Динамический калориметр для комплексных теплофизических измерений

Д.т.н. Платунов Е.С., д.т.н Баранов И.В., аспирант Михеева Е.Ю. <u>alenkam2005@mail.ru</u>

Санкт-Петербургский государственный университет низкотемпературных и пищевых технологий (СПбГУНИПТ)

В настоящее время появляется большое количество современных конструкционных материалов, тепловые характеристики которых необходимо измерять. В данной работе представлен новый автоматизированный прибор ДК–сл–400, предназначенный для определения удельной теплоемкости и теплопроводности твердых неметаллических материалов в режиме монотонного нагрева.

Ключевые слова: теплопроводность, теплоемкость, тепловая ячейка, температурный датчик, комплексные измерения, динамический метод.

Практический интерес к комплексным динамическим методам возник после появления современной высокочувствительной аналого-цифровой измерительной техники и, в частности, электронных автоматизированных контроллеров. Возникли предпосылки для создания новых методов измерений, рассчитанных на автоматизированный сбор и компьютерную обработку экспериментальной информации. Новые эксплуатационные возможности контроллеров оказались особенно полезными при разработке комплексных динамических методов, которые рассчитаны на изучение тепловых свойств веществ и материалов в широкой области температур, и предполагают компьютерную обработку большого объема первичных результатов каждого опыта.

В настоящей работе рассматривается динамический калориметр ДК-сλ-400, предназначенный для измерения удельной теплоемкости и теплопроводности однородных твердых неметаллических материалов в режиме нагрева от комнатной температуры до 400°С (рис. 1). Данный прибор разработан в межфакультетской учебной лаборатории «Инновационные технологии» СