферометр, позволивший убедиться в однородности расширения образцов в экспериментах. Полученные экспериментальные данные позволили достоверно оценить систематическую погрешность измерений при высоких давлениях и относительно низкой плотности образца.

Научная новизна

Получены уникальные экспериментальные данные по теплофизическим свойствам свинца при давлениях 0,4–4,5 ГПа и значениях относительного объема $V/V_0 = 1-18$ (V_0 – объем при нормальных условиях), для СВЭС в жидком состоянии при давлениях 0,4–5 ГПа и значениях относительного объема $V/V_0 = 1-8$, а также для графита и жидкого углерода при давлениях 0,4 – 3 ГПа и значениях относительного объема $V/V_0 = 1-2,5$.

Впервые измерены скорости распространения слабых ударных волн в жидком свинце при давлениях 0,5–3,4 ГПа в интервале относительных объемов $V/V_0 = 1,3-6,5$.

Впервые путем прямых измерений в условиях, когда полностью контролировалось термодинамическое состояние образцов, определены скачки плотности, энтальпии и удельного электросопротивления при плавлении графита в интервале давлений 0,5–1,5 ГПа. Впервые, основываясь исключительно на результатах прямых измерений свойств графита и жидкого углерода, определен знак изохорического температурного коэффициента сопротивления для этих веществ. Установлено, что для графита он положительный, а для жидкого углерода – отрицательный.

Достоверность

Достоверность полученных результатов подтверждается оценкой погрешности полученных экспериментальных данных, и сравнением этих данных с литературными в той области состояний, где такие данные имеются. Для оценки достоверности полученных результатов в области, где литературные данные отсутствуют, специально была разработана оригинальная экспериментальная методика по измерению скорости слабых ударных волн в исследуемом материале, которая позволила достоверно оценить систематическую погрешность измерений в этой области состояний.

Научная и практическая значимость полученных результатов

Экспериментальные данные, полученные в настоящей работе для свинца и СВЭС могут быть использованы для верификации результатов, полученных путем компьютерного моделирования, для проверки и корректировки таких моделей. Также они могут стать основой для теоретического описания свойств металлов в сверхкритической области, построения теории неидеальной плазмы и выяснения механизма перехода металл-неметалл. Кроме того, полученные данные могут быть использованы в областях промышленности, где используются эти вещества, например, в атомной энергетике.

Результаты измерений теплофизических свойств графита и жидкого углерода также могут найти применение в различных областях. В атомной промышленности они актуальны, поскольку графит применяется в качестве конструкционного материала. В аэрокосмической сфере эти данные полезны при создании сверхзвуковых летательных аппаратов, где углерод используется для производства сопел. Кроме того, полученные результаты могут способствовать оптимизации ряда технологических процессов, включая синтез алмазов из графита, производство аморфного углерода и лазерную обработку графитовых материалов.

На защиту выносятся следующие основные результаты и положения:

1. Полученные экспериментальные зависимости удельной энтальпии и удельного электросопротивления флюида свинца от давления и относительного объема в интервале давлений 0,4–4,5 ГПа и интервале значений относительного объема $V/V_0 = 1–18$ (V_0 – удельный объем свинца при нормальных условиях) позволили установить, что при значении относительного объема $V/V_0 = 2,7$ изохорический температурный коэффициент сопротивления жидкого свинца меняет знак с положительного на отрицательный при понижении плотности.
2. Полученные экспериментальные зависимости удельной энтальпии и удельного электросопротивления флюида свинцово-висмутового эвтектического сплава от давления и относительного объема в интервале давлений 0,4–5 ГПа и интервале значений относительного объема $V/V_0 = 1–8$ позволили установить, что при значении относительного объема $V/V_0 = 2,4$ изохорический температурный коэффициент сопротивления жидкого

свинцово-висмутового эвтектического сплава меняет знак с положительного на отрицательный при понижении плотности.

3. Разработанная методика измерения скорости слабых ударных волн в жидких металлах пониженной плотности в экспериментах со взрывающимися фольгами позволила оценить систематическую погрешность измерения термодинамических величин в таких экспериментах, а также получить экспериментальные данные по скорости слабых ударных волн в жидком свинце для интервала давлений 0,5–3,4 ГПа и значений относительного объема $V/V_0 = 1,3–6,5$.
4. Полученные экспериментальные зависимости удельной энтальпии и удельного электросопротивления графита и жидкого углерода от давления и относительного объема позволили определить скачки относительного объема, удельной энтальпии и удельного электросопротивления графита и жидкого углерода на линии плавления в диапазоне давлений 0,5–1,5 ГПа. Эти данные позволили определить знак изохорического температурного коэффициента сопротивления для графита и жидкого углерода и установить, что для графита он положительный, а для жидкого углерода – отрицательный.

Апробация работы

Результаты, представленные в диссертации, докладывались и обсуждались на следующих научных мероприятиях:

I Всероссийская школа для студентов и молодых учёных по газодинамике и физике взрыва (Саров, Россия, 2023 г.),

Scientific–Coordination Workshop on Non-Ideal Plasma Physics (Moscow, Russia, 2022),

XXXVII International Conference on Interaction of Intense Energy Fluxes with Matter (Elbrus, Kabardino-Balkaria, Russia, 2022),

Теплофизика реакторов нового поколения (Обнинск, Россия, 2022),

XXXVI International Conference on Interaction of Intense Energy Fluxes with Matter (Elbrus, Kabardino-Balkaria, Russia, 2021),

Scientific-Coordination Session on Non-Ideal Plasma Physics (Moscow, Russia, 2020),

XXXV International Conference on Interaction of Intense Energy Fluxes with Matter (Elbrus, Kabardino-Balkaria, Russia, 2020),

Теплофизика реакторов нового поколения (Обнинск, Россия, 2020),

XXXIV International Conference on Interaction of Intense Energy Fluxes with Matter (Elbrus, Kabardino-Balkaria, Russia, 2019),

Joint Meeting of High Energy Density Science at FAIR Collaboration and 10th International Workshop on Plasma Physics with Intense Laser and Heavy Ion Beams (Moscow, Russia, 2018),

Научно-координационная Сессия «Исследования неидеальной плазмы» (Москва, Россия, 2018),

XV Российская конференция (с международным участием) по теплофизическим свойствам веществ (Москва, Россия 2018).

Публикации автора по теме диссертации

Материалы диссертации опубликованы в следующих статьях в рецензируемых журналах из списка ВАК:

Апфельбаум, Е. М. Изучение плотной плазмы свинца / Е. М. Апфельбаум, А. М. Кондратьев, А. Д. Рахель // Журнал экспериментальной и теоретической физики. — 2024. — Т. 165, № 6. — С. 876–888Е;

Kondratyev, A. M. Measurements of shock-propagation velocities in liquid lead across the metal-nonmetal transition range / A. M. Kondratyev, A. D. Rakhel // Physical Review B. — 2023. — Vol. 107. — Art. 195134;

Kondratyev A. M. Metal–non-metal transition in lead–bismuth eutectic / Kondratyev A. M., Korobenko V. N., Rakhel A. D. // Journal of Physics: Condensed Matter. — 2022. — Vol. 34. — Art. 195601;

Кондратьев, А. М. Термодинамические функции и удельное сопротивление флюида свинца в области перехода металл — неметалл / А. М. Кондратьев, В. Н. Коробенко, А. Д. Рахель // Журнал экспериментальной и теоретической физики. — 2018. — Т. 154. — С. 1168–1182;

Kondratyev, A. M. Direct measurements of thermal expansion and the volume change upon melting for graphite / A. M. Kondratyev, V. N. Korobenko, A. D. Rakhel // Carbon. — 2016. — Vol. 100. — P. 537–539;

Kondratyev, A. M. Experimental study of liquid carbon / A. M. Kondratyev, V. N. Korobenko, A. D. Rakhel // Journal of Physics: Condensed Matter. — 2016. — Vol. 28. — Art. 265501.

Личный вклад

Диссертация написана автором лично. Положения, выносимые на защиту, сформулированы автором лично. Экспериментальная установка, с помощью которой получены данные, представленные в диссертации, создана лично автором. Экспериментальные результаты получены лично автором. Публикация полученных результатов производилась совместно с соавторами, при этом диссертант принимал непосредственное участие в обсуждении и интерпретации полученных результатов. Работа выполнена в ОИВТ РАН под руководством с.н.с. к.ф.-м.н. А.Д. Рахеля.

Объем и структура работы

Объем диссертации составляет 122 страницы, содержит 42 рисунка, 5 таблиц и включает в себя 97 ссылок на литературные источники. Диссертационная работа включает в себя введение, пять глав, заключение и два приложения.

Глава 1. Обзор литературных данных

1.1. Экспериментальные методики для изучения свойств металлов при высоких давлениях и температурах

Для исследования свойств веществ при температурах выше примерно 4000 К классические стационарные методы исследования сталкиваются с неразрешимой проблемой. При таких температурах конструкционные материалы, используемые для изготовления элементов установки и контактирующие с исследуемым веществом, теряют прочность и плавятся. Как известно конструкционным материалом, обладающим наибольшей температурой плавления из известных, является графит, при этом нужно учитывать, что тройная точка графит – жидкий углерод – газ находится при давлении порядка 100 бар, и при нагреве выше 3000 К при атмосферном давлении изделия из графита начинают активно сублимировать. Самым тугоплавким металлом является вольфрам с температурой плавления около 3700 К. Отсюда следует, что стационарные методы, в которых исследуемое вещество контактирует с элементами установки, за редкими исключениями непригодны для исследований в области температур выше приблизительно 3000 К. На практике же эта температура оказывается еще ниже из-за возможных химических реакций исследуемого вещества с элементами установки, либо растворения последних в исследуемом расплаве (если исследуемое вещество находится в жидком состоянии). Для преодоления этих трудностей используются нестационарные (динамические) экспериментальные методы. Среди таких методов можно выделить левитационные методики, методы импульсного резистивного нагрева, лазерный нагрев и изэнтропическое расширение ударно сжатых веществ.

Основной особенностью левитационных калориметрических методик является то, что исследуемое вещество во время проведения эксперимента удерживается в установке бесконтейнерным способом. Такое удержание может осуществляться за счет электромагнитного взаимодействия образца с экспериментальной установкой [1], а также электростатического или аэродинамического взаимодействий [2, 3]. В этих методиках используется индукционный или непрерывный лазерный нагрев образца. С помощью таких методик были измерены такие величины как теплоемкость, плотность, поверхностное натяжение, вязкость различных веществ как в твердом, так и в жидком состоянии. Основным преимуществом левитационных методик является отсутствие непосредственного контакта образца с установкой, что исключает

возможность химического взаимодействия, позволяет устранить контактные теплотери от образца и достичь в экспериментах высоких температур по сравнению со стационарными методами. Однако такие методики позволяют проводить исследования при температурах лишь немногим выше 3000 К.

Метод лазерного нагрева основан на поглощении лазерного излучения в тонком поверхностном слое (скин-слое) образца исследуемого материала. Толщина этого слоя для металлов при нормальных условиях составляет несколько десятков нанометров. Отсюда следует, что данный метод не может обеспечить объемное тепловыделение в реальном образце. Кроме того, в образце возникают значительные градиенты температуры, которые сложно точно установить. Поэтому эта методика не позволяет определять удельные теплофизические свойства вещества. Это является основным недостатком методик, основанных на лазерном нагреве. Среди преимуществ метода — его применимость не только к проводящим материалам, но и к диэлектрикам, а также возможность достижения экстремально высоких температур.

Для исследования металлов при температурах выше 3000 К успешно используются динамические методы, основанные на нагреве исследуемого образца импульсом электрического тока. В работе [4] представлен подробный обзор динамических методов исследования теплофизических свойств металлов и углерода с детальным анализом известных к 1986 году работ, как теоретических, так и экспериментальных.

1.2. Литературные данные по свойствам свинца

В работе [5] с помощью электроимпульсной методики, называемой в англоязычной литературе *isobaric expansion experiment* (IEX) [4], изучались свойства жидкого свинца в интервале температур 1600–6000 К при давлениях 0.1–0.4 ГПа. Образец свинца представлял собой цилиндр (отрезок проволоки) диаметром 1 мм и длиной 25 мм. Он размещался в камере высокого давления, в которой с помощью инертного газа (гелий или аргон) создавалось статическое давление величиной от 0,1 ГПа до 0,4 ГПа. Образец нагревался путем аperiодического разряда конденсаторной батареи с запасенной энергией 70 кДж. Принципиальная электрическая схема установки [5] представлена на Рисунке 1.1. Амплитуда импульса тока в экспериментах достигала 40 кА, а его длительность (ширина на полувысоте) 70 мкс. Ток в цепи измерялся с помощью трансформатора тока фирмы Pearson Electronics Inc., а падение напряжения с помощью дифференциального пробника. В каждом эксперименте с помощью теневой развертки измерялось изменение объема образца в процессе нагрева. Для этого

использовалась высокоскоростная стрик-камера, а сам образец подсвечивался аргоновым лазером с длиной волны 514,5 нм. Температура измерялась с помощью трехканального пирометра с каналами на 450, 600 и 650 нм (ширина полосы интерференционных фильтров, использованных в каждом канале, составляла 100 нм). Эксперименты проводились при фиксированном статическом давлении (данные получены для значений давления 0,1 0,2 0,3 и 0,4 ГПа).

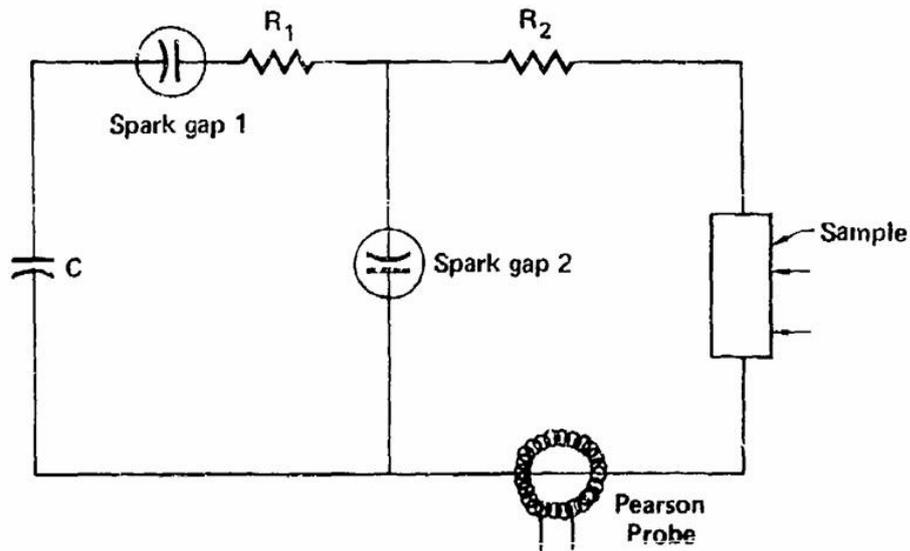


Рисунок 1.1 – Принципиальная электрическая схема установки из работы [5].

Использование трехканального пирометра позволило определить излучательную способность образцов свинца на трех длинах волн в широком температурном диапазоне (Рисунок 1.2). При этом предполагалось, что излучательная способность свинца линейно зависит от температуры. В [5] были получены зависимости относительного объема жидкого свинца от энтальпии и температуры на четырех изобарах. Основываясь на полученных экспериментальных данных, автор [5] приводит оценку параметров критической точки свинца: $T_c = 5300\text{--}6000$ К; $V_c/V_0 = 3,6\text{--}3,7$; $P_c = 0,2\text{--}0,3$ ГПа. На Рисунке 1.3. показана зависимость удельного электросопротивления жидкого свинца от относительного объема, измеренная в [5] при четырех значениях статического давления, указанных выше. Из этого рисунка видно, что в пределах точности измерений [5] при этих давлениях удельное электросопротивление свинца от давления не зависит. Как будет показано в Главе 3, зависимость, показанная на Рисунке 1.3 хорошо согласуется с результатами, полученными в настоящей работе.

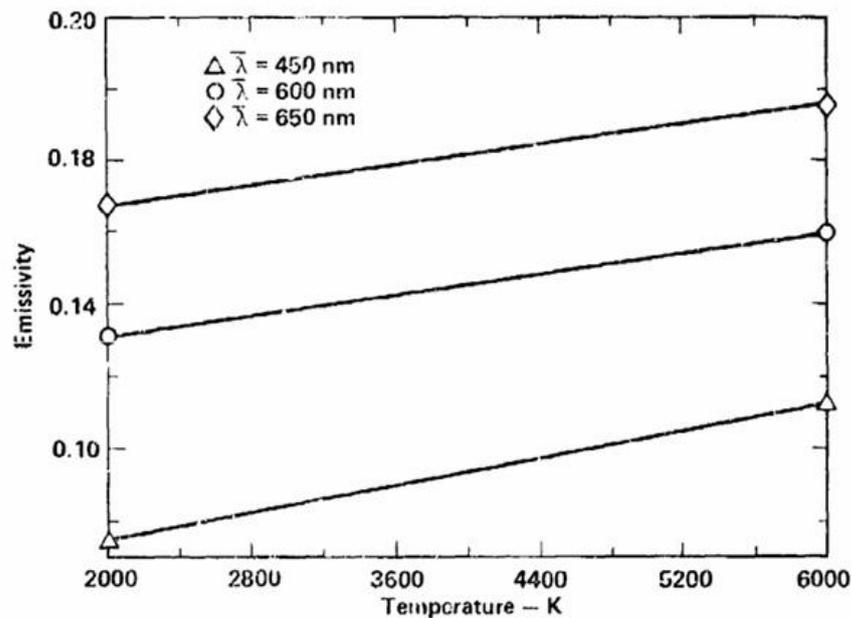


Рисунок 1.2 – Излучательная способность для образцов свинца в жидком состоянии на трех длинах волн, полученная в [5].

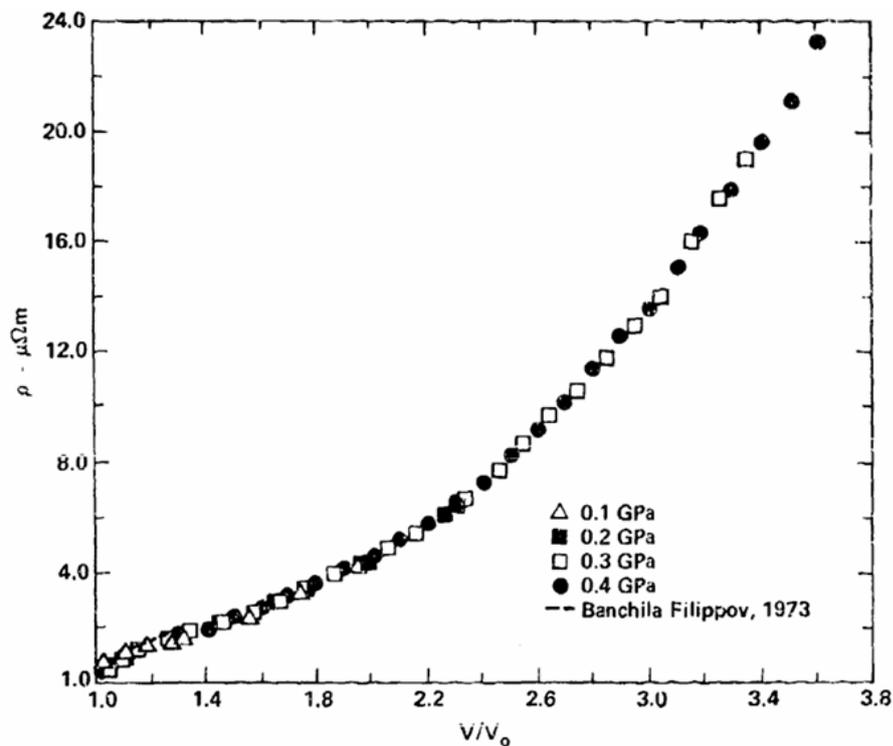


Рисунок 1.3 – Зависимость удельного электросопротивления жидкого свинца ρ от относительного объема V/V_0 (V_0 – объем образца при нормальных условиях) при четырех значениях статического давления из работы [5].

В работах [6, 7] была измерена скорость звука в жидком свинце на изобарах 0,1, 0,2 и 0,3 ГПа в диапазоне значений плотности 5–10 г/см³. В работе использовалась та же экспериментальная методика [5], но дополненная методикой измерения скорости звука. Эта методика измерений разрабатывалась более 10 лет. Первые публикации появились 1979 году [8], но надёжные результаты по измерению скорости звука при температурах выше 4000 К появились только в 1986 году. Для этих измерений применялся время-пролетный метод, суть которого заключается в том, что в определенный момент времени в процессе нагрева образца с помощью импульсного лазера на его поверхности создавалось возмущение плотности и давления. Выход возмущения на противоположную поверхность образца регистрировался на теневой развертке, используемой также для измерения объема. В результате было установлено, что скорость звука в жидком свинце линейно падает с уменьшением плотности от значения 1,7 км/с при плотности 10 г/см³ до 0,7 км/с при 5 г/см³, а погрешность измерения скорости звука в этом интервале плотностей не превышает $\pm 7\%$. Авторы [6] отмечают, что при понижении плотности ниже 5 г/см³, а вместе с ней и скорости звука в жидком свинце, время распространения акустического возмущения по образцу становится больше времени распространения того же возмущения по аргону, в среде которого находится образец. Это приводит к тому, что на теневой развертке становится невозможно различить момент выхода возмущения на поверхность образца, и, как следствие, определить скорость звука при плотности ниже 5 г/см³. Полученные данные, вместе с результатами [5] позволили в работе [6] определить для жидкого свинца в указанном выше диапазоне плотностей коэффициент Грюнайзена, адиабатический модуль всестороннего сжатия и изохорную теплоемкость.

В более поздней работе [9] теплофизические свойства жидкого свинца также исследовались с помощью методики ИЕХ, но скорость нагрева образца была гораздо выше, чем в работах [5, 6]. Подробное описание методики дается в [10]. Так, время нагрева до температуры 5000 К составляло около 1 мкс, а диапазон температур, в котором проводились эксперименты, составлял от 2000 К до 5000 К. В качестве образцов использовались отрезки свинцовой проволоки длиной 40 мм и диаметром 0,25 и 0,5 мм. Так же, как и в [5, 6], статическое давление внешней среды в каждом эксперименте было постоянным. В серии экспериментов оно задавалось от одной атмосферы до 0,5 ГПа, а средой передачи давления служила вода. Изменялись временные зависимости тока, протекающего по образцу, падения напряжения на образце, температуры и изменения объема образца. Ток измерялся с помощью пояса Роговского с интегрированием на RC цепи, напряжение измерялось с помощью коаксиального резистивного делителя напряжения. Температура измерялась с помощью быстродействующего пирометра на длине волны 800 нм, причем его калибровка осуществлялась по температуре плавления тантала. Для измерения объема в процессе нагрева образца использовалась методика теневой фотографии и камера с

электрооптическим затвором (Kerrcell camera) и временем экспозиции 30 нс. Это позволяло получить только одно измерение объема в заранее определенный момент времени в процессе нагрева образца. Применение этих методик позволило получить плотность, энтальпию и удельное электросопротивление жидкого свинца в широком интервале температур (2–5 кК). Также, основываясь на своих экспериментальных данных, авторы [9] приводят оценку параметров критической точки свинца: $T_c = 5400 \pm 400$ К; $V_c/V_0 = 3,6 \pm 0,4$; $P_c = 0,25 \pm 0,03$ ГПа. Авторы заявляют, что погрешность измерения энтальпии и удельного электросопротивления составляют 5%, температуры 25%, давления 2%. В [9] не дана погрешность измерения плотности, но она приводится в методической работе [10] и составляет не менее 10%.

В работах [11, 12] с помощью стационарных методик с весьма высокой точностью были исследованы плотность и скорость звука в жидком свинце в зависимости от температуры. В работе [11] представлены данные по плотности свинца в интервале температур 300–1800 К. Данные были получены с помощью метода проникающего γ -излучения. Суть метода состоит в измерении ослабления узкого пучка γ -квантов при прохождении через исследуемый металл известной толщины. Этот метод позволил измерить плотность как в жидком, так и в твердом состоянии, и определить скачок плотности при плавлении. Погрешность измерения плотности не превышала 0,4% во всем интервале температур. Вследствие конструктивных особенностей измерительной ячейки давление в экспериментах равнялось давлению насыщенных паров свинца при данной температуре, но его измерения не проводились. В работе [12] представлены данные по измерению скорости звука в жидком свинце в интервале температур 600–900 К. Данные получены импульсно-фазовым методом с погрешностью не более 0,3%. Суть метода заключается в измерении длины волны и частоты звуковых волн в исследуемом веществе. Для измерения длины волны генерировались зондирующие сигналы, представляющие собой радиоимпульсы длительностью 1–5 мкс, частотой следования 2 кГц и несущей частотой 31,33 МГц. Эти сигналы подавались на излучающие пьезоэлементы двух измерительных ячеек одинаковой конструкции – эталонную и рабочую. Эталонная ячейка была заполнена дистиллированной водой, а рабочая исследуемым веществом. Зондирующие импульсы в ячейках проходили по воде, исследуемому веществу и попадали на приемные пьезоэлементы, сигналы с которых, передаваемые по общей соединительной линии, интерферировали между собой, и результат интерференции наблюдался на осциллографе. Приемный пьезоэлемент рабочей ячейки мог перемещаться в направлении излучающего пьезоэлемента, и при таком перемещении на экране осциллографа регистрировались максимумы и минимумы интерференции, причем перемещение, необходимое для наблюдения двух последовательных экстремумов интерференции, равно длине волны звуковых волн в исследуемом веществе. Частота звуковой волны, в свою очередь, измерялась электронным частотомером. На основе этих работ (а также других работ этих авторов,

посвященных исследованию теплофизических свойств жидкометаллических теплоносителей) опубликованы таблицы стандартных справочных данных по плотности и скорости звука в жидком свинце [13–15].

1.3. Литературные данные по свойствам свинцово-висмутовой эвтектики

Литературных данных по свойствам свинцово-висмутового эвтектического сплава (СВЭС) имеется заметно меньше, чем для свинца. Стоит отметить уже упомянутые выше работы [12–15], в которых кроме свойств свинца также исследовались свойства свинцово-висмутовой эвтектики, а также работу [16] той же научной группы. В этой работе представлены экспериментальные данные по плотности СВЭС в интервале температур 401–1225 К. Как и для свинца эти данные получены с помощью метода проникающего γ -излучения, а погрешность измерения плотности не превышала 0,4% во всем интервале температур. В [12] представлены данные по измерению скорости звука в СВЭС в интервале температур 700–1125 К. На Рисунке 1.4 представлена зависимость плотности от температуры из [13] и скорости звука от температуры из [15]. Из этого рисунка видно, что при максимальных температурах, для которых в [13] есть данные, плотность уменьшается всего лишь примерно на 11% относительно плотности твердой СВЭС при нормальных условиях (10,66 г/см³).

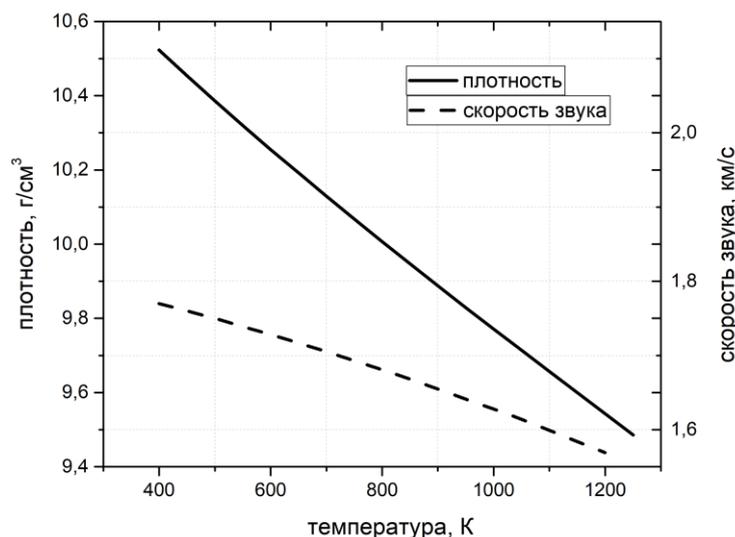


Рисунок 1.4 – Зависимость плотности и скорости звука в жидкой свинцово-висмутовой эвтектике от температуры по данным [13, 15].

Имеются и другие литературные данные для СВЭС [17–19], в которых, в том числе, приводится температурная зависимость теплоемкости, однако во всех этих работах данные приводятся для температур, не превышающих 2000 К. Кроме того, в литературе не удалось найти работы, в которых измерения свойств СВЭС проводились бы при давлениях, отличных от атмосферного (либо от давления, равного давлению насыщенных паров при соответствующей температуре).

1.4. Литературные данные по свойствам графита и жидкого углерода

В отличие от свинца и СВЭС в литературе имеется достаточно много работ, как экспериментальных, так и расчетных, посвященных исследованию высокотемпературных свойств графита и жидкого углерода. Это видно, например, из обзорных работ [20, 21]. Остановимся на наиболее значимых экспериментальных работах, а также на работах, имеющих непосредственное отношение к представленным в настоящей работе результатам.

Банди [22] исследовал поведение электрического сопротивления образцов спектроскопического графита, помещенных в аппарат (пресс) высокого давления и нагреваемых импульсом электрического тока. В этой работе измерялась зависимость сопротивления образца от величины джоулевого тепла, выделяемого при прохождении импульса тока, и определялась теплота плавления графита при различных давлениях (9, 21, 31, 48, 67, 96, 97 кбар). Образцы представляли собой графитовые стержни диаметром 0,04 дюйма и длиной 0,28 или 0,36 дюймов. Образец был окружен огнеупорным изоляционным материалом, а электрический контакт между образцом и поршнями аппарата высокого давления, по которым к образцу подводился ток, осуществлялся с помощью графитовых дисков. Факт плавления устанавливался путем анализа кристаллической структуры образца после эксперимента. Поскольку кристаллическая структура графита, образовавшегося при рекристаллизации жидкого углерода, значительно отличалась от исходной структуры графита, что продемонстрировано серией микрофотографий шлифов образцов, можно было определить, какая часть образца расплавилась. Длительность нагрева образца в этих экспериментах составляла десятки миллисекунд, и потери тепла теплопроводностью через стенки и торцы поршней составляли десятки процентов от всего тепла, выделившегося в образце, и сам автор [22] отмечает, что они не могли быть точно рассчитаны. Для определения температуры плавления графита Банди пользовался имеющимися на тот момент литературными данными по теплоемкости графита, измеренными при относительно низких температурах и давлениях, причем эти данные экстраполировались вплоть до температуры

плавления. Так, Банди приводит температуру плавления графита при давлении 48 кбар, равную 4600 К, и теплоту плавления при этом давлении 25 ккал/моль. Так как Банди не контролировал изменение объема образца, то такие величины, как удельное сопротивление, плотность и энтальпия по результатам его измерений могут быть только оценены (с неопределенной точностью).

Аналогичную экспериментальную методику позже использовал Тогайя [23–25], с тем отличием, что у Тогайя длительность импульса тока, нагревающего образец, составляла порядка 1 мс. В [23, 24] исследовалась кривая плавления графита, а в [24], кроме того, проводились измерения сопротивления жидкого углерода на кривой плавления. Для определения моментов начала и окончания плавления, в части экспериментов импульс тока обрывался в некоторый момент, после чего такой образец исследовался с помощью рентгеноструктурного анализа и электронного микроскопа на предмет наличия признаков рекристаллизации, свидетельствующей о начале процесса плавления. Эксперименты проводились в интервале давлений 1,4–9,4 ГПа. В этих двух работах использовались образцы спектроскопического графита. Температура плавления определялась по измеренному теплу, которое пересчитывалась в температуру с использованием данных по теплоемкости [26], полученных при давлениях 0,1–0,2 ГПа. В результате Тогайя указывает, что температура плавления графита увеличивается с 4650 К при 1.4 ГПа до максимума 4790 К при 5.6 ГПа, затем снижается до 4640 К при 9.4 ГПа, а приведенное сопротивление (то есть сопротивление образца, отнесенное к его размерам до эксперимента при нормальных условиях) уменьшается с 900 до 600 мОм·см при росте давления от 1.4 до 9.4 ГПа. В [25] Тогайя предпринял попытку выяснить является ли жидкий углерод металлом или нет. В этой работе приводится зависимость приведенного сопротивления жидкого углерода в точке плавления в зависимости от давления. Образцы, в отличие от предыдущих работ, изготавливались из пиролитического графита с начальной плотностью $2,2 \text{ г/см}^3$, а ток пропусклся перпендикулярно к кристаллографической оси симметрии, т. е. вдоль базисных плоскостей графита. В отличие от предыдущей работы в [25] приведенное сопротивление уменьшается с 630 до 470 мОм·см при увеличении давления от 1,4 до 4,0 ГПа, а затем увеличивается с 490 до 565 мОм·см при увеличении давления от 5,6 до 9,4 ГПа. На основании этих данных Тогайя пришел к выводу, что при давлениях ниже 4 ГПа жидкий углерод является плохо проводящим металлом, поскольку его сопротивление при этих давлениях увеличивается с увеличением количества подводимого к нему тепла. Однако, как и в работах Банди, из-за особенностей экспериментальной методики изменение объема образца в процессе нагрева в экспериментах Тогайя также не измерялось. Поэтому необходимо иметь в виду, что величины электрического сопротивления, приводимые в работах [23–25] и называемые удельными, на самом деле являются сопротивлениями определенных образцов, измеренными в определенных экспериментальных

условиях. По этой же причине Тогайя в своих работах не мог определить знак изохорического температурного коэффициента электросопротивления.

В Институте Физики Высоких Давлений АН СССР Фатеевой и Верещагиным в 60-х годах прошлого века была проведена серия работ по исследованию кривой плавления графита [27–30]. В этих работах образцы графита помещались в аппарат высокого давления и нагревались переменным током. Плавление образца достигалось за времена порядка нескольких секунд. Температура образца измерялась с помощью цветового пирометра, работающего на трех длинах волн. В работе [27] давление создавалось с помощью газового компрессора, а в качестве среды, передающей давление, использовался аргон. В этой работе было получено, что температура плавления графита медленно растет с повышением давления до 3 кбар от 4650 К до 4750 К. В [28] использовалась другая установка, в которой в качестве оптически прозрачной среды, передающей давление, служила каменная соль, а давление создавалось с помощью стальных поршней, одновременно служивших электродами. С помощью этой установки диапазон давлений был увеличен до 40 кбар. На Рисунке 1.5 показана кривая плавления графита [28]. Как видно из этого рисунка, температура плавления графита достигает 6500 К при 40 кбар. В более поздних работах [29, 30] диапазон исследованных давлений был расширен до 90 кбар, но в этих работах авторы приводят уже меньшие температуры на кривой плавления по сравнению с [27, 28]. Так, в [28] указано, что кривая плавления имеет температурный максимум, соответствующий 4900 К при давлении 60 кбар, а при давлениях в несколько единиц кбар температура близка к 4000 К. Такое отличие в температуре по сравнению с первыми работами авторов объясняется в [29] неправильным измерением пропускания фильтров из стекла марки НС, которые использовались при калибровке пирометра. При этом в [28] указано, что из-за особенностей эксперимента в этой работе фильтры из стекла НС не применялись.

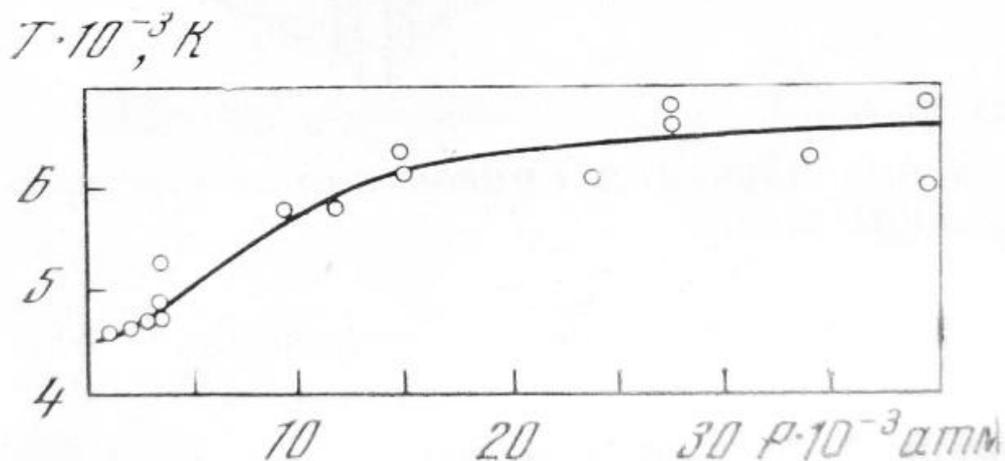


Рисунок 1.5 – Кривая плавления графита, взятая из [28].

В работах [31-33], выполненных в НИИГрафит, исследовалась зависимость энтальпии квазинокристаллического графита (УПВ-1Т) и стеклоуглерода от температуры. В работе [33] примечательно то, что авторам, по всей видимости, удалось провести измерения при максимально возможных в стационарных экспериментах температурах (использовался калориметр смещения), и достичь значений температуры 3800 К. При этом измерения были выполнены с присущей стационарным калориметрическим методам высокой точностью. Так, погрешность измерения энтальпии при максимальных температурах не превышала 2%, а для теплоемкости была порядка 10%. На основе работ [31–33] опубликованы таблицы стандартных справочных данных для температурных зависимостей энтальпии, теплоемкости и энтропии квазинокристаллического графита УПВ-1Т [34].

Большое количество работ по исследованию высокотемпературных свойств графита было выполнено в ОИВТ РАН. В частности в 1986 году вышла работа основоположника метода микросекундного нагрева импульсом электрического тока С. В. Лебедева в соавторстве с А. И. Савватимским. В этой работе исследовалось электросопротивление графита и жидкого углерода с помощью методики нагрева импульсом тока длительностью порядка 5 мкс [35], разработанной С. В. Лебедевым. Образцы в этой работе изготавливались из пиролитического графита, осажденного в виде плоских слоев, и имеющего плотность при нормальных условиях $2,1 \text{ г/см}^3$, а также в виде цилиндрических слоев с плотностью $1,94 \text{ г/см}^3$. При нормальных условиях удельное сопротивление образцов из графита, осажденных в виде плоских слоев, составляло $460 \text{ мкОм}\cdot\text{см}$, а для образцов, осажденных в виде цилиндрических слоев, составляло $1500 \text{ мкОм}\cdot\text{см}$. В экспериментах измерялись временные зависимости тока, протекающего по образцу, и падения напряжения на нем. По этим зависимостям определялось удельное джоулево тепло, выделившееся в образцах, и их приведенное электросопротивление. В экспериментах образцы помещались в воду, канифоль и стеклянные капилляры. На полученных зависимостях приведенного сопротивления от тепла отсутствовали характерные для плавления особенности, поэтому определить величину тепла в момент начала плавления и теплоту плавления по полученным в [35] данным не удалось. Сравнение зависимостей приведенного сопротивления от тепла, полученных в экспериментах с образцами, помещенными в воду и внутрь стеклянных капилляров, позволило оценить плотность нагреваемых образцов при определенных величинах удельного тепла. Так, для пиролитического графита, осажденного в виде плоских слоев, авторы дают $1,25 \text{ г/см}^3$ при величине удельного тепла $18,5 \text{ кДж/г}$, а для графита, осажденного в виде цилиндрических слоев, $1,06 \text{ г/см}^3$ при $14,5 \text{ кДж/г}$. При этом отмечается, что нагрев цилиндрических образцов низкой начальной плотности мог происходить неоднородно. На основе

результатов экспериментов с графитом, осажденным в виде плоских слоев, приводится оценка удельного электросопротивления графита, которая дает $1100 \text{ мкОм} \cdot \text{см}$ при плотности $1,3 \text{ г/см}^3$.

В работе [36] приводится описание экспериментальной установки и пирометра для исследования высокотемпературных свойств тугоплавких веществ с помощью импульсного нагрева электрическим током за время порядка 1 мс , а в [37–39] представлены результаты исследования графита на этой установке. В [38] приводится экспериментальная зависимость энтальпии пиролизического графита от температуры при давлении 1 кбар в интервале температур $2800\text{--}4500 \text{ К}$ (Рисунок 1.6). Авторы отмечают, что полученные ими значения теплоемкости графита указывают на отсутствие резкого роста изобарной теплоемкости при температурах выше 3300 К , который отмечен в [40, 41], и в пределах 5% совпадают с данными, полученными в стационарном эксперименте [32] при температурах до 3800 К .

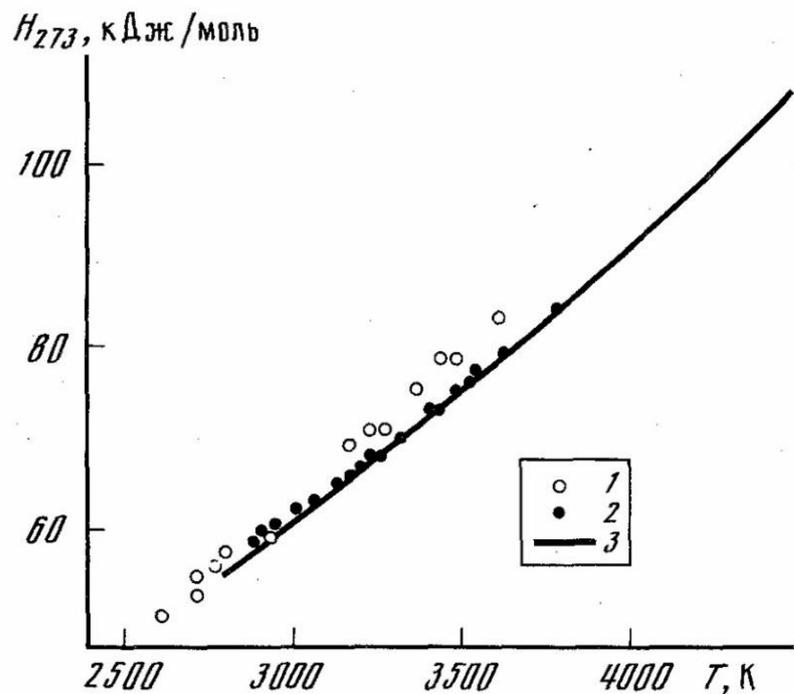


Рисунок 1.6 – Температурная зависимость энтальпии пиролизического графита, взятая из [38]. 1 – [41], 2 – [31], 3 – [38].

Работа [39] посвящена измерению температуры плавления графита. Образцы изготавливались из графита марки УПВ-1ТМО, а эксперименты проводились при давлениях $1\text{--}2 \text{ кбар}$. В этой работе пирометр регистрировал излучение с поверхности образца, параллельной базальным плоскостям графита. Как известно, излучательная способность этой поверхности графита заметно отличается от излучательной способности черного тела, и для получения истинной температуры поверхности с помощью яркостного пирометра, который использовался в

[39], необходимо знать степень черноты исследуемой поверхности во всем исследуемом интервале температур. Для этого в [39] с помощью методики импульсной лазерной рефлектометрии были проведены измерения отражательной способности базальной плоскости (плоскости «а») графита УПВ-1Т на длине волны 630 нм в интервале температур 2200–4500 К (Рисунок 1.7). Измерения излучательной способности графита позволили построить зависимость энтальпии от температуры в области плавления графита, которая показана на Рисунке 1.8. Авторы [39] интерпретируют максимум на температурной кривой, отмеченной на Рисунке 1.8 цифрой 2, как начало плавления образца, и получают отсюда энтальпию начала плавления H_m . Эта величина, усредненная по нескольким экспериментам, по данным авторов [39] оказалась равной 125 ± 5 кДж/моль. Для определения температуры плавления авторы делают предположение, что теплоемкость остается постоянной от точки А вплоть до энтальпии плавления, и получают температуру плавления равную 5080 ± 70 К. Как видно из Рисунка 1.8 в [39] не наблюдалось окончания плато плавления, что авторы этой работы связывают с деформацией образца и существенным изменением его формы вблизи плавления.

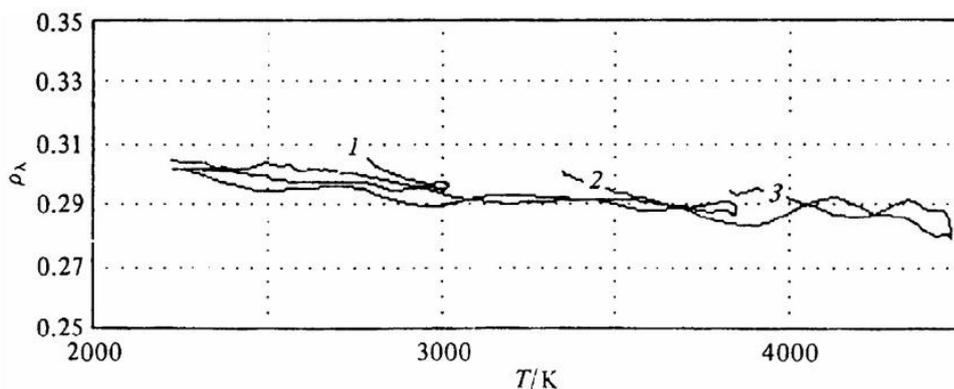


Рисунок 1.7 – Зависимость отражательной способности ρ_λ плоскости «а» графита в зависимости от температуры T на длине волны 630 нм для трех экспериментов (1,2,3), взятая из [39].

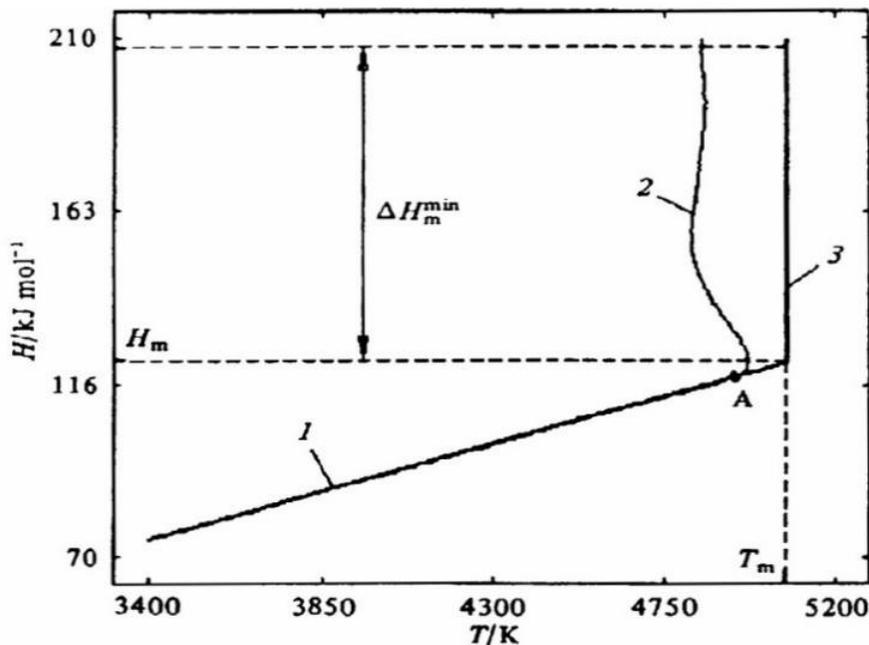


Рисунок 1.8 – Зависимость энтальпии H от температуры T графита в области точки плавления для одного из экспериментов работы [39].

Метод импульсного нагрева электрическим током использован также в [42, 43]. В этих работах образцы графита марки НОРГ (highly oriented pyrolytic graphite) нагревались импульсом тока за время порядка 1 мкс. Образцы имели форму тонких пластин, зажатых между двумя толстыми стеклянными пластинами, либо представляли из себя графитовые стержни, помещенные в толстостенные сапфировые капилляры. В экспериментах измерялись ток, протекающий по образцу, падение напряжения на нем, и с помощью оптического пирометра интенсивность излучения образца на длине волны 900 нм. Калибровка сигнала пирометра производилась в каждом отдельном эксперименте при значении энтальпии 9,14 кДж/г, которой по данным [34] соответствует температура 4500 К. В результате проведенных в этих работах экспериментов на зависимости температуры от джоулева тепла, выделившегося в образце, удалось зарегистрировать хорошо выраженное, но имеющее наклон, плато плавления, начинающееся при температуре 5500 К и заканчивающееся при 6000 К (Рисунок 1.9), при этом пирометр регистрировал излучение с поверхности «а» графита. Энтальпия начала и конца плавления определялась по температурному наклонному плато плавления. Усреднение для шести экспериментов с образцами в виде пластин графита, зажатых между стеклянными пластинами, дает энтальпию твердого состояния при плавлении $H_s = 12 \pm 1$ кДж/г, энтальпию жидкого углерода при плавлении $H_l = 23 \pm 1$ кДж/г, теплоту плавления $\Delta H = 11 \pm 1$ кДж/г, приведенное сопротивление графита при температуре плавления $\rho_s = 420 \pm 40$ мкОм·см, и приведенное сопротивление жидкой

фазы при температуре плавления $\rho_l = 560 \pm 40$ мкОм·см. Кроме того было измерено удельное сопротивление графита и жидкого углерода при температуре плавления. Для этого был проведен единственный эксперимент, в котором использовался толстостенный сапфировый капилляр с известным внутренним диаметром, в который был помещен исследуемый образец цилиндрического сечения. Авторы предполагали, что к началу плавления исследуемый образец за счет теплового расширения почти полностью занимает свободный объем капилляра (к концу плавления заполнение предполагалось полным), и, основываясь на этом, определяли поперечное сечение образца, необходимое для расчета удельного электросопротивления. Таким способом было получено значение 558 мкОм·см для графита и 730 мкОм·см для жидкого углерода. Однако авторы не учитывали изменение внутреннего объема капилляра, которое происходит из-за возникновения динамического давления, когда образец полностью заполняет внутренний объем капилляра. По этой причине, а также потому, что был проведен всего один эксперимент, указанные величины следует рассматривать как оценочные. Кроме того, давление в этих работах не измерялось. Также авторы приводят предварительные данные по изобарной теплоемкости для жидкого углерода до 10 000 К $C_p = 3,7-4$ Дж/г·К, и по изохорной теплоемкости до 8000 К $C_v = 3$ Дж/г·К (в предположении, что объем образца в эксперименте с сапфировым капилляром оставался постоянным).

В более поздней работе тех же авторов [44] высказано предположение, что потери тепла из тонкого поверхностного слоя образца приводят к понижению его температуры (которая, собственно, и измеряется с помощью пирометра) на величину порядка 10%, из-за чего при привязке сигнала пирометра к литературным данным необходимо вносить поправку на этот эффект. Внесение такой поправки снижает температуру на плато плавления по сравнению с [42] до значений 5000–5500 К, а также примерно на 1 кДж/г уменьшает энтальпии твердой и жидкой фазы в точке плавления. Однако в работе [44] отсутствуют какие-либо количественные оценки, подтверждающие необходимость внесения такой поправки, а ее необходимость подкрепляется лишь тем фактом, что начало и конец плато плавления после ее внесения лучше согласуются с особенностями на зависимости напряжения от энтальпии (строго говоря, от удельного тепла). Также в этой работе указывается, что был проведен эксперимент по измерению температуры плавления графита с помощью модели черного тела, изготовленной из двух полосок графита (клиновидная модель), и при этом была получена температура 4800 ± 200 К, однако сама температурная зависимость для этого эксперимента не представлена.

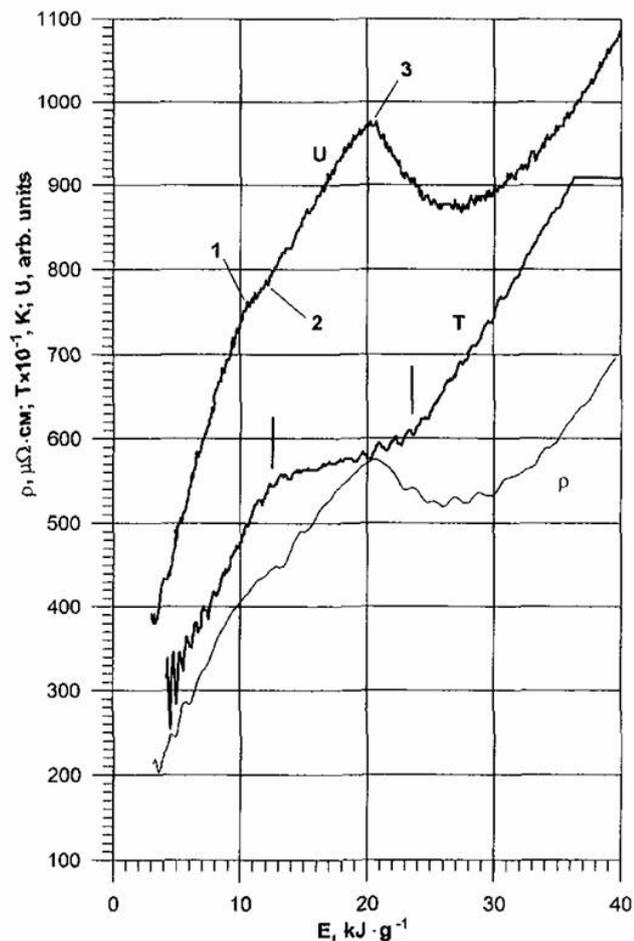


Рисунок 1.9 – Зависимость напряжения на образце (U), температуры (T) и удельного сопротивления (ρ) от сообщенной энергии (E) при импульсном электрическом нагреве графитового образца, заключенного между двумя стеклянными пластинами. Две вертикальные линии отмечают область плавления. Удельное сопротивление ρ отнесено к исходным размерам образца. Рисунок взят из [42].

Три эксперимента по импульсному нагреву током образцов пиролитического графита, помещенных внутри толстостенных сапфировых капилляров, представлены в работе [45]. Образцы представляли собой стержни диаметром 0,79 мм и длиной около 15 мм. Плотность образцов при нормальных условиях составляла 2,2 г/см³, а электросопротивление 200–300 мкОм·см. Отношение внутренних диаметров капилляров к диаметру образцов составляло 2,0, 1,25 и 1,17. Время нагрева образцов составляло около 3 мкс. Представлены зависимости приведенного сопротивления этих образцов от удельного джоулева тепла. Автор [45] указывает, что на полученных временных зависимостях тока и падения напряжения на образцах отсутствовали характерные особенности, которые бы указывали на момент заполнения расширяющимися образцами внутреннего объема капилляров. Из-за этого установить при каком

значении тепла происходило заполнение оказалось невозможным. Предполагая, что заполнение наверняка происходило к моменту окончания плавления (то есть при величине тепла около 20 кДж/г), а также предполагая, что после заполнения внутренний объем капилляров оставался неизменным на протяжении всего эксперимента, автор приводит зависимости сопротивления образцов, отнесенные к внутренним размерам соответствующих капилляров. При этом не приводятся каких-либо оценок, подтверждающих предположение о том, что внутренний объем капилляров в таких экспериментах остается постоянным, либо изменяется на пренебрежимо малую величину.

В работах [46–49] с помощью метода импульсного нагрева электрическим током исследовались образцы из графитов марок HOPG и HAPG (highly annealed pyrolytic graphite), вклеенных между стеклянными пластинами. В этих работах использовался метод нагрева импульсом тока длительностью около 5 мкс. В этих экспериментах измерения температуры проводились с помощью яркостного пирометра, откалиброванного по температурной лампе, и использовались литературные значения излучательной способности из [39, 50]. В этих работах получена температура плавления графита около 4800 К. Рассмотрим подробнее те из указанных работ, в которых даны результаты по измерению электросопротивления графита.

В работе [46] представлены результаты для одного эксперимента с графитом марки HAPG. Для этого эксперимента показаны зависимости удельного джоулева тепла и приведенного сопротивления исследуемого образца от температуры. В этом эксперименте окончание наклонного плато плавления наблюдается при величине джоулева тепла около 15,5 кДж/г, что гораздо меньше значений энтальпии жидкого углерода на кривой плавления, имеющихся в литературных данных. Этот факт авторы объясняют началом разрушения образца в процессе плавления. Можно было бы ожидать, что разрушение образца должно привести к резкому росту его сопротивления, однако на зависимости приведенного сопротивления образца от температуры, показанной в [46], виден умеренный и практически линейный рост от значения около 600 мкОм·см при температуре около 5000 К, при которой по мнению авторов начинается разрушение, до значения 800 мкОм·см при температуре около 6300 К.

В работе [47] приведены результаты одного эксперимента с графитом марки HOPG. Так же, как и в [46], показаны зависимости удельного джоулева тепла и приведенного сопротивления исследуемого образца от температуры. Образец был составлен из двух полосок графита, уложенных параллельно. В эксперименте [47] авторам удалось зарегистрировать окончание плато плавления и выход на нагрев жидкой фазы. Авторы предполагают, что нагрев образца проходил в условиях, близких к изохорным. При этом в работе отсутствуют какие-либо количественные оценки, подтверждающие это предположение. В [51] имеется указание на то, что авторами был

проведен еще один эксперимент, аналогичный [47], но в котором использовалась только одна полоска графита марки HOPG. Для этого эксперимента приводится зависимость приведенного сопротивления от температуры, но нет зависимости температуры от удельного тепла.

В [49] представлен результат одного эксперимента с графитом марки HOPG, но в этом эксперименте авторам не удалось измерить ни удельное тепло, ни электросопротивление образца. Поэтому приводится лишь зависимость температуры от некоторой величины, которую авторы называют удельным электросопротивлением, выраженным относительных единицах.

В работе [52] была предпринята попытка измерения теплового расширения и удельного электросопротивления так называемого анизотропного графита (POCO AXF-5Q, плотность при нормальных условиях $1,83 \text{ г/см}^3$) с использованием метода импульсного джоулевого нагрева. Данные, полученные в этой работе, имеют значительный разброс, который авторы объясняют неоднородностью нагрева образцов, изготовленных из анизотропного графита.

В работах [53, 54] свойства графита и жидкого углерода изучались методом импульсного нагрева электрическим током за время порядка 1 мкс. В этих работах кроме измерений тока, напряжения и температуры, также измерялось изменение объема образцов в процессе нагрева и давление. Это позволило получить экспериментальные данные по энтальпии, внутренней энергии, удельному электросопротивлению, скорости звука и изохорной теплоемкости графита и жидкого углерода в широкой области состояний на плоскости P - V . Еще одной особенностью этих работ является то, что температура плавления графита, измеренная в них, составляет около 6000 К. В [54] подробно обсуждаются возможные причины расхождения значений температуры плавления графита по сравнению с другими экспериментальными данными. На Рисунках 1.10 и 1.11 приводится прямое сравнение полученных в [54] результатов с экспериментальными работами [33, 34, 39, 42, 44, 46, 47, 55, 56].

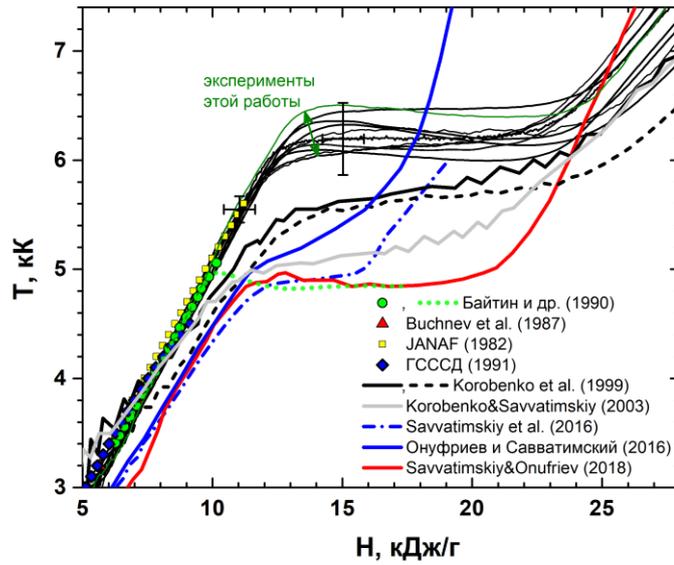


Рисунок 1.10 – Сравнение зависимостей температуры от удельной энтальпии, измеренных в работе [54] (тонкие линии), с результатами: [42] – сплошная и пунктирная толстые черные линии, [44] – сплошная серая линия, [46] – толстая синяя штрихпунктирная линия, [56] – толстая синяя сплошная линия, [47] – толстая красная сплошная линия, [39] – зеленые круги и пунктирная зеленая линия, [33] – красные треугольники, [55] – желтые квадраты, [34] – синие ромбы.

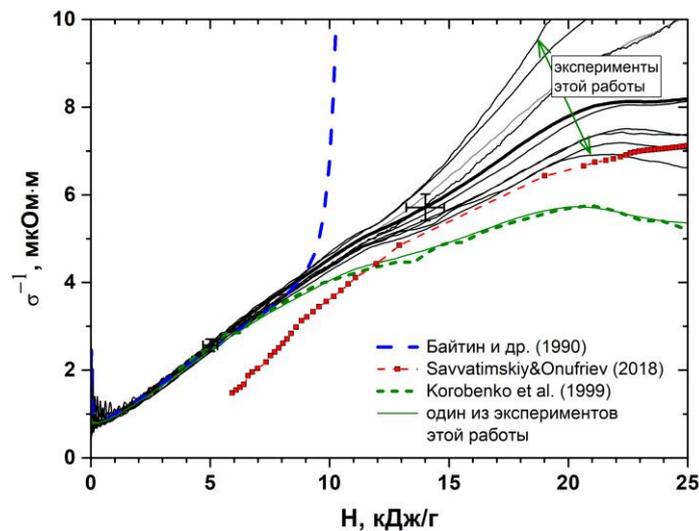


Рисунок 1.11 – Сравнение зависимостей удельного электросопротивления от удельной энтальпии, измеренных в работе [54] (черные линии и одна оливковая линия), с зависимостями, приведенными в [39] – толстая синяя пунктирная линия, [47] – красные квадраты, [42] – толстая оливковая пунктирная линия.

В литературе имеются работы, в которых измерение температуры плавления графита проводилось с помощью методики поверхностного лазерного нагрева [57–59]. В [57] нагрев поверхности «а» образца из графита марки УПВ-1ТМО осуществлялся с помощью лазерного импульса длительностью порядка 0,5 мс, а измерение температуры нагретой поверхности производилось с помощью яркостного пирометра на длине волны 650 нм с использованием степени черноты графита [60]. В [57] на термограммах наблюдались участки с постоянной температурой, которые авторы ассоциируют с плато плавления графита. Полученное таким способом значение температуры плавления графита в [57] равно 4800 ± 100 К при давлении инертного газа (He) 150 МПа. В работах [58, 59] длительность лазерного импульса составляла несколько десятков миллисекунд. Для измерения температуры в этих работах также использовались яркостные пирометры, но в [59] также использовался спектропирометр. Температура плавления графита в этих работах определялась по излому на термограмме при нагреве образца, а также по наличию температурной задержки (thermal arrest [58]) при остывании образца, которые интерпретировались как плавление графита и кристаллизация жидкого углерода соответственно. В [58] получена температура плавления 4800 ± 150 К при давлениях 1–2 кбар. В [59] диапазон давлений составлял 0,1–6 кбар, а температура плавления графита с повышением давления сначала растет резко от 4500 до 4850 К при повышении давления до 1 кбар, а затем более плавно, достигая величины около 5000 К при давлении 6 кбар. При этом измерения температуры с помощью спектропирометра проводились только до давления 1 кбар.

1.5. Выводы по Главе 1

В литературе отсутствуют экспериментальные данные по теплофизическим свойствам флюида свинца для давлений выше 0,4 ГПа и для значений относительного объема больше, чем 3,6. Для свинцово-висмутового эвтектического сплава экспериментальные данные имеются только при давлениях около 1 атм, при этом величина относительного объема не превышает значение 1,25.

Имеется сравнительно много работ, посвященных изучению теплофизических свойств графита и жидкого углерода, однако ни в одной из работ, за исключением [53, 54], не измерялся полный набор величин, позволивших бы однозначно определить термодинамическое состояние образца, при котором проводились измерения тех или иных теплофизических свойств.

Глава 2. Экспериментальная методика

2.1. Введение

Экспериментальная методика, разработанная и применяемая нашей научной группой, является развитием широко известной методики взрывающихся проволочек. Ключевым отличием нашей методики является то, что в качестве образца используется не проволочка, а фольга (или тонкая пленка) исследуемого материала, помещенная между пластинами сапфира или кварцевого стекла. Впервые использовать образцы такого типа предложили В.Н. Коробенко и А.Д. Рахель в работе [61]. В этой работе экспериментально измерялись только ток, напряжение, а также регистрировалось излучение поверхности исследуемой фольги. Давление и плотность в [61] определялись путем численного моделирования с использованием полуэмпирического уравнения состояния. Дальнейшим развитием методики, предложенной в [61], стала работа [62], в которой кроме тока и напряжения также измерялись давление в исследуемом образце и его плотность. Для этого была применена экспериментальная методика, основанная на измерении смещения R-линий люминесценции рубина в зависимости от давления (так называемая рубиновая шкала давления). Работа [62] стала первой, в которой экспериментально измерялись все величины, необходимые для построения калорического уравнения состояния металла в диапазоне давлений 1–6 ГПа, и испытывающего тепловое расширение вплоть до значений плотности примерно в 9 раз ниже нормальной плотности образца в твердом состоянии. Из-за отсутствия других экспериментальных методов, которые бы позволяли проводить исследования в указанной области состояний, кроме метода [62], для этой области отсутствовали какие-либо другие экспериментальные данные. Поэтому для надежной оценки возможной систематической погрешности измерений [62], теми же авторами в работе [63] была предложена альтернативная интерферометрическая методика измерения давления и теплового расширения. Сравнение результатов по измерению теплового расширения вольфрама [62], полученных с помощью этих двух методик, показало хорошее согласие, что подтвердило отсутствие существенной неучтенной систематической погрешности. Также оказалось, что на практике интерферометрическая методика может обеспечить большую точность измерений, а проведение экспериментов оказывается проще и дешевле. По этой причине наша научная группа под руководством к.ф.-м.н. Рахеля А.Д., к которой автор настоящей работы присоединился в 2015 году, в дальнейшем развивала именно интерферометрический метод. Далее достаточно подробно будут изложены основы экспериментальной методики, используемой нами в настоящее время, а также описаны усовершенствования, внесенные в методику с момента выхода работы [63].

2.2. Основы методики взрывающихся фольг

Нашей научной группой был разработан экспериментальный метод, с помощью которого может быть исследована широкая область состояний на фазовой диаграмме веществ, которая недоступна для других экспериментальных методик, и которая на плоскости P – V (P – давление, V – удельный объем) заключена в диапазоне давлений $P = 0,2$ – 10 ГПа и диапазоне значений удельного объема $V = (1-20)V_0$, где V_0 есть удельный объем материала образца при нормальных условиях. Метод основан на нагреве образца, помещенного в плотную диэлектрическую среду, импульсом электрического тока плотностью $\sim 10^7$ А/см² и временем нарастания порядка 1 мкс. Исходный образец для такого эксперимента — это прямоугольный отрезок фольги, пленки или тонкая пластинка из материала с относительно высокой электропроводностью, который может быть нагрет импульсом электрического тока. Таким материалом может быть, например, металл, графит, а также некоторые карбиды и нитриды металлов. Образец имеет длину около 10 мм, ширину 5–10 мм и толщину 10–40 мкм и клеивается между двумя плоскими полированными пластинами оконного материала. Мы используем два вида оконного материала: монокристаллы сапфира и пластины кварцевого стекла. Длина и ширина таких пластин оконного материала (блоков) составляет по 10 мм, а толщина варьируется в пределах 2–10 мм. На Рисунках 2.1 и 2.2 представлена схема такой экспериментальной сборки и ее фотография. Термин «оконный материал» является общепринятым и обозначает оптически прозрачный материал с известными механическими и оптическими свойствами, знание которых необходимо для использования интерферометрических методов диагностики [64].

В процессе протекания по образцу импульса тока в нем выделяется джоулево тепло, за счет чего образец нагревается и испытывает тепловое расширение. В результате нагреваемый образец начинает оказывать давление на пластины оконного материала, между которыми он заключен, что вызывает противодействие со стороны пластин (согласно третьему закону Ньютона) и приводит к возникновению в исследуемом образце динамического давления. Фактически величина этого давления определяется инерцией оконного материала и тем больше, чем больше его акустический импеданс, то есть произведение плотности оконного материала на величину продольной скорости звука. В [62,65] было показано, что при указанных выше геометрических размерах образца, пластин оконного материала, и при мощности джоулева нагрева 0,1–0,5 ГВт можно осуществить однородный нагрев и практически одномерное тепловое расширение образца вплоть до 20 кратного увеличения его толщины. В результате такой нагрев представляет собой

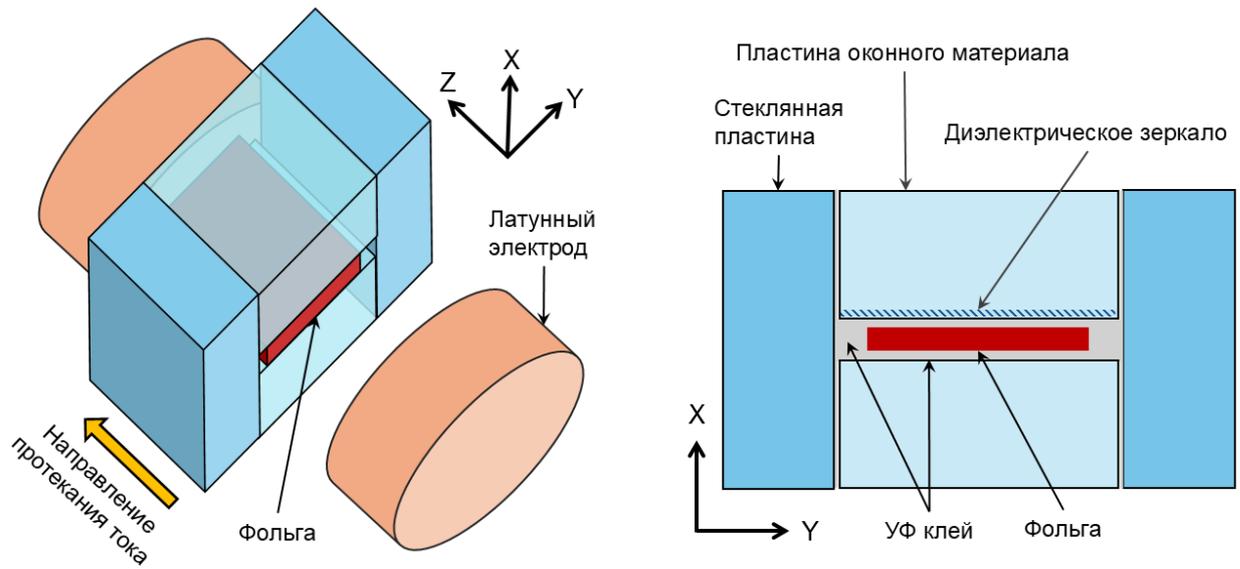


Рисунок 2.1 – Схема экспериментальной сборки, состоящей из двух пластин оконного материала и помещенного между ними образца в форме отрезка фольги. Показаны стеклянные пластины, которые приклеиваются с боков для упрочнения сборки, латунные электроды по которым к образцу подводится ток, а также диэлектрическое зеркало, используемое для измерения теплового расширения образца с помощью интерферометра.

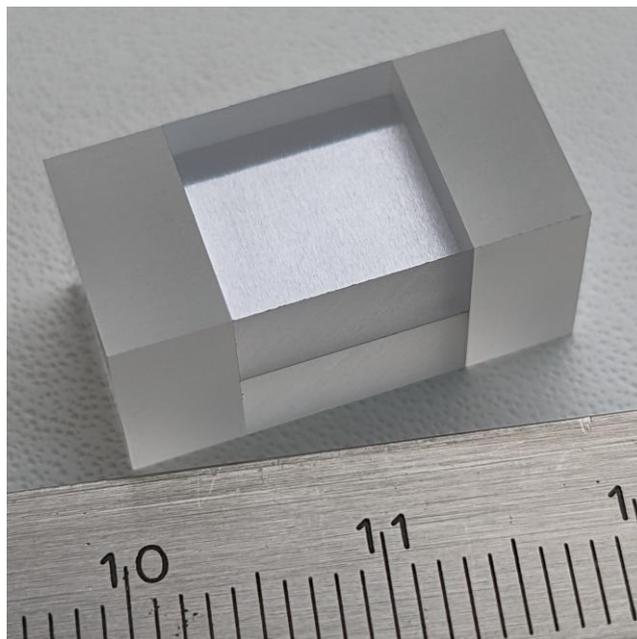


Рисунок 2.2 – Фотография готовой экспериментальной сборки.

квазистатический процесс, при котором образец переходит из нормального состояния в состояние с высокой температурой и давлением. В эксперименте измеряется ток, протекающий через образец, падение напряжения на образце и смещение поверхности образца, вызванное тепловым расширением. Эти измеренные величины позволяют рассчитать удельное джоулево тепло, выделившееся в образце, давление в образце, удельные внутреннюю энергию и энтальпию, коэффициент Грюнайзена, скорость звука, удельное электросопротивление и другие величины.

Рассмотрим важнейшее утверждение о квазистатичности процесса нагрева образца в наших динамических экспериментах подробнее, лежащее в основе рассматриваемой методики. Для того, чтобы в динамическом эксперименте реализовывался квазистатический процесс, необходимо обеспечить однородность каких-либо двух термодинамических величин, однозначно определяющих состояние образца. Возьмем в качестве таких величин температуру и плотность, и оценим однородность их распределения в образце в процессе нагрева. Для того, чтобы температура в процессе нагрева была распределена однородно, необходимо обеспечить режим, при котором тепловыделение будет происходить однородно по объему образца, а теплотери с его поверхности будут пренебрежимо малы. Поясним, каким образом обеспечивается однородность тепловыделения в процессе эксперимента. Так как плотность мощности джоулева нагрева определяется как σE^2 , где σ – электропроводность исследуемого материала, E – напряженность электрического поля в образце, то необходимо в первую очередь обеспечить однородность этого поля по сечению образца. Для этого исходная толщина образца выбирается достаточно малой по сравнению с глубиной скин-слоя для распределения электрического поля, которое формируется при прохождении по нему импульса электрического тока. Оценим глубину скин-слоя δ по формуле [66]:

$$\delta = c / \sqrt{4\pi\mu\sigma\nu}, \quad (2.1)$$

где c – скорость света в вакууме, μ – относительная магнитная проницаемость исследуемого материала, σ – электропроводность исследуемого материала, ν – характерная частота изменения тока. Для примера, в качестве исследуемого материала возьмем свинец при нормальных условиях. Для него $\sigma = 4,3 \cdot 10^{16} \text{ с}^{-1}$, $\mu \approx 1$, а характерная частота для наших экспериментов составляет $\nu = 0,25 \text{ МГц}$. В результате получим $\delta \approx 800 \text{ мкм}$, что более чем на порядок превосходит характерную толщину исследуемых образцов (10–40 мкм). Как будет показано далее, электропроводность свинца в процессе эксперимента уменьшается более чем в 50 раз (что характерно также и для других металлов), а толщина увеличивается не более, чем в 20 раз. Отсюда следует, что на протяжении всего эксперимента толщина скин-слоя также будет превосходить толщину образца более, чем на порядок. Еще один фактор, который может

нарушить однородность образца – пондеромоторные силы (пинч-эффект). Эти силы создают параболический профиль давления с максимумом на плоскости симметрии образца, которая параллельна его основной поверхности. Нетрудно показать, что величина этого вклада в давление незначительна. Эти оценки можно найти в работе [67].

Теплопотери от нагретого образца в окружающую среду обусловлены переносом тепла посредством теплопроводности и посредством теплового излучения. Перенос тепла посредством теплопроводности от нагретого образца в окружающую среду (в пластины оконного материала) происходит лишь в тонкий слой среды вблизи поверхности образца. Толщина этого слоя $\delta \sim \sqrt{\chi t}$, где χ – коэффициент температуропроводности среды, а t – характерное время измерений. В наших экспериментах между образцом и пластиной оконного материала находится слой УФ клея (полиметилметакрилат), для которого $\chi \sim 0,01 \text{ см}^2/\text{с}$ и поэтому получаем оценку, что за время $t \sim 1 \text{ мкс}$ тепло передается в слой клея толщиной $\delta \sim 1 \text{ мкм}$. Поскольку типичная толщина нагретого образца к этому моменту становится порядка 100 мкм, то отсюда следует, что погрешность, связанная с тепловыми потерями теплопроводностью, не превышает 1%. Теплопотери излучением оценим по закону Стефана-Больцмана в предположении, что разница между температурой окружающей среды и температурой образца за время эксперимента линейно растет от 0 до 20 К, а образец излучает как абсолютно черное тело. Тогда теплопотери Q будут равны:

$$Q = aS\alpha^4 t^5 / 5, \quad (2.2)$$

где a – постоянная Стефана-Больцмана, S – площадь поверхности образца, α – коэффициент в линейной зависимости температуры от времени, равный для рассматриваемого случая $2 \cdot 10^{10} \text{ К/с}$, $t = 1 \text{ мкс}$ – характерная длительность эксперимента. В результате получим, что образец за счет излучения теряет порядка 0,4 Дж. Если учесть, что тепловыделение за счет джоулева нагрева в типичном эксперименте составляет порядка 100 Дж, оказывается, что погрешность за счет теплопотерь излучением меньше 1%. Ясно, что теплопотери такого уровня не могут существенно повлиять на распределение температуры по объему образца. К тому же, так как теплопотери происходят из тонкой (по сравнению с толщиной образца) области вблизи его поверхности, распределение температуры в основной массе образца не будет подвержено их влиянию.

Перейдем к оценке неоднородности распределения плотности в образце. Распространение возмущений плотности по среде происходит со скоростью звука. Характерное звуковое время образца определим как время прохода акустического возмущения по толщине образца $\tau_{зв} = 2h/c_s$, где $2h$ – толщина образца, c_s – скорость звука в образце. Так как в конденсированном состоянии скорость звука $c_s \sim 1 \text{ км/с}$, а толщина образцов при этом в наших экспериментах составляет порядка $2h \sim 100 \text{ мкм}$, $\tau_{зв} \sim 0,1 \text{ мкс}$. Так как звуковое время образца заметно меньше характерного

времени нагрева, равного 1 мкс, то естественно ожидать, что эффекты запаздывания звука будут малы и профиль плотности будет однородным.

Ввиду важности этого вопроса рассмотрим задачу о распределении плотности в образце в процессе импульсного нагрева более подробно и получим количественные оценки для этой неоднородности [68, 69]. Предположим, что профиль плотности ρ одномерен, слабо неоднороден и может быть описан следующим выражением:

$$\rho(x, t) = \rho_1(t) + \rho_2(x, t), \quad (2.3)$$

где $|\rho_2| \ll \rho_1$, ось x направлена перпендикулярно к поверхности образца, а начало координат находится в середине образца на плоскости его симметрии. Подставим в уравнение непрерывности

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \frac{\partial \rho v}{\partial x} = 0 \quad (2.4)$$

профиль плотности $\rho(x, t)$. В первом приближении по малой величине ρ_2 получим профиль скорости

$$v = -\frac{d \ln \rho_1}{dt} x. \quad (2.5)$$

Если теперь подставить полученный профиль скорости в закон сохранения импульса

$$\rho \left(\frac{\partial v}{\partial t} + v \frac{\partial v}{\partial x} \right) = -\frac{\partial P}{\partial x} \quad (2.6)$$

и учесть, что $\frac{\partial P}{\partial x} = c_s^2 \frac{\partial \rho}{\partial x}$, получим выражение для добавки ρ_2 :

$$\rho_2(x, t) = \frac{\rho_1}{c_s^2} \left[\frac{d^2 \ln \rho_1}{dt^2} - \left(\frac{d \ln \rho_1}{dt} \right)^2 \right] \frac{x^2}{2}. \quad (2.7)$$

В формуле (2.7) энтропия считается однородной, и градиент давления связан только с градиентом плотности, а скорость звука c_s рассматривается как функция ρ_1 . Из формулы (2.7) следует, что на поверхности образца ($x = h$)

$$\frac{\rho_2(h, t)}{\rho_1(t)} = -\frac{h(t)h''(t)}{2c_s^2}, \quad (2.8)$$

где h'' - вторая производная координаты поверхности образца по времени. В (2.8) учтено, что в рассматриваемом приближении $\rho_1(t)h(t) = const$. Если также учесть, что $h'' \sim h/\tau_{наг}^2$, где $\tau_{наг}$ - характерное время нагрева, которое ~ 1 мкс, из (2.8) получим

$$\frac{\rho_2}{\rho_1} \sim \left(\frac{\tau_{зв}}{\tau_{наг}} \right)^2. \quad (2.9)$$

Подставляя в формулу (2.9) значения характерных времен получим, что $|\rho_2/\rho_1| \sim 10^{-2}$, то есть неоднородность распределения плотности в образце в процессе нагрева будет порядка 1%. Если учесть, что, как будет показано далее, точность наших измерений составляет около 3–5% (см. раздел 2.6 «Погрешности измерений»), то такой неоднородностью можно пренебречь, и считать распределение плотности однородным.

Для сохранения однородности образца необходимо также, чтобы его тепловое расширение происходило однородно по объему, и форма образца не искажалась. Поскольку в наших экспериментах образец имеет толщину на 2–3 порядка меньше, чем его ширина и длина, а граничные условия на концах образца качественно не отличаются от таковых на его основной поверхности (контактная граница с веществом, акустический импеданс которого не сильно отличается от такового для оконного материала), а измерения выполняются в течение короткого времени ($t \sim 1$ мкс), то образец испытывает тепловое расширение в основном вдоль нормали к основной поверхности, а концевые эффекты, которые порядка отношения его толщины к длине, пренебрежимо малы. В этом случае время прохождения звукового возмущения от одного конца образца к другому превышает время эксперимента, а время распространения возмущения по толщине образца гораздо меньше, чем характерное время изменения мощности нагрева и поэтому тепловое расширение образца является достаточно однородным по объему и одномерным. В самом деле, так как типичные значения скорости звука для конденсированного состояния пониженной плотности составляют ~ 1 км/с, поэтому акустическое время по длине и ширине образца (шириной и длиной по 10 мм), определенное по аналогии с $\tau_{зв}$, равно 10 мкс. На временах порядка этого времени тепловое расширение образца становится неоднородным и трехмерным. При этом деформация пластин оконного материала перестает быть одномерной уже на меньших временах. Акустическое время для сапфировой пластины τ_{can} (время распространения акустического возмущения по толщине пластины), для пластины толщиной 5 мм составляет около 450 нс. На временах более $2\tau_{can}$ на результаты интерферометрических измерений (про которые будет подробно сказано далее) начинают сказываться эффекты, связанные с отражением упругих волн от краев пластин. Именно это условие ограничивает длительность проведения измерений в экспериментах. Более детальное исследование однородности нагрева образцов в наших экспериментах проводилось на основании численного моделирования процесса нагрева

образца в рамках одномерной магнитогидродинамической модели [69]. В этой модели предполагалось, что образец остается однородным по длине и ширине, а неоднородности возникают только по сечению образца. Результаты этого исследования показали, что возникающие неоднородности плотности и давления в образце не превышают нескольких процентов даже для самых быстрых экспериментов и самых тонких пластин оконного материала, использовавшихся в наших экспериментах.

Из приведенных выше оценок видно, что неоднородность распределения температуры и плотности в образце исследуемого вещества, в процессе нагрева не превышает 1%, что в несколько раз меньше характерных значений экспериментальной погрешности (раздел 2.5. «Погрешности измерений»). Отсюда следует, что, учитывая погрешность измерений, в наших экспериментах реализуются квазистатические процессы нагрева, в которых образец переходит из нормального состояния, в состояния с высокими давлением и температурой, и плотностью в несколько раз ниже нормальной.

Рассмотрим подробнее, какие величины непосредственно измеряются экспериментально, а какие величины могут быть рассчитаны на основе этих измерений. В каждом эксперименте регистрируются временные зависимости тока, протекающего через образец $I(t)$, падения напряжения на образце $U(t)$ и смещения поверхности образца $X(t)$. Кроме того, перед экспериментом измеряется масса образца m , а также его размеры (длина l , ширина w и толщина h_0), а, следовательно, оказывается известен и начальный удельный объем V_0 . При этом длина и ширина образца по причинам, указанным выше, за время проведения измерений практически не изменяются, и в расчетах считаются постоянными. Постоянной также остается и масса образца.

Измеренные величины позволяют рассчитать удельное джоулево тепло $q(t)$, рассеянное в образце:

$$q(t) = \frac{1}{m} \int_0^t I(t)U_R(t)dt, \quad (2.10)$$

$$U_R(t) = U(t) - L_S \frac{dI(t)}{dt}, \quad (2.11)$$

где $U_R(t)$ – активное падение напряжение на образце, а L_S – индуктивность контура, образованного образцом и делителем напряжения, с помощью которого измеряется падение напряжения $U(t)$. Также, непосредственно из измеренной зависимости $X(t)$ определяются толщина образца $h(t)$, объем образца $V(t)$ и его плотность $\rho(t)$:

$$h(t) = h_0 + 2X(t), \quad (2.12)$$

$$V(t) = V_0 + \frac{lwh(t)}{m}, \quad (2.13)$$

$$\rho(t) = \rho_0 \frac{V(t)}{V_0}, \quad (2.14)$$

где ρ_0 – плотность материала образца при нормальных условиях. В формуле (2.12) множитель 2 отражает тот факт, что образец расширяется симметрично относительно плоскости, проходящей через его центр масс и параллельной пластинам оконного материала, а зависимость $X(t)$ относится к смещению только одной поверхности образца.

Давление в образце $P(t)$ определяется по измеренной зависимости $X(t)$ и уравнению состояния материала пластин. Более подробно этот вопрос будет освещен далее в настоящей главе.

Указанные выше величины позволяют определить удельную работу $A(t)$, которую совершает образец против сил внешнего давления:

$$A(t) = \int_0^t P(t) dV. \quad (2.15)$$

Далее можно определить удельную внутреннюю энергию $E(t)$ и удельную энтальпию $H(t)$ образца:

$$E(t) = q(t) - A(t), \quad (2.16)$$

$$H(t) = E(t) + P(t)V(t). \quad (2.17)$$

Также полученный набор данных позволяет определить сопротивление образца $R(t)$ и удельное сопротивление исследуемого материала $\sigma^I(t)$:

$$R(t) = U_R(t)/I(t), \quad (2.18)$$

$$\sigma^{-1}(t) = R(t) \frac{wh(t)}{l}. \quad (2.19)$$

Если в полученном по формулам (2.10) – (2.19) наборе данных исключить время как параметр, то в результате могут быть получены зависимости удельной внутренней энергии, энтальпии и удельного сопротивления от давления и удельного объема $E(P, V)$, $H(P, V)$, $\sigma^{-1}(P, V)$ вдоль определенной линии на плоскости P – V . Эта линия представляет собой процесс квазистатического нагрева образца в отдельно взятом эксперименте. Меняя параметры эксперимента, а именно толщину или ширину образца, материал и толщину пластин, между которыми заключен образец, напряжение, до которого заражается батарея конденсаторов, можно менять процесс нагрева образца (а именно менять скорость нагрева образца, и, как следствие давление, плотность и другие величины). Проведя достаточно большое количество экспериментов с отличающимися начальными параметрами можно получить семейство зависимостей $E(P, V)$, $H(P, V)$, $\sigma^{-1}(P, V)$ для исследуемого вещества в некоторой области состояний на плоскости P – V . В случае, когда эксперименты достаточно плотно покрывают интересующую нас область на плоскости P – V , появляется возможность определять для этой области зависимости термодинамических и теплофизических величин на изохорах, изобарах и изэнтропах, и определять их частные производные. Таким образом, могут быть определены, например, скорость звука, коэффициент Грюнайзена и коэффициент теплового расширения. Так, энтальпийный коэффициент теплового расширения:

$$\beta = - \left(\frac{\partial \ln \rho}{\partial H} \right)_P, \quad (2.20)$$

где ρ - плотность, может быть определен на основании такого семейства зависимостей. Для определения коэффициента теплового расширения

$$\alpha = - \left(\frac{\partial \ln \rho}{\partial T} \right)_P \quad (2.21)$$

в экспериментах, в которых не измеряется температура, могут быть использованы литературные данные для изобарной теплоемкости C_P и соотношение $\alpha = C_P \beta$. В экспериментах, в которых нами измерялась температура (например, в работе по графиту [53]), коэффициент теплового расширения α определяется непосредственно из наших экспериментальных данных.

Коэффициент Грюнайзена, определяемый как производная

$$\Gamma = \left(\frac{\partial PV}{\partial E} \right)_V, \quad (2.22)$$

также может быть получен на основе семейства измеряемых нами зависимостей. Для этого используется следующая процедура. На некоторой изохоре V берутся значения PV и E для всех

экспериментов семейства, в которых было достигнуто значение удельного объема V . После этого полученная зависимость $PV(E)$ линейно аппроксимируется методом наименьших квадратов, что и дает производную в правой части (2.22). При этом предварительно нужно установить, что именно линейная зависимость является наиболее точной. Если это не так, то используется аппроксимация в виде полинома.

Скорость звука связана с величинами β и Γ следующим соотношением:

$$c_s = \left(\frac{\Gamma}{\beta}\right)^{1/2}. \quad (2.23)$$

В литературе имеется достаточно большое количество данных для термодинамических и теплофизических свойств металлов на изобаре 1 атм. Для сравнения этих данных с нашими (полученными при гораздо больших давлениях) мы используем следующий метод построения изобар. Как известно, твердым телам и жидкостям свойственна относительно малая сжимаемость. Имея в виду эту особенность, функциональную зависимость плотности от давления и энтальпии $\rho(H, P)$ можно разложить в ряд по отклонению давления от заданной величины P_0 и ограничиться линейным членом. Таким образом, получим следующее выражение:

$$\rho(H, P_0) = \rho(H, P) - \left(\frac{\partial \rho}{\partial P}\right)_H (P - P_0). \quad (2.24)$$

Производная, стоящая в правой части (2.24), может быть получена из результатов измерений плотности, энтальпии и давления для семейства экспериментальных зависимостей, в которых эксперименты проводились с различным уровнем давления. Определив величину производной, зависимость плотности от энтальпии на изобаре P_0 строится с использованием экспериментальных зависимостей $\rho(H, P)$.

Смещение поверхности образца $X(t)$ и давление $P(t)$ измеряются с помощью лазерного интерферометра, построенного в нашей лаборатории В. Н. Коробенко. Конструкция интерферометра подробно описана в разделе 2.4. «Экспериментальная установка». Здесь же рассмотрим каким образом с помощью этого интерферометра проводятся измерения. Интерферометр построен по схеме Майкельсона. Имеются два луча, полученные от одного лазерного источника с длиной волны $\lambda = 1550$ нм. Один луч, называемый объектным, отражается от исследуемого объекта, в нашем случае от зеркала, находящегося через клей в контакте с поверхностью расширяющегося образца, а второй луч, называемый опорным, отражается от неподвижного зеркала. При движении поверхности образца разность фаз между этими лучами меняется, вследствие чего можно наблюдать их интерференцию. Интерференция этих двух лучей

регистрируется с помощью быстродействующего фотоприемника, и выражается в периодическом изменении (близком к синусоидальному) интенсивности падающего на фотоприемник излучения. На Рисунке 2.3 представлена характерная экспериментальная интерферограмма, на которой показана временная зависимость сигнала фотоприемника.

Поскольку показатель преломления сапфира в интересующем нас диапазоне давлений ($P < 9$ ГПа) с достаточной точностью может быть представлен как линейная функция плотности сапфира, положение максимумов и минимумов на временной зависимости сигнала фотоприемника может быть связано со смещением поверхности образца. Покажем, каким образом это может быть сделано. Пусть τ – это время, за которое сигнал фотоприемника совершает полное колебание, т. е. это время, за которое разность фаз между интерферирующими лучами изменится на 2π . Так как длина оптического пути для опорного луча не меняется, то изменение фазы вызвано изменением оптического пути объектного луча. Рассмотрим случай, когда свободная поверхность сапфировой пластины покоится. Тогда разность фаз между интерферирующими лучами будет равна

$$\Delta\varphi(t) = \frac{2\omega}{c} \int_{X(t)}^b n dx, \quad (2.25)$$

где ω – круговая частота лазерного излучения, $X(t)$ и b – координаты поверхности образца и свободной поверхности сапфира соответственно, n – показатель преломления сапфира. Ось, вдоль которой отсчитываются координаты поверхностей, перпендикулярна плоскости образца. Существенно то, что показатель преломления сапфира является линейной функцией плотности

$$n(\rho) = n_0 + k\rho, \quad (2.26)$$

где $n_0 = 1,7285$, $k = 0,0044$ для длины волны $\lambda = 1,55$ мкм [64]. Подставив (2.26) в (2.25), получим

$$\Delta\varphi(t) = \frac{2\omega}{c} \left[n_0(b - X(t)) + k \int_{X(t)}^b \rho dx \right]. \quad (2.27)$$

Интеграл в (2.27) представляет собой массу пластины на единицу площади, и является постоянной величиной. Отсюда следует, что изменение разности фаз за время τ равно

$$\Delta\varphi(t + \tau) - \Delta\varphi(t) = -\frac{2\omega n_0}{c} [X(t + \tau) - X(t)]. \quad (2.28)$$

Как было отмечено выше это изменение разности фаз равно 2π . Тогда с учетом того, что $\omega = 2\pi c/\lambda$, получим связь смещения поверхности образца с положениями экстремумов на интерферограмме (с точностью до знака)

$$X(t + \tau) - X(t) = \lambda/2n_0, \quad (2.29)$$

где моменты времени $t + \tau$ и t соответствуют двум последовательным экстремумам одного типа (минимумы или максимумы).

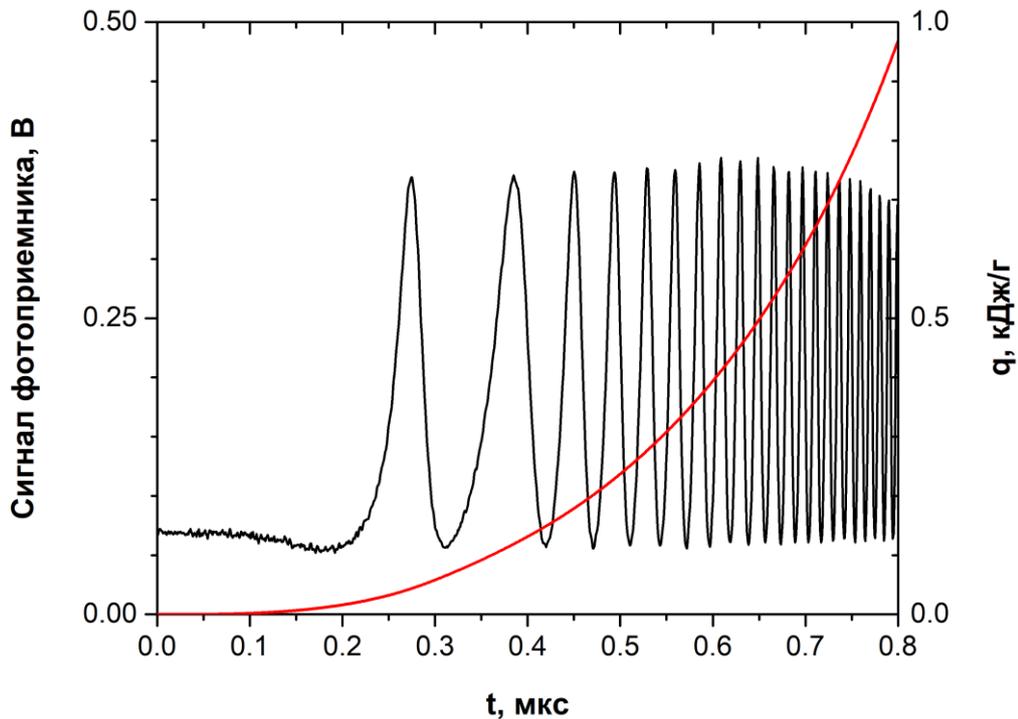


Рисунок 2.3 – Интерферограмма и временная зависимость удельного джоулева тепла для одного из экспериментов со СВЭС. Черная линия – временная зависимость сигнала фотоприемника, регистрирующего интерференцию (интерферограмма), красная линия – удельное джоулево тепло, рассчитанное по формуле (2.10).

Зависимость смещения поверхности образца от времени $X(t)$ будет определяться следующим образом:

$$X(t_i) = \frac{\lambda}{2n_0} N(t_i), \quad (2.30)$$

где $N(t_i)$ – число экстремумов на интерферограмме к моменту времени t_i , а t_i – моменты времени, соответствующие экстремумам на интерферограмме. В эксперименте количество регистрируемых экстремумов составляет несколько сотен, что позволяет с хорошей точностью численно аппроксимировать эту зависимость плавной функцией, и найти скорость движения поверхности образца $X'(t)$ как производную смещения по времени.

Для того, чтобы определить давление, с которым образец действует на поверхность сапфира, необходимо решить задачу о давлении среды на поршень, движущийся в ней по заданному закону $X(t)$. Как было отмечено выше, переносом тепла из образца в сапфир можно пренебречь, а значит сжатие сапфира будет происходить изэнтропически. Кроме того, решением уравнений движения будет простая волна, так как движение начинается из состояния покоя [69]. В [63] показано, что уравнение состояния сапфира может быть представлено в форме

$$P = \frac{\rho_0 c_0^2}{\gamma} \left[\left(\frac{\rho}{\rho_0} \right)^\gamma - 1 \right], \quad (2.31)$$

где ρ_0 и c_0 – нормальная плотность (3,985 г/см³) и продольная скорость звука (11,19 км/с) в сапфире соответственно, γ – «показатель адиабаты», равный 3 [63]. Выражение (2.31) имеет вид уравнения состояния политропного газа, для которого решение в виде простой волны может быть получено аналитически.

Для решения задачи ось системы координат x направим перпендикулярно к поверхности образца. Так как экспериментальная сборка симметрична относительно плоскости, проходящей через центр масс образца, и ориентированной параллельно плоскости фольги, будем рассматривать только волну, распространяющуюся в одном (положительном) направлении оси x . Инвариант Римана J_- остается постоянным вдоль характеристик C_- . Для течения внутри волны сжатия имеем:

$$J_- = v - \frac{2c_s}{\gamma - 1}, \quad (2.32)$$

где v – скорость частиц среды, c_s – продольная скорость звука в односторонне сжатом сапфире. Скорость звука c_s может быть получена из уравнения (2.31):

$$c_s = c_0 \left(\frac{\rho}{\rho_0} \right)^{(\gamma-1)/2}. \quad (2.33)$$

Для области покоя:

$$J_- = -\frac{2c_0}{\gamma - 1}. \quad (2.34)$$

Тогда, подставляя (2.34) в левую часть (2.32), и выразив плотность через давление в (2.31) получим зависимость скорости от давления в простой волне [62]:

$$v = \frac{2c_0}{\gamma - 1} \left[\left(\frac{\gamma P}{\rho_0 c_0^2} + 1 \right)^{(\gamma-1)/2\gamma} - 1 \right]. \quad (2.35)$$

Из (2.35) можно выразить давление как функцию скорости, и, если учесть, что на поверхности образца $v(h,t) = X'(t)$, получим искомое выражение для давления на поверхности образца:

$$P(h,t) = \frac{\rho_0 c_0^2}{\gamma} \left[\left(\frac{\gamma - 1}{2c_0} X'(t) + 1 \right)^{2\gamma/(\gamma-1)} - 1 \right]. \quad (2.36)$$

2.3. Образцы

Для реализации описанной выше экспериментальной методики необходимы качественные образцы. В нашей лаборатории разработана технология изготовления и контроля качества образцов, которая позволила получить весьма хорошую воспроизводимость результатов проводимых экспериментов и получаемых на их основе данных по термодинамическим и теплофизическим свойствам исследуемых веществ.

Ключевым элементом образца является фольга исследуемого материала. Фольга, используемая для этой цели, должна быть однородна по толщине, в ней не должно быть полостей, вмятин и следов сгибания (складок). Наличие этих дефектов может приводить к развитию неоднородностей в процессе нагрева, и поэтому не допускается. Перед изготовлением образца фольга тщательно изучается на наличие указанных дефектов. Обращение с ней происходит специальным образом, чтобы не допустить появления дефектов в процессе изготовления образца. Фольги из мягких металлов, таких как свинец, олово, свинцово-висмутовая эвтектика и др., изготавливаются непосредственно в лаборатории. Для этого используются ручные ювелирные вальцы ЮМО-В9. Наименьшая толщина изготавливаемых фольг составляет порядка 10 мкм (в

отдельных экспериментах были использованы фольги толщиной 9 мкм). Фольги других металлов приобретаются у сторонних производителей.

Другим важным элементом являются пластины оконного материала, между которыми клеивается исследуемая фольга. Как было указано выше в качестве оконного материала используется кварцевое стекло марки КУ-1 или монокристаллический сапфир. Эти пластины изготавливаются на специализированных оптических производствах и приобретаются у производителя. Поверхности пластин, параллельные плоскости фольги, отполированы до оптического качества, а отклонение этих плоскостей от параллельности не превышает 3 мкм на базе 10 мм для сапфировых пластин, и 1 мкм на 10 мм для пластин из кварцевого стекла.

Фольга клеивается между двумя такими пластинами с помощью клея ультрафиолетового отверждения Bohle Verifix B665-0. Фотография готовой экспериментальной сборки представлена на Рисунке 2.2. Перед склейкой экспериментальной сборки толщины пластин измеряются с помощью цифрового микрометра с точностью не хуже 1 мкм. Для точного определения толщины фольги производится взвешивание отрезка фольги правильной геометрии (прямоугольника или диска) и измерение его линейных размеров. Далее по известной плотности исследуемого материала рассчитывается толщина фольги. Взвешивание производится на аналитических весах A&D GR-202, а линейные размеры отрезка фольги (длина стороны прямоугольника или диаметр диска) измеряются с помощью компаратора длин ИЗА-2. Такой способ позволяет измерять толщину фольги с точностью не хуже 1%, т. е. погрешность составляет ~ 0.1 мкм. Толщина экспериментальной сборки после склейки также измеряется с помощью цифрового микрометра, и проверяется ее плоскопараллельность. В случае, если толщина склеенной экспериментальной сборки отличается от суммы толщин составляющих ее элементов (двух пластин и фольги) более, чем на 2 мкм, либо если её плоскопараллельность оказывается хуже плоскопараллельности составляющих ее элементов, такая сборка бракуется. Таким образом, толщина клеевого слоя между образцом и пластинами, как правило, не превышает 1 мкм (Рисунок 2.1). Также контролируется отсутствие полостей и посторонних частиц (пыли) между элементами сборки. Далее к экспериментальной сборке с двух сторон приклеиваются пластины из технического (оконного) стекла толщиной 2 мм, либо в некоторых случаях пластины оконного материала толщиной 5 мм (Рисунки 2.1 и 2.2). Это делается, прежде всего, для упрочнения сборки при манипуляциях с ней. Во время эксперимента концы образца прижимаются к двум плоским латунным электродам.

Для обеспечения надежного электрического контакта между образцом и латунными электродами предпринимаются следующие меры. После склейки торцы экспериментальной сборки, контактирующие с электродами, шлифуются на алмазных брусках до такого состояния,

когда боковые поверхности двух пластин и образец (его поперечное сечение), начинают представлять собой единую плоскость. Затем на шлифованные торцы и на поверхности латунных электродов, контактирующие с образцом (Рисунок 2.1), наносится индий-галлиевая эвтектика, обладающая высокой проводимостью, после чего эти элементы соединяются путем нанесения цианакрилатного клея по линии контакта сборки и электродов.

Диэлектрическое зеркало, показанное на Рисунке 2.1, необходимо для измерения теплового расширения образца с помощью интерферометра. Дело в том, что фольга после проката обладает некоторой шероховатостью и луч лазера, используемого в интерферометре, рассеивается на ней. Кроме того, эта шероховатость может изменяться в процессе нагрева. Также в процессе нагрева меняется коэффициент отражения фольги. Тем не менее использование луча, отраженного непосредственно от фольги, может использоваться для проведения интерферометрических измерений [63], но в таком случае качество получаемых интерферограмм и их воспроизводимость оказываются низкими, а время записи ограниченным. Для решения этой проблемы было решено наносить на поверхность пластины, контактирующей с фольгой, диэлектрическое зеркало. Коэффициент отражения у такого зеркала может быть очень высок. В наших экспериментах используются зеркала с коэффициентом отражения более 99% на длине волны используемого в интерферометре лазера. Зависимость коэффициента отражения зеркала от длины волны показана на Рисунке 2.4. При этом коэффициент отражения такого зеркала практически не меняется за время проведения эксперимента. Зеркала наносятся на готовые пластины оконного материала на специализированном производстве. В результате использование диэлектрических зеркал позволило получать качественные интерферограммы, в которых форма колебаний близка к синусоидальной, а длительность наблюдения интерференции для отдельных экспериментов может составлять десятки микросекунд.

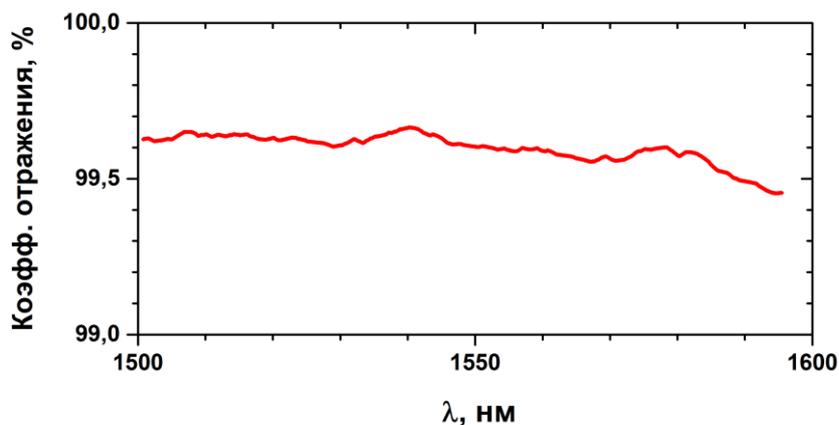


Рисунок 2.4 – Коэффициент отражения диэлектрического зеркала, нанесенного на пластину сапфира в зависимости от длины волны λ . Коэффициент отражения на длине волны используемого в интерферометре лазера (1550 нм) равен 99,6%.

2.4. Экспериментальная установка «У-2»

Для реализации методики, описанной в предыдущем разделе, автором была сконструирована и построена экспериментальная электроимпульсная установка «У-2». Эта установка использовалась для получения большей части экспериментальных результатов, представленных в настоящей работе. Установка была создана в 2015 году, и в процессе эксплуатации многократно модернизировалась. Далее дается её подробное описание по состоянию на момент написания настоящей работы.

Установка «У-2» предназначена для генерации импульса тока через исследуемый образец, и измерения в процессе нагрева образца величин, на основе которых определяются термодинамические и теплофизические свойства исследуемого материала. Схема установки представлена на Рисунке 2.5, а фотография установки на Рисунке 2.6. Принцип ее работы заключается в следующем. После изготовления образца он монтируется в установку и производятся все необходимые настройки. Затем на нее подается напряжение, и конденсатор C заряжается до высокого напряжения. В установке используется импульсный высоковольтный конденсатор КПИМ-35-10 производства ООО "Русская Технологическая Группа 2", г. Москва. Основные технические характеристики этого конденсатора представлены в Таблице 1.1. Напряжение заряда варьируется в пределах 6–30 кВ в зависимости от эксперимента. Как только конденсатор оказывается заряжен до заданного напряжения, через исследуемый образец, подключенный последовательно к конденсатору, формируется импульс тока путем разряда конденсатора через образец. Разряд осуществляется с помощью тиратрона T , который замыкает разрядную цепь. Используется тиратрон ТДИ4-100к/45П производства ООО «Импульсные технологии», г. Рязань. Технические характеристики тиратрона представлены в Таблице 1.1. Электрические характеристики разрядной цепи подобраны таким образом, что реализуется апериодический режим разряда (разрядная цепь на Рисунке 2.5 обозначена толстыми линиями). Такой режим необходим, поскольку используемые конденсатор и высоковольтное зарядное устройство чувствительны к переплюсовке. Балластное сопротивление R представляет собой три одинаковых самодельных малоиндуктивных резистора из нихромовой ленты сопротивлением по 1,2 Ом каждый. Эти резисторы подключены параллельно, что дает суммарное сопротивление 0,4 Ом. Все элементы разрядной цепи соединены между собой специально изготовленной малоиндуктивной ошиновкой и высоковольтными коаксиальными кабелями. Индуктивность L представляет собой некоторое эффективное значение для всей цепи, и равна приблизительно 140 нГн. Это значение индуктивности получено путем подгонки формы импульса тока, формируемого в модельной цепи с сосредоточенными параметрами (в которой R

Таблица 1.1 – Основные технические характеристики основного оборудования, использованного для создания экспериментальной установки «У-2»

Конденсатор КПИМ-35-10		Тиратрон ТДИ4-100к/45П	
Емкость, мкф	10	Напряжение на аноде прямое, кВ	5 – 35
Масса, кг	34	Напряжение на аноде обратное, кВ	35
Напряжение, кВ	≤ 35	Амплитуда тока анода, кА	50
Индуктивность, нГн	12	Крутизна фронта тока анода, А/с	$5 \cdot 10^{12}$
Габариты, мм	450x150x326	Длительность импульса тока анода, мкс	0,1 – 100
$\text{tg } \delta$	$\leq 0,013$		
Удельная энергия, Дж/г	0,1	Коммутируемая за импульс энергия, кДж	20
Частота, Гц	$\leq 0,1$		

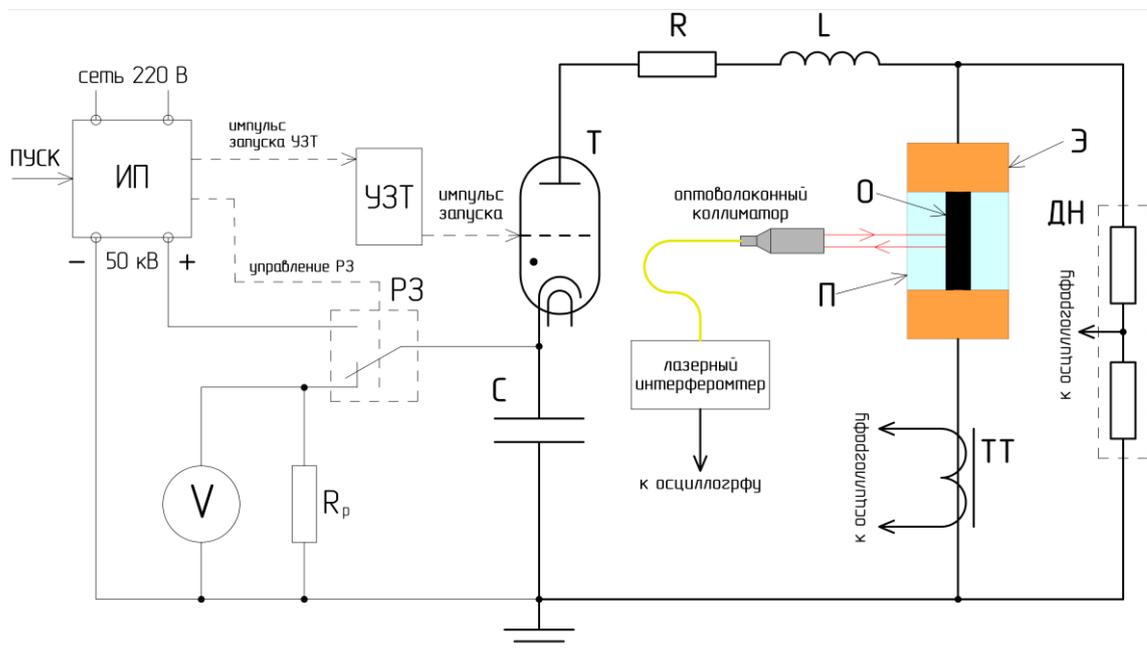


Рисунок 2.5 – Принципиальная схема электроимпульсной установки «У-2». *T* – тиратрон, *R* – балластное сопротивление, *L* – индуктивность разрядной цепи, *O* – образец, *Э* – латунные электроды, *П* – пластины оконного материала, *ТТ* – трансформатор тока, *ДН* – делитель напряжения, *ИП* – высоковольтный источник питания, *УЗТ* – блок управления тиратроном, *РЗ* – реле заряда, *V* – высоковольтный вольтметр, *R_p* – резистор разряда.

и C заданы, и равны таковым в установке), к импульсу тока, получаемого на реальной установке (с тем же начальным напряжением и при условии, что вместо образца установлен закорачивающий проводник сопоставимых с образцом размеров). Таким образом условие апериодичности $R > 2(L/C)^{1/2}$ выполняется почти с двухкратным запасом. Временная зависимость тока $I(t)$, протекающего по образцу, регистрируется с помощью трансформатора тока $ТТ$, падение напряжения на образце $U(t)$ регистрируется с помощью резистивного делителя напряжения $ДН$. Сигналы с трансформатора тока и делителя напряжения, а также с фотоприемника, регистрирующего сигнал интерферометра $X(t)$, записываются на цифровые осциллографы.

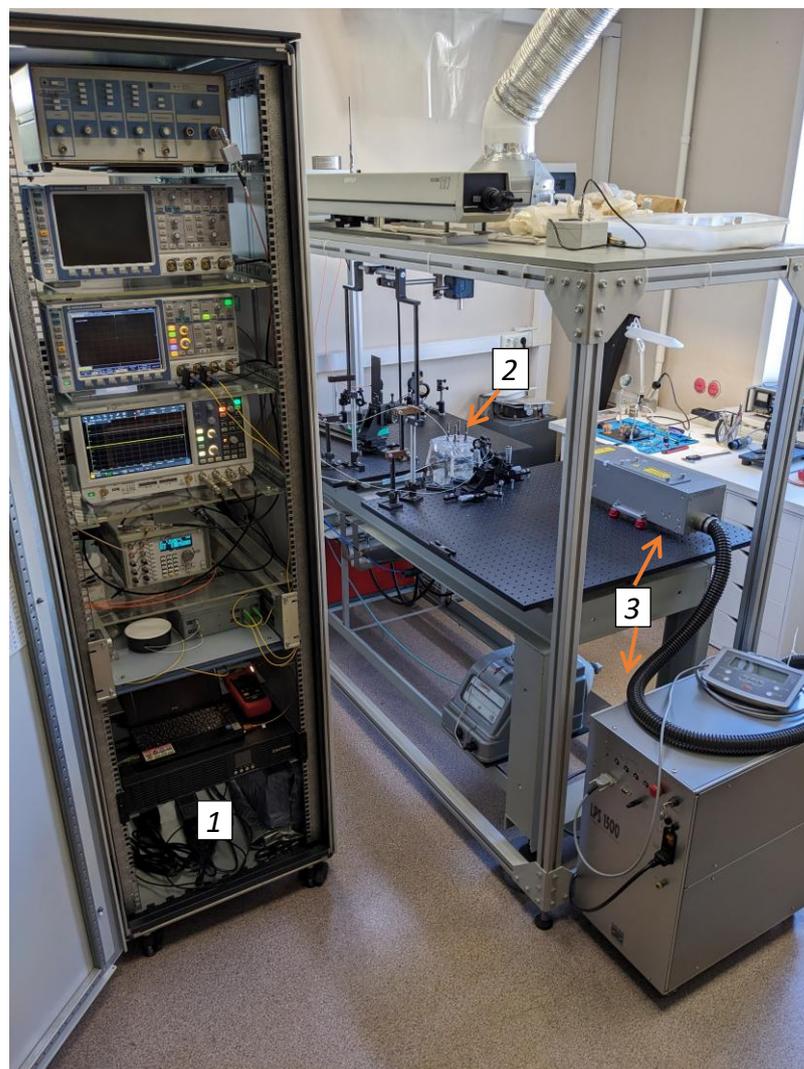


Рисунок 2.6 – Общий вид электроимпульсной установки «У-2». 1 – экранированный приборный шкаф с измерительным оборудованием, 2 – место монтажа образца, 3 – импульсный лазер Solar LS LQ215.

Установка сконструирована таким образом, что после подачи оператором сигнала запуска, все процессы в установке, необходимые для проведения эксперимента (подача высокого напряжения, заряд конденсатора до нужного напряжения, запуск тиратрона и дополнительного экспериментального оборудования, запись данных, снятие остаточного напряжения на конденсаторе, если такое имеется) проходит в автоматическом режиме по специально разработанному алгоритму. Сделано это по двум причинам: во-первых, в некоторых экспериментах необходимо обеспечить синхронизацию импульса тока с различным экспериментальным оборудованием (например, мощным импульсным лазером) с точностью в единицы наносекунд, что невозможно сделать в ручном режиме, а во-вторых, так как в установке используется высокое напряжение в десятки киловольт, представляющее серьезную угрозу для здоровья, автоматизация эксперимента позволяет оператору находиться на безопасном расстоянии во время его проведения.

Установка работает следующим образом. От оператора на источник питания ИП по оптоволокну поступает оптический импульс запуска (на Рисунке 2.5 обозначен как ПУСК). Используется источник питания 701С-500-220-10-p-s производства ООО «Оптосистемы», г. Троицк, с максимальным выходным напряжением 50 кВ и средней скоростью заряда 1000 Дж/с. В этом источнике питания по нашему заказу реализован специальный алгоритм заряда конденсатора, предусмотрена возможность управления внешними устройствами и запуск по оптическому импульсу. Получив импульс запуска ИП, подает напряжение на обмотку высоковольтного реле заряда РЗ (производства фирмы Gigavac, модель G71C741). Подачей напряжения на РЗ источник питания ИП переключает конденсатор C с вольтметра V и резистора разряда R_p на высоковольтный выход ИП. После этого через 40 мс на высоковольтном выходе ИП появляется высокое напряжение и начинается заряд конденсатора. Напряжение, до которого ИП должен зарядить конденсатор, задается на ИП перед экспериментом. В процессе заряда ИП непрерывно контролирует напряжение на конденсаторе, и по достижении заданного уровня выдает оптический импульс. Этот импульс подается на блок управления тиратроном УЗТ (модель РВ-3DV, ООО «Импульсные технологии»). УЗТ формирует высоковольтный импульс, который подается на сетку тиратрона T и запускает его. Тиратрон закорачивает разрядную цепь, что приводит к формированию импульса тока через образец O . Подача напряжения с ИП на реле РЗ прекращается через 200 мс после выхода оптического импульса, запускающего тиратрон, и реле возвращается в нормальное состояние. В нормальном состоянии РЗ соединяет конденсатор C с вольтметром V (электростатический киловольтметр С196) и резистором разряда R_p (20 резисторов ТВО-10 номиналом 750 кОм скомпонованные в пять последовательных групп, в каждой из которых по 4 последовательно подключенных резистора). Вольтметр V нужен для контроля напряжения на конденсаторе, а резистор R_p для стекания поляризационного заряда,

появляющегося в конденсаторе после проведения эксперимента. Кроме того, в случае, если произойдет нештатная ситуация и не произойдет импульсный разряд конденсатора (не сработает тиратрон), этот резистор позволит заряду безопасно стечь (постоянная времени разряда порядка 10 с). Кроме того, ИП имеет ограничение в 10 с по времени заряда, так что, если за это время заданное напряжение на конденсаторе не будет достигнуто, ИП прекратит подачу высокого напряжения и вернет РЗ в нормальное состояние.

Импульсный ток $I(t)$, протекающий через образец, измеряется с помощью трансформатора импульсного тока (TT на Рисунке 2.5) фирмы Stangenes Inc., модель СТЗ–0.01/R. Его основные технические характеристики представлены в Таблице 1.2. Выходной сигнал трансформатора ослабляется до уровня, пригодного для записи осциллографом, с помощью аттенюатора с коэффициентом ослабления 10:1 (модель А10, Pearson electronics). Запись сигнала происходит на четырехканальный цифровой осциллограф Rohde&Schwarz RTB2000 с полосой пропускания 300 МГц и разрядностью АЦП 10 бит. При этом на входе осциллографа установлена коаксиальная нагрузка 50 Ом (модель Т4119, Thorlabs), а входное сопротивление осциллографа составляет 1 МОм. Запуск записи происходит по нарастающему фронту тока.

Таблица 1.2 – Технические характеристики трансформатора тока СТЗ–0.01/R

Коэффициент трансформации (на высокоомную нагрузку), В/А	0,01±0.5%
Выходное сопротивление, Ом	50
Внутренний диаметр, дюймы	2,87
Максимальный ток (пиковый), кА	50
Максимальный ток (среднеквадратичный), А	100
Время нарастания выходного сигнала, нс	20
Время спада прямоугольного импульса, %/мкс	0,02
Максимальное значение интеграла тока, А·с	1

Падение напряжения $U(t)$ на образце измеряется с помощью резистивного делителя напряжения ($ДН$ на Рисунке 2.5), созданного в нашей лаборатории автором настоящей работы специально для использования на установке «У-2». Высоковольтное плечо делителя представляет собой два последовательно соединенных резистора ТВО-1 номиналом 1,5 кОм каждый, а

низковольтное плечо состоит из аттенюатора Д2-32 и коаксиальной нагрузки 50 Ом (установленной на входе осциллографа), соединенных последовательно. В экспериментах сигнал с делителя напряжения регистрировался тем же осциллографом, которым регистрировался сигнал с трансформатора тока. Коэффициент деления на постоянном токе определялся путем подачи на вход делителя стабилизированного напряжения с источника питания ТЕС 23, и измерения входного и выходного напряжений с помощью 6,5 разрядного мультиметра Keithley DMM6500. В результате проведения 14 измерений с отличающимися значениями входного напряжения (в интервале 1–20 В) были получены значения коэффициента деления и его стандартной неопределенности: $k_u = 613,1 \pm 0,2$. АЧХ делителя была измерена в диапазоне частот 1 кГц – 25 МГц с помощью встроенного в осциллограф Rohde&Schwarz RTB2004 генератора и осциллографа Rohde&Schwarz RTM2104 с полосой пропускания 1 ГГц. Эти измерения показали, что частота среза для этого делителя по уровню -3 дБ значительно превышает 25 МГц. Также был измерен отклик делителя на прямоугольный импульс (путем подачи на вход делителя сигнала с генератора испытательных импульсов И1-14 со временем нарастания менее 1 нс), и определено время нарастания сигнала на выходе делителя. Для проведения этих измерений использовался осциллограф Rohde&Schwarz RTM2104. Измеренное время нарастания делителя (по уровню 10–90%) и его стандартное отклонение оказались равны $5,9 \pm 0,2$ нс.

Как было указано выше (формула (2.11)) измеренное делителем падение напряжения представляет собой сумму активного и индуктивного падений напряжения, при этом для расчета теплофизических свойств необходимо знать активную часть, обусловленную сопротивлением исследуемого материала. Активное падение напряжения определяется как разность полного напряжения, измеренного делителем, и индуктивной составляющей $L_S(dI/dt)$, где L_S – величина индуктивности контура, образованного образцом и делителем. Производная тока находится по измеренной временной зависимости тока $I(t)$. Метод определения индуктивности L_S подробно рассмотрен в работе [70]. На Рисунке 2.7 схематично показана часть установки, содержащая в себе исследуемый образец, подводящие электроды и делитель напряжения. Электроды, между которыми установлена экспериментальная сборка, обладают осью симметрии. Образец установлен с некоторым смещением от этой оси так, чтобы проводник, соединяющий верхний электрод с делителем напряжения (изображен на Рисунке 2.7 красным цветом), мог располагаться на этой оси. Высоковольтное плечо делителя расположено внутри латунного цилиндра, соединенного с нижним электродом, потенциал которого равен потенциалу земли, и соединено с низковольтным с помощью коаксиального кабеля. Для упрощения схемы аттенюатор низковольтного плеча на рисунке не показан. Такая коаксиальная геометрия позволяет исключить влияние переменного магнитного поля на делитель напряжения, и ЭДС индукции будет обусловлена только изменяющимся магнитным потоком через площадь, выделенную на Рисунке

2.7 штриховкой. Так как образец представляет собой отрезок фольги, длина и ширина которого гораздо больше его толщины, то изменение индуктивности образца, вызванное его тепловым расширением, будет пренебрежимо мало. Кроме того, характерный размер заштрихованного контура гораздо больше толщины фольги, а проводник, соединяющий верхний электрод с высоковольтным плечом делителя, не меняет своего положения при проведении эксперимента. Эти обстоятельства позволяют с высокой точностью считать, что L_S остается постоянной при протекании импульса тока по образцу. Величину L_S можно оценить, исходя из известной геометрии взаимного расположения образца, делителя и элементов установки. Также её можно получить методом подгонки, имея в виду, что в момент, когда ток только начинает течь по образцу и еще слабо отличается от нуля, активное падение напряжения тоже должно быть близко к нулю, так что напряжение, измеренное в этот момент делителем, определяется только индуктивной составляющей. Величины индуктивности, полученные с помощью этих двух независимых способов, мало отличаются друг от друга (в пределах 15%), и лежат в интервале 2–4 нГн, в зависимости от эксперимента.

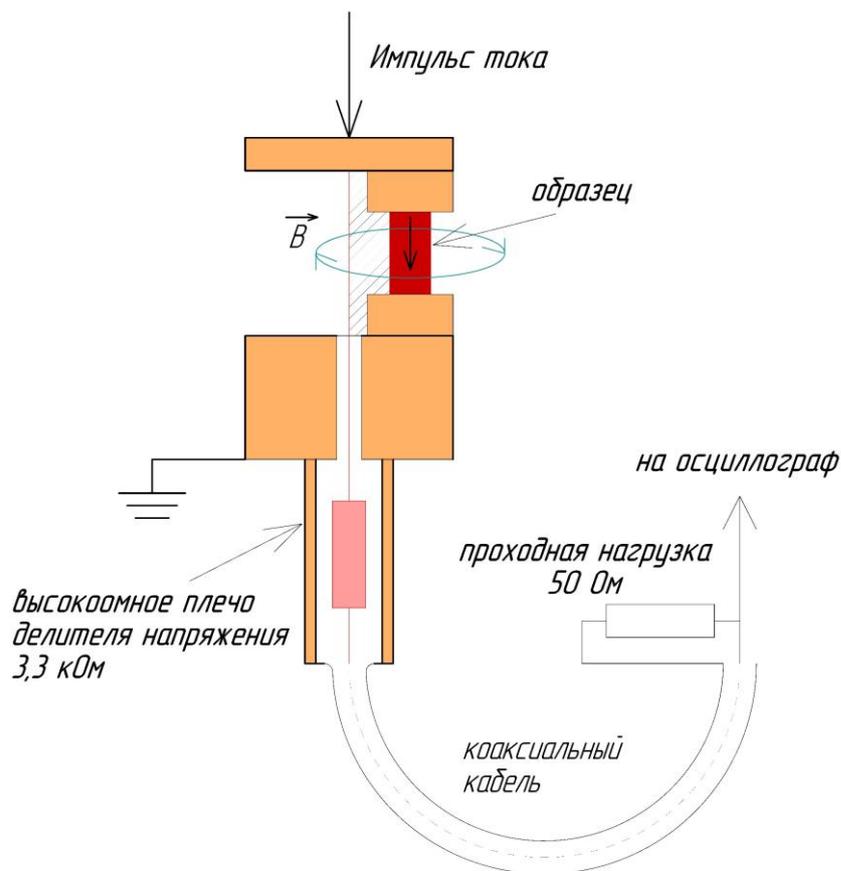


Рисунок 2.7 – Схема подключения делителя напряжения. Штриховкой обозначен контур, в котором наводится ЭДС индукции.

Важнейшим элементом экспериментальной установки является лазерный интерферометр, с помощью которого измеряется смещение поверхности образца $X(t)$ в процессе нагрева. Интерферометр представляет собой оптоволоконный прибор, работающий по принципу интерферометра Майкельсона. Схематичное изображение интерферометра показано на Рисунке 2.8. Принцип измерения смещения поверхности образца с помощью такого интерферометра был описан выше в разделе 2.2. Здесь же будет рассмотрена конструкция интерферометра, созданного в нашей лаборатории к.ф.-м.н. В.Н. Коробенко и используемого на установке «У-2», который был значительно модернизирован автором настоящей работы. В результате модернизации был получен двухканальный интерферометр (с возможностью увеличения количества каналов до четырех) работающий по схеме Майкельсона (в изначальной конструкции опорный луч получался путем отражения лазерного луча от свободной поверхности одной из пластин, между которыми размещается исследуемый образец). В основе интерферометра лежит оптоволоконный одномодовый перестраиваемый лазер Koheras Basik производства фирмы NKT Photonics с длиной волны 1550 нм и шириной полосы 40 кГц. Максимальная выходная мощность лазерного излучения составляет 20 мВт. Длина волны может плавно регулироваться в пределах приблизительно $\pm 0,5$ нм относительно 1550 нм. Излучение с лазера подается на оптоволоконный усилитель (EDFA) производства ООО «НТЦ РИО». Максимальный уровень выходной мощности усилителя составляет около 180 мВт, а коэффициент усиления 40 дБ. Усиленное до необходимого уровня лазерное излучение подается на оптоволоконный разветвитель с двумя выходами с соотношением выходных мощностей 50/50%. Эти два луча используются в качестве лазерных источников для двух идентичных интерферометрических каналов, каждый из которых фактически представляет собой независимый интерферометр. Далее каждый из этих лучей подается на порт 1 оптоволоконного циркулятора. Этот луч выходит из порта 2 циркулятора и попадает на вход разветвителя, аналогичному разветвителю, установленному после усилителя. Один из полученных лучей, называемый опорным, направляется на оптоволоконное зеркало, отражается от него, проходит разветвитель в обратном направлении и попадает на порт 2 циркулятора. Второй луч, называемый объектным, после разветвителя подается на оптоволоконный коллиматор. Коллимированное лазерное излучение, диаметр пучка которого составляет около 0,3 мм, по воздуху достигает образца, отражается по нормали от диэлектрического зеркала, нанесенного на пластину оконного материала (см раздел 2.3. «образцы») и попадает обратно в коллиматор, за счет чего отраженное от образца лазерное излучение попадает обратно в оптоволоконно. Далее, это излучение проходит разветвитель в обратном направлении, и попадает в порт 2 циркулятора. Входящие в порт 2 объектный и опорный лучи выходят из порта 3 циркулятора и направляются на фотоприемник, представляющий из себя быстродействующий фотодиод, работающий в фотодиодном режиме

(модель OD-007BFC производства ООО «Авеста-Проект»), на котором и наблюдается их интерференция. Все элементы интерферометра соединены между собой одномодовым оптоволоконном, рассчитанным на длину волны 1550 нм. В интерферометре используются оптоволоконные элементы, не поддерживающие постоянство ориентации поляризации лазерного излучения. Совпадение поляризация объектного и опорного лучей на фотоприемнике обеспечивается путем легкой деформации оптоволоконка таким образом, чтобы на фотоприемнике наблюдалась интерференция с максимальной амплитудой. Запись интерферограмм производится на цифровой осциллограф Rohde&Schwarz RTM2104 с полосой пропускания 1 ГГц. Стоит отметить, что малая доля излучения, порядка 3,5% для кварцевого стекла и 7% для сапфира, отражается также от свободной поверхности пластины, и тоже попадает в коллиматор, но из-за своей малости оно не влияет существенным образом на качество интерферограмм и результаты измерений. Для проверки этого утверждения было проведено несколько экспериментов, в которых на свободную поверхность пластин наносилось просветляющее покрытие, уменьшавшее коэффициент отражения свободной поверхности до величины менее 1%.

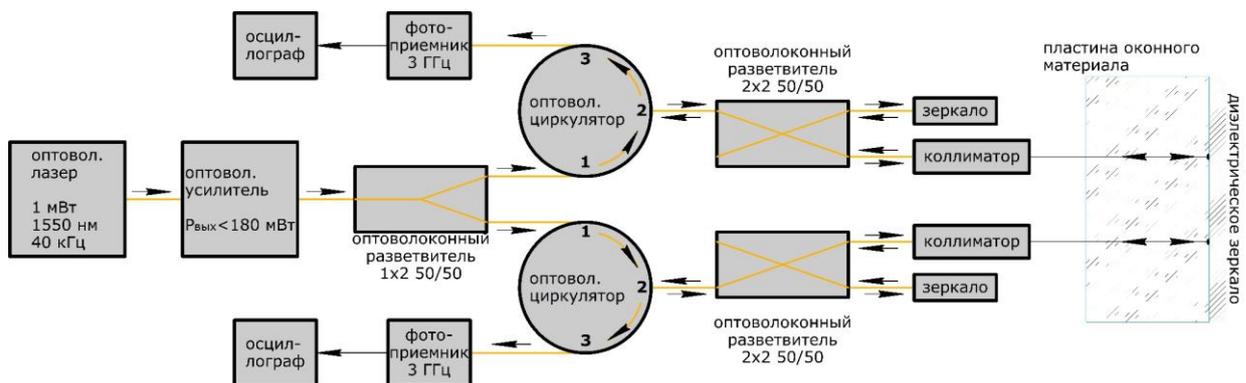


Рисунок 2.8 – Схема оптоволоконного двухканального лазерного интерферометра. Стрелками показано направление распространения лазерного излучения.

Двухканальный интерферометр позволяет наблюдать за расширением образца в двух точках (двух пятнах с размером, равным диаметра луча интерферометра $\sim 0,3$ мм), на его поверхности, которые могут быть выбраны произвольным образом. Было проведено достаточно большое количество экспериментов, в которых один из интерферометров был наведен на центр масс образца, а второй наводился на участок поверхности образца, отстоящий от центра масс на расстояние 2–3 мм как вдоль направления протекания тока, так и в перпендикулярном направлении. Оказалось, что смещения поверхности образца, измеренные двумя

интерферометрами, практически не отличаются друг от друга, что свидетельствует об одномерности теплового расширения образца и, следовательно, однородности его нагрева. На Рисунке 2.9 показаны две интерферограммы, полученные в одном из экспериментов со свинцом с помощью этого интерферометра, а на Рисунке 2.10 результат обработки этих интерферограмм. Один из каналов интерферометра был наведен на центр масс образца, а другой на образец со смещением 2,5 мм от центра перпендикулярно направлению протекания тока (также проводились эксперименты, в которых смещение положения второго интерферометра осуществлялось по направлению тока либо по диагонали образца). Из Рисунка 2.10 видно, что оба интерферометра дают совпадающие результаты вплоть до величины смещения поверхности образца около 140 мкм. С учетом того, что начальная толщина образца в этом эксперименте была 15,6 мкм, а также что поверхность образца, противоположная той, на которую наведены интерферометры, двигается симметрично, можно установить, что образец расширяется однородно вплоть до практически двадцатикратного увеличения объема. При этом энтальпия образца достигает величины 7 кДж/г, что приблизительно в семь раз превосходит теплоту сублимации свинца.

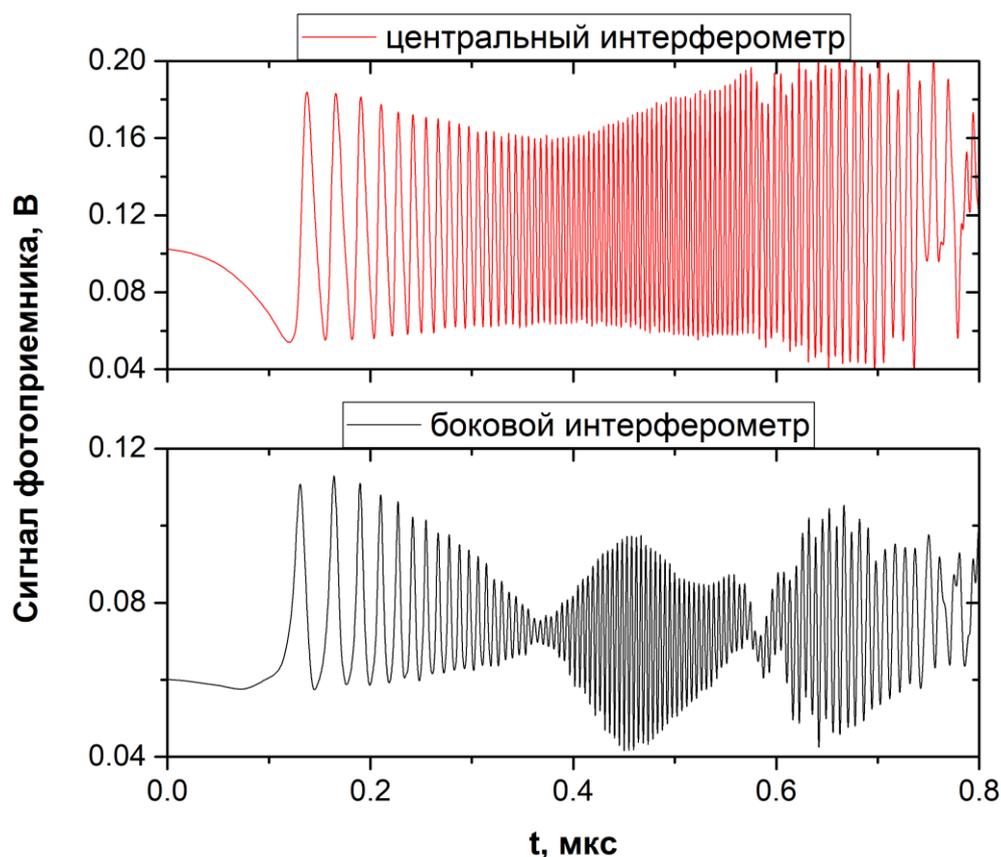


Рисунок 2.9 – Интерферограммы, полученные в одном из экспериментов со свинцом, в которых смещение поверхности образца измерялось одновременно двумя каналами интерферометра.

Красная кривая – сигнал интерферометра, наведенного на центр образца; черная – сигнал интерферометра, наведенного на образец со смещением 2,5 мм от центра.

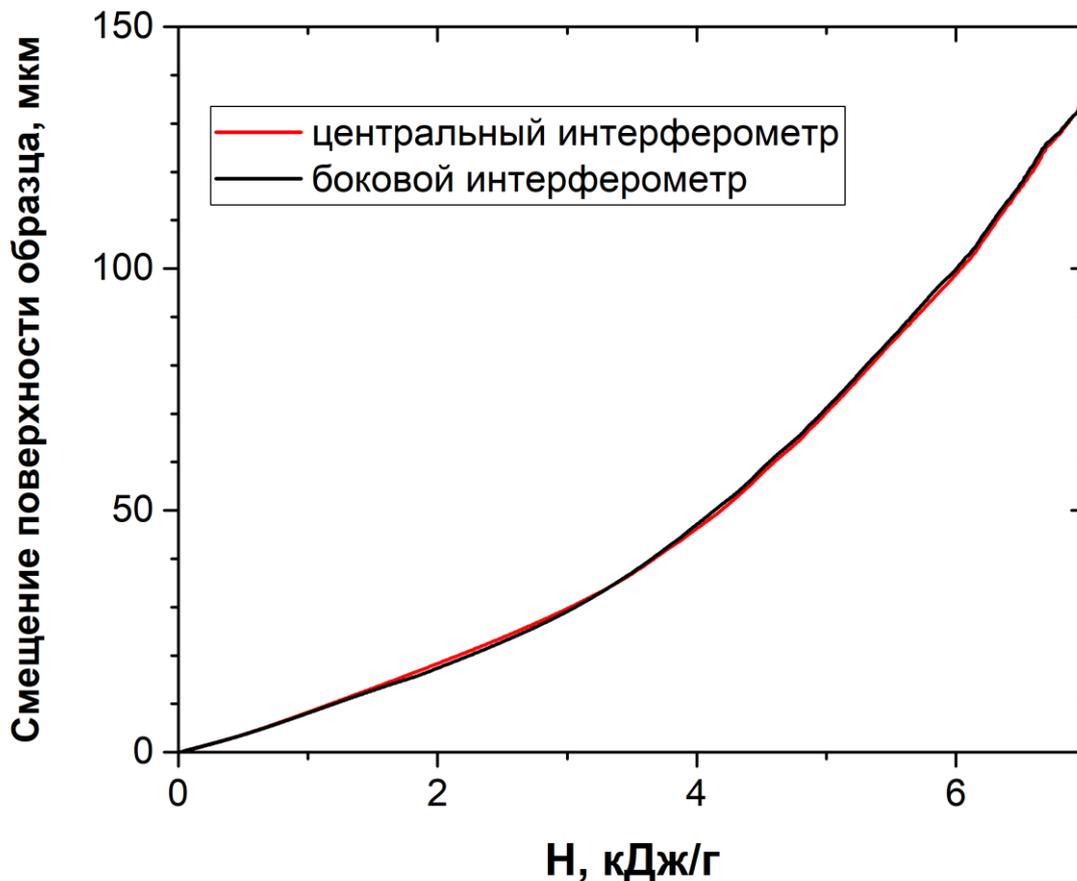


Рисунок 2.10 – Зависимости смещения поверхности образца от энтальпии, полученные в результате обработки интерферограмм, показанных на Рисунке 2.9.

2.5. Погрешности измерений

Оценка погрешностей измеряемых в наших экспериментах величин производилась в соответствии с Руководством по выражению неопределенности измерений [71] по методу Б. В [71] вместо термина «погрешность» используется термин «неопределенность», однако в настоящей работе будут употребляться оба термина в одинаковом значении.

Ток, протекающий через образец, измерялся с помощью трансформатора тока (Stangenes Industries Inc., модель 3-0,01-R), характеристики которого указаны в Таблице 1.2. Сигнал с трансформатора тока регистрировался с помощью осциллографа Rohde&Schwarz RTM2054 либо RTB2004 (полосы пропускания 500 и 300 МГц соответственно). В качестве нагрузки со стороны осциллографа использовался коаксиальный резистор номиналом 50 Ом, подключенный

параллельно с высокоомным (1 МОм) входом осциллографа. Для ослабления сигнала с трансформатора тока до уровня, приемлемого для измерения осциллографом, использовался аттенуатор с ослаблением 10:1 (Pearson Electronics Inc., модель A10). Ток, протекающий через образец I , рассчитывался по формуле:

$$I(t) = \frac{k_a (R_{in} - R_{out})}{k_{ct} R_{in}} U_I(t), \quad (2.37)$$

где k_a – коэффициент ослабления аттенуатора, k_{ct} – коэффициент передачи трансформатора тока, R_{in} и R_{out} – входное сопротивление со стороны осциллографа и выходное сопротивление трансформатора тока соответственно, $U_I(t)$ – временная зависимость падения напряжения на нагрузке R_{in} , измеренная осциллографом. Погрешности в значениях коэффициентов и сопротивлений, входящих в формулу (2.37), даются производителями: погрешность для коэффициента k_a равна $\pm 1\%$, для коэффициента k_{ct} она составляет $\pm 0,5\%$, а для погрешности сопротивлений R_{in} и R_{out} она не хуже $\pm 0,5\%$. Погрешность измерения напряжения $U_I(t)$ осциллографом, в соответствии с его паспортными данными, составляет $\pm 1,5\%$ от установленной шкалы. Стандартные неопределенности величин u , входящих в формулу (2.37), в соответствии с рекомендацией [71] определялись по формуле:

$$u(x_i) = a/\sqrt{3}, \quad (2.38)$$

где x_i – величина, для которой оценивается стандартная неопределенность, a – полуширина прямоугольного распределения, определяемая на основе паспортных данных о погрешности этой величины.

Относительная суммарная стандартная неопределенность измерения тока определялась по формуле:

$$\frac{u_c(I(t))}{I(t)} = \sqrt{\left(\frac{u(k_a)}{k_a}\right)^2 + \left(\frac{u(k_{ct})}{k_{ct}}\right)^2 + 2\left(\frac{u(R)}{R}\right)^2 + \left(\frac{u(U_I(t))}{U_I(t)}\right)^2}, \quad (2.39)$$

где через R обозначены R_{in} и R_{out} так как номинальные значения и погрешности для обеих величин совпадают. В типичном эксперименте ток $I(t)$ растет от нуля до некоторого максимального значения, после чего падает, а значит, в соответствии с формулой (2.37), такой же вид будет иметь и измеренное осциллографом напряжение $U_I(t)$. Из-за этого относительная суммарная неопределенность тока зависит от значений тока, и в самом начале процесса нагрева, когда ток относительно мал, может достигать десятков процентов. Однако количество тепла, которое

выделяется в образце за это время тоже относительно мало и относительно малым оказывается также сопротивление образца, а поэтому эта погрешность практически не влияет на точность измерений в интересующей нас области состояний образца (с сопротивлением в 10–100 раз большим нормального). Если в формуле (2.39) взять значение U_I равное половине шкалы осциллографа (в типичных экспериментах полная шкала составляла 35 В), то относительная суммарная неопределенность для измерения тока оказывается равной 2%. При этом в образце выделится менее 10% от величины тепла, характерной для интересующей нас области состояний.

Падение напряжения на образце в процессе нагрева измерялось с помощью резистивного делителя напряжения. Подробное описание этого делителя дано выше в разделе 2.4. Активное падение напряжения U_R на исследуемом образце рассчитывалось по формуле:

$$U_R(t) = k_u U(t) - L \frac{dI}{dt}, \quad (2.40)$$

где k_u – коэффициент деления делителя напряжения, U – напряжение на выходе делителя, измеренное осциллографом, L – индуктивность контура, образованного образцом и делителем напряжения, I – ток, протекающий через образец. Значение индуктивности L определялось для каждого эксперимента отдельно и в большинстве случаев лежало в интервале 2,5–4,5 нГ (точность определения составляет $\pm 10\%$ [70]). Значение производной тока по времени dI/dt определяется численно в процессе обработки экспериментов. В самом начале процесса нагрева образца электрическим током значения этой производной максимальные (порядка 100 кА/мкс), после чего она падает до нуля в момент максимума тока, а далее принимает отрицательные значения, которые по абсолютной величине не превышают 10% от максимального значения. Стандартное отклонение производной тока также определяется численно и составляет ± 4 кА/мкс. Стандартное отклонение для измерения напряжения осциллографом определялось так же, как и в случае измерения тока.

Относительная суммарная стандартная неопределенность напряжения определялась по формуле

$$\frac{u_c(U_R)}{U_R} = \sqrt{\left(\frac{u(k_u)}{k_u}\right)^2 + \left(\frac{u(U)}{U}\right)^2 + \left(\frac{u(L)}{L}\right)^2 + \left(\frac{u(dI/dt)}{dI/dt}\right)^2}. \quad (2.41)$$

Так же, как и для измерения тока, если в формуле (2.41) взять значение U , равное половине шкалы (в типичных экспериментах полная шкала составляла 15 В), то относительная суммарная неопределенность измерения напряжения будет составлять 2%. При этом из-за малых значений индуктивности L составляющая неопределенности, связанная с индуктивным броском,

практически не оказывает влияния на точность измерений в интересующей нас области состояний образца.

Удельное джоулево тепло $q(t)$, выделившееся в образце, определяется путем численного интегрирования временных зависимостей тока через образец $I(t)$ и активного падения напряжения на образце $U_R(t)$ по формуле (2.10). Образцы взвешивались на аналитических весах A&D GR-202. Значения массы образца находились в интервале 20–40 мг (в разных экспериментах), и измерялись с суммарной относительной неопределенностью не хуже 0,3%. Эта неопределенность почти на порядок меньше неопределенностей для тока и напряжения и в дальнейших расчетах учитываться не будет. Так как неопределенности в значениях тока и напряжения по своей сути являются систематическими и независимыми, то неопределенность для $q(t)$ можно определить согласно формуле

$$u(q(t)) = \frac{1}{\sqrt{3}m} \int_0^t [I(t)u_c(U_R) + V(t)u_c(I)] dt, \quad (2.42)$$

где $u_c(I)$ и $u_c(U_R)$ – суммарные стандартные неопределенности для тока и напряжения, полученные по формулам (2.39) и (2.41). В результате для типичного эксперимента при значении выделившегося тепла $q = 0,4$ кДж/г получим $u(q) = 0,02$ кДж/г, а при $q = 4$ кДж/г, $u(q) = 0,08$ кДж/г.

Давление в образце и его плотность измеряются с помощью интерферометрической методики, описанной выше в разделе 2.2 «Основы экспериментальной методики взрывающихся фольг». Давление определяется по формуле (2.36). Плотность сапфира ρ_s и скорость звука в сапфире c_s при нормальных условиях равны $3,985 \pm 0,005$ г/см³ и $11,19 \pm 0,02$ км/с [64] соответственно. Скорость движения поверхности образца $v(t)$ можно определить из экспериментальных интерферограмм по формуле (2.29). Коэффициент n_0 , входящий в эту формулу, равен $1,7284 \pm 0,003$ [72]. Длина волны лазера NKT Photonics, модель Koheras Basik известна с высокой точностью и составляет 1550 нм, и в дальнейших расчетах неопределенность в значении λ учитываться не будет. Основной вклад в неопределенность скорости вносит неопределенность в определении моментов времени $t+\tau$ и t , соответствующих двум последовательным экстремумам одного типа (минимумы или максимумы) на интерферограмме. Анализ интерферограмм показал, что эта неопределенность уменьшается от значения ± 1 нс в начале процесса нагрева образца импульсом тока (когда скорость не превышает 10 м/с) до значения менее $\pm 0,4$ нс на завершающей стадии нагрева (когда скорость достигает величин порядка 100 м/с). Интерферограммы регистрировались с помощью осциллографа Rohde&Schwarz RTM2104 с шириной полосы 1 ГГц и частотой дискретизации $2,5 \cdot 10^9$ отсчетов/с (что соответствует интервалу времени между отсчетами 0,4 нс). Отсюда следует, что

относительная неопределенность скорости $u(v)$ растет от значений $\pm 1\%$ при скоростях порядка 10 м/с до $\pm 5\%$ при скоростях порядка 100 м/с.

При расчете суммарной относительной неопределенности давления неопределенности плотности сапфира и скорости звука в нем не учитывались, так как они на порядок меньше неопределенности для скорости $v(t)$. Суммарная относительная неопределенность давления рассчитывалась по формуле

$$\frac{u_c(P)}{P} = \frac{\rho_s c_s}{P} \left(\frac{v(t)}{c_s} + 1 \right)^2 u(v). \quad (2.43)$$

Проведенные расчеты показали, что суммарная относительная неопределенность давления заключена в интервале 4–6 % (в зависимости от величины давления и качества полученных в эксперименте интерферограмм).

Плотность образца ρ_m в моменты времени, соответствующие экстремумам на интерферограмме, определяется по формуле

$$\rho_m = \rho_0 \frac{h_0}{h_0 + (n_m - 1)(\lambda/2n_0)}, \quad (2.44)$$

где ρ_0 и h_0 – плотность образца при нормальных условиях и начальная толщина фольги, из которой изготавливался образец соответственно, n_m – количество экстремумов интерферограммы от начала нагрева до экстремума, для которого определяется плотность. Плотность используемых в экспериментах материалов при нормальных условиях определялась методом гидростатического взвешивания с помощью аналитических весов A&D GR-202, либо использовались паспортные данные, предоставляемые производителем. Для определенности в дальнейших расчетах возьмем значение, полученное для СВЭС, и равное 10.66 ± 0.05 г/см³. Начальная толщина определялась как отношение массы отрезка фольги (в форме круга), из которого изготавливался образец, к произведению плотности на площадь этого отрезка. Диаметр отрезка измерялся с помощью компаратора длин ИЗА-2, а его масса – с помощью аналитических весов A&D GR-202. Такой метод позволил определять начальную толщину с неопределенностью $u(h_0) = 0,2$ мкм (при толщине образца в интервале 20–35 мкм).

Суммарная относительная неопределенность плотности в моменты времени, соответствующие экстремумам на интерферограмме, определялась по формуле

$$\frac{u_c(\rho_m)}{\rho_m} = \frac{1}{\rho_m} \sqrt{\left(\frac{\partial \rho_m}{\partial h_0}\right)^2 u^2(h_0) + \left(\frac{\partial \rho_m}{\partial \rho_0}\right)^2 u^2(\rho_0) + \left(\frac{\partial \rho_m}{\partial n_0}\right)^2 u^2(n_0)}. \quad (2.45)$$

Расчет показал, что эта неопределенность возрастает от значения $\pm 0,28\%$ в начале процесса нагрева образца, до значения около $\pm 0,5\%$ при плотности образца в два раза ниже нормальной.

Удельная энтальпия H рассчитывалась по формуле:

$$H = q - A + \frac{P}{\rho} \quad (2.46)$$

где q – джоулево тепло, рассчитанное по формуле, A – механическая работа, совершенная образцом, P – давление в образце, ρ – плотность образца.

Суммарная относительная неопределенность энтальпии определялась по формуле:

$$\frac{u_c(H)}{H} = \frac{1}{H} \sqrt{\left(\frac{\partial H}{\partial q}\right)^2 u^2(q) + \left(\frac{\partial H}{\partial A}\right)^2 u^2(A) + \left(\frac{\partial H}{\partial P}\right)^2 u^2(P) + \left(\frac{\partial H}{\partial \rho}\right)^2 u^2(\rho)}, \quad (2.47)$$

где стандартная неопределенность работы $u(A)$, совершенной образцом, рассчитывалась по аналогии с расчетом стандартной неопределенности джоулева тепла по формуле (2.42). В результате было установлено, что для типичного эксперимента суммарная относительная неопределенность энтальпии уменьшается от 6%, при значении энтальпии 0,2 кДж/г, до приблизительно 3%, для значений энтальпии более 1,3 кДж/г.

Суммарная относительная неопределенность удельного электросопротивления определялась по аналогии с энтальпией. В результате было установлено, что для подавляющего большинства экспериментов она не превышает 6%.

2.6. Выводы по Главе 2

В настоящей главе представлены основы экспериментальной методики, использованной для получения данных, представленных в следующих главах. Показано как из первичных экспериментальных данных определяются плотность (или относительный объем), давление, энтальпия, удельное электросопротивление и другие величины. Приведены оценки, позволяющие определить область применимости методики. Подробно описан процесс изготовления образцов. Представлена конструкция экспериментальной электроимпульсной установки «У-2», созданной автором, а также описан принцип ее действия с указанием использованного для ее создания оборудования. Подробно показано каким образом оценивалась погрешность полученных экспериментальных данных. Детали, касающиеся экспериментальной методики, опубликованы в работах [61-63, 65, 67–70].

Глава 3. Результаты по исследованию свинца

3.1. Измерение термодинамических величин и удельного электросопротивления свинца

Свинец находит широкое применение в науке и технике. Например, он используется в качестве теплоносителя в перспективном реакторе БРЕСТ-ОД-300. С помощью представленной в настоящей работе методики были проведены измерения термодинамических функций и удельного сопротивления флюида свинца. Термин флюид здесь используется для того, чтобы подчеркнуть, что все измерения проводились при сверхкритических давлениях и поэтому нет качественного различия между жидким и газообразным состоянием. Полученные результаты опубликованы в трех статьях [73-75]. Всего было проведено 65 экспериментов, большая часть которых была проведена лично автором (часть экспериментов в работе [73] была проведена В.Н. Коробенко на отдельной экспериментальной установке «У-1»).

