

APARATURA DO BADAŃ WŁAŚCIWOŚCI CIEPLNYCH MATERIAŁÓW

Marian J. Buda

W pracy przedstawiono opis i niektóre zastosowania nowego, oryginalnego urządzenia do badania właściwości cieplnych materiałów m. in. takich jak ceramika, stopy specjalne metali, kompozyty. Możliwość precyzyjnego pomiaru i rejestracji zmian temperatury w badanych układach stanowi podstawę wyznaczania współczynników dyfuzyjności cieplnej α . Niewielkie zmiany właściwości materiałów wyraźnie wpływają na zmiany α . W związku z tym wielkość ta umożliwia śledzenie wpływu procesów technologicznych na właściwości fizyko-strukturalne nowych materiałów w trakcie opracowywania technologii. Urządzenie umożliwia również dokonanie badań porównawczych w celu doboru materiału o właściwościach cieplnych odpowiednich do określonego zastosowania. Powyższe badania prowadzone są w różnych zakresach temperatur od pokojowej do 1300 K, w próżni lub w atmosferze gazów neutralnych.

1. WPROWADZENIE

Zakres badań procesów transportu ciepła został w latach osiemdziesiątych znacznie wzbogacony. Obok wyznaczania parametrów cieplnych takich jak dyfuzyjność cieplna α , przewodność cieplna λ , pojemność cieplna c , intensywnie rozwijane są badania dynamiki procesów cieplnych w zastosowaniu do analizy zmian właściwości fizyko-strukturalnych materiałów.

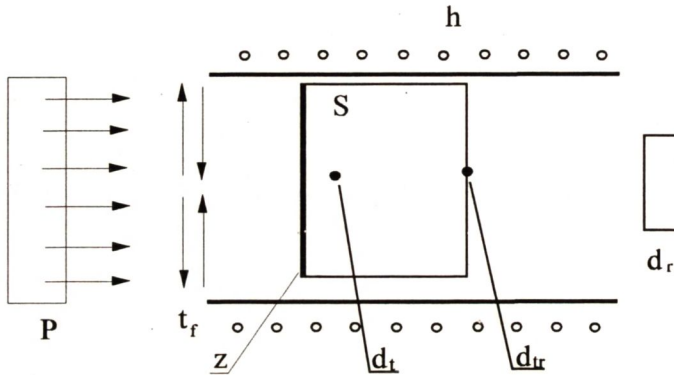
Zarówno wyznaczanie charakterystyk cieplnych materiałów jak i prowadzenie analizy zmian strukturalnych materiałów wymaga przede wszystkim maksymalnie dokładnego pomiaru bardzo małych przyrostów temperatury układu wywołanych małymi bodźcami zewnętrznymi lub zmianami (przemianami) strukturalnymi (fazowymi) zachodzącymi w trakcie procesu badawczego.

Stale udoskonalana elektroniczna aparatura pomiarowo-rejestrująca coraz lepiej spełnia powyższe wymagania. Istnieje możliwość pomiaru, rejestracji i śledzenia zmian temperatury jednocześnie w kilku punktach badanego układu. Otrzymuje się wykresy zmian temperatury $T=T(t)$ począwszy od ustalonej dla badanego układu wartości

temperatury T_B , która w opisie matematycznym przyjmuje poziom zerowy. Dokonanie kolejnych pomiarów po uprzedniej zmianie poziomu temperatury $T_{Bn} = \text{const}$ umożliwia wyznaczanie zmian parametrów cieplnych w funkcji temperatury $\alpha = \alpha(T)$.

Jako generatory energii promienistej tworzącej w układzie badawczym (próbce) źródło ciepła, stosowane są lampy błyskowe, a ostatnio głównie lasery.

W opisywanym urządzeniu badawczym może być stosowany zarówno laser jak i promiennik dużej mocy (rys.1).



Rys. 1. Schemat ilustrujący budowę urządzenia do badania właściwości cieplnych materiałów skondensowanych:

- h - cylindryczny piec oporowy zapewniający odpowiedni poziom temperatury T_B badanego układu (próbki) S
- p - generator energii promienistej: laser lub promiennik
- d_t - jedna z termopar wewnętrznych
- d_r - termopara w płaszczyźnie końcowej próbki
- d_r - detektor promieniowania względnie pirometr
- z - źródło ciepła w badanym układzie tworzone przez odpowiedni impuls promieniowania laserowego lub z promiennika żarowego
- t_f - dozownik czasu naświetlania ("migawka").

Wprowadzenie promiennika umożliwia zarówno regulowanie mocy od bardzo małej do maksymalnej, jak również dobór zakresu widma promieniowania od długofalowego (niskie temperatury promiennika) do promieniowania wysokoenergetycznego (temperatura żarników około 3000 K). Zastosowanie promiennika i potrzeba regulacji czasu napromieniowania układu badawczego od około 0.1 ms do kilku sekund spowodowała wprowadzenie specjalnego dozownika (migawki) umożliwiającego "porcjowanie" strumienia o dużej gęstości energii.

Badania właściwości cieplnych materiałów prowadzone są w stosunkowo nie-

wielu ośrodkach badawczych na świecie. Do lat 80-tych badania te sprowadzały się głównie do określania przewodności cieplnej materiałów. Biorąc pod uwagę charakter przepływu ciepła i rozkładu temperatury pomiary przewodności cieplnej dzieli się na stacjonarne i niestacjonarne. Stan termodynamiczny ustalony (stacjonarny) charakteryzuje się stałym rozkładem temperatury w badanym układzie. W praktyce warunek ten jest bardzo trudny do osiągnięcia i w różnym stopniu spełniony. Stan niestalony jest łatwiej uzyskać, wymaga jednak w zależności od rodzaju materiału i jego właściwości cieplnych indywidualnego podejścia i bardziej złożonej aparatury.

Ze względu na układy pomiarowe i wielkości próbek wprowadza się umowny podział na metody klasyczne i współczesne. Rozwój tych drugich datuje się na lata 70-te, tzn. po opublikowaniu pracy Parkera i wsp. [1] wprowadzającej model badawczy ze zmiennym źródłem ciepła (flash).

Rozwój i udoskonalenie tej metody umożliwia zastosowanie badań cieplnych również do określania zmian fizyko-strukturalnych materiałów. Do niedawna w kraju znajomość badań właściwości fizycznych sprowadzała się głównie do pomiaru przewodnictwa cieplnego.

W programach szkół wyższych typu uniwersyteckiego czy politechnicznego najczęściej nie wprowadza się pojęcia dyfuzyjności cieplnej. Wielkość ta zwłaszcza w przypadku szczegółowych badań właściwości fizyko-strukturalnych ma zasadnicze znaczenie jako parametr niezwykle czuły i najmocniej uzależniony od zmian właściwości fizyko-strukturalnych. Dyfuzyjność cieplna pozwala charakteryzować i porównywać właściwości kinematyczne i dynamiczne sieci krystalicznej i materiałów o złożonej budowie. Współczynnik dyfuzyjności cieplnej α związany jest ze współczynnikiem przewodnictwa cieplnego λ zależnością:

$$\lambda = \rho c \alpha \quad [\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}]$$

α - współczynnik dyfuzyjności cieplnej $[\text{m}^2\text{s}^{-1}]$

c - pojemność cieplna $[\text{Jg}^{-1}\text{K}^{-1}]$

ρ - gęstość $[\text{gm}^{-3}]$

Jednym z poważniejszych problemów współczesnych badań dynamiki procesów cieplnych m. in. ze względu na malejące wymiary badanych układów (próbek) jest pomiar temperatury, niezależnie od sposobu jego przeprowadzenia: termoparami, pirometrami czy detektorami podczerwieni.

Złożoność i różnorodność metod pomiarowych powoduje dość znaczne rozbieżności wartości parametrów dla tego samego rodzaju materiału. Istotnym problemem w porównywaniu danych są również rozbieżności wynikające z dużego wpływu struktury, różnic składu, czystości materiałów i parametrów wytwarzania. Wynika stąd, że obok wyznaczonych parametrów cieplnych celowym jest podanie ww. właściwości badanego materiału.

O znaczeniu i szerokich zastosowaniach badań cieplnych w badaniach podstawowych, fizyczno-chemicznych i inżynierii materiałowej świadczą zainteresowania uczelni i instytutów oraz publikacje naukowe [3,4,5,6]. Bardzo interesująco i przekonywująco piszą na ten temat autorzy E. Feit i H. Shaw [3].

W przypadku pewnych ekstremalnych wymagań stawianych materiałom, badania właściwości cieplnych są wręcz niezastąpione. Ma to np. miejsce w badaniach kwalifikujących materiał na:

- a) powłoki stanowiące bariery cieplne podzespołów samolotów naddźwiękowych lub statków kosmicznych,
- b) ściany komór roboczych w najnowszej generacji urządzeniach plazmowych.

Materiałom stanowiącym barierę cieplną stawia się jako warunek konieczny posiadanie niezwykle niskiej dyfuzyjności cieplnej α .

Natomiast w urządzeniach plazmowych żądania idą w przeciwną stronę, oczekuje się materiałów o możliwie najwyższej dyfuzyjności cieplnej.

Przewiduje się, że:

1. kompozyty węglowe znajdują zastosowanie jako osłona pierwsza w reaktorach z syntezą termojądrową - w tym przypadku muszą posiadać maksymalnie wysoką dyfuzyjność cieplną,
2. azotek aluminium z jego dobrym przewodnictwem cieplnym, dużą rezystywnością elektryczną i niską stałą elektryczną będzie głównym materiałem w wysokoenergetycznych układach zintegrowanych,
3. ceramika cyrkonowa ze względu na niską przewodność cieplną stosowana będzie jako osłona cieplna w częściach silników diesla i urządzeniach, gdzie występują duże obciążenia cieplne.

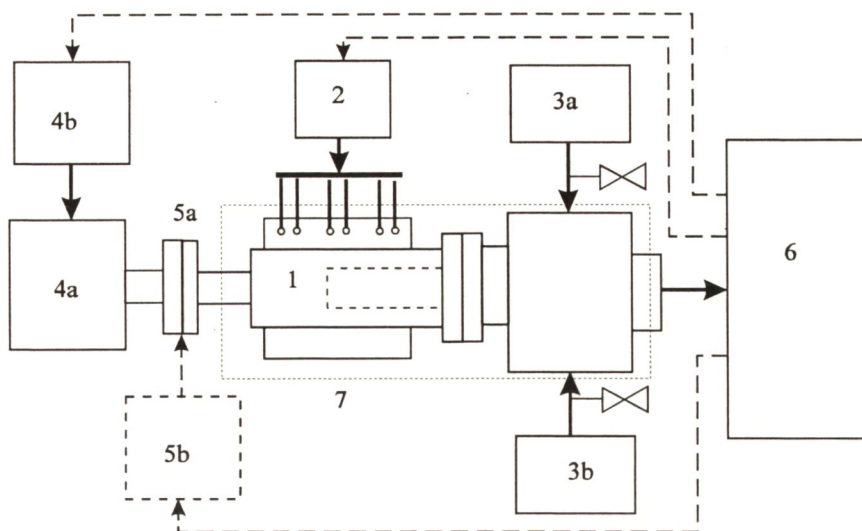
Tak więc, oprócz ważnych testów użytkowych materiałów, coraz częściej rozwijane są specjalistyczne badania cieplne jako nowe, niezwykle czułe metody badania właściwości fizyko-strukturalnych kryształów, substancji o złożonej budowie oraz cienkich warstw.

2. KONSTRUKCJA I ZASADNICZE ZESPOŁY URZĄDZENIA BADAWCZEGO

Schemat urządzenia przedstawiony jest na rys. 2.

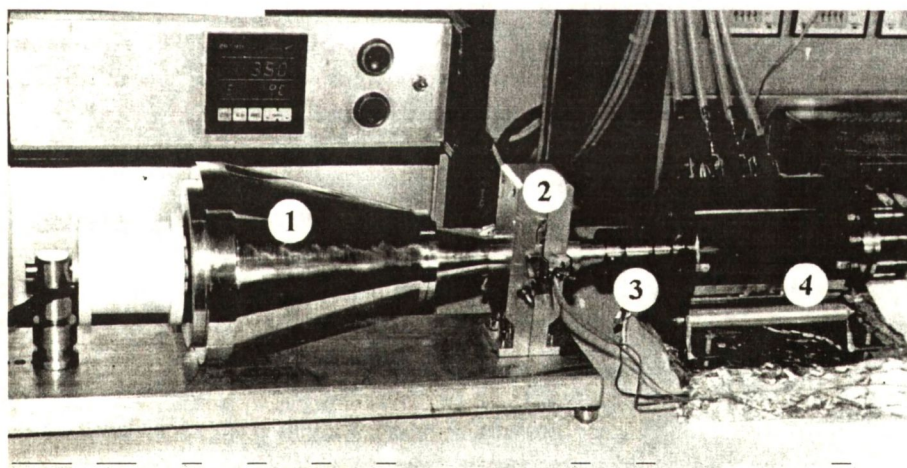
Układ główny (1) składa się z komory roboczej w postaci cylindra z jednej strony zamkniętego odłączanym blokiem zaworowym z uchwytem próbek, z drugiej strony okienkiem umożliwiającym wprowadzanie promieniowania do układu badawczego.

Część wysokotemperaturowa komory roboczej umieszczona jest osiowo-symetrycznie w rurowym piecu oporowym. Piec posiada centralną strefę grzejną z dodatkowymi obustronnie rozmieszczonymi grzejnikami wydłużającymi przedział stałej temperatury.



Rys. 2. Schemat blokowy urządzenia badawczego:

- | | |
|---|---|
| 1 - układ główny, | 4b - układ regulacji mocy zasilania promienika w zakresie widma promieniowania, |
| 2 - układ regulacji i stabilizacji temperatury pieca, | 5a - dozownik czasu naświetlania próbki, |
| 3a - układ próżniowy, | 5b - układ automatycznego powtarzania impulsu, |
| 3b - układ zasilania gazem, | 6 - elektroniczny system pomiarowo-rejestrujący. |
| 4a - promiennik, | |



Rys. 3. Główny układ badawczy:

- 1 - radiator, 2 - dozownik ("migawka") czasu naświetlania próbki, 3 - cylindryczna komora badawcza, z lewej strony zamknięta okienkiem, z prawej blokiem zaworowym z wymiennym uchwytem próbek, 4 - trzystrefowy piec oporowy.

Układ regulacji i stabilizacji temperatury pieca (2) składa się z trzech niezależnych regulatorów elektronicznych temperatury RT 86 typu PID współpracujących z trzema termoparami Pt10Rh - Pt rozmieszczonymi wzdłuż strefy grzejnej pieca. Regulator środkowy pełni rolę nadrzędnego (master) w stosunku do dwóch skrajnych, pełniących rolę regulatorów pomocniczych (slave).

Wyjście regulatora RT 86 przystosowano do sterowania parą odwrotnie równolegle połączonych tyrystorów (3 moduły MTT 80-02). Pozwala to na płynną regulację mocy pieca od zera do mocy maksymalnej.

Każdy regulator posiada 3 niezależne nastawy dynamiczne PID, dostosowujące parametry regulatora do stałych czasowych pieca oraz wymagań regulacji.

Układ próżniowy (3a) umożliwia prowadzenie badań w wyższych temperaturach, eliminuje konwekcję oraz zmniejsza odprowadzenie ciepła z badanej próbki.

Układ zasilania gazami (3b) pozwala:

- a) przepłukiwać komorę roboczą gazami neutralnymi
- b) ograniczyć sublimację lotnych składników próbki przez wytworzenie odpowiedniego ciśnienia gazu.

Promiennik (4a) stanowiący źródło energii do naświetlania badanej próbki składa się z 16 żarników kwarcowych. W zależności od potrzeby część z nich może być wyłączana w celu zmniejszenia mocy (4b) na określonym zakresie widma promieniowania (temperatury). Moc zasilania promiennika jest regulowana od ułamka wata do maksymalnej mocy wynoszącej 10 kW.

Promiennik zamknięty jest koncentratorem odblaskowym o wewnętrznej i zewnętrznej powierzchni odbijającej z wymiennym wyprowadzeniem strumienia światła umożliwiającym dobór jego średnicy od kilku mm do 25 mm. Zarówno wprowadzenie promiennika o regulowanej mocy w szerokim zakresie, jak i możliwość doboru określonego zakresu widma promieniowania od kilkudziesięciu μm do ułamków μm jest rozwiązaniem nowym w tego typu aparaturze.

Daje to możliwość prowadzenia badań materiałów o bardzo różniących się właściwościach fizyko-strukturalnych.

Dozownik czasu naświetlania (5a) badanego materiału przekazuje pojedyncze impulsy promieniowania. Jest to jego podstawowa funkcja w procesie eksperymentalnego zdejmowania charakterystyk cieplnych materiałów. Stanowią one wyjściowe informacje w analizie dynamiki zmian temperatury i wyznaczania współczynnika przewodnictwa cieplnego lub dyfuzyjności cieplnej.

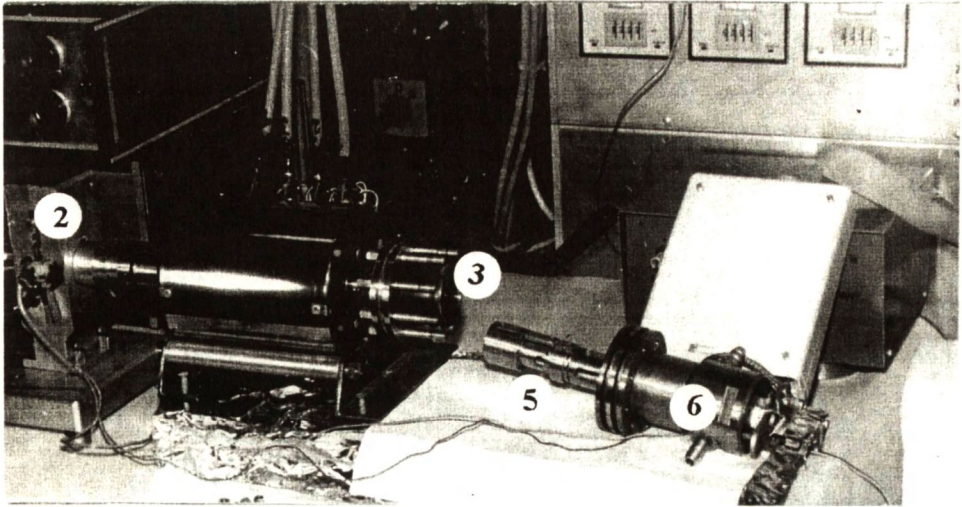
Konstrukcja dozownika umożliwia również dołączenie napędu z regulatorem wyzwalającym określoną liczbę impulsów w ustalonych odstępach czasu (5b).

Elektroniczny system pomiarowo-rejestacyjny (6).

Podstawową zależnością pozwalającą analizować zmiany właściwości fizyko-strukturalne oraz mechanizmy przenoszenia energii cieplnej w badanych materiałach są precyzyjne charakterystyki czasowe zmian temperatury.

Im większa czułość i precyzja pomiaru oraz rejestracji ww. zmian tym więcej

informacji otrzymuje się o właściwościach badanego układu.



Rys. 4. Główny układ badawczy:

2 - dozownik czasu naświetlania, 3 - otwarta komora badawcza, 5 - uchwyt próbek, 6 - blok zaworowy.

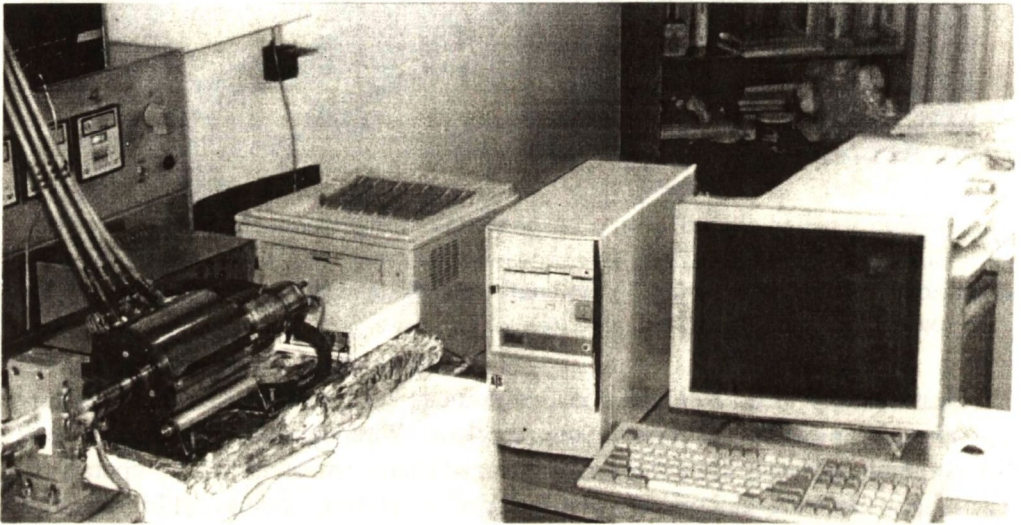
Zastosowany układ sterowany jest za pomocą komputera IBM PC. Sprzęgnięcie z badanym obiektem odbywa się poprzez kartę komputerową przetwornika MINI 16, w płycie głównej komputera. Takie rozwiązanie powoduje, że komputer, obok swojej podstawowej funkcji, jaką jest sterowanie i kontrola całego cyklu pomiarowego, może być jednocześnie używany do innych prac (np. edycja lub prace obliczeniowe wykonywane niezależnie od prac pomiarowych). Karta komputerowa MINI 16 umieszczona jest w komputerze pod adresem określonym przez użytkownika (za pomocą mikroprzełączników znajdujących się na karcie). Sterowanie kartą poprzez PC umożliwia korzystanie z języków wyższego rzędu (BASIC, PASCAL, C, FORTRAN, ASYST, assembler) stanowiących oprogramowanie karty. Pozwala to na przyspieszenie uruchomienia badanego układu oraz ułatwia wprowadzanie zmian programowych do algorytmu działania.

Karta przetwornika MINI 16 posiada:

- 8 różnicowych wejść analogowych o rozdzielczości ustawianej programowo od 12 do 16 bitów,
- 6 zakresów napięć wejściowych ustawianych programowo od 25 mV do 10 V,
- 12 linii wejściowych ustawianych indywidualnie jako wejście lub wyjście,
- kompensację zimnych końców termopar,
- linearyzację 10 typów termopar.

Elektroniczny układ pomiarowo-rejestrujący pełni następujące funkcje:

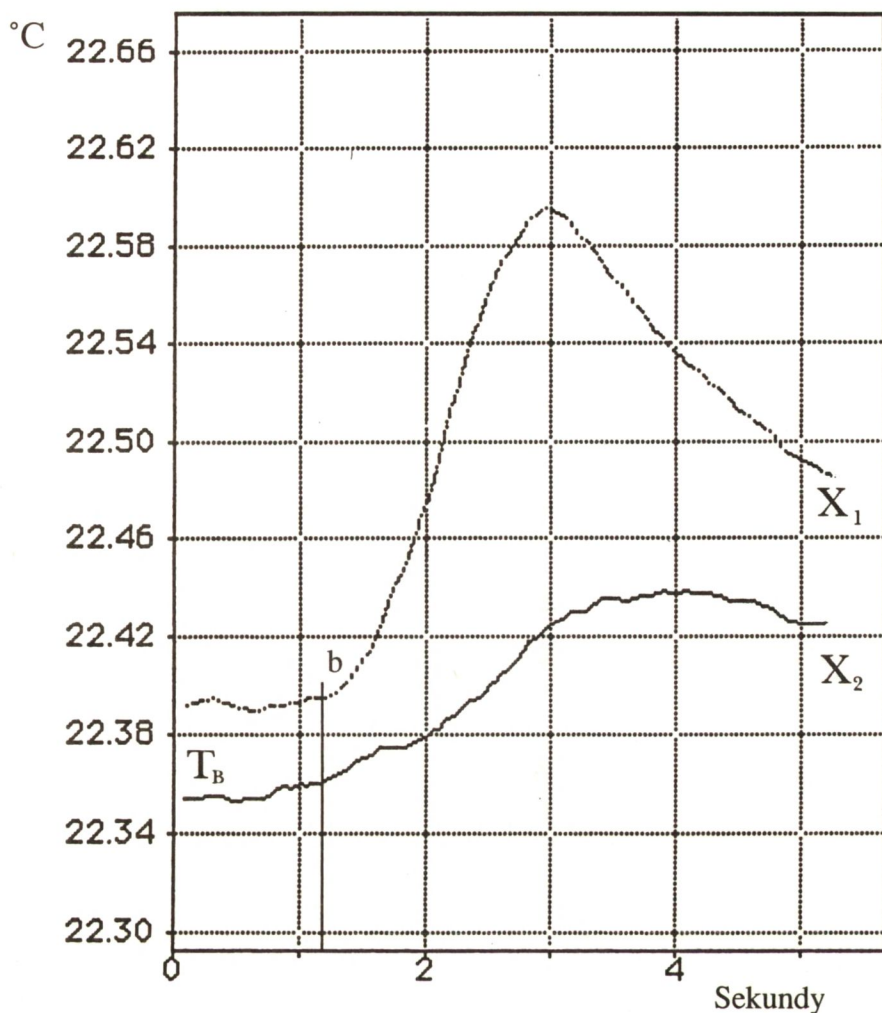
- a) dokonuje pomiarów temperatury w wybranych charakterystycznych punktach próbki i pieca,
- b) rejestruje wyniki pomiarów temperatury w formie charakterystyki czasowej (wydruk na drukarce lub w pliku w formie cyfrowej),
- c) umożliwia obserwację zmian temperatury jednocześnie we wszystkich punktach pomiarowych próbki w czasie trwania eksperymentu (do 8 punktów),
- d) steruje cyklem pomiarowym próbki zapewniając automatyczny dobór parametrów pomiaru (czas naświetlania próbki, moc promiennika, okres repetycji pomiaru w żądanym zakresie temperatur).



Rys. 5. Układ regulacyjno-rejestrujący z monitorem umożliwiający obserwację zmian temperatury w czasie cyklu badawczego.

3. CHARAKTERYSTYKA I ZAKRES BADAŃ

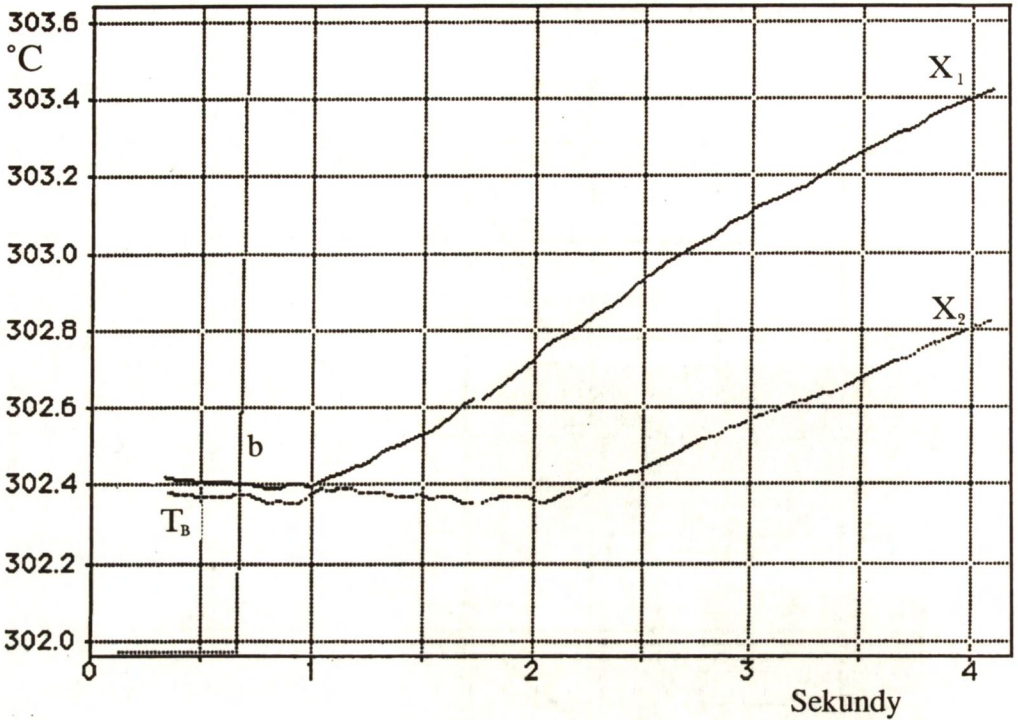
Badania eksperymentalne prowadzone są między innymi w układzie pónieskończonym ze zmiennego lub stałego źródła ciepła [1,2]. Typowe zmiany temperatury w funkcji czasu ilustrują wykresy (rys.6 i 7). Pomiar zmian temperatury dokonywany jest jednocześnie w dwóch ustalonych odległościach x_1 i x_2 od czoła badanej próbki. T_B jest stałą temperaturą układu w czasie przyjmowania impulsu cieplnego (lasera lub promiennika) tworzącego źródło ciepła. Przebieg zmian temperatury w funkcji czasu rejestrowany jest w pamięci komputera i następnie drukowany w postaci tabelki lub wykresu.



Rys. 6. Układ ze zmiennym źródłem ciepła. Typowy wykres zmian temperatury w dwóch odległościach od czoła próbki (x_1 , x_2). Linia b wskazuje moment rozpoczęcia nagrzewania czoła próbki impulsem laserowym.

W zależności od właściwości cieplnych badanego materiału i rozmiarów próbek istnieje możliwość doboru wymiarów i skali układu współrzędnych rejestrowanych zmian temperatury w funkcji czasu (rys. 6 i 7). Poprawia to znacznie przejrzystość i dokładność wyników.

W przypadku wyznaczania zmian np. współczynników dyfuzyjności lub przewodnictwa cieplnego w funkcji temperatury, przeprowadza się szereg badań dla kilkunastu stałych temperatur T_B .



Rys. 7. Układ ze stałym źródłem ciepła. Wykres zmian temperatury w dwóch odległościach od czoła próbki (x_1 , x_2). Linia b wskazuje moment rozpoczęcia nagrzewania czoła próbki.

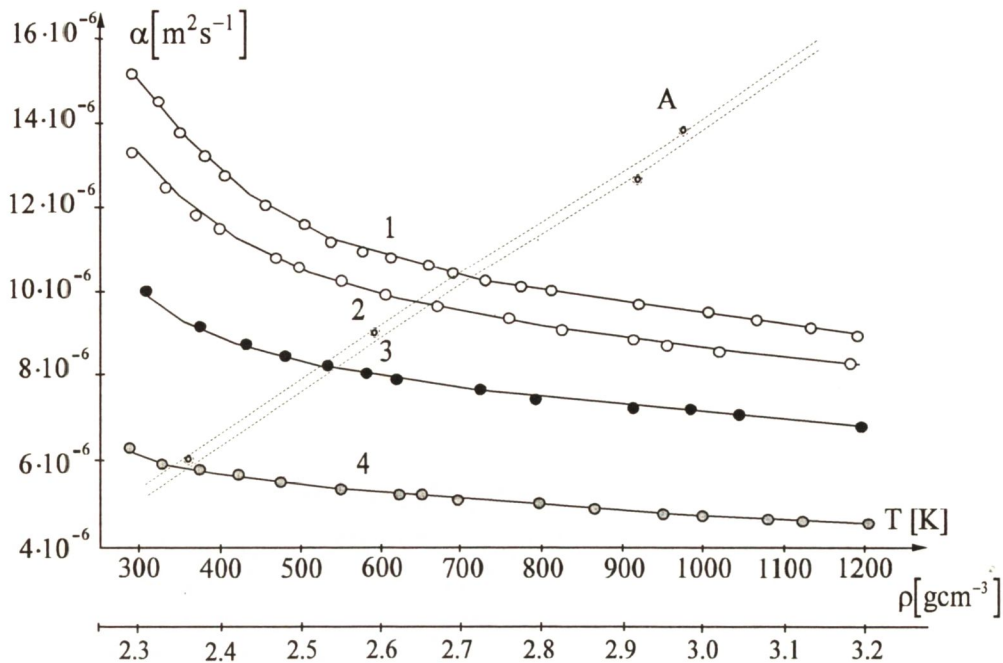
Wykres współczynnika dyfuzyjności cieplnej $\alpha = \alpha(T)$ wyznaczony dla azotku krzemu [8] przedstawiono na rys. 8. Krzywe 1÷4 ilustrują zmiany współczynnika dyfuzyjności cieplnej α w funkcji temperatury dla ceramiki o różnych składach i znacznie różniących się gęstościach. W oparciu o te krzywe można między innymi prześledzić wpływ gęstości i składu na zmiany współczynnika dyfuzyjności cieplnej α (rys. 8, wykres A).

Wymiary badanych próbek: średnica $\phi_{\max} = 25$ mm, $\phi_{\min} = 8$ mm; długość $l = 26$ mm.

W szczególnych przypadkach kształt i wymiary próbek dostosowywane są do możliwości technologicznych producenta badanego materiału.

W zależności od składu i właściwości fizycznych materiałów i ich przeznaczenia pomiary eksperymentalne prowadzone są w zakresie od temperatury pokojowej do 1000°C, w próżni lub w atmosferze gazów neutralnych

Dokładność pomiarów i wyznaczanych parametrów zależy od charakterystyk fizyko-strukturalnych badanych materiałów i waha się od 3% do 8% (dla przyjętej metody).



Rys. 8. Zmiany współczynnika dyfuzyjności cieplnej α w funkcji temperatury dla czterech rodzajów ceramiki azotkowej [8]:

- 1- Si_3N_4 - 90%, Y_2O_3 - 6%, Al_2O_3 - 4%, gęstość = 3.09 [gcm^{-3}]
- 2- Si_3N_4 - 90%, Y_2O_3 - 6%, Al_2O_3 - 4%, gęstość = 2.93 [gcm^{-3}]
- 3- Si_3N_4 - 93%, Y_2O_3 - 6%, Al_2O_3 - 1%, gęstość = 2.59 [gcm^{-3}]
- 4- Si_3N_4 - 94%, Y_2O_3 - 6%, gęstość = 2.31 [gcm^{-3}]

Zmiany współczynnika dyfuzyjności cieplnej α od gęstości (głównie) i od składu (w mniejszym stopniu) ilustruje linia A.