На Рисунке 3.1 показана область состояний на плоскости P – V для которой были получены значения термодинамических функций и удельного сопротивления флюида свинца. Линии, которые выходят из нормального состояния ($P = 1$ атм, $V/V_0 = 1$) – квазистатические процессы нагрева образцов, реализованные в некоторых экспериментах этой работы. На этом рисунке показана критическая точка перехода жидкость–газ, которая была определена с помощью уравнения состояния (УрС) [75], построенного на основе полученных экспериментальных данных по методике, изложенной в [76]. Как видно из Рисунка 3.1, исследованная в этой работе область состояний фазовой диаграммы свинца лежит в интервале $V/V_0 = 1$ –20. Практически во всей этой области отсутствуют другие экспериментальные данные, и лишь в относительно небольшой области вблизи нормального состояния существуют данные работы [5]. По этой причине оценке погрешностей наших измерений уделялось особое внимание. Так, для определения воспроизводимости экспериментов, проводилось как минимум по два эксперимента с одинаковыми, либо слабо отличающимися начальными параметрами. Из Рисунка 3.1, на котором представлены пары и тройки экспериментов, для которых начальные параметры были почти одинаковы, видно, что разброс полученных экспериментальных данных находится в пределах погрешности (показана для отдельных экспериментов черными крестами), оцененной с помощью метода, изложенного в разделе 2.5 настоящей работы.

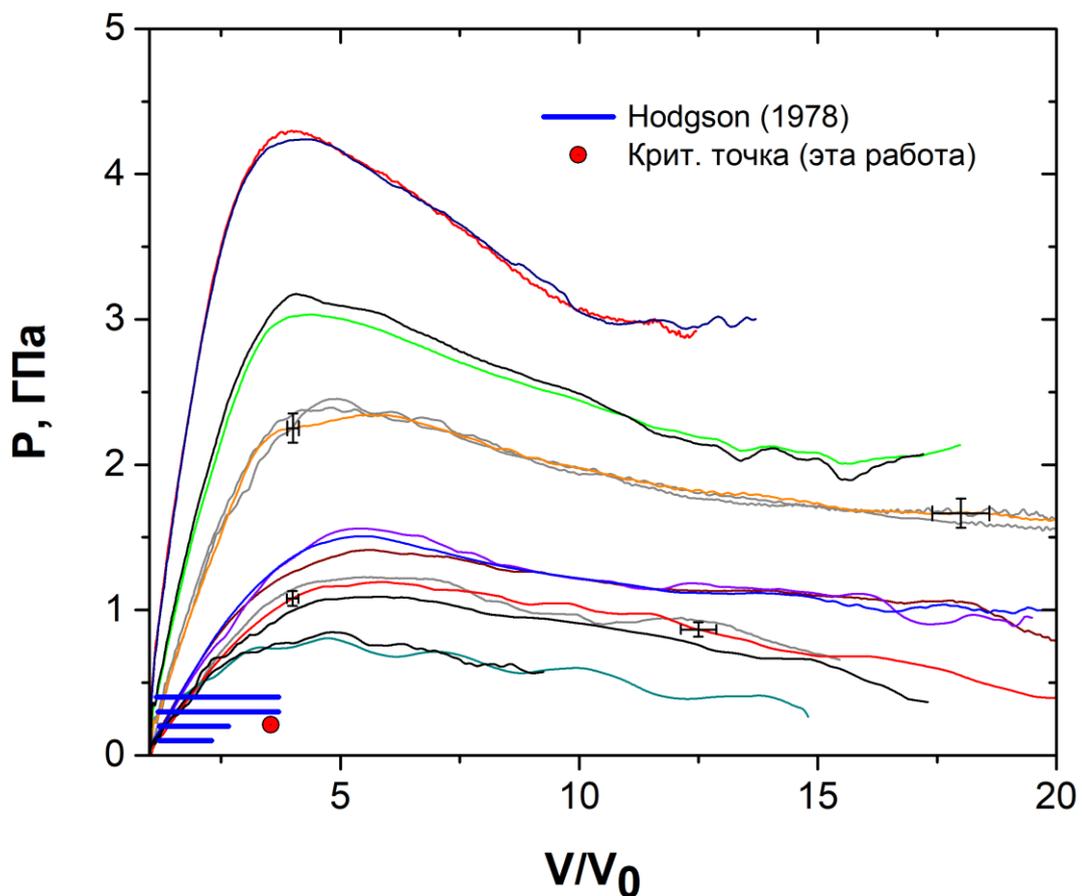


Рисунок 3.1 – Область состояний, для которой были проведены измерения свойств флюида свинца [75]. Линии, которые выходят из нормального состояния ($V/V_0 = 1$, $P = 1$ атм) – квазистатические процессы нагрева образцов, реализованные в некоторых экспериментах этой работы. Красным кружком показана критическая точка жидкость - газ, определенная с помощью калорического УрС, построенного согласно методике [76]. Синие линии – данные [5].

Погрешность измерения относительного объема не превышает 4%, давления 6%.

На Рисунке 3.2 показаны зависимости плотности от энтальпии для экспериментов со свинцом. Значение энтальпии свинца при нормальных условиях принято равным нулю. Для того, чтобы сравнить полученные данные со справочными данными [77], результатами статических экспериментов [78], которые получены при давлении, близком к 1 атм, и результатами динамических экспериментов [5], полученными на изобаре 0,4 ГПа, были построены изобары 1 атм и 0,4 ГПа. Способ построения таких изобар по результатам наших экспериментов подробно описан в разделе 2.2 настоящей работы. Из Рисунка 3.2 видно хорошее согласие с имеющимися

литературными данными. Так, отличие по плотности изобары 1 атм от данных [78] не превышает 2%.

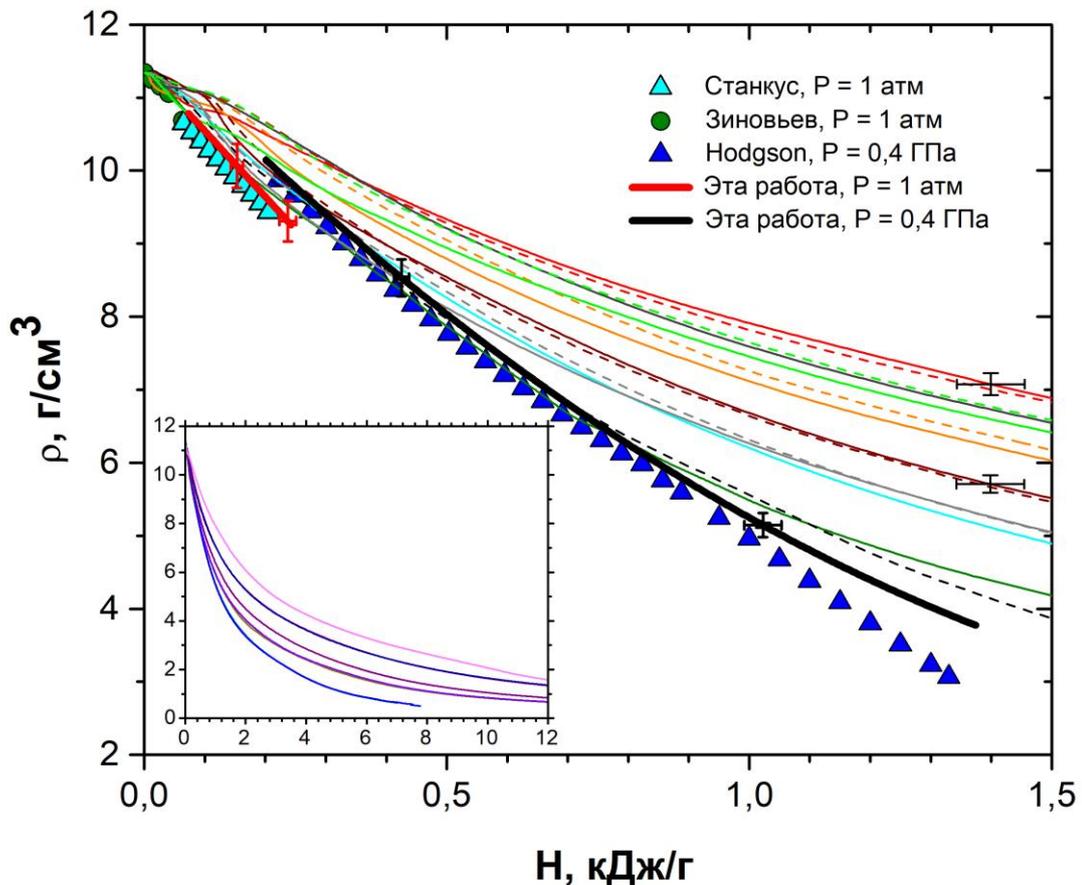


Рисунок 3.2 – Семейство зависимостей плотности свинца от удельной энтальпии, полученных в экспериментах [73] (тонкие линии), а также зависимости на двух изобарях $P = 1 \text{ атм}$ и $P = 0.4 \text{ ГПа}$ (жирные линии), которые определены из этих данных. Показаны литературные данные: [77] – зеленые кружки, [78] – голубые треугольники и [5] – синие треугольники. На вставке показаны некоторые эксперименты из работы [75], для которых были получены максимальные значения относительного объема и энтальпии. Погрешность измерения плотности не превышает 4%, удельной энтальпии 6%.

На Рисунке 3.3 показаны зависимости удельного электросопротивления свинца от относительного объема для некоторых экспериментов этой работы. Для жидкого свинца был обнаружен эффект, заключающийся в смене знака изохорного температурного коэффициента электросопротивления (ТКС) с положительного на отрицательный при значении относительного объема $V/V_0 = 2,7 \pm 0,1$. Видно, что все зависимости пересекаются в одной точке при значении

относительного объема $V/V_0 \approx 2,7$. При этом, если рассматривать изохоры при относительном объеме $V/V_0 < 2,7$, то оказывается, что чем выше давление, тем выше удельное сопротивление для соответствующего эксперимента. При относительном объеме $V/V_0 > 2,7$ эта ситуация меняется на противоположную. ТКС определяется как:

$$\eta = \left(\frac{\partial \sigma^{-1}}{\partial T} \right)_V = \left(\frac{\partial \sigma^{-1}}{\partial P} \right)_V \left(\frac{\partial P}{\partial T} \right)_V, \quad (3.1)$$

где температурный коэффициент давления $(\partial P/\partial T)_V$, как показывают наши результаты по значениям коэффициента Грюнайзена, положителен. Отсюда следует, что ТКС меняет знак. Кроме того оказывается, что смена знака ТКС происходит при определенном значении относительного объема, и не зависит от температуры.

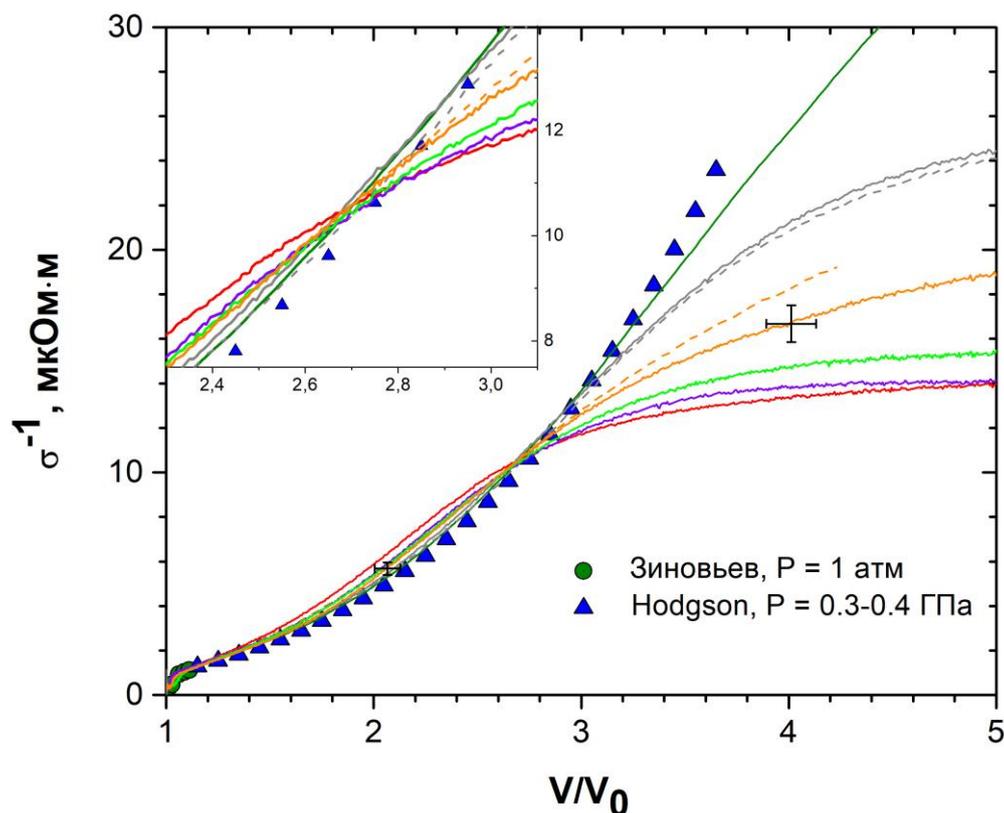


Рисунок 3.3 – Удельное сопротивление флюида свинца как функция относительного объема: линии — зависимости, полученные в экспериментах этой работы [73]. Показаны погрешности для этих зависимостей. Литературные данные [77] – зеленые круги, [5] – синие треугольники.

Вставка показывает эти зависимости в большем масштабе в окрестности смены знака ТКС.

Погрешность измерения удельного электросопротивления не превышает 5%.

Значения коэффициента Грюнайзена, определенные по результатам проведенных измерений [73, 75] показаны на Рисунке 3.4. Видно, что в работе [75] по сравнению с [73] более чем в два раза расширен диапазон относительного объема, для которого определен коэффициент Грюнайзена. Кроме того, видно хорошее согласие между результатами, полученными в этих работах.

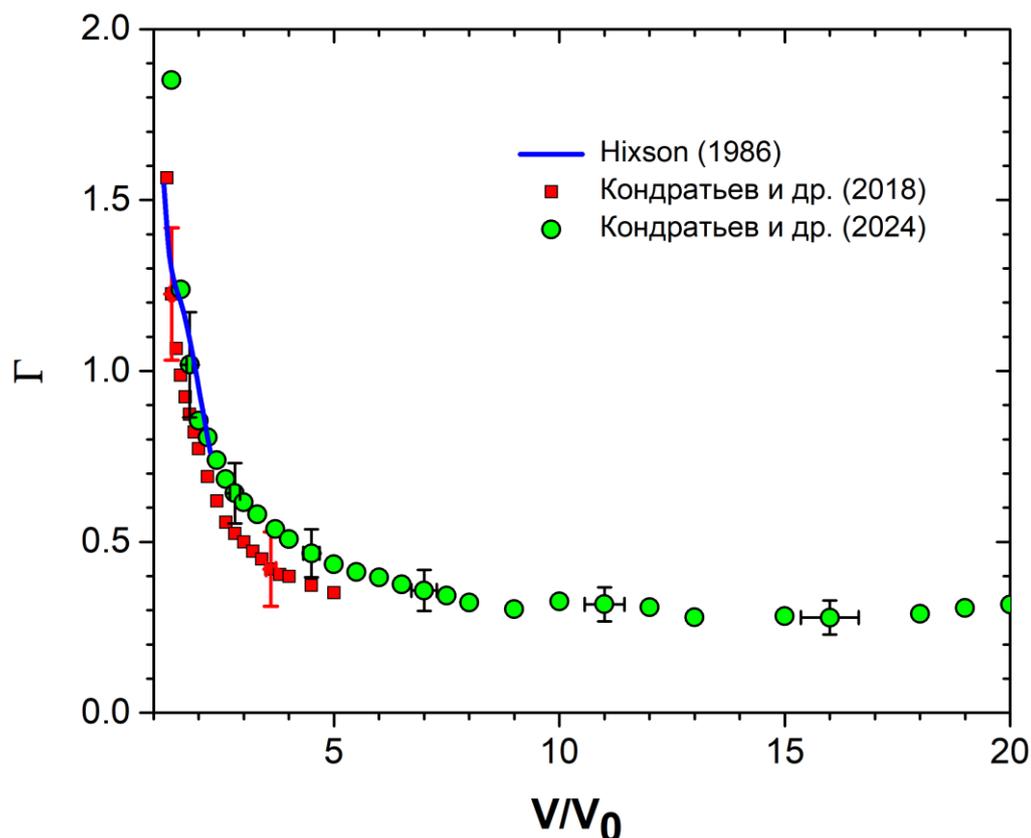


Рисунок 3.4 – Коэффициент Грюнайзена флюида свинца как функция относительного объема.

Полученные в работе [75] значения (зеленые кружки) сравниваются со значениями, измеренными нами ранее [73], а также с результатами работы [6]. Показаны погрешности полученных значений коэффициента Грюнайзена.

Экспериментальные данные для свинца по зависимостям давления, удельной внутренней энергии и удельного электросопротивления от относительного объема (с указанием суммарных относительных неопределенностей этих величин) представлены в виде таблицы в Приложении А.

3.2. Методика измерения скорости слабых ударных волн и результаты для флюида свинца

Для широкой области состояний на плоскости P – V , в которой нами были получены экспериментальные данные [73, 75] и которая соответствует диапазону значений относительного объема $V/V_0 = 1,3$ – 18 и диапазону давлений $P = 0,5$ – $4,5$ ГПа, других экспериментальных данных нет. Например, литературные данные для свинца имеются только в области $P \leq 0,3$ ГПа, $V/V_0 < 2$. Таким образом, для широкой области состояний полученные нами экспериментальные данные нельзя сравнить с результатами измерений, выполненных другими методами. Это затрудняет проведение надежной (независимой) оценки систематической погрешности наших измерений при относительно больших значениях удельного объема и давления. Поскольку результаты, полученные в работах [73, 75], и сделанные на их основе выводы представляют определенный принципиальный интерес, проблема оценки систематической погрешности наших динамических экспериментов приобретает важное значение.

Для решения этой задачи нами был разработан времяпролетный метод прямого измерения скорости распространения слабых ударных волн, генерируемых в наших динамических экспериментах. Речь идет о волнах, для которых числа Маха (отношение скорости ударной волны к скорости звука) находятся в интервале $1,1$ – $1,5$. Поскольку ударная адиабата флюида свинца может быть определена с помощью УрС [76], построенного по полученным в наших экспериментах данным, а точность такого УрС определяется только точностью этих данных [76], то сравнение значений скорости ударных волн, непосредственно измеренных в эксперименте со значениями, рассчитанными с помощью УрС, позволит оценить систематическую погрешность наших измерений.

В работе [74] были проведены эксперименты, в которых в дополнение к обычно измеряемым в наших экспериментах величинам, таким как удельная внутренняя энергия, удельный объем, давление и удельное электрическое сопротивление, измерялись также скорости слабых ударных волн. Для этого в динамическом эксперименте в процессе нагрева образца в определенный момент времени t_l , когда образец находился в интересующем нас термодинамическом состоянии на плоскости P – V , одна из его поверхностей (которую мы будем называть передней) облучалась коротким лазерным импульсом. Время t_l определялось по предварительно измеренным (в аналогичном эксперименте) временным зависимостям удельного объема и давления в образце. Лазерный импульс, который использовался в таком эксперименте, обладал достаточной энергией для создания хорошо выраженного возмущения давления (слабой

ударной волны). Измеряя момент генерации возмущения на передней поверхности образца и момент его прихода на противоположную поверхность (тыльную) и зная изменение толщины образца за это время (которая измеряется в таком эксперименте), определялась скорость возмущения. Схема этих измерений представлена на Рисунке 3.5.

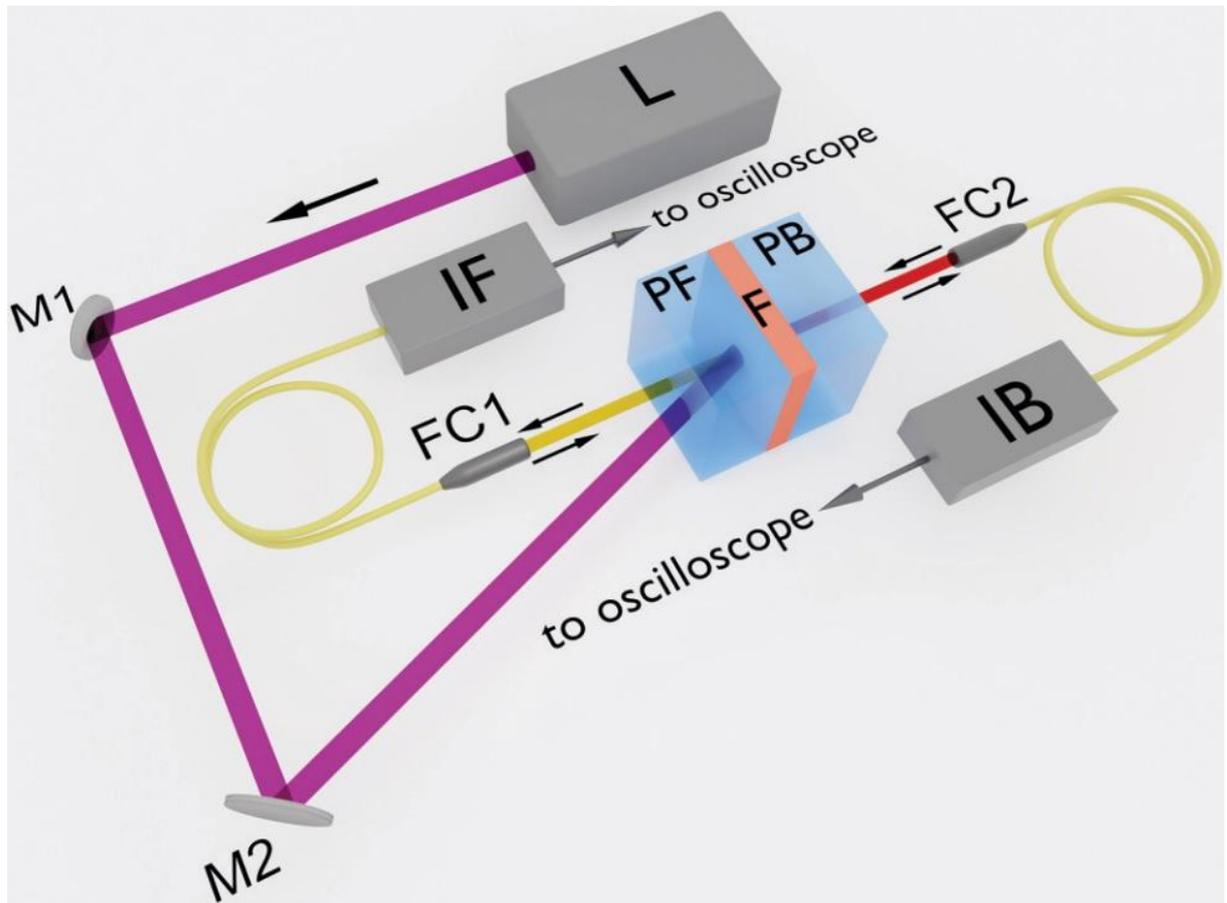


Рисунок 3.5 – Схема измерения скорости распространения ударной волны в динамическом эксперименте со взрывающейся фольгой. F – образец (отрезок фольги), PF и PB – передняя и задняя пластины оконного материала, L – импульсный лазер, IF и IB – передний и задний интерферометры, M1 и M2 – диэлектрические зеркала, FC1 и FC2 – волоконные коллиматоры.

Для создания возмущений давления в образце использовался импульсный лазер New Wave Research (модель Orion), который генерировал лазерный импульс с длиной волны 1064 нм, длительностью около 7 нс и энергией около 29 мДж. Лазерный луч фокусировался на передней поверхности образца в пятно диаметром около 1 мм. Впоследствии этот лазер был заменен на более мощный (LQ215 производства Solar LS) с энергией в импульсе около 180 мДж, что позволило генерировать возмущение в пятне диаметром более 2 мм, и, следовательно получать

более однородную ударную волну. Кроме того, чем больше пятно, тем меньше оказываются погрешности юстировки оптической системы. Коллимированный пучок волоконного лазерного интерферометра IF (Рисунок 3.5) отражался от той же площадки. Диаметр луча интерферометра составлял около 0.3 мм. Более подробное описание интерферометра дано в Главе 2 настоящей работы.

В металле энергия лазерного импульса проникает лишь на относительно небольшую глубину δ , определяемую формулой (2.1). Для флюида свинца удельное сопротивление в металлическом состоянии составляет 2–10 мкОм·м [73], так что для излучения с длиной волны 1064 нм из (2.1) получаем $\delta = 0.05\text{--}0.1$ мкм. Поглощение энергии лазерного импульса в слое толщиной δ приводит к интенсивному нагреву этого слоя, в результате чего в образце возникает бегущее возмущение давления (ударная волна). Типичная толщина образцов при измерениях скорости ударных волн в этих экспериментах составляла $h = 30\text{--}100$ мкм, что на много больше, чем δ , но на много меньше, чем диаметр пятна, облучаемого лазерным импульсом, который был порядка 1 мм. Таким образом, генерируемые возмущения давления были достаточно короткими по сравнению с длительностью наших экспериментов (которая составляет ~ 1 мкс), и почти одномерными.

Время появления возмущения на передней поверхности образца t_1 регистрируется интерферометром IF (Рисунок 3.5). Для повышения точности измерений на сторону тыльной пластины FB, контактирующую с образцом, наносилось диэлектрическое зеркало. Момент прихода возмущения на тыльную поверхность образца t_2 регистрировался вторым интерферометром (интерферометр IB на Рисунке 3.5). Скорость распространения возмущений давления в образце определялась по формуле

$$D = \frac{h_1 + h_2}{2(t_2 - t_1)}, \quad (3.2)$$

где h_1 и h_2 – толщина образца в моменты времени t_1 и t_2 соответственно. Вывод этой формулы будет дан ниже.

Дадим вывод формулы (3.2). В экспериментах регистрируется момент генерации ударной волны на передней поверхности образца t_1 и момент прихода этой волны на его тыльную поверхность t_2 . Экспериментальная сборка, состоящая из двух пластин оконного материала и образца, обладает плоскостью симметрии, которая проходит через центр масс образца и параллельна его поверхности. Поместим начало системы координат в центре масс образца, а ось x направим перпендикулярно его поверхности (в направлении от передней поверхности к задней). В этой системе координат скорость возмущения давления равна сумме $D + u$, где D – скорость

возмущения относительно вещества, а u – локальная скорость вещества. Очевидно, что время прохождения возмущением расстояния от передней поверхности образца до задней связано с мгновенными положениями этих поверхностей соотношением

$$\int_{t_1}^{t_2} [D(x, t) + u(x, t)] dt = 0.5(h_1 + h_2) \quad (3.3)$$

где h_1 и h_2 – толщина образца в моменты времени t_1 и t_2 соответственно. Ввиду симметрии экспериментальной сборки и относительной малости скорости вещества, а также изменения скорости возмущения за время $t_2 - t_1$, интегралом от $u(x, t)$ в левой части соотношения (3.3) можно пренебречь и в результате получаем формулу (3.2), в которой D есть средняя скорость возмущения за время $t_2 - t_1$.

Осциллограммы двух интерферометров для типичного эксперимента настоящей работы, иллюстрирующие точность определения моментов времени t_1 и t_2 , представлены на Рисунке 3.6. Осциллограммы записывались на осциллограф Rohde&Schwarz RTM2104 с использованием фотодетекторов Thorlabs DET01FC. Резкое увеличение амплитуды сигнала фронтального интерферометра после момента времени t_1 обусловлено засветкой этого интерферометра излучением импульсного лазера, генерирующего ударную волну. Как видно из Рисунка 3.6 (а), частота повторения экстремумов на осциллограмме тыльного интерферометра заметно возрастает после прихода возмущения, что свидетельствует об увеличении скорости движения этой поверхности и, следовательно, давления.

Момент $t = 0$ на Рисунке 3.6 соответствует началу протекания электрического тока через образец. Временная зависимость интенсивности излучения импульсного лазера, используемого для генерации возмущения давления в образце, показана на Рисунке 3.6 (в). Этот сигнал был получен путем отражения лазерного импульса от одного из диэлектрических зеркал, использовавшихся в оптической схеме. Энергия этого импульса составляла менее 1% от энергии падающего лазерного импульса. Как видно из Рисунка 3.6 (б), засветка переднего интерферометра импульсным лазером позволяет убедиться, что точность синхронизации этих измерений не хуже 1 нс.

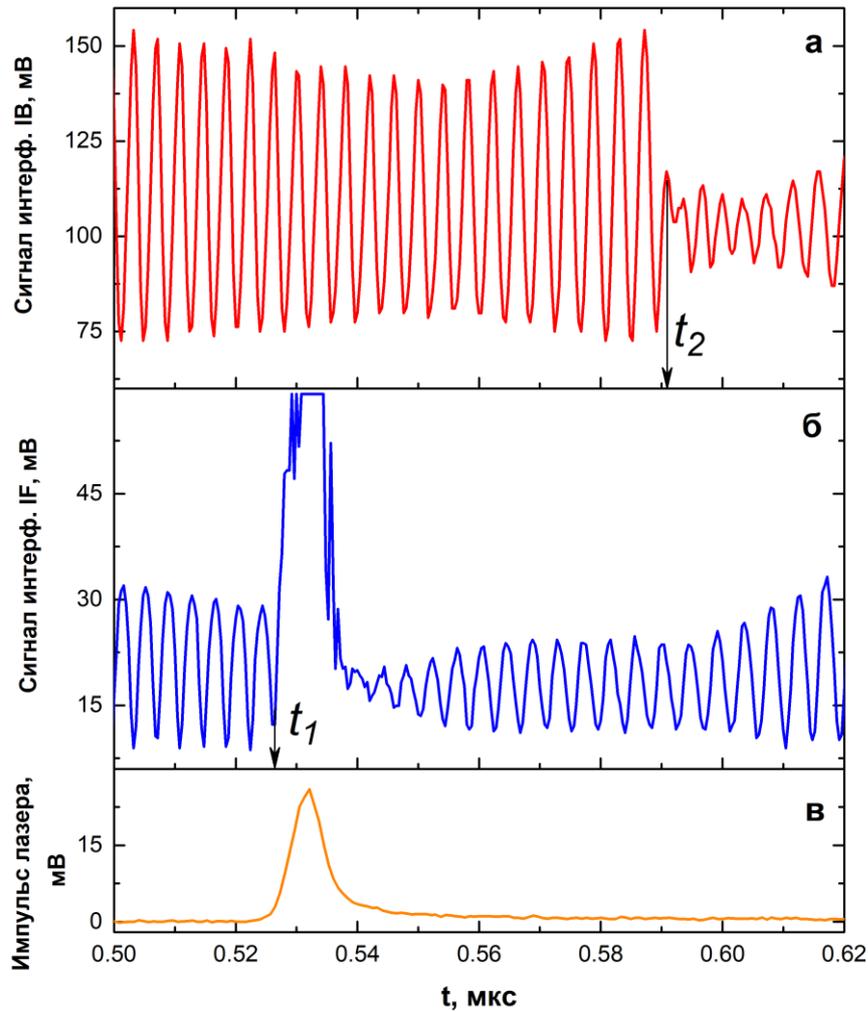


Рисунок 3.6 – Определение скорости слабой ударной волны. (а) – осциллограмма интерферометра IV, по которой определялся момент t_2 ; (б) – осциллограмма интерферометра IF, по которой определялся момент t_1 ; (в) – сигнал фотоприемника, регистрирующего лазерный импульс.

На Рисунке 3.7 представлена временная зависимость давления на тыльной поверхности образца, полученная по осциллограмме, представленной на Рисунке 3.6 (а). Метод измерения давления основан на использовании уравнения состояния оконного материала и измерении временной зависимости смещения поверхности образца, и подробно описан в Главе 2 настоящей работы. Как видно из Рисунка 3.7, в момент t_2 давление на тыльной поверхности образца резко возрастает, а затем возвращается практически к исходному значению, что свидетельствует о прохождении через эту поверхность ударной волны. Таким образом, временная зависимость смещения тыльной поверхности образца, измеренная в данном эксперименте, позволяет определить как давление в образце до прихода возмущения, так и оценить величину создаваемого им скачка давления.

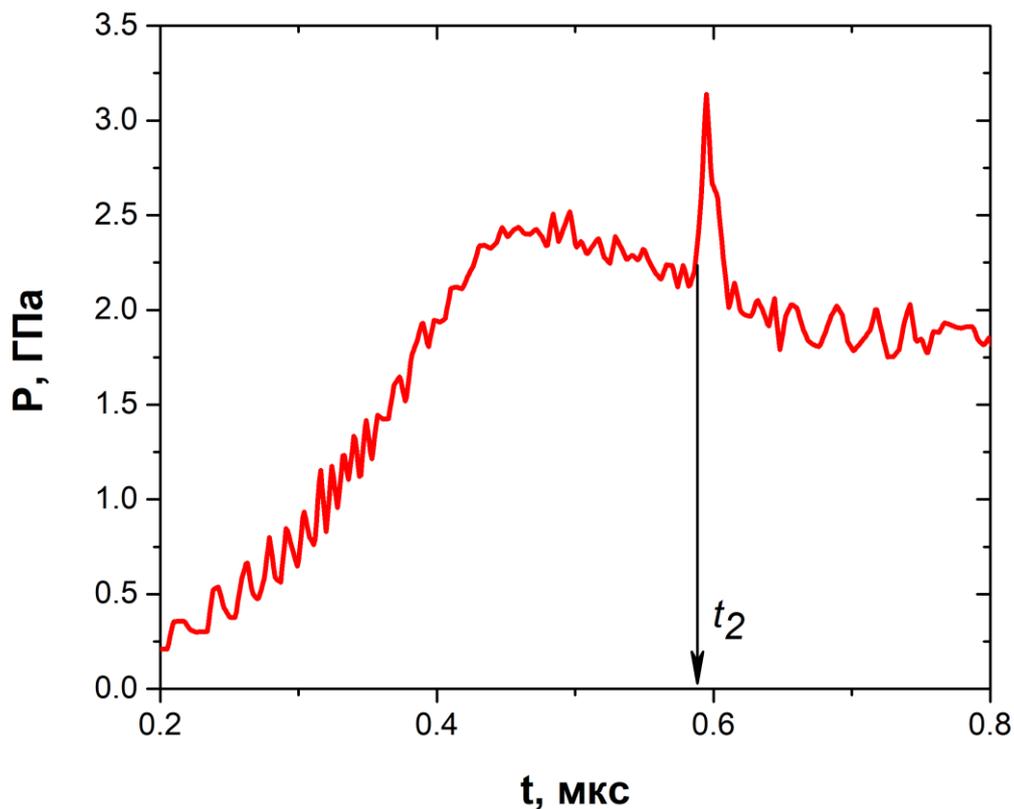


Рисунок 3.7 – Временная зависимость давления на тыльной поверхности образца, полученная из осциллограммы, представленной на Рисунке 3.6 (а); t_2 – момент, когда возмущение давления достигает тыльной поверхности образца.

Результаты измерений скорости ударных волн в свинце, полученные в настоящих экспериментах, представлены на Рисунке 3.8. Измеренные значения скорости представлены как функция относительной плотности V_0/V , т. е. отношения плотности $\rho = V^{-1}$ к её нормальному значению для свинца ($\rho_0 = 11.34 \text{ г/см}^3$). Рядом с каждым измеренным значением скорости указано давление в образце перед ударной волной и давление за ударной волной (в ГПа). Синими крестиками обозначены три эксперимента, для которых на Рисунке 3.9 показаны ударные адиабаты свинца. Адиабаты на этом рисунке выходят из начальных состояний, для которых проводились измерения скорости ударных волн. Эти три эксперимента представляют результаты измерений для трех существенно различных состояний флюида, а именно: металлического состояния, состояния с плотностью, близкой к критической плотности перехода жидкость-газ, и плотной плазмы (т. е. нематаллического состояния с плотностью ниже критической) [73–75].

Как следует из Рисунка 3.8, в диапазоне $V_0/V > 0.6$, где скорость звука в жидком свинце относительно велика, измеренные нами значения скорости слабых ударных волн практически совпадают со значениями скорости звука [6]. Для демонстрации зависимости скорости звука от плотности и давления, на Рисунке 3.8 представлены изобары скорости звука $P = 0.5, 1, 2$ и 3.5 ГПа, полученные из УрС. Эти изобары, следовательно, показывают значения скоростей распространения бесконечно слабых скачков (звуковых волн). Также на Рисунке 3.8 показаны ошибки измеренных значений скорости ударных волн и плотности. Максимальную ошибку в значениях плотности мы оцениваем менее чем в 4%.

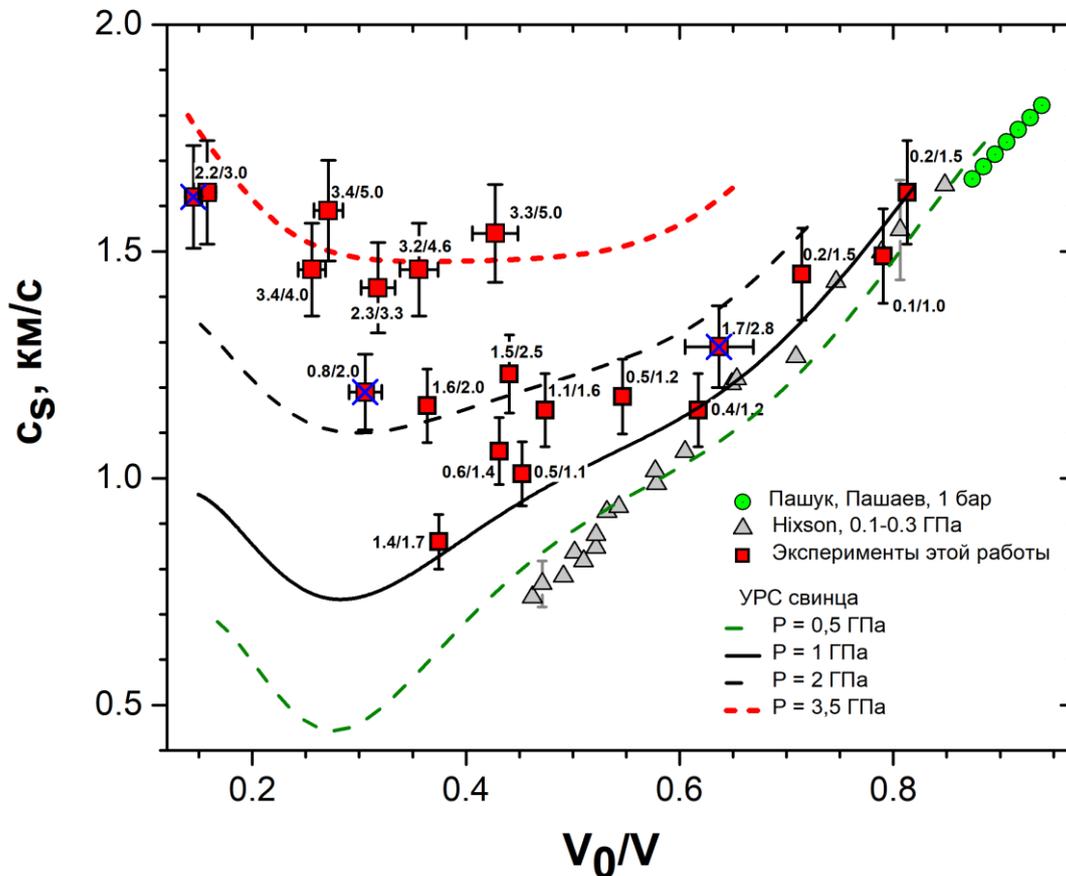


Рисунок 3.8 – Зависимость скоростей звука и слабых ударных волн в свинце от относительной плотности (V_0 – удельный объем свинца при нормальных условиях) и давления: красные квадраты – значения, измеренные в данной работе. Две цифры рядом с квадратами – значения давления в образце перед ударной волной и за ней соответственно (в ГПа). Синими крестиками отмечены эксперименты, для которых на Рисунке 3.9 показаны ударные адиабаты. Линиями показаны зависимости скорости звука от плотности на изобарах $P = 0.5, 1, 2$ и 3.5 ГПа, полученных с помощью УрС. Литературные данные [79] – зеленые кружки, [6] – серые треугольники.

Погрешность в значениях скорости ударных волн определяется погрешностями величин, входящих в формулу (3.2). Разность t_2-t_1 определялась по осциллограммам с точностью до 2 нс, а синхронизация двух интерферометров производилась с точностью не хуже 0.3 нс. Это даёт вклад 2–7 % в относительную погрешность для разности t_2-t_1 в зависимости от условий эксперимента. Относительная погрешность в определении толщин h_1, h_2 составляла около 4 %. Суммируя перечисленные относительные погрешности (как корень квадратный из суммы квадратов вкладов), получаем погрешности в значениях скорости ударных волн в диапазоне 5–9 %, которые и представлены на Рисунке 3.8. Погрешность в измеренных значениях давления в образце перед ударной волной не превышала 6 %, а погрешность в значениях давления за ударной волной была не хуже 20 %.

Проведем сравнение измеренных нами значений скорости ударных волн со скоростями, рассчитанными по УрС. На Рисунке 3.9 показаны три ударные адиабаты свинца. Как уже отмечалось выше, начальными состояниями на этих адиабатах являются состояния, для которых измерялись скорости ударных волн. Как показано в [73, 75] УрС жидкого свинца имеет вид уравнения состояния Ми-Грюнайзена:

$$P = P_0(V) + \frac{\Gamma(V)}{V} [E - E_0(V)], \quad (3.4)$$

где $E_0(V)$ и $P_0(V)$ – холодные составляющие удельной внутренней энергии и давления соответственно, а $\Gamma(V)$ – коэффициент Грюнайзена, который является функцией только удельного объема. Утверждение о том, что уравнение состояния жидкого свинца имеет вид (3.4), является следствием того факта, что изохоры, построенные в плоскости, удельная внутренняя энергия, давление, представляют собой прямые линии [76]. Это свойство изохор для свинца было установлено в работе [73]. Характеристические функции $\Gamma(V)$, $E_0(V)$ и $P_0(V)$, определяются из экспериментальных данных. Зависимость $\Gamma(V)$ для жидкого свинца представлена в [73,75], а холодные составляющие энергии и давления были получены так же, как и для эвтектики свинец-висмут [80], на основе экспериментальных данных [73, 75].

Для УрС (3.4) ударная адиабата может быть представлена в аналитическом виде:

$$P = \frac{VP_0(V) + \Gamma(V)[E_1 - E_0(V) - 0.5P_1(V_1 - V)]}{V - 0.5\Gamma(V)(V_1 - V)}, \quad (3.5)$$

где P и V – значения давления и удельного объема на ударной адиабате, а индекс 1 отмечает величины в исходном состоянии (т. е. в состоянии перед ударной волной).

Скорость звука c_s также может быть представлена в аналитическом виде:

$$c_s = V \left\{ -P'_0(V) + \left[\frac{\Gamma}{V} - \left(\ln \frac{\Gamma}{V} \right)' \right] [P - P_0(V)] \right\}^{1/2}, \quad (3.6)$$

где штрих означает дифференцирование по V . Таким образом, построенное УрС свинца позволяет вычислить адиабаты Гюгонио и значения скорости звука для всей исследованной области состояний в плоскости P – V . Как видно из Рисунка 3.9, адиабаты Гюгонио не имеют участков, где производная давления по удельному объему положительна и, следовательно, ударная волна неустойчива [81]. Мы также проверили, что знак второй производной удельного объема по давлению вдоль адиабат Пуассона положителен, то есть выполнено условие:

$$\left(\frac{\partial^2 V}{\partial P^2} \right)_s > 0, \quad (3.7)$$

так что ударные волны являются волнами сжатия, а не волнами разрежения [81].

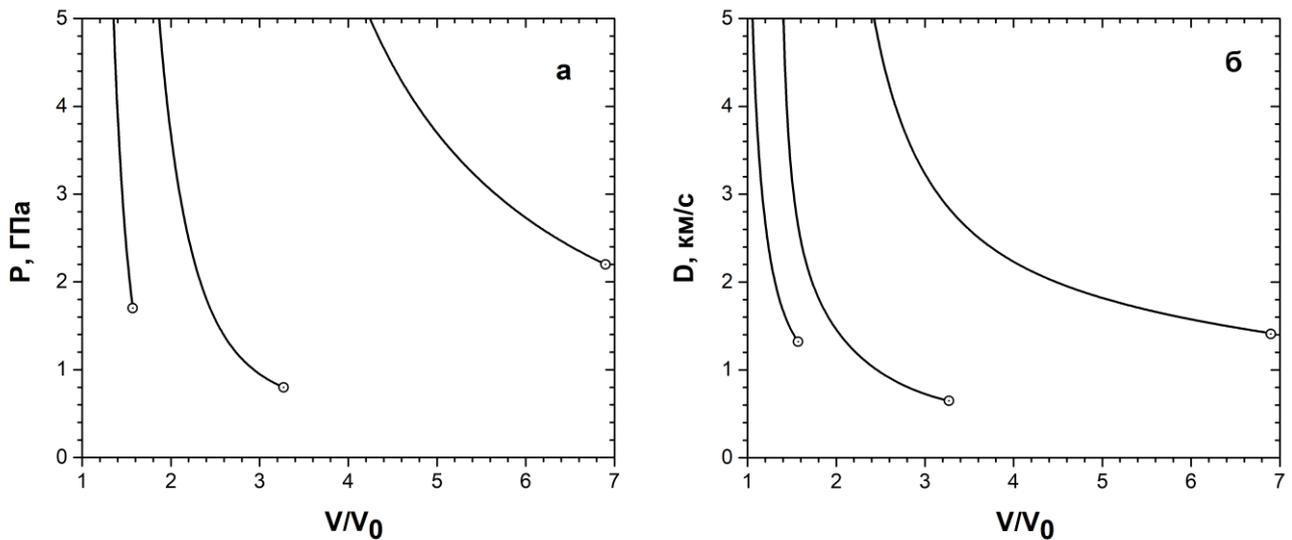


Рисунок 3.9 – Ударные адиабаты флюида свинца; (а) – построенные на плоскости V/V_0 – P для трех экспериментов, отмеченных синими крестиками на Рисунке 3.8; (б) – те же три ударные адиабаты в плоскости V/V_0 – D . Крестики – начальные состояния на адиабате.

Сравним измеренные нами значения скорости возмущений давления с соответствующими значениями скорости ударных волн, рассчитанными с помощью УрС. Рассмотрим, например, средний эксперимент из трех, отмеченных на Рисунке 3.8 синими крестиками. Для этого эксперимента давление в образце в момент t_1 (перед ударной волной) составляло около 0,8 ГПа, а скорость звука для этого состояния, согласно УрС, равна 0.7 км/с. Измеренное значение

давления на тыльной поверхности образца после прихода туда возмущения достигало 2.0 ГПа. Как следует из Рисунка 3.9 (а), относительный объем за ударной волной для такого давления составляет около 2.3, а, согласно Рисунку 3.9 (б), для этого объема скорость ударной волны составляет 1,1 км/с. Измеренное же значение скорости возмущения составило около 1,2 км/с. Таким образом, в пределах экспериментальной погрешности настоящей работы и работ [73, 75], в которых были получены экспериментальные данные для построения УрС, эти две величины хорошо согласуются друг с другом.

Аналогичное сравнение измеренных значений скорости ударных волн с соответствующими значениями, рассчитанными по УрС, было проведено для всех экспериментов настоящей работы. Можно легко провести такое сравнение для двух других экспериментов, отмеченных на Рисунке 3.8 синими крестиками, для которых на Рисунке 3.9 представлены ударные адиабаты. Результаты сравнения для всех экспериментов данной работы представлены в Таблице 3.1. Как видно из этой таблицы, для подавляющего большинства экспериментов разница между измеренными значениями скорости распространения ударных волн в свинце и рассчитанными по УрС значениями не превышает 10 %, а средняя величина абсолютного значения этой разницы составляет 6,5%. Несколько большей эта разница оказывается для опытов с относительно тонкими образцами, для которых относительная погрешность в определении времени $t_2 - t_1$ больше, и эксперимента с наиболее толстым образцом, для которого время $t_2 - t_1$ становится большим и поэтому формула (3.2) становится недостаточно точной.

Таким образом если учесть, что наши экспериментальные погрешности не превышают 6% для большей части исследованной области состояний, проведенное сравнение показывает, что в пределах погрешности нашего эксперимента измеренные значения скорости ударных волн согласуются со значениями, полученными с помощью УрС. Поскольку погрешность этого УрС определяется только ошибками в экспериментальных данных [76], то настоящие результаты свидетельствуют о том, что систематические ошибки в наших динамических экспериментах [73,75,80] были оценены правильно (см. раздел 2.5. «Погрешности измерений»).

Таблица 3.1 – Сравнение измеренных значений скорости распространения ударных волн D_{exp} с рассчитанными с помощью УрС значениями D_{eos} , P_1 и P_2 – значения давления перед ударной волной и за ней соответственно, V_0/V_1 – относительная плотность свинца в исходном состоянии, h_0 – начальная толщина фольги (образца), δD – модуль относительной разности между измеренным и рассчитанным значением скорости ударной волны

№ эксп.	V_0/V_1	P_1 , ГПа	P_2 , ГПа	t_2-t_1 , нс	h_0 , мкм	D_{exp} , км/с	D_{eos} , км/с	δD , %
21	0,546	0,5	1,2	46	29,7	1,18	1,11	5,9
24	0,364	1,6	2,0	87	36,6	1,16	1,12	3,4
25	0,474	1,1	1,6	68	37,2	1,15	1,12	2,6
32	0,375	1,4	1,7	118	38,0	0,86	0,98	15,3
35	0,617	0,4	1,2	28	19,8	1,15	1,21	5,2
36	0,813	0,2	1,5	24	31,9	1,63	1,70	4,3
37	0,714	0,2	1,5	30	31,1	1,45	1,41	2,8
41	0,441	1,5	2,5	59	31,9	1,23	1,19	3,3
42	0,791	0,1	1,0	25	29,4	1,49	1,53	2,7
44	0,452	0,5	1,1	65	29,7	1,01	0,99	2,0
53	0,431	0,6	1,4	64	29,3	1,06	1,04	1,9
54	0,256	3,4	4,0	38	14,2	1,46	1,62	11,0
57	0,145	2,2	3,0	65	15,3	1,62	1,65	1,9
58	0,317	2,3	3,3	34	15,3	1,42	1,41	0,7
59	0,306	0,8	2,0	27	9,8	1,19	1,10	7,6
60	0,158	1,8	2,6	35	9,0	1,63	1,49	8,6
64	0,271	3,4	5,0	34	14,7	1,60	1,77	10,6
65	0,356	3,2	4,6	26	13,5	1,46	1,65	13,0
66	0,637	1,7	2,8	17	14,0	1,29	1,50	16,3
67	0,427	3,3	5,0	22	14,5	1,54	1,69	9,7

3.3. Выводы по Главе 3

Впервые получены экспериментальные данные по теплофизическим свойствам флюида свинца в широком интервале давлений 0,4–4,5 ГПа и значений относительного объема $V/V_0 = 1–18$. В этой области получены зависимости энтальпии и удельного электросопротивления от давления и плотности. Показано, что в той части области состояний, где для свинца имеются надежные литературные данные, результаты наших измерений хорошо с ними согласуются. Для удельного электросопротивления свинца обнаружен эффект, заключающийся в смене знака изохорического температурного коэффициента сопротивления при определенном значении относительного объема $V/V_0 = 2,7 \pm 0,1$. На основе полученных экспериментальных данных построена зависимость коэффициента Грюнайзена от относительного объема в интервале $V/V_0 = 1–12$. Для оценки систематической погрешности наших измерений в той области состояний, где отсутствуют какие-либо другие экспериментальные данные, была разработана и реализована экспериментальная методика измерения скорости слабых ударных волн. Сравнение величин скорости слабых ударных волн, полученных экспериментально с помощью этой методики, и вычисленных по УРС, построенному на основе наших же экспериментальных данных, показало согласие в пределах экспериментальной погрешности, что подтверждает правильность оценок погрешностей, выполненных в разделе 2.5 «Погрешности измерений» настоящей работы. Результаты, представленные в Главе 3, опубликованы в работах [73-75].

Глава 4. Результаты по исследованию свинцово-висмутового эвтектического сплава

4.1. Измерение термодинамических величин и удельного электросопротивления свинцово-висмутового эвтектического сплава

В этой главе представлены экспериментальные результаты по исследованию теплофизических свойств и удельного электросопротивления свинцово-висмутового эвтектического сплава (СВЭС) [80].

СВЭС представляет собой сплав, содержащий 44,5% (по массе) свинца и 55,5% висмута. СВЭС используется, например, в ядерных реакторах в качестве теплоносителя. Известно, что свинцово-висмутовый эвтектический сплав применяют в разрабатываемом в настоящее время реакторе СВБР-100. СВЭС, использовавшийся в настоящем исследовании, готовился в нашей лаборатории. Для этого брались слитки свинца марки С2С (содержание свинца не менее 99,97% масс.) и висмута марки Ви0 (содержание висмута не менее 99,98%). От свинцового и висмутового слитков отделялись приблизительно равные части, которые взвешивались на аналитических весах А&D GR202. Затем, чтобы достичь эвтектического соотношения масс компонентов, к ним добавлялась небольшая навеска висмута, масса которой зависела от масс компонентов, полученных при отделении от слитков, и могла быть точно рассчитана. Масса навески также измерялась с помощью аналитических весов А&D GR202. Так как висмут в твердом состоянии является достаточно хрупким и хорошо крошится, массу навески висмута было легко подогнать к расчетному значению путем отделения (откалывания), либо добавления мелких отколотых частиц пинцетом. Затем в кокиле из кварцевого стекла объемом около 10 см³ производилась плавка компонентов. Полученная жидкая фаза СВЭС тщательно перемешивалась, а её поверхность очищалась от окислов, образующихся при контакте расплава с воздухом. После этого жидкая эвтектика выливалась в тефлоновую форму. Оценка погрешности состава сплава, приготовленного таким способом, дает величину не более 0,01%. После затвердевания полученные слитки разрезались на части (СВЭС при нормальных условиях пластичен и легко режется обычным ножом) и для предотвращения окисления каждая часть заворачивалась в полиэтиленовую пленку. Приготовление СВЭС выполнялось к.ф.-м.н. Каптильным А.Г. и автором настоящей работы. Фольга из СВЭС изготавливалась путем холодной прокатки слитка на ювелирных вальцах В9-1 фирмы ЮМО. Таким образом были получены фольги толщиной 25–40 мкм.

Контроль качества полученного сплава осуществлялся путем измерения плотности и удельного сопротивления СВЭС при нормальных условиях, и сравнения полученных значений со справочными данными. Плотность определялась методом гидростатического взвешивания на аналитических весах A&D GR202. Полученное нами значение плотности 10.66 ± 0.05 г/см³ при температуре 20 °С, хорошо согласуется со значением 10.66 ± 0.04 г/см³ [13]. Также были выполнены измерения удельного сопротивления в интервале температур от комнатной, до приблизительно 80 °С. Полученное нами значение удельного сопротивления 1.1 мкОм·м при температуре около 80 °С, в пределах погрешности наших измерений (< 4%), согласуется с данными работ [82, 83].

Всего было проведено 24 эксперимента со СВЭС. На Рисунке 4.1 показана область состояний на плоскости $P-V$, для которой были проведены измерения термодинамических функций и удельного сопротивления СВЭС (для наглядности показаны не все эксперименты).

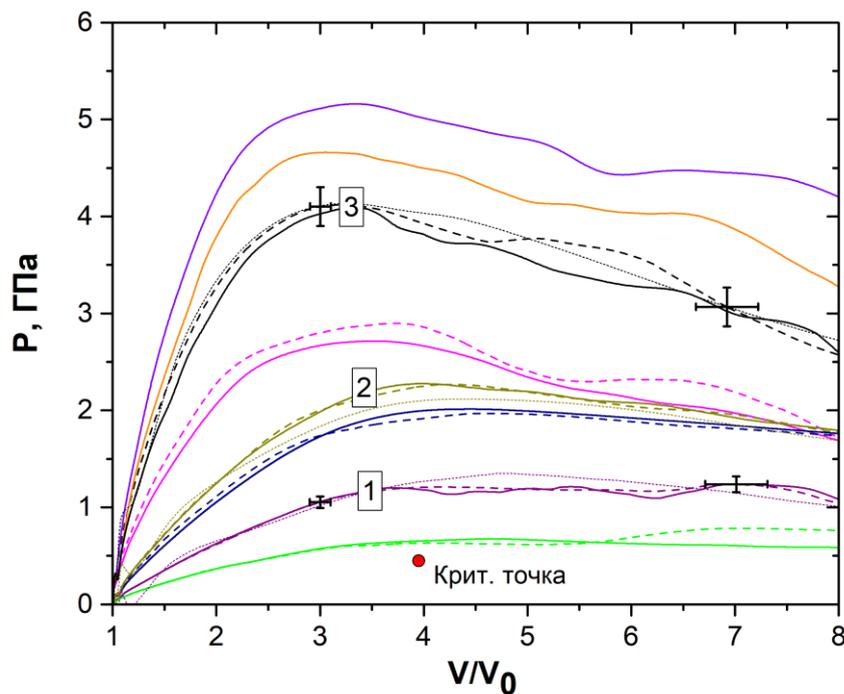


Рисунок 4.1 – Область состояний, для которой были проведены измерения свойств флюида СВЭС. Сплошные и штриховые линии – квазистатические процессы нагрева образцов, реализованные в некоторых экспериментах этой работы. Пары экспериментов 1–3, изображенные линиями одного цвета, имели близкие начальные параметры. Пунктирные линии того же цвета представляют соответствующие зависимости, вычисленные с использованием УрС [76]. Показана критическая точка СВЭС, определенная с помощью этого УрС. Погрешность измерения относительного объема не превышает 4%, давления 6%.

Как видно из Рисунка 4.1, исследованная в этой работе область состояний фазовой диаграммы СВЭС лежит в диапазоне от нормального объема до $V/V_0 \leq 8$, и в диапазоне давлений приблизительно 0,5–5 ГПа. Для демонстрации разброса полученных данных на Рисунке 4.1 показаны зависимости для трех пар экспериментов с близкими начальными параметрами. Видно, что разброс меньше экспериментальной погрешности измерения этих величин, также указанной на рисунке. Заметим, что линии, которые представляют зависимости для пары экспериментов с близкими начальными параметрами, изображаются на всех рисунках этой главы одним и тем же цветом, при этом один из пары таких экспериментов изображен сплошной, а другой штриховой линиями.

На Рисунке 4.2 показаны измеренные зависимости плотности СВЭС от удельной энтальпии для экспериментов, показанных на Рисунке 4.1. Показан интервал относительно небольших значений энтальпии, для которого имеются литературные данные.

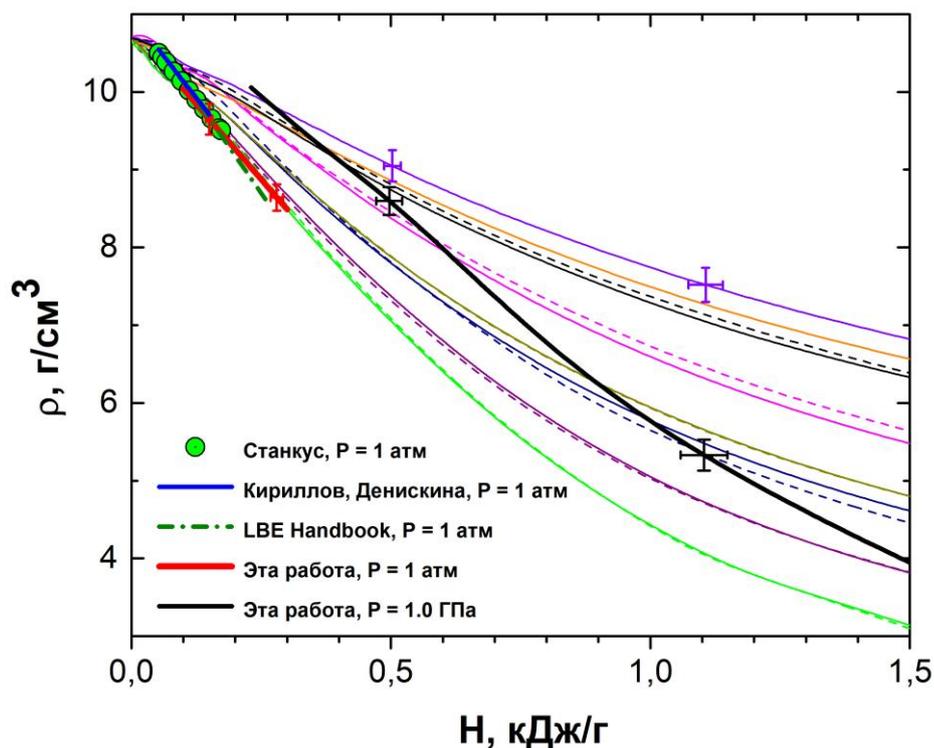


Рисунок 4.2 – Семейство зависимостей плотности СВЭС от удельной энтальпии, полученных в экспериментах [80] (тонкие сплошные и штриховые линии), а также зависимости на двух изобарах $P = 1$ атм и $P = 1$ ГПа (жирные линии), которые определены из этих данных. Показаны литературные данные: [13] – зеленые кружки, [17] – жирная синяя линия и [19] – штрихпунктирная зеленая линия. Погрешность измерения плотности не превышает 4%, удельной энтальпии 6%.

На основании полученных экспериментальных данных, была определена зависимость плотности на изобаре $P = 1$ атм, которая сравнивается с литературными данными [13, 17, 19]. Метод определения этой зависимости по данным наших динамических экспериментов представлен в Главе 2 настоящей работы. Как следует из Рисунка 4.2, имеется хорошее согласие наших результатов с данными стационарных экспериментов [13, 17, 19]. Отличие наших значений плотности на изобаре $P = 1$ атм от указанных литературных данных не превышает 2%.

На основе представленных данных для СВЭС была получена зависимость коэффициента Грюнайзена от относительного объема, показанная на Рисунке 4.3. Как оказалось, во всей исследованной области состояний коэффициент Грюнайзена не зависит от давления, т. е. в пределах погрешности измерений зависимости давления от энергии на изохорах являются прямыми линиями. Для сравнения полученных значений с литературными данными коэффициент Грюнайзена рассчитывался по формулам (2.20–2.23) с использованием литературных данных для объемного коэффициента теплового расширения, скорости звука и удельной теплоемкости при постоянном давлении [12, 14, 17, 19].

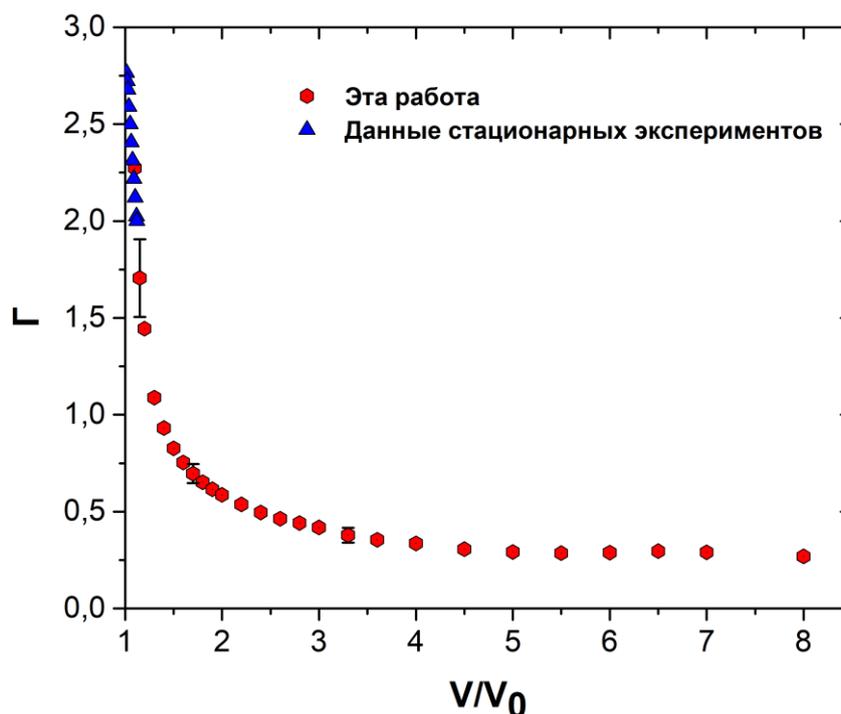


Рисунок 4.3 – Коэффициент Грюнайзена СВЭС как функция относительного объема. Красные шестиугольники – полученные в этой работе значения, синие треугольники – значения, вычисленные по формулам (2.20) – (2.23) с использованием справочных данных [12, 14, 17, 19]. Столбики ошибок указывают статистическую ошибку линейной аппроксимации значений PV от E на изохорах.

Другой важной термодинамической величиной, которую можно определить из полученных экспериментальных данных, является скорость звука. Найденные здесь зависимости скорости звука от относительной плотности для четырех изобар показаны на Рисунке 4.4. Эти зависимости были получены с помощью аналитического уравнения состояния, построенного по методике [76], для построения которого использовались экспериментальные данные, полученные в настоящей работе. Как следует из Рисунка 4.4, в пределах погрешностей полученная зависимость на изобаре $P = 1$ атм согласуется с литературными данными [12]. Особенностью изобар $P = 0,5$ ГПа и $P = 1,0$ ГПа является наличие выраженных минимумов. В работе [80] показано, что значение плотности в минимуме на самой нижней изобаре $P = 0,5$ ГПа близко к критической плотности для перехода жидкость–газ.

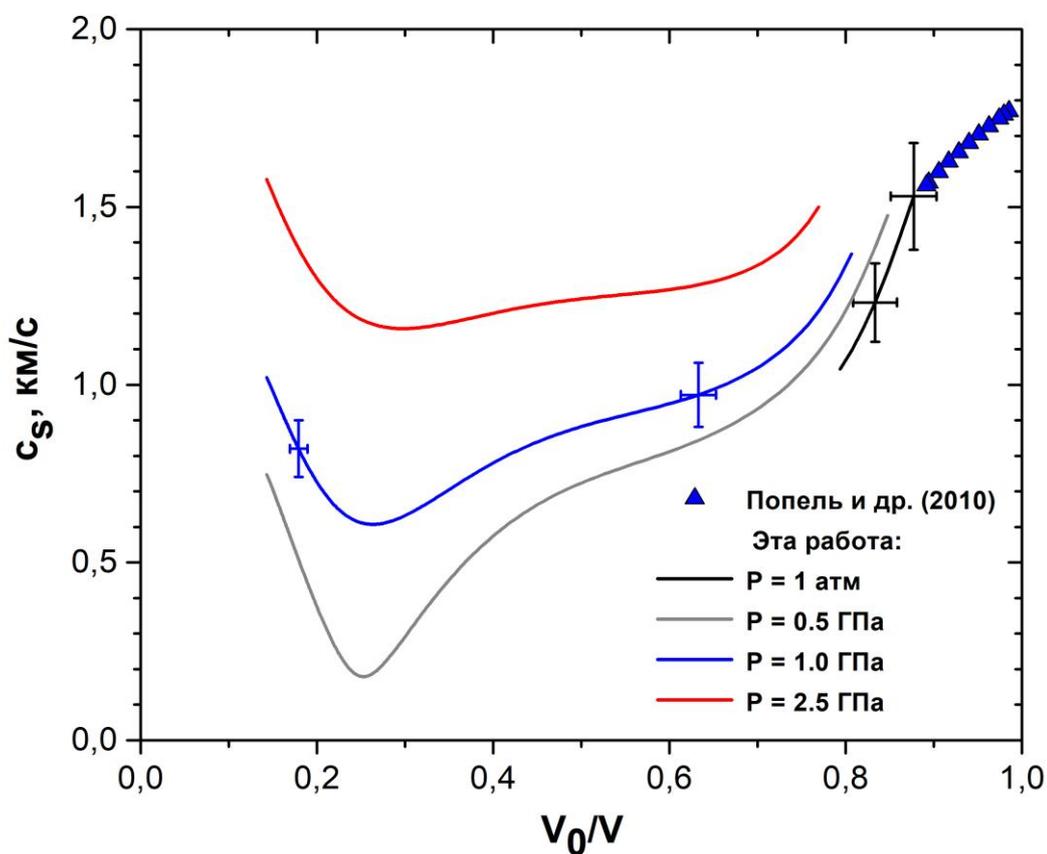


Рисунок 4.4 – Скорость звука СВЭС как функция относительной плотности. Толстые черная, серая, синяя и красная линии являются зависимостями на изобарах $P = 1$ атм, 0,5 ГПа, 1,0 ГПа и 2,5 ГПа соответственно. Эти изобары были получены из уравнения состояния, построенного по методике [76]. Показаны погрешности величин скорости звука и плотности.

Изобара $P = 1$ атм сравнивается с данными прямых измерений [12].

На Рисунке 4.5 показаны измеренные зависимости удельного электросопротивления от удельной энтальпии, а также зависимость на изобаре $P = 1$ атм, полученная по этим данным. Для определения последней использовался тот же метод, который был использован для получения зависимости плотности от удельной энтальпии на изобаре 1 атм. Как видно из этого рисунка, данная изобара согласуется со справочными данными [17,19].

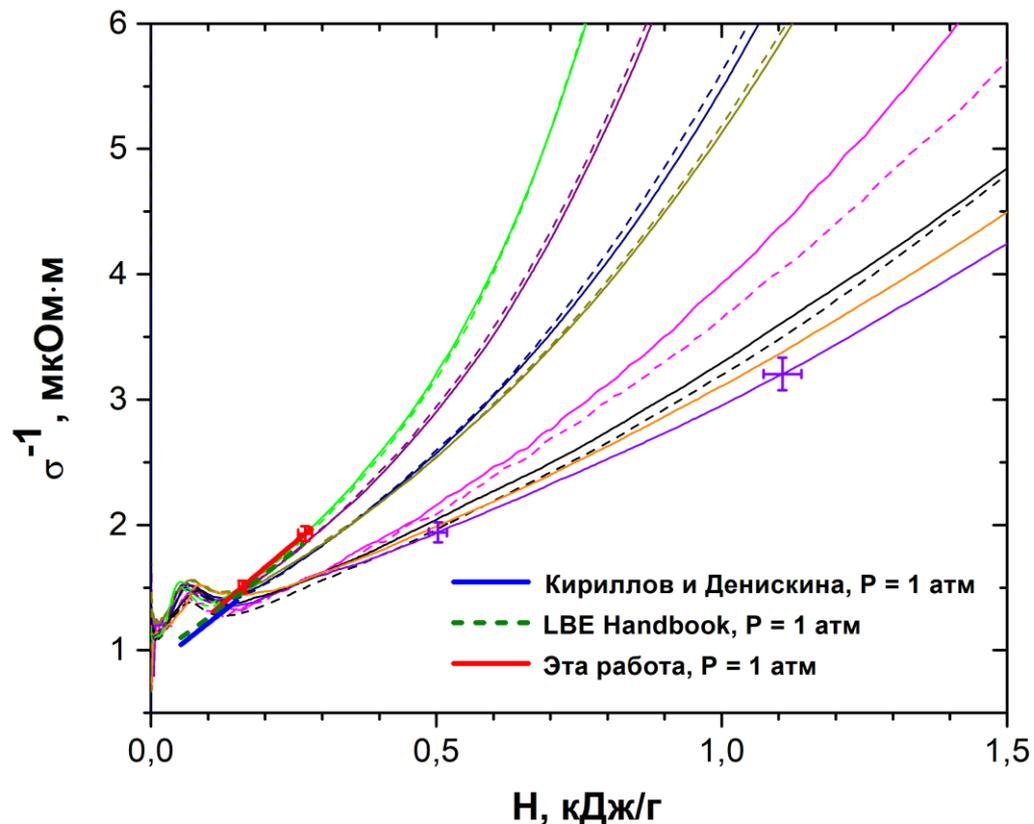


Рисунок 4.5 – Удельное сопротивление СВЭС как функция удельной энтальпии. Тонкие сплошные и штриховые линии — зависимости, полученные в этой работе; толстая красная линия — зависимость на изобаре $P = 1$ атм, определенная по экспериментальным данным настоящей работы; толстая пунктирная зеленая и сплошная синяя линии — литературные данные [17,19]. Показаны погрешности значений удельного сопротивления и энтальпии для изобары $P = 1$ атм и эксперимента с максимальным давлением. Погрешность измерения удельного электросопротивления не превышает 5%.

Из Рисунка 4.5 видно, что на зависимости сопротивления от удельной энтальпии имеется максимум вблизи области плавления в диапазоне $H < 0,13$ кДж/г. Также видно, что сопротивление при нормальных условиях, измеренное в динамических экспериментах, с точностью до разброса

согласуется с результатами наших статических измерений, представленными выше в этой главе. Погрешность измерений сопротивления для указанного выше диапазона энтальпии, поэтому, оказывается порядка разброса, что меньше, чем разница между нашими измерениями и литературными данными. Следовательно, наличие максимума обусловлено свойствами сплава, и не связано с погрешностью измерений. Анализ показал, что этот максимум является эффектом давления, которое в наших экспериментах монотонно увеличивалось с увеличением энтальпии в этом диапазоне.

На Рисунке 4.6 приводятся измеренные нами зависимости удельного сопротивления СВЭС от относительного объема. Видно, что, как и для свинца (см. Главу 3), все измеренные зависимости пересекаются в одной точке при значении относительного объема $V/V_0 = 2.4 \pm 0.1$. При значениях относительного объема $V/V_0 < 2.4$ удельное сопротивление СВЭС на изохорах растет с увеличением давления, т. е. производная $(\partial\sigma^{-1}/\partial P)_V > 0$, и, следовательно, температурный коэффициент сопротивления η положителен. При значениях относительного объема $V/V_0 > 2.4$ этот коэффициент становится отрицательным и быстро возрастает по абсолютной величине при увеличении объема. Смена знака температурного коэффициента сопротивления от положительного к отрицательному значению, которая происходит при понижении плотности, означает, что металл находится вблизи перехода в диэлектрическое состояние. Также это означает, что есть определенное значение плотности, при котором $\eta = 0$.

В работе [80] показано, что на основании полученных в экспериментальных данных, можно определить параметры критической точки СВЭС. Так, критическая плотность СВЭС оказалась равной $\rho_c = 2.7 \pm 0.15 \text{ г/см}^{-3}$, критическое давление $P_c > 0.45 \pm 0.05 \text{ ГПа}$, а внутренняя энергия в критической точке равна $E_c = 0.95 \pm 0.3 \text{ кДж/г}$. Кроме того, в [80] дана физическая интерпретация поведения СВЭС вблизи перехода металл-неметалл.

Экспериментальные данные для СВЭС по зависимостям давления, удельной внутренней энергии и удельного электросопротивления от относительного объема (с указанием суммарных относительных неопределенностей этих величин) представлены в виде таблицы в Приложении Б.

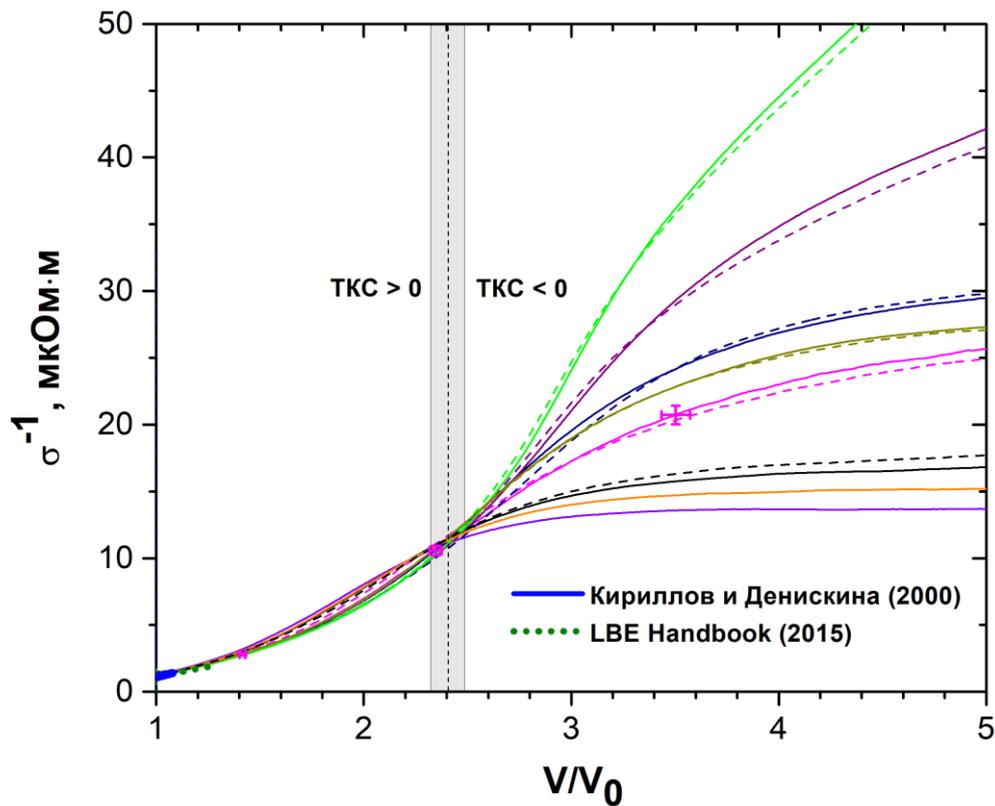


Рисунок 4.6 – Удельное сопротивление СВЭС как функция относительного объема. Сплошные и штриховые линии — зависимости, полученные в этой работе; короткие отрезки толстой синей и пунктирной оливковой линий вблизи нормального значения объема — справочные данные [17,19]. Показаны погрешности измерений. Вертикальная пунктирная линия указывает значение относительного объема, при котором ТКС проходит через ноль, а затененная область — погрешность определения этой величины. Погрешность измерения удельного сопротивления не превышает 5%.