4. UWAGI KOŃCOWE I WNIOSKI

Projektując i budując wyżej opisane urządzenie uwzględniono możliwość rozwijania nowego kierunku badań fizyko-strukturalnych materiałów opartych na analizie dynamiki procesów cieplnych.

Wiąże się z tym bezpośrednio, również rozwój metodologii badań i specjalistycznego oprzyrządowania.

Wykonane w tym zakresie prace pozwalają na podjęcie badań materiałów o różnych właściwościach i budowie, między innymi:

1. stopów metali o specjalnych właściwościach fizyko-mechanicznych
2. monokryształów i kryształów pierwiastków i związków
3. ceramiki i szkła (łącznie z materiałami o bardzo niskim przewodnictwie cieplnym)
4. kompozytów proszkowych
5. kompozytów z osnową włóknistą i warstwową
6. materiałów o niekonwencjonalnej konsystencji

Największy nacisk położono na możliwości badań wspomagających projektowanie i rozwój technologii nowych materiałów. Zarówno nowe propozycje metodologiczne [7] jak i wyniki badań przeprowadzonych na opisanym urządzeniu są przygotowywane do druku.

Opracowanie i wykonanie urządzenia dofinansowane przez KBN (grant nr 3 3627 92 03).

5. BIBLIOGRAFIA

- [1] Buda M. J.: Investigation of thermal process dynamics in superficial dielectric material layers. Surface Physics. Conference on Surface Physics. Łódź: Uniwersytet Łódzki, lipiec 1991, 82-84
- [2] Buda M. J., Włosiński W. K.: Badania anizotropii przewodnictwa cieplnego kompozytów włóknistych. Polski Biuletyn Ceramiczny Nr 3. Kraków: PAN 1992, 203-208
- [3] Feit E, Shaw H.: Advances in Thermal Properties Testin at Oak Ridge National Laboratories. Ceramic Bulletin, 70, 1991, 1, 224-228
- [4] Onn D. G, Witek A., Qiu Y. Z.: Some Aspects of the Thermal Conductivity of Isotopically Enriched Diamond Single Crystals. Physical Review Letters, 68, 1992, 18, 2806-2812
- [5] Sheffield G. S., Schorr J.R.: Comparison of Thermal Diffusivity and Thermal Conductivity Methods. Ceramic Bulletin, 70, 1991, 1, 246-252
- [6] Sanchez-Lavega A., Salazar A.: Thermal diffusivity measurements in opaque solids by the mirage technique in the temperature range from 300 to 1000 K. J. Appl. Phys., 76, 1994, 3, 1462-1468
- [7] M. J. Buda, Projekt badawczy: Określenie właściwości fizyko-strukturalnych ciał stałych za pośrednictwem analizy procesów transportu ciepła. Zgłoszony do KBN sierpień 1994
- [8] Buda M. J., Wesołowski W., Tomaszewski H.: Investigations of silicon nitride thermal properties. 11th Conference on Solid and Liquid Crystals - Material Science and Applications, Zakopane 23-27.10.1994

SUMMARY

APPARATUS AND RESEARCH PROBLEMS CONCERNING INVESTIGATIONS OF MATERIAL THERMAL PROPERTIES

An apparatus enabling to perform the accurate measurements of temperature variations in semi-infinite systems with altering and constant heat source as a base for determination of the material thermal parameters was constructed.

Particularly it is possible to undertake investigations of the thermal diffusivity coefficient as a function of temperature and thermal conductivity. Temperature of the investigated samples was maintained at arbitrary constant level within the range of 220 K to 1300 K. As a energy source emitting a heat front a radiator or laser can be used.

The 10 kW controlled supply system can heat the radiator in the range from 350 K to 2700 K. It enables selection of a continuous spectrum of radiation levels in the defined energy range. The investigations can be carried out in vacuum or in a neutral gas atmosphere.

A precise measuring and recording electronic system enabling simultaneous recording of eight electrical parameters has been used in these investigations.

СОДЕРЖАНИЕ

АППАРАТУРА ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ТЕРМИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК МАТЕРИАЛОВ

В работе представлены схема и некоторые применения уникальной установки для исследований термических характеристик различных материалов, таких как керамика, сплавы металлов, композиционные материалы.

Точное определение константы тепловой диффузии материала α возможно в результате точного измерения и регистрации изменений температуры. Измеренная константа даёт возможность проследить влияние технологического процесса на кристаллофизические свойства новых материалов. Установка позволяет также проводить сравнительные исследования с целью подбора соответствующего материала для конкретного применения.

Исследования проводятся в диапазоне температур от комнатной до 1300 K, в вакууме или нейтральной атмосфере.