4.2. Проверка квазистатичности процесса нагрева образцов СВЭС в динамических экспериментах

В Главе 3 было указано, что нагрев образца в наших экспериментах представляет собой квазистатический процесс, в котором исследуемое вещество переходит из нормального состояния в состояние с высокими значениями давления и энтальпии. Так как требование квазистатичности процессов, реализуемых в наших экспериментах, лежит в основе используемой экспериментальной методики, то кроме оценок, которые были даны в Главе 2, важно получить

прямое экспериментальное подтверждение этих оценок для определенных образцов и определенной серии экспериментов.

Как известно, состояние однокомпонентной термодинамической системы определяется какими-либо двумя параметрами, и не зависит от пути, по которому система в это состояние пришла. Поэтому, если в наших экспериментах реализовать такие процессы нагрева, которые различными путями переведут исследуемое вещество в одну и ту же точку на плоскости, к примеру, $P-V$, то в этой точке, в случае если эти процессы квазистатические, должны быть одинаковы все остальные параметры состояния и теплофизические свойства.

Для демонстрации того факта, что в наших экспериментах реализуются именно такие процессы, на Рисунке 4.7 представлены процессы нагрева образцов из СВЭС в координатах $P-V$, $H-V$ и σ^l-V . Показаны две пары экспериментов, для каждой из которых начальные параметры были близки. На Рисунке 4.7 (а) красным кружком отмечено состояние **A** со значением относительного объема $V/V_0 \approx 8$, которое достигалось различными путями (в разных экспериментах). Вертикальные пунктирные линии указывают диапазон значений относительного объема для этого состояния с учетом погрешности измерений. Зависимости удельной энтальпии как функции относительного объема для этих экспериментов представлены на Рисунке 4.7 (б). Диапазон значений энтальпии с учетом погрешностей указывают две горизонтальные штриховые линии. Видно, что значения энтальпии в состоянии **A** для всех четырех экспериментов согласуются друг с другом в пределах погрешности. Измеренные зависимости удельного сопротивления от относительного объема для этих же экспериментов представлены на Рисунке 4.7 (в). Диапазон значений удельного сопротивления с учетом погрешностей указывают две горизонтальные штриховые линии. Как видно из этого рисунка, для состояния **A** значения удельного сопротивления и энтальпии, находятся в пределах погрешности измерений. Таким образом, значения удельного сопротивления и удельной энтальпии в этом состоянии не зависят от процесса перехода из начального состояния, т. е. процесс нагрева образца является квазистатическим и при значениях относительного объема $V/V_0 = 8$.

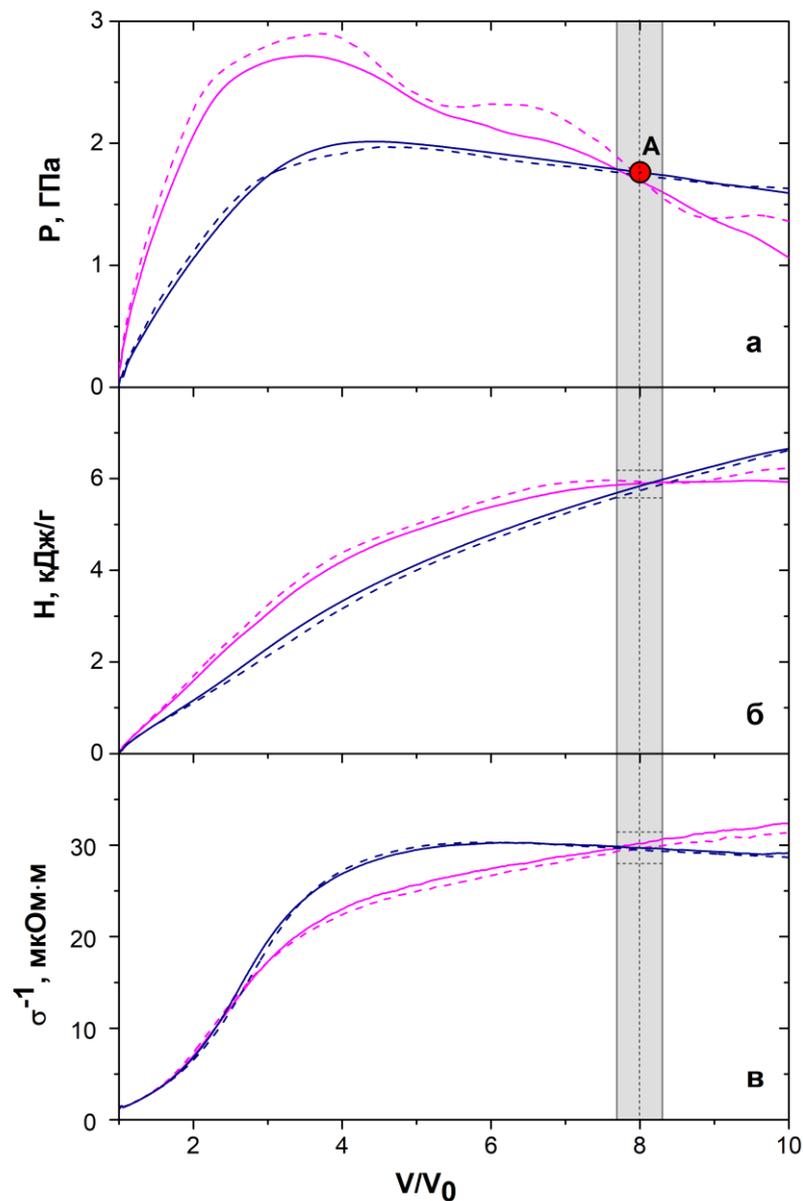


Рисунок 4.7 – Процессы нагрева образцов СВЭС в четырех экспериментах этой работы на плоскости давление-относительный объем (а). Зависимости удельной энтальпии (б) и удельного сопротивления (в) от относительного объема для этих же экспериментов. Красный кружок показывает состояние, переход в которое происходил по различным путям.

Отметим, что непосредственная проверка квазистатичности процесса нагрева образцов вольфрама для определенной серии динамических экспериментов таким же образом проводилась в работе [69], а для образцов алюминия - в работе [65], а затем в работе [84]. В работе [85] такая проверка проводилась путем сравнения результатов измерений, выполненных в нашей лаборатории, с измерениями, выполненными в экспериментах по электровзрыву проволок в воде.

4.3. Выводы по Главе 4

Впервые получены экспериментальные данные по теплофизическим свойствам жидкого СВЭС, а также СВЭС в сверхкритической области состояний в интервале давлений 0,4–5 ГПа и значений относительного объема $V/V_0 = 1-8$. В этой области получены зависимости энтальпии и удельного электросопротивления от давления и плотности. Полученные данные хорошо согласуются с литературными данными, которые имеются только при давлении 1 атм. Как и для свинца, для СВЭС обнаружен эффект, заключающийся в смене знака изохорического температурного коэффициента сопротивления при определенном значении относительного объема, но для СВЭС это значение равно $V/V_0 = 2.4 \pm 0.1$. На основе полученных экспериментальных данных построена зависимость коэффициента Грюнайзена от относительного объема в интервале $V/V_0 = 1-8$. Эта зависимость хорошо согласуется с имеющимися литературными данными. Так как область параметров состояния, при которых проводились эксперименты весьма широка и в ней отсутствуют другие экспериментальные данные, необходимо было убедиться в квазистатичности процессов, реализуемых в экспериментах, так как квазистатичность экспериментов лежит в основе используемой экспериментальной методики. Это было сделано путем реализации в нескольких экспериментах процессов нагрева, идущих на плоскости $P-V$ разными путями, пересекающимися на этой плоскости в одной точке при определенных значениях давления и относительного объема. Оказалось, что в этой точке другие параметры состояния, а именно удельная энтальпия и удельное электросопротивление, в пределах экспериментальной погрешности также совпадают, что является свидетельством квазистатичности этих процессов. Результаты, представленные в Главе 4, опубликованы в работе [80].

Глава 5. Результаты по исследованию графита и жидкого углерода

5.1. Измерение термодинамических свойств и удельного электросопротивления графита и жидкого углерода

Графит является уникальным высокотемпературным конструкционным материалом благодаря высокой температуре плавления и сравнительно низким значениям коэффициента Грюнайзена и плотности. Этот материал используется, в частности, для строительства ядерных реакторов. Поскольку при определенных условиях графит плавится, для оценки механической и термической устойчивости конструкций также необходимы данные о теплофизических свойствах жидкого углерода. Эти данные могут также потребоваться для оптимизации процессов выращивания алмаза из графита, получения аморфного углерода и при лазерной обработке графита. Знание теплофизических свойств жидкого углерода необходимо для построения фазовой диаграммы углерода, что имеет решающее значение для понимания различных физических явлений в геофизике и астрономии [86, 87].

В литературе имеется достаточно много экспериментальных работ, в которых измерялась (или оценивалась) температура плавления графита [24, 30, 39, 42, 47, 52, 88]. Однако до сих пор отсутствуют экспериментальные данные по скачкам энтальпии и удельного электросопротивления при плавлении графита, которые были бы получены в полностью контролируемых условиях, для которых известны и плотность, и давление. Также отсутствуют работы, в которых плотность и удельное электросопротивление были бы измерены для жидкого углерода в условиях, когда термодинамическое состояние исследуемого образца однозначно определено (то есть когда измеряются еще как минимум два параметра состояния).

Следует отметить, что теплофизические свойства углерода в широких диапазонах температур и давлений были широко исследованы с помощью молекулярно-динамического моделирования с использованием методов *ab initio* [89, 90], а также эмпирических межатомных потенциалов [91]. При этом результаты, полученные в этих исследованиях, зачастую плохо согласуются между собой.

Так как экспериментальная методика, как было показано в предыдущих главах этой работы, позволяет измерять зависимости энтальпии и удельного электросопротивления от плотности и

давления, было решено применить ее для измерения этих величин для графита и жидкого углерода. В результате нам удалось впервые измерить значения энтальпии и удельного электросопротивления графита и жидкого углерода на кривой плавления при определенных значениях плотности и давления [92, 93].

Для изготовления образцов был выбран квазиоднокристаллический пиролитический графит, что позволило избежать проблем с неоднородностью нагрева, которые наблюдались в [52]. К тому же электросопротивление такого графита вдоль базисной плоскости близко к значениям, характерным для металлов, что позволяет эффективно нагревать такой графит в имеющейся экспериментальной установке. Мы использовали графит марки HOPG (высокоориентированный пиролитический графит, аналог УПВ-1Т). Этот графит имел чистоту 99,999% (по массе), нормальную плотность $2,26 \text{ г/см}^{-3}$ и нормальное удельное электросопротивление вдоль базисных плоскостей $44 \text{ мкОм}\cdot\text{см}$. Графитовые пластины толщиной 20–40 мкм приобретались в ООО «Атомграф АГ» (фирма на базе НИИГрафит). Также в некоторых экспериментах из работ [92, 93] использовался графит марки HAPG (highly annealed pyrolytic graphite) того же производителя, основные свойства которого практически совпадают с таковыми у графита марки HOPG. В дальнейшем, при проведении экспериментов, оказалось, что использование этих двух марок графита дает идентичные результаты. Из полученных от производителя пластин с помощью установки пикосекундной лазерной резки (ООО «ОптоСистемы», г. Троицк) вырезались отрезки шириной 4,5–5 мм и длиной 17–20 мм, которые использовались для изготовления экспериментальныхборок. Использование пикосекундной лазерной резки позволило избежать появления заусенцев и «распушения» краев образцов, которое неизбежно возникает при механической обработке тонких пластин квазиоднокристаллического графита. Это, в свою очередь, позволило выдержать необходимую взаимную плоскопараллельность элементов экспериментальной сборки при их склейке. На Рисунке 5.1 представлена фотография такой экспериментальной сборки. Толщина отрезков графита, вырезанных пикосекундным лазером, как и в случае металлических фольг, определялась весовым методом (см. раздел 2.3 «Образцы»). Однако из-за относительно низкой плотности графита масса таких отрезков гораздо меньше массы заготовок из фольги, и как правило не превышала 6 мг. Взвешивание такой массы имеющимися у нас весами (A&D GR-202) дает погрешность в диапазоне 2–3 % (в зависимости от образца). Это приводит к увеличению приблизительно на такую же величину погрешностей измерения плотности и удельной энтальпии по сравнению с величинами, приведенными в разделе 2.5 «Погрешности измерений», так как там расчет погрешности проводился для образца из фольги СВЭС.

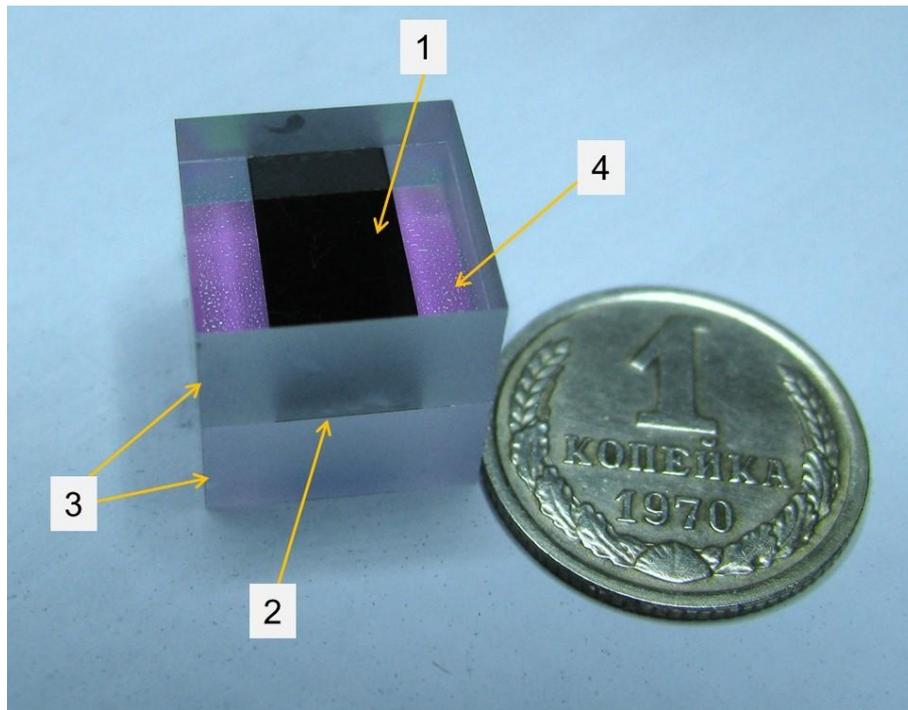


Рисунок 5.1 – Фотография экспериментальной сборки. 1 – образец из графита марки НОРГ, 2 – торец образца, 3 – сапфировые пластины, 4 – диэлектрическое зеркало, нанесенное на поверхность нижней пластины, контактирующую с образцом (дает фиолетовый оттенок). В качестве масштаба использована монета номиналом 1 коп.

В работах [92, 93] были проведены прямые измерения зависимостей электросопротивления и относительного объема от энтальпии и давления для графита и жидкого углерода. Температура в этих работах не измерялась. В этих работах представлены результаты 6 экспериментов. Параметры этих экспериментов представлены в Таблице 5.1. Представленные экспериментальные данные были получены для двух групп экспериментов – в первой группе образцы помещались между двумя пластинами из кварцевого стекла, а во второй группе между сапфировыми пластинами. Другие параметры экспериментов для определенной группы (геометрические размеры образца и пластин, зарядное напряжение конденсаторной батареи и т. д.) отличались лишь незначительно. Процессы нагрева образцов в этих экспериментах на плоскости P - V показаны на Рисунке 5.2. Из этого рисунка видно, что во второй группе экспериментов давление было значительно выше, чем в первой группе. Это связано с тем, что в первой группе в качестве оконного материала использовалось кварцевое стекло, а во второй сапфир, обладающий большим акустическим импедансом (произведением плотности на скорость звука). Так, в акустическом приближении давление P , создаваемое образцом, равно произведению акустического импеданса пластины оконного материала на скорость движения поверхности образца $P = \rho_0 c_0 v$, где ρ_0 и c_0 – плотность материала пластины и скорость звука в ней

соответственно, v – скорость движения поверхности образца. Пренебрегая для оценки зависимость коэффициента теплового расширения от давления, и учитывая, что параметры рассматриваемых экспериментов были достаточно близки (Таблица 5.1), можно показать, что мощность тепловыделения и, следовательно, скорость теплового расширения образцов должна быть с оценочной точностью одинакова. При этом акустический импеданс сапфира превосходит акустический импеданс кварцевого стекла более чем в 3 раза, и, следовательно, давление в рассматриваемых экспериментах с сапфиром действительно должно быть больше, чем давление в экспериментах со стеклом.

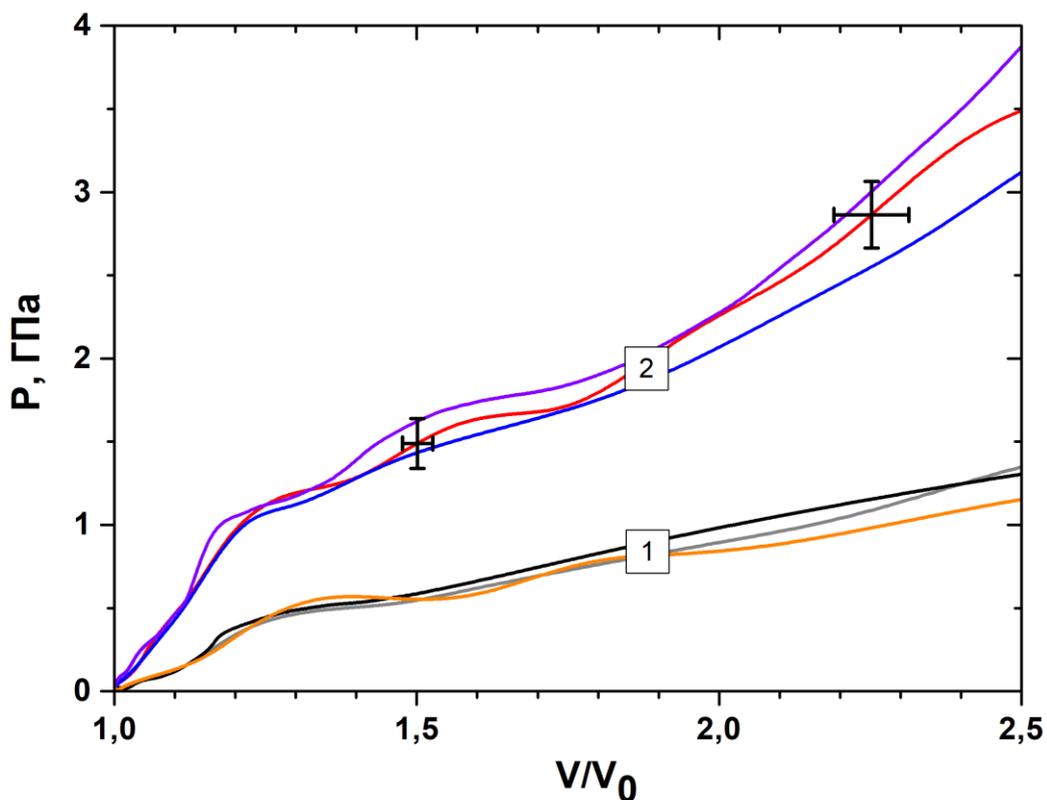


Рисунок 5.2 – Давление как функция относительного объема, измеренного в двух группах (1,2) экспериментов этой работы. Для каждой группы параметры экспериментов были почти идентичны. Показаны погрешности измерений. Погрешность измерения объема была не более 6%, а погрешность измерения давления была в пределах 5–7% в зависимости от эксперимента.

Таблица 5.1 – Параметры экспериментов с графитом из работы [93]

№ эксп.	Параметры образцов графита			Параметры пластин			Напряжение, кВ
	марка графита	ширина, мм	толщина, мкм	длина, мм	материал	толщина, мм	
C5i	НАРГ	3,22	18,6	9,96	сапфир	5,04	15,0
C7i	НАРГ	3,18	26,9	9,98	КУ-1	5,05	
C8i	НОРГ	2,97	32,7	9,92	сапфир	5,00	
C9i	НОРГ	2,98	32,9	9,87	КУ-1	5,03	
C12i	НОРГ	2,97	29,9	9,96	сапфир	4,96	
C14i	НОРГ	3,19	31,7	9,86	КУ-1	4,98	

Зависимости удельного сопротивления графита и жидкого углерода от относительного объема, измеренные в этих экспериментах, показаны на Рисунке 5.3. На этом рисунке также показаны значения удельного сопротивления и относительного объема в начале и конце плавления. Эти значения определялись по особенностям на зависимости напряжения на образце U от удельного тепла q , рассеянного в нем, с помощью способа, представленного в [92]. Для каждого эксперимента сначала определялась производная функции $U(q)$ по q , которая имеет разрывы в начале и конце плавления (Рисунок 5.4). Затем зависимость $U(q)$ слева и справа от этих особенностей в некотором диапазоне q аппроксимировалась степенными полиномами, которые экстраполировались к положению особенностей, как показано на Рисунке 5.4. Точки пересечения аппроксимаций дают положение особенностей точнее, чем это можно сделать, исследуя производную $U(q)$. При этом особенностей на зависимости тока от удельного тепла не наблюдается.

Зависимости, показанные на Рисунках 5.2 и 5.3, позволяют определить знак изохорического ТКС для графита и жидкого углерода. Делается это таким же образом, как и для свинца и свинцово-висмутовой эвтектики (см. Главы 3, 4). Оказывается, что в указанном диапазоне давлений ТКС графита положителен, а ТКС жидкого углерода отрицателен.

На Рисунке 5.5 показаны зависимости плотности графита и жидкого углерода от удельной энтальпии для рассматриваемых экспериментов. Пользуясь методикой определения начала и конца плавления, описанной выше, были получены значения удельного объема, энтальпии, давления и удельного сопротивления графита и жидкого углерода на кривой плавления. Эти данные приведены в Таблице 5.2, где все значения получены путем усреднения соответствующих величин, полученных для каждой из двух групп экспериментов, показанных на Рисунках 5.2, 5.3, 5.5.

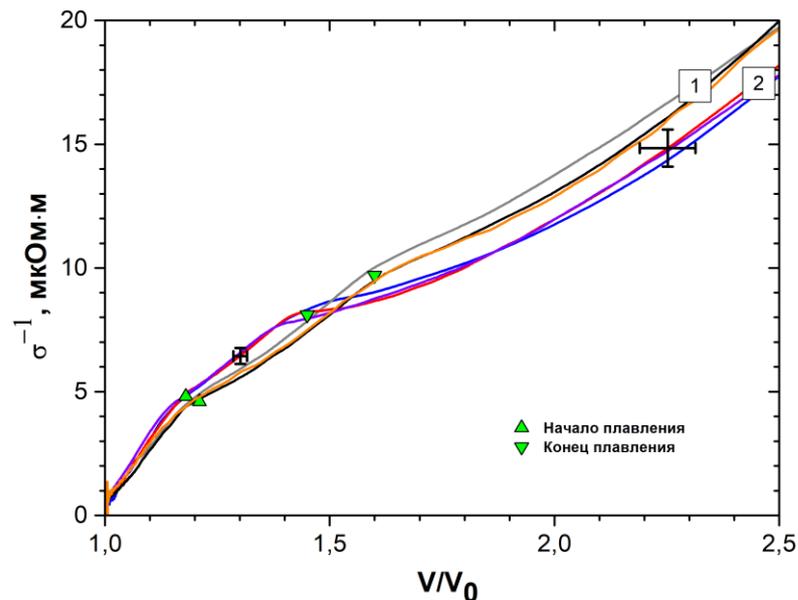


Рисунок 5.3 – Удельное электросопротивление как функция относительного объема, измеренное в двух группах экспериментов этой работы. Значения величин в начале и конце плавления показаны зелеными треугольниками. Показаны погрешности измерений.

Погрешность измерения удельного электросопротивления не превышала 6%.

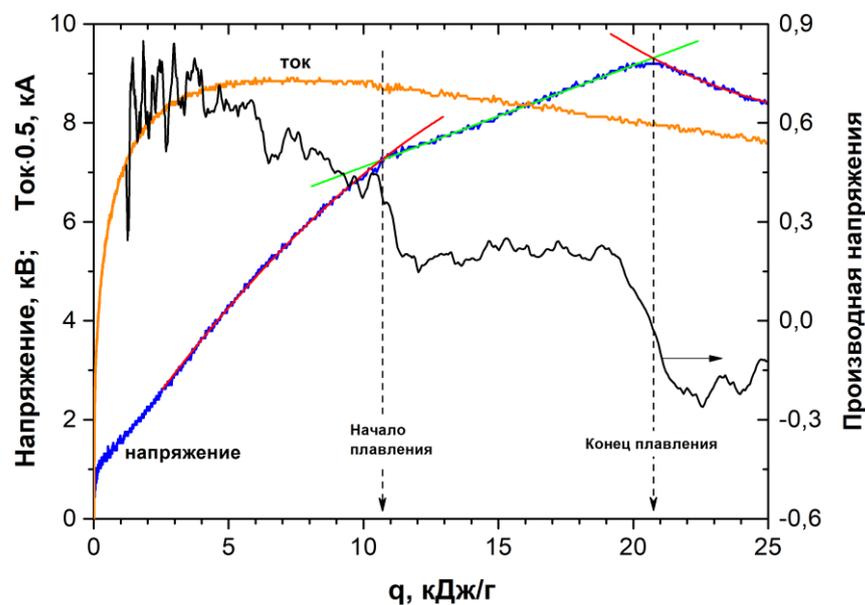


Рисунок 5.4 – Зависимость падения напряжения на образце U от удельного тепла, рассеянного в нем q (синяя линия), и производная функции $U(q)$ по q (черная линия). На зависимости тока, протекающего через образец I , от тепла (оранжевая линия) нет никаких особенностей в начале и конце плавления.

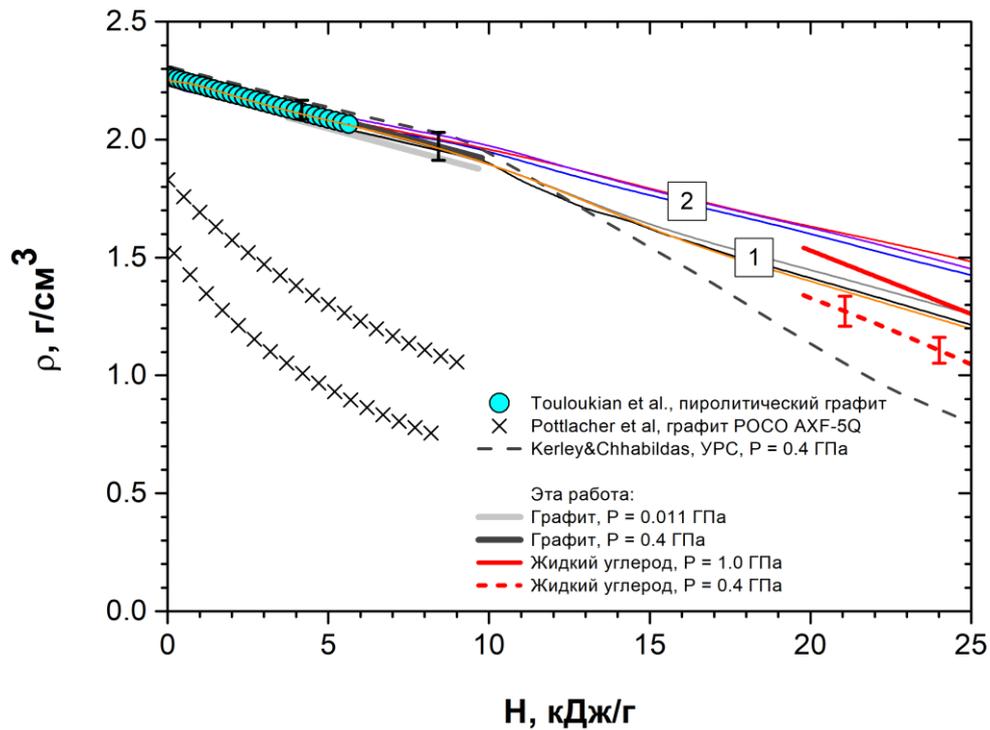


Рисунок 5.5 – Зависимости плотности графита и жидкого углерода от удельной энтальпии, измеренные в данной работе для двух групп экспериментов, и определенные по этим результатам четыре изобары (толстые сплошные линии). Погрешность измерения энтальпии не превышала 7%, а плотности 5%. Также показаны литературные данные: [94] – круги, [52] – кресты и [95] – черная штриховая линия.

Таблица 5.2 – Измеренные в этой работе значения относительного объема V/V_0 , удельной энтальпии H , давления P и удельного сопротивления σ^l графита и жидкого углерода на кривой плавления

V/V_0	P , ГПа	H , кДж/г	σ^l , мкОм·м
Графит			
$1,18 \pm 0,01$	$0,9 \pm 0,2$	$11,3 \pm 0,5$	$4,8 \pm 0,2$
$1,21 \pm 0,01$	$0,4 \pm 0,1$	$11,0 \pm 0,5$	$4,6 \pm 0,2$
Жидкий углерод			
$1,45 \pm 0,02$	$1,4 \pm 0,2$	$22,0 \pm 1,1$	$8,1 \pm 0,5$
$1,60 \pm 0,02$	$0,7 \pm 0,1$	$20,7 \pm 1,0$	$9,7 \pm 0,6$

5.2. Обсуждение интерферометрической методики измерения давления

В литературе имеются работы [51, 96], в которых критикуется методика интерферометрического измерения давления в динамических экспериментах [53], которая также была использована в представленных выше работах. Рассмотрим подробнее в эту критику.

В [51] в разделе 4.4 говорится (нумерация литературных ссылок в приводимых далее цитатах изменена в соответствии со списком литературы к настоящей работе): «Отличие результата [53] (6400 К при давлении 3 кбар) от 4800 К при надежно измеренном газовом давлении 1 кбар в [97] указывает на гораздо большие давления в работе [53]. Различие наблюдается также в заниженных величинах импульсного давления (если температура измерена верно), которые для измеренных температур должны быть порядка нескольких десятков килобар (35–50 кбар)». Отсюда можно понять основную идею авторов [51]: из-за того, что линия плавления графита имеет положительный наклон, завышенная температура плавления в [53] (по сравнению с некоторыми литературными данными) может быть обусловлена относительно высокими величинами давления в экспериментах этой работы (35–50 кбар по мнению авторов [51]). Это, в свою очередь, должно означать, что давление в [53] измерялось с погрешностью порядка 1000% в сторону занижения.

Разберемся для начала откуда появился диапазон давлений 35–50 кбар. Такие величины авторы [51] получили воспользовавшись температурными измерениями для одного из экспериментов работы [42] (Рисунок 5 в [42]), на котором по мнению авторов [51] наблюдается наклонное плато плавления с температурами в начале плавления 5000 К, и в конце плавления 6200 К. Далее, по результатам измерения зависимости температуры плавления графита от давления из работы [28] авторы [51] оценили наклон линии плавления графита как $dP/dT \approx 50$ бар/К. Предполагая, что температура на наклонном плато плавления в рассматриваемом эксперименте [42] растет из-за роста давления в процессе плавления, авторы [51] получили, что к концу плавления (то есть при температуре плавления 6200 К) давление в этом эксперименте может достигать 50 кбар. Поскольку в экспериментах работы [53] плато плавления наблюдается при близких к 6200 К температурах, авторы [51] заключили, что давление в них может достигать величины 50 кбар.

Однако если внимательно взглянуть на зависимость температуры от тепла для эксперимента из работы [42], о котором в [51] идет речь, то наклонного плато плавления читатель на ней не обнаружит. На этой зависимости четко различим лишь излом при величине тепла около 10 кДж/г, но другие особенности на этой зависимости отсутствуют, а сама зависимость достаточно сильно

зашумлена. Следует учесть также условия рассматриваемого эксперимента. В нем образец графита марки УПВ1-Т в форме цилиндра диаметром 0,87 мм помещался внутрь толстостенного капилляра из лейкосапфира с внутренним диаметром 0,97 мм. В процессе нагрева образец увеличивался в объеме и в какой-то момент приходил в контакт со стенками капилляра, но из-за того, что коэффициент теплового расширения графита в направлении перпендикулярном базисной плоскости, и в направлении параллельном ей, отличается почти на 2 порядка [94], заполнение свободного объема образцом происходило неравномерно. Это неизбежно приводило к возникновению неконтролируемых неоднородностей нагрева в таком эксперименте. Кроме того не учитывалось влияние потерь тепла за счет теплопроводности от горячего образца в сапфир на температурные измерения.

Но в работе [42] также представлены эксперименты, у которых имеются хорошо выраженные наклонные плато плавления в интервале температур приблизительно 5500–6000 К (один из этих экспериментов показан на Рисунке 1.9), однако авторы [51] их не рассматривают. Отличие этих экспериментов от эксперимента той же работы, рассмотренного выше, заключается в том, что в них образцы графита прямоугольного сечения (шириной около 0,6–1 мм и толщиной около 0,3 мм) помещались между двумя стеклянными пластинами толщиной 3 мм, а склейка такой сборки производилась с помощью канадского бальзама. Для образцов такого типа в [42] была исследована зависимость полученных плато плавления от размера пятна визирования пирометра. Так, большая часть температурных измерений выполнялись с диаметром пятна визирования 0,5 мм. В эксперименте, где диаметр пятна визирования был уменьшен до 0,25 мм (Рисунок 6 в [42]), было получено практически горизонтальное плато плавления. Если учесть, что поперечные размеры образцов в этой работе не превышали 1 мм, а время нагрева до начала плавления (исходя из Рисунка 6 в [42]) составляло несколько сотен наносекунд, то весьма вероятным представляется то, что наклонные плато плавления возникают из-за неоднородности нагрева образцов, а не из-за роста давления в процессе плавления. При этом в [43], где представлены те же, что и в [42], эксперименты, авторы сами указывают на то, что наклонные плато плавления могут быть вызваны неоднородным нагревом образцов. Также стоит отметить, что в работе [42] давление не измерялось и никакие оценки давления в этой работе не проводились (за исключением указания авторов [42] на то, что давление в их экспериментах может достигать нескольких килобар).

В связи с указанными выше обстоятельствами утверждения [51] о росте давления в экспериментах [42] на 50 кбар при плавлении, а также то, что такой рост давления приводит к росту температуры плавления на величину порядка 1000 К, представляются недостаточно обоснованными.

В качестве другого аргумента, призванного продемонстрировать что в экспериментах [53] давление при плавлении могло достигать 40–50 кбар, авторы [42] ссылаются на работу Банди [22], в которой была получена зависимость джоулева тепла, подведенного к образцам графита к моменту начала плавления от давления. В [51] указано: «Напомним, что Банди получил [22] для начала плавления графита введенную энергию $E = 13,2 \text{ кДж г}^{-1}$ при давлении 48 кбар!». Такое же утверждение присутствует и в работе [96]. Тут стоит отметить, что величина, называемая введенной энергией, фактически является удельным джоулевым теплом. Далее, по зависимостям температуры от энтальпии из работы [53] авторы [51] определяют энтальпию начала плавления для экспериментов [53], и получают значения в диапазоне 13–15 кДж/г. Из-за совпадения указанных величин в работах [22] и [53], авторы [51] делают заключение о том, что давление в [53] может достигать величин порядка 40–50 кбар.

Однако если обратиться непосредственно к работе [22], то в ней мы обнаружим Рисунок 9, на котором представлен основной результат этой работы. Этот результат представляет собой зависимость удельного тепла, которое необходимо подвести к образцам графита чтобы достигнуть линии плавления. Так как нагрев образцов до линии плавления в экспериментах [22] происходил за единицы миллисекунд, сам автор [22] указывает на необходимость внесения поправки на теплопотери, которая может составлять десятки процентов. На Рисунке 9 в [22] показана зависимость, для которой учтены эти теплопотери, и в соответствии с ней величина тепла при давлении 48 кбар составляет около 9 кДж/г, но никак не 13,2 кДж/г, о чем говорят авторы [51]. Судя по всему, авторы [51] взяли значение 13,2 кДж/г из вспомогательного Рисунка 4 [22], на котором приведены зависимости сопротивления образцов спектроскопического графита, помещенных в ячейки из нитрида бора, от выделившегося в них джоулева тепла при различных начальных напряжениях на батарее конденсаторов. Но на этом рисунке тепло дается без учета теплопотерь. Ввиду указанной неточности аргументация авторов [51] не представляется обоснованной.

Разберем теперь критические соображения авторов [51,96] относительно методики измерения давления в [53]. В [51] авторы пишут: «Давление в [53] непосредственно не измерялось, а рассчитывалось». Однако это неверное утверждение. Давление в [53] именно измерялось, поскольку существует процедура, которая однозначно преобразует временную зависимость сигнала интерферометра, полученную экспериментально, во временную зависимость давления в образце. Эта процедура была описана в [63,73,93], а также она достаточно подробно представлена в настоящей работе. Эта процедура физически обоснована и для нее можно указать основные источники погрешности, что позволяет рассчитать величину

погрешности давления в экспериментах [53]. Такой расчет погрешности приведен в настоящей работе.

Также в работах [51, 96] авторы сомневаются в одномерности теплового расширения образцов в [53]. В [96] авторы, основываясь на некоторых рассуждениях, не приводя никаких количественных оценок, полагают, что давление на периферии образцов в экспериментах [53] было на порядок выше, чем в центральной части, для которой измерялось тепловое расширение. Также в [96] указано: «It seems that the main reason for the shift of the melting line of graphite in [53] is the error in the measurement of pressure associated with the assumption that the expansion of the graphite sample is one-dimensional».

Для того, чтобы убедиться в одномерности теплового расширения образцов в наших экспериментах был создан двухканальный интерферометр. Он позволил проводить измерения теплового расширения образцов на двух участках их поверхности, которые удалены друг от друга на расстояние 2–3 мм. Этот интерферометр был использован в значительном количестве экспериментов со свинцом и СВЭС, которые вошли в настоящую работу. Для демонстрации в Разделе 2.4 приводятся результаты измерения теплового расширения для одного из экспериментов со свинцом, выполненные с помощью этого интерферометра. Этот же двухканальный интерферометр был использован в экспериментах [54], где исследовались свойства графита и жидкого углерода вблизи линии плавления. Такие измерения показали, что временные зависимости смещения поверхности образца на двух участках его поверхности, которые удалены друг от друга на расстояние 2–3 мм, одинаковы в пределах погрешности измерений ~3%. Это является прямым экспериментальным доказательством одномерности теплового расширения образцов графита, а также означает, что одинаковы и давления в центральной части образца и на его периферии.

Следует еще раз отметить, что в Разделе 3.2 было показано, что для интервала давлений 0,5–3,4 ГПа и значений удельного объема $V/V_0 = 1,3–6,5$ в наших измерениях отсутствуют систематические погрешности, которые бы превышали величины приводимых нами погрешностей измерений, в том числе и для давления.

5.4. Выводы по Главе 5

В настоящей работе впервые для графита и жидкого углерода были проведены эксперименты, в которых измерялся набор величин, полностью характеризующий термодинамическое состояние образца. Такие измерения дают возможность однозначно судить о скачках теплофизических величин при плавлении и о знаке ТКС. В результате были получены экспериментальные данные по теплофизическим свойствам графита и жидкого углерода для относительно широкого интервала плотностей (от нормальной плотности, до плотности в 2,5 раз ниже) и давлений (0,4–3 ГПа). Впервые проведены эксперименты, в которых были измерены величины скачков относительного объема, удельной энтальпии и удельного электросопротивления графита при плавлении (Таблица 5.2) для интервала давлений 0,5–1,5 ГПа. Проведенные измерения позволили установить, что в исследованной области состояний изохорический температурный коэффициент сопротивления графита имеет положительный знак, а жидкого углерода – отрицательный. Результаты, представленные в Главе 5, опубликованы в работах [92, 93].

Заключение

В работе подробно описана динамическая экспериментальная методика, позволяющая изучать теплофизические свойства флюидов металлов и других проводящих веществ, например графита, в области состояний на плоскости P – V недоступной в настоящее время для других экспериментальных методик. Для реализации этой методики автором была создана экспериментальная электроимпульсная установка «У-2», конструкция и принцип работы которой представлены в настоящей работе.

На этой установке были получены экспериментальные данные по зависимости удельной энтальпии и удельного электросопротивления свинца от давления и относительного объема для интервала давлений 0,4–4,5 ГПа и интервала значений относительного объема $V/V_0 = 1$ –18. Такие же зависимости были получены для СВЭС для интервала давлений 0,4–5 ГПа и интервала значений относительного объема $V/V_0 = 1$ –8.

На полученных зависимостях удельного электросопротивления свинца и СВЭС от относительного объема была обнаружена особенность, которая заключается в том, что изохорический температурный коэффициент сопротивления этих веществ меняет знак с положительного на отрицательный с ростом объема, причем происходит это определенном значении относительного объема. Для свинца это значение оказалось равным $2,7 \pm 0,1$, а для СВЭС $2,4 \pm 0,1$.

Также были проведены эксперименты по исследованию теплофизических свойств графита и жидкого углерода, в которых измерялся набор величин, полностью характеризующий термодинамическое состояние образца. В результате были получены экспериментальные данные по теплофизическим свойствам графита и жидкого углерода для относительно широкого интервала плотностей (от нормальной плотности, до плотности в 2,5 раз ниже) и давлений (0,4–3 ГПа). Для этих экспериментов были получены скачки значений относительного объема, удельной энтальпии и удельного электросопротивления графита и жидкого углерода на линии плавления в диапазоне давлений 0,5–1,5 ГПа. Проведенные измерения позволили установить, что в исследованной области состояний изохорический температурный коэффициент сопротивления графита имеет положительный знак, а жидкого углерода – отрицательный.

Поскольку практически во всей исследованной в этой работе области состояний отсутствуют другие экспериментальные данные, с которыми можно было бы провести сравнение полученных результатов, возникает вопрос об их достоверности. По этой причине была проведена тщательная работа по оценке погрешности выполненных измерений, которая показала,

что для большинства величин она не превышает 5%. Для того, чтобы удостовериться в отсутствии неучтенной систематической погрешности была разработана и реализована экспериментальная методика генерации и измерения скорости слабых ударных волн в экспериментах со взрывающимися фольгами. Сравнение величин скорости слабых ударных волн, полученных экспериментально с помощью этой методики, и вычисленных по УРС, построенному на основе наших же экспериментальных данных, показало согласие в пределах экспериментальной погрешности. Это подтверждает отсутствие систематической погрешности, превышающей полученные оценки величин погрешностей измерения теплофизических свойств.

Экспериментальные данные, полученные в настоящей работе для свинца и СВЭС, могут использоваться для верификации результатов, полученных с помощью компьютерного моделирования, для проверки и корректировки таких моделей. Также они могут стать основой для теоретического описания свойств металлов в сверхкритической области, построения теории неидеальной плазмы и выяснения механизма перехода металл-неметалл. Кроме того, полученные данные могут быть использованы в областях промышленности, где используются эти вещества, например, в атомной энергетике.

Результаты измерений теплофизических свойств графита и жидкого углерода также могут найти применение в различных областях. В атомной промышленности они актуальны, поскольку графит применяется в качестве конструкционного материала. В аэрокосмической сфере эти данные полезны при создании сверхзвуковых летательных аппаратов, где углерод используется для производства сопел. Кроме того, полученные результаты могут способствовать оптимизации ряда технологических процессов, включая синтез алмазов из графита, производство аморфного углерода и лазерную обработку графитовых материалов.

Список сокращений и условных обозначений

t – время

m – масса

T – температура

P – давление

V – удельный объем

V/V_0 – относительный объем (V_0 – удельный объем при нормальных условиях)

ρ – плотность

E – удельная внутренняя энергия

H – удельная энтальпия

q – удельное тепло

A – удельная работа

Γ – коэффициент Грюнайзена

U – падение напряжения

I – ток

R – электросопротивление

σ – проводимость

σ^{-1} – удельное электросопротивление

v – скорость

h – толщина фольги

СВЭС – свинцово-висмутовый эвтектический сплав

УрС – уравнение состояния

Список литературы

1. Froberg, M. G. Thirty years of levitation melting calorimetry – a balance / M. G. Froberg // *Thermochimica Acta*. — 1999. — Vol. 337. — P. 7–17.
2. Rhim, W. K. Noncontact technique for measuring surface tension and viscosity of molten materials using high temperature electrostatic levitation / W. K. Rhim, K. Ohsaka, P. F. Paradis, R. E. Spjut // *Review of Scientific Instruments*. — 1999. — Vol. 70. — P. 2796–2801.
3. Ishikawa, T. Non-contact thermophysical property measurements of refractory metals using an electrostatic levitator / T. Ishikawa, P.-F. Paradis, T. Itami, Sh. Yoda // *Measurement Science and Technology*. — 2005. — Vol. 16. — P. 443–451.
4. Gathers, G. R. Dynamic methods for investigating thermophysical properties of matter at very high temperatures and pressures / G. R. Gathers // *Reports on Progress in Physics*. — 1986. — Vol. 49. — P. 341–396.
5. Hodgson, W. M. Equation of State and Transport Measurements on Expanded Liquid Metals up to 8000 K and 0,4 GPa: Dissertation / W. M. Hodgson. — Berkeley, CA: University of California, 1978. — Report UCRL-52493.
6. Hixson, R. S. Sound velocity measurements in liquid lead at high temperature and pressure / R. S. Hixson, M. A. Winkler, J. W. Shaner // *Physica B+C*. — 1986. — Vol. 139–140. — P. 893–896.
7. Hixson, R. S. Sound speed in liquid lead at high temperatures / R. S. Hixson, M. A. Winkler, J. W. Shaner // *International Journal of Thermophysics*. — 1986. — Vol. 7. — P. 161–165.
8. Gathers, G. R. Measurement of sound velocity in liquid metals / G. R. Gathers. — California Univ., Livermore (USA): Lawrence Livermore Lab., 1979. — UCID-18171.
9. Pottlacher, G. Measurement of Thermophysical Properties of Lead by a Submicrosecond Pulse-Heating Method in the Range 2000–5000 K / G. Pottlacher, H. Jager // *International Journal of Thermophysics*. — 1990. — Vol. 11. — P. 719–729.
10. Gallob, R. A submicrosecond pulse heating system for the investigation of thermophysical properties of metals at high temperatures / R. Gallob, H. Jager, G. Pottlacher // *International Journal of Thermophysics*. — 1986. — Vol. 7. — P. 139–147.

11. Станкус, С. В. Плотность свинца в твёрдой и жидкой фазах при температурах 300–1800 К / С. В. Станкус, Р. А. Хайрулин, А. Г. Мозговой, В. В. Рощупкин, М. А. Покрасин // Перспективные материалы. — 2004. — № 6. — С. 30–36.
12. Попель, П. С. Экспериментальное исследование скорости звука в расплавленных свинце, висмуте и их взаимном эвтектическом сплаве при высоких температурах / П. С. Попель, Д. А. Ягодин, А. Г. Мозговой, М. А. Покрасин // Теплофизика высоких температур. — 2010. — Т. 48, № 2. — С. 198–205.
13. ГСССД 229 – 2007. Плотность свинца, висмута и их эвтектического сплава в конденсированном состоянии в диапазоне температур 273,15...1500 К. — М., 2007. — 39 с. — Деп. в ГНМЦ «ССД» 13.12.2007, N 833–07 кк.
14. ГСССД 232 – 2008. Коэффициент объёмного термического расширения свинца, висмута и их эвтектического сплава в конденсированном состоянии в диапазоне температур 273,15...1500 К. — М., 2008. — 16 с. — Деп. в ГНМЦ «ССД» 25.12.2008, N 838 – 2008 кк.
15. ГСССД 236 – 2009. Скорость звука в жидких свинце, висмуте и их эвтектическом сплаве в диапазоне от температуры плавления до 1300 К. — М., 2009. — 32 с. — Деп. в ГНМЦ «ССД» 26.03.2009, N 842 – 2009 кк.
16. Станкус, С. В. Плотность жидкометаллического теплоносителя на основе свинец-висмутовой эвтектики при высоких температурах / С. В. Станкус, Р. А. Хайрулин, А. Г. Мозговой, В. В. Рощупкин, М. А. Покрасин // Теплофизика высоких температур. — 2006. — Т. 44, № 2. — С. 307–310.
17. Кириллов, П. Л. Теплофизические свойства жидкометаллических теплоносителей / П. Л. Кириллов, Н. Б. Денискина. — М.: ЦНИИАтоминформ, 2000. — ФЭИ-0291.
18. Sobolev, V. P. Thermodynamic properties and equation of state of liquid lead and lead–bismuth eutectic / V. P. Sobolev, P. Schuurmansa, G. Benamati // Journal of Nuclear Materials. – 2008. – Vol. 376. – P. 358–362.
19. Sobolev, V. P. Handbook on Lead–Bismuth Eutectic Alloy and Lead Properties Materials Compatibility, Thermal-Hydraulics and Technologies / V. P. Sobolev, A. Gessi (eds.). — Paris: NEA/OECD, 2015. – Ch. 2.
20. Savvatimskiy, A. I. Measurements of the melting point of graphite and the properties of liquid carbon (a review for 1963–2003) / A. I. Savvatimskiy // Carbon. — 2005. — Vol. 43. — P. 1115–1142.
21. Savvatimskiy, A. I. Carbon at High Temperatures / A. I. Savvatimskiy. — Cham: Springer, 2015.

22. Bundy, F. P. Melting of graphite at very high pressure / F. P. Bundy // *Journal of Chemical Physics*. — 1963. — Vol. 38. — P. 618–630.
23. Togaya, M. Melting of graphite / M. Togaya, S. Sugiyama, E. Mizuhara // *AIP Conference Proceedings*. — 1994. — Vol. 309. — P. 255–258.
24. Togaya, M. Pressure dependences of the melting temperature of graphite and the electrical resistivity of liquid carbon / M. Togaya // *Physical Review Letters*. — 1997. — Vol. 79. — P. 2474.
25. Togaya, M. Electrical property changes of liquid carbon under high pressures / M. Togaya // *Journal of Physics: Conference Series*. — 2010. — Vol. 215. — Art. 012081.
26. Шейндлин, М. А. Экспериментальное исследование термодинамических свойств графита в окрестности точки плавления / М. А. Шейндлин, В. Н. Сенченко // *Доклады Академии наук СССР*. — 1988. — Т. 298, № 6. — С. 1383–1386.
27. Фатеева, Н. С. Оптический метод определения температуры плавления графита в зависимости от давления до 3000 атм / Н. С. Фатеева, Л. Ф. Верещагин, В. С. Колотыгин // *Доклады Академии наук СССР*. — 1963. — Т. 152, № 1. — С. 88–91.
28. Фатеева, Н. С. Оптический метод определения температуры плавления графита в зависимости от давления от 40 000 атм / Н. С. Фатеева, Л. Ф. Верещагин, В. С. Колотыгин // *Доклады Академии наук СССР*. — 1963. — Т. 152, № 2. — С. 317–319.
29. Верещагин, Л. Ф. Кривые плавления графита, вольфрама и платины до 60 кбар / Л. Ф. Верещагин, Н. С. Фатеева // *Журнал экспериментальной и теоретической физики*. — 1968. — Т. 55, № 4. — С. 1145–1152.
30. Фатеева, Н. С. К вопросу о кривой плавления графита до 90 кбар / Н. С. Фатеева, Л. Ф. Верещагин // *Письма в Журнал экспериментальной и теоретической физики*. — 1971. — Т. 13. — С. 157–159.
31. Бучнев, Л. М. Исследование энтальпии углеродов в интервале 500–3250° К / Л. М. Бучнев, В. И. Волга, Б. К. Дымов, Н. В. Маркелов // *Теплофизика высоких температур*. — 1973. — Т. 11, № 6. — С. 1198–1202.
32. Бучнев, Л. М. Экспериментальное исследование квазинокристалла графита и стеклоуглерода в интервале температур 2890–3818 К / Л. М. Бучнев, А. Н. Смыслов, И. А. Дмитриев и др. // *Доклады Академии наук*. — 1984. — Т. 278, № 5. — С. 1109–1111.
33. Бучнев, Л. М. Экспериментальное исследование энтальпии квазинокристалла графита и стеклоуглерода в интервале температур 300–3800 К / Л. М. Бучнев, А. И. Смыслов, И.

- А. Дмитриев, А. Ф. Кутейников, В. И. Костиков // Теплофизика высоких температур. — 1987. — Т. 25, № 6. — С. 1120–1125.
34. ГСССД 25–90. Графит квазиоднокристаллический УПВ-1Т. Изобарная теплоемкость, энтальпия и энтропия в диапазоне температур 298,15...4000 К. — М.: Издательство стандартов, 1991. — 12 с.
35. Лебедев, С. В. Электросопротивление графита в широкой области конденсированного состояния / С. В. Лебедев, А. И. Савватимский // Теплофизика высоких температур. — 1986. — Т. 24, № 5. — С. 892–899.
36. Шейндлин, М. А. Установка для комплексного исследования термодинамических свойств электропроводных веществ при импульсном нагреве током высокой плотности / М. А. Шейндлин, В. Н. Сенченко // Теплофизика высоких температур. — 1987. — Т. 25, № 2. — С. 369–375.
37. Сенченко, В. Н. Экспериментальное исследование калорических свойств вольфрама и графита в окрестности их точек плавления / В. Н. Сенченко, М. А. Шейндлин // Теплофизика высоких температур. — 1987. — Т. 25, № 3. — С. 492–496.
38. Шейндлин, М. А. Экспериментальное исследование термодинамических свойств графита в окрестности точки плавления / М. А. Шейндлин, В. Н. Сенченко // Доклады Академии наук СССР. — 1988. — Т. 298, № 6. — С. 1383–1386.
39. Baitin, A. V. The melting point and optical properties of solid and liquid carbon at pressures up to 2 kbar / A. V. Baitin, A. A. Lebedev, S. V. Romanenko, V. N. Senchenko, M. A. Scheindlin // High Temperature – High Pressure. — 1990. — Vol. 22. — P. 157–170.
40. Rasor, N. S. Thermal properties of graphite, molybdenum and tantalum to their destruction temperatures / N. S. Rasor, J. D. McClelland // Journal of Physics and Chemistry of Solids. — 1960. — Vol. 15. — P. 17–26.
41. Шейндлин, А. Е. Энтальпия и теплоёмкость графита в интервале температур 273–3650 К / А. Е. Шейндлин, И. С. Белевич, И. Г. Кожевников // Теплофизика высоких температур. — 1972. — Т. 10, № 5. — С. 997–1001.
42. Korobenko, V. N. Graphite Melting and Properties of Liquid Carbon / V. N. Korobenko, A. I. Savvatimski, R. Cheret // International Journal of Thermophysics. — 1999. — Vol. 20. — P. 1247–1256.
43. Коробенко, В. Н. Удельное электросопротивление жидкого углерода / В. Н. Коробенко, А. И. Савватимский // Теплофизика высоких температур. — 1998. — Т. 36, № 5. — С. 725–731.

44. Korobenko, V. N. Blackbody Design for High Temperature (1800 to 5500 K) of Metals and Carbon in Liquid States under Fast Heating / V. N. Korobenko, A. I. Savvatimskiy // AIP Conference Proceedings. — 2003. — Vol. 684. — P. 783–788.
45. Savvatimskiy, A. I. Experimental electrical resistivity of liquid carbon in the temperature range from 4800 to ~20,000 K / A. I. Savvatimskiy // Carbon. — 2009. — Vol. 47. — P. 2322–2328.
46. Savvatimskiy, A. I. Capabilities of pulse current heating to study the properties of graphite at elevated pressures and at high temperatures (up to 5000 K) / A. I. Savvatimskiy, S. V. Onufriev, A. M. Kondratyev // Carbon. — 2016. — Vol. 98. — P. 534–536.
47. Savvatimskiy, A. I. Measurements of the specific heat and resistance of liquid carbon close to isochoric condition / A. I. Savvatimskiy, S. V. Onufriev // Carbon. — 2018. — Vol. 135. — P. 260–262.
48. Онуфриев, С. В. Особенности высокотемпературных свойств графита HAPG в области плавления / С. В. Онуфриев, А. И. Савватимский // Теплофизика высоких температур. — 2016. — Т. 54, № 4. — С. 536–539.
49. Онуфриев, С. В. Электросопротивление жидкого углерода (до 9000 К) и жидкого гадолия (до 6000 К) при повышенном давлении и высоких температурах / С. В. Онуфриев, А. И. Савватимский // Теплофизика высоких температур. — 2023. — Т. 61, № 5. — С. 685–692.
50. Autio, G. W. The effect of anisotropy on emissivity / G. W. Autio, E. Scala // Carbon. — 1968. — Vol. 6. — P. 41–54.
51. Савватимский, А. И. Исследование физических свойств углерода при высоких температурах (по материалам экспериментальных работ) / А. И. Савватимский, С. В. Онуфриев // Успехи физических наук. — 2020. — Т. 190, № 10. — С. 1085–1108.
52. Pottlacher, G. Thermophysical properties of POCO AXF-5Q graphite up to melting / G. Pottlacher, R. S. Hixson, S. Melnitzky, E. Kaschnitz, M. A. Winkler, H. Jager // Thermochimica Acta. — 1993. — Vol. 218. — P. 183–193.
53. Kondratyev, A. M. Melting Line of Graphite / A. M. Kondratyev, A. D. Rakhel // Physical Review Letters. — 2019. — Vol. 122. — Art. 175702.
54. Ivanov, A. V. Melting curve of graphite and thermophysical properties of graphite and liquid carbon in the vicinity of this curve / A. V. Ivanov, A. M. Kondratyev, A. D. Rakhel // Physical Review B. — 2026. — Vol. 113. — Art. 014117.

55. Chase, M. W. Jr. JANAF Thermochemical Tables, 1982 Supplement / M. W. Chase Jr., J. L. Curnutt, J. R. Downey Jr., R. A. McDonald, A. N. Syverud, E. A. Valenzuela // *Journal of Physical and Chemical Reference Data*. — 1982. — Vol. 11. — P. 695–940.
56. Онуфриев, С. В. Особенности высокотемпературных свойств графита НАРГ в области плавления / С. В. Онуфриев, А. И. Савватимский // *Теплофизика высоких температур*. — 2016. — Т. 54, № 4. — С. 536–539.
57. Башарин, А. Ю., Брыкин, М. В., Марин, М. Ю., Пахомов, И. С., Ситников, С. Ф. Пути повышения точности измерений при экспериментальном определении температуры плавления графита // *Теплофизика высоких температур*. — 2004. — Т. 42, №1. — С. 64–71.
58. Musella, M. The molten state of graphite: An experimental study / M. Musella, C. Ronchi, M. Brykin, M. Sheindlin // *Journal of Applied Physics*. — 1998. — Vol. 84. — P. 2530–2537.
59. Sheindlin, M. Graphite melting and the nature of liquid carbon / M. Sheindlin, P. Vervikishko, T. Bgasheva, A. Bulava, A. Frolov, A. Vasin // *Physical Review B*. — 2025. — Vol. 111. — Art. 214105.
60. Basharin, A. Yu. The Optical Properties of Polished Pyrographite / A. Yu. Basharin, I. S. Pakhomov, M. A. Sheindlin // *High Temperatures — High Pressures*. — 1991. — Vol. 23. — P. 543–551.
61. Korobenko, V. N. Technique for Measuring Thermophysical Properties of Refractory Metals at Supercritical Temperatures / V. N. Korobenko, A. D. Rakhel // *International Journal of Thermophysics*. — 1999. — Vol. 20, No. 4. — P. 1257–1266.
62. Korobenko, V. N. Observation of a first-order metal-to-nonmetal phase transition in fluid iron / V. N. Korobenko, A. D. Rakhel // *Physical Review B*. — 2007. — Vol. 75. — Art. 064208.
63. Korobenko, V. N. Direct measurements of thermodynamic functions and electrical resistivity of fluid tungsten over a wide range of densities / V. N. Korobenko, A. D. Rakhel // *Physical Review B*. — 2013. — Vol. 88. — Art. 134203.
64. Barker, L. M. Shock-Wave Studies of PMMA, Fused Silica, and Sapphire / L. M. Barker, R. E. Hollenbach // *Journal of Applied Physics*. — 1970. — Vol. 41. — P. 4208–4226.
65. Korobenko, V. N. Measurement of the electrical resistivity of hot aluminum passing from the liquid to gaseous state at supercritical pressure / V. N. Korobenko, A. D. Rakhel, A. I. Savvatimski et al. // *Physical Review B*. — 2005. — Vol. 71. — Art. 014208.
66. Сивухин, Д. В. *Общий курс физики. Т. 3: Электричество* / Д. В. Сивухин. — 4-е изд. — М.: ФИЗМАТЛИТ, 2004. — 656 с.

67. Рахель, А. Д. Об испарении металла электрическим током высокой плотности / А. Д. Рахель // Журнал технической физики. — 1995. — Т. 65, вып. 12. — С. 27–38.
68. Rakhel, A. D. Melting and volume vaporization kinetics effects in tungsten wires at the heating rates of 10^{12} to 10^{13} K/s / A. D. Rakhel, G. S. Sarkisov // International Journal of Thermophysics. — 2004. — Vol. 25, No. 4. — P. 1215–1233.
69. Korobenko, V. N. Measurement of the electric conductivity of tungsten in a continuous liquid-to-gas transition / V. N. Korobenko, A. D. Rakhel, A. I. Savvatimskiy, V. E. Fortov // Plasma Physics Reports. — 2002. — Vol. 28, No. 12. — P. 1008–1016.
70. Кондратьев, А. М. Методика определения активной компоненты напряжения на образце в экспериментах по импульсному джоулеву нагреву / А. М. Кондратьев, А. Д. Рахель // Вестник ОИВТ РАН. — 2018. — Т. 1. — С. 126–129.
71. ГОСТ 34100.3–2017 / ISO/IEC Guide 98–3:2008. Неопределённость измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределённости измерения. — М.: Стандартинформ, 2017.
72. Jensen, B. J. Accuracy limits and window corrections for photon Doppler velocimetry / B. J. Jensen, D. B. Holtkamp, P. A. Rigg, D. H. Dolan // Journal of Applied Physics. — 2007. — Vol. 101. — Art. 013523.
73. Кондратьев, А. М. Термодинамические функции и удельное сопротивление флюида свинца в области перехода металл — неметалл / А. М. Кондратьев, В. Н. Коробенко, А. Д. Рахель // Журнал экспериментальной и теоретической физики. — 2018. — Т. 154. — С. 1168–1182.
74. Kondratyev, A. M. Measurements of shock-propagation velocities in liquid lead across the metal-nonmetal transition range / A. M. Kondratyev, A. D. Rakhel // Physical Review B. — 2023. — Vol. 107. — Art. 195134.
75. Апфельбаум, Е. М. Изучение плотной плазмы свинца / Е. М. Апфельбаум, А. М. Кондратьев, А. Д. Рахель // Журнал экспериментальной и теоретической физики. — 2024. — Т. 165, № 6. — С. 876–888.
76. Rakhel, A. D. Equation of state of fluid aluminum in the metal–nonmetal transition region / A. D. Rakhel // Journal of Physics: Condensed Matter. — 2018. — Vol. 30. — Art. 295602.
77. Зиновьев, В. Е. Теплофизические свойства металлов при высоких температурах / В. Е. Зиновьев. — М.: Metallurgia, 1989.
78. Станкус С. В. Плотность сплавов системы олово-свинец в твёрдом и жидком состояниях / С. В. Станкус, Р. А. Хайрулин // Теплофизика высоких температур. — 2006. — Т. 44, № 3. — С. 393–400.

79. Пашук Е. Г. Температурная зависимость скорости ультразвука и полученная из неё объёмная зависимость модуля упругости некоторых металлов / Е. Г. Пашук, Б. П. Пашаев // Теплофизика высоких температур. — 1983. — Т. 21, № 3. — С. 479–483.
80. Kondratyev A. M. Metal–non-metal transition in lead–bismuth eutectic / A. M. Kondratyev, V. N. Korobenko, A. D. Rakhel // Journal of Physics: Condensed Matter. — 2022. — Vol. 34. — Art. 195601.
81. Ландау, Л. Д. Гидродинамика / Л. Д. Ландау, Е. М. Лифшиц. – М.: Наука, 1986.
82. Plevachuk, Yu. Some physical data of the near eutectic liquid lead–bismuth / Yu. Plevachuk, V. Sklyarchuk, S. Eckert, G. Gerbeth // Journal of Nuclear Materials. — 2008. — Vol. 373. — P. 335–342.
83. Plevachuk, Yu. Measurement of electrical conductivity of Pb–Bi alloys in the melting–solidification region / Yu. Plevachuk, V. Sklyarchuk, S. Eckert, G. Gerbeth // Journal of Nuclear Materials. — 2008. — Vol. 376. — P. 363–365.
84. Clérouin, J. Direct measurements and *ab initio* simulations for expanded fluid aluminum in the metal–nonmetal transition range / J. Clérouin, P. Noiret, V. N. Korobenko, A. D. Rakhel // Physical Review B. — 2008. — Vol. 78, No. 22. — Art. 224203.
85. DeSilva, A. W. Electrical resistivity and thermodynamic properties of dense tungsten plasma / A. W. DeSilva, A. D. Rakhel // International Journal of Thermophysics. — 2005. — Vol. 26. — P. 1137–1149.
86. Fried, L. E. Explicit Gibbs free energy equation of state applied to the carbon phase diagram / L. E. Fried, W. M. Howard // Physical Review B. — 2000. — Vol. 61, No. 13. — Art. 8734.
87. Correa, A. A. First-principles multiphase equation of state of carbon under extreme conditions / A. A. Correa, L. X. Benedict, D. A. Young, E. Schwegler, S. A. Bonev // Physical Review B. — 2008. — Vol. 78. — Art. 024101.
88. Bundy, F. P. The pressure–temperature phase and transformation diagram for carbon; updated through 1994 / F. P. Bundy, W. A. Basset, M. S. Weathers, R. J. Hemley, H. K. Mao, A. F. Goncharov // Carbon. — 1996. — Vol. 34. — P. 141–153.
89. Galli, G. Ab initio calculation of properties of carbon in the amorphous and liquid states / G. Galli, R. M. Martin, R. Car, M. Parrinello // Physical Review B. — 1990. — Vol. 42. — Art. 7470.
90. Morris, J. R. Relationship between structure and conductivity in liquid carbon / J. R. Morris, C. Z. Wang, K. M. Ho // Physical Review B. — 1995. — Vol. 52. — Art. 4138.

91. Ghiringhelli, L. M. State-of-the-art models for the phase diagram of carbon and diamond nucleation / L. M. Ghiringhelli, C. Valeriani, J. H. Los, E. J. Meijer, A. Fasolino, D. Frenkel // *Molecular Physics*. — 2008. — Vol. 106. — P. 2011–2038.
92. Kondratyev, A. M. Direct measurements of thermal expansion and the volume change upon melting for graphite / A. M. Kondratyev, V. N. Korobenko, A. D. Rakhel // *Carbon*. — 2016. — Vol. 100. — P. 537–539.
93. Kondratyev, A. M. Experimental study of liquid carbon / A. M. Kondratyev, V. N. Korobenko, A. D. Rakhel // *Journal of Physics: Condensed Matter*. — 2016. — Vol. 28. — Art. 265501.
94. Touloukian, Y. S. Thermal Expansion: Nonmetallic Solids / Y. S. Touloukian, R. K. Kirby, R. E. Taylor, T. Y. R. Lee // *Thermophysical Properties of Matter*. — Vol. 13. — New York: IFI/Plenum, 1977.
95. Kerley, G. I. Multicomponent-Multiphase Equation of State for Carbon / G. I. Kerley, L. Chhabildas // *Report of the Sandia National Laboratories*. — 2001. — SAND2001-2619.
96. Savvatimskiy, A. I. Graphite melting line / A. I. Savvatimskiy, S. V. Onufriev // *Journal of Physics: Conference Series*. — 2020. — Vol. 1686. — Art. 012054.
97. Беликов Р. С. Экспериментальное исследование теплофизических свойств системы Мо-С эвтектического сплава и графита при высоких температурах: автореф. дис. ... канд. физ.-мат. наук: 01.04.14/Беликов Роман Сергеевич. — М., 2018. — 22 с.

Приложение А (справочное)

Экспериментальные данные для свинца

В Таблице А приведены экспериментальные данные, полученные в экспериментах со свинцом. Данные представлены для 14 изохор со значениями относительного объема V/V_0 от 1,5 до 18. Для каждой изохоры приведены значения давления P , удельной внутренней энергии E и удельного электросопротивления σ^{-1} . Каждая строка, относящаяся к определенному значению V/V_0 , содержит значения этих трех величин, полученных в одном и том же эксперименте.

Относительная суммарная неопределенность значений давления $u(P)$ не превышает 6%; удельного электросопротивления $u(\sigma^{-1})$ не превышает 5%; удельной внутренней энергии $u(E)$ для интервала значений 0–0,5 кДж/г составляет 6%, а для значений больше 0,5 кДж/г не превышает 4%.

Таблица А – Экспериментальные данные для свинца

$V/V_0 = 1,5$			$V/V_0 = 2,0$		
P , ГПа	E , кДж/г	σ^{-1} , мкОм·м	P , ГПа	E , кДж/г	σ^{-1} , мкОм·м
2,46	0,79	2,79	3,77	1,66	5,88
2,29	0,71	2,61	3,57	1,48	5,45
2,10	0,68	2,58	3,30	1,41	5,38
1,58	0,64	2,50	2,38	1,30	5,26
1,54	0,70	2,65	2,54	1,33	5,39
0,69	0,57	2,52	1,21	1,01	4,97
0,68	0,54	2,56	1,19	1,01	5,06
0,38	0,50	2,47	0,61	0,84	4,90
$V/V_0 = 2,5$			$V/V_0 = 3,0$		
P , ГПа	E , кДж/г	σ^{-1} , мкОм·м	P , ГПа	E , кДж/г	σ^{-1} , мкОм·м
4,29	2,70	9,50	4,97	3,71	11,71

4,39	2,32	9,16	4,73	3,20	11,82
3,98	2,20	9,06	4,24	3,08	12,11
2,95	2,00	9,07	3,29	2,67	12,63
3,10	1,90	9,08	3,35	2,44	12,82
1,58	1,42	8,65	1,74	1,88	13,27
1,59	1,44	8,87	1,90	1,86	13,54
0,80	1,16	8,68	1,01	1,43	13,69
V/ V₀= 3,5			V/ V₀= 4,0		
P, ГПа	E, кДж/г	σ⁻¹, мкОм·м	P, ГПа	E, кДж/г	σ⁻¹, мкОм·м
5,02	4,64	12,79	5,19	5,44	13,34
4,66	4,05	13,26	4,44	4,88	13,82
4,38	3,90	13,81	4,24	4,65	14,73
3,46	3,29	15,05	3,28	3,82	16,71
3,41	2,92	15,83	2,12	2,77	20,87
1,94	2,35	17,73	2,16	2,68	21,21
2,08	2,28	17,89	1,24	1,89	25,32
1,15	1,68	19,58			
V/ V₀= 4,5			V/ V₀= 5,0		
P, ГПа	E, кДж/г	σ⁻¹, мкОм·м	P, ГПа	E, кДж/г	σ⁻¹, мкОм·м
5,22	6,11	13,67	4,89	6,78	13,97
4,35	5,66	14,03	4,29	6,39	14,13
4,03	5,35	15,17	3,61	6,02	15,45
2,88	4,21	18,01	2,60	4,60	18,84
2,21	3,15	22,86	2,25	3,48	24,08
2,17	3,05	23,25	2,19	3,39	24,45
1,22	2,08	30,73	1,24	2,24	35,18

$V/V_0 = 6,0$			$V/V_0 = 8,0$		
P, ГПа	E, кДж/г	σ^{-1}, мкОм·м	P, ГПа	E, кДж/г	σ^{-1}, мкОм·м
3,94	6,65	15,40	3,54	8,99	15,18
3,98	6,59	15,36	3,50	8,88	15,22
2,91	4,61	20,43	2,65	5,97	19,65
2,34	4,00	23,72	2,15	5,12	22,77
2,36	3,83	24,79	2,13	4,97	23,53
2,34	3,96	23,85	2,13	5,04	23,39
2,32	3,85	23,89	2,17	4,90	22,83
2,28	3,87	24,18	2,10	4,86	23,31
1,49	2,86	35,40	1,33	3,47	37,17
1,40	2,90	34,35	1,32	3,49	36,78
1,19	2,40	41,20	1,11	2,97	48,15
1,09	2,38	44,45	0,98	2,78	53,68
1,22	2,51	42,25	1,07	2,96	49,35
1,21	2,49	41,59	1,16	2,99	46,80
0,68	2,02	56,85	0,63	2,21	78,17
0,76	2,07	53,91	0,63	2,29	75,48
0,75	1,86	56,64	0,70	2,06	82,64
$V/V_0 = 10,0$			$V/V_0 = 12,0$		
P, ГПа	E, кДж/г	σ^{-1}, мкОм·м	P, ГПа	E, кДж/г	σ^{-1}, мкОм·м
3,05	11,55	15,01	2,97	14,22	15,02
3,07	11,37	15,07	2,92	13,95	15,06
2,44	7,23	19,06	2,23	8,48	18,63
1,98	6,13	21,61	1,83	7,12	20,79
1,98	6,00	22,29	1,85	6,98	21,49
1,98	6,01	22,31	1,85	6,93	21,25
1,93	5,88	21,82	1,79	6,81	21,10
1,93	5,69	23,19	1,79	6,45	22,34

1,22	3,98	37,67	1,12	4,42	35,55
1,21	3,96	37,06	1,14	4,38	36,34
1,03	3,40	30,37	0,92	3,69	51,47
0,91	3,04	58,98	0,80	3,18	62,81
0,96	3,26	52,91	0,94	3,38	57,21
1,00	3,24	30,47	0,79	3,51	51,29
0,60	2,33	97,96	0,39	2,41	114,37
V/ V₀= 14,0			V/ V₀= 18,0		
P, ГПа	E, кДж/г	σ^{-1}, мкОм·м	P, ГПа	E, кДж/г	σ^{-1}, мкОм·м
2,17	9,91	18,55	2,14	12,16	18,45
2,13	9,75	18,47	1,67	10,02	19,56
1,78	8,08	20,21	1,60	9,90	20,12
1,75	7,95	20,81	1,64	9,67	20,00
1,74	7,84	21,03	1,67	9,39	20,28
1,72	7,73	20,54	1,02	5,49	32,82
1,73	7,15	21,95	1,06	5,29	34,74
1,11	4,81	34,51	0,55	4,36	50,63
1,13	4,73	35,60			
0,74	3,99	50,57			
0,67	3,27	65,90			
0,79	3,48	59,63			
0,40	2,48	129,89			

Приложение Б (справочное)

Экспериментальные данные для СВЭС

В таблице Б приведены экспериментальные данные, полученные в экспериментах со СВЭС. Данные представлены для 7 изохор со значениями относительного объема V/V_0 от 2 до 8. Для каждой изохоры приведены значения давления P , удельной внутренней энергии E и удельного электросопротивления σ^{-1} . Каждая строка, относящаяся к определенному значению V/V_0 , содержит значения этих трех величин, полученных в одном и том же эксперименте.

Относительная суммарная неопределенность значений давления $u(P)$ не превышает 6%; удельного электросопротивления $u(\sigma^{-1})$ не превышает 5%; удельной внутренней энергии $u(E)$ для интервала значений 0–0,5 кДж/г составляет 6%, а для значений больше 0,5 кДж/г не превышает 5%.

Таблица Б – Экспериментальные данные для СВЭС

$V/ V_0= 2$			$V/ V_0= 3$		
P , ГПа	E , кДж/г	σ^{-1} , мкОм·м	P , ГПа	E , кДж/г	σ^{-1} , мкОм·м
4,24	2,00	8,05	5,11	4,36	13,1
3,79	1,84	7,86	4,66	3,93	14,0
3,09	1,67	7,59	4,03	3,52	13,0
2,08	1,12	6,97	2,68	2,31	17,3
1,25	1,00	6,88	1,98	1,93	18,9
1,05	0,96	6,8	1,73	1,81	19,5
0,63	0,80	6,54	1,06	1,36	21,1
0,37	0,72	6,50	0,57	1,14	24,1
$V/ V_0= 4$			$V/ V_0= 5$		
P , ГПа	E , кДж/г	σ^{-1} , мкОм·м	P , ГПа	E , кДж/г	σ^{-1} , мкОм·м
5,01	6,44	13,7	4,79	8,30	13,7
4,50	5,71	14,9	4,16	7,14	15,2

3,81	4,93	17,0	3,55	5,99	17,7
2,71	3,19	23,0	2,37	3,78	25,6
2,28	2,73	25,2	2,19	3,38	27,3
2,00	2,58	26,9	1,99	3,19	29,5
1,18	1,86	34,8	1,19	2,28	42,1
0,65	1,48	44,5	0,67	1,69	58,7
$V/V_0=6$			$V/V_0=7$		
P, ГПа	E, кДж/г	σ^{-1}, мкОм·м	P, ГПа	E, кДж/г	σ^{-1}, мкОм·м
4,43	9,91	13,9	4,45	11,03	14,4
4,04	8,17	15,7	3,86	8,84	16,4
3,28	6,71	18,4	2,99	7,21	19,2
2,14	4,18	27,4	1,97	4,44	28,8
1,92	3,70	30,2	1,84	4,13	30,1
1,13	2,58	47,5	1,24	2,81	51,5
$V/V_0=7$					
P, ГПа		E, кДж/г		σ^{-1}, мкОм·м	
4,20		11,8		15,1	
3,27		9,36		17,0	
2,59		7,60		19,9	
1,69		4,62		30,2	
1,76		4,51		29,7	
1,08		2,95		55,1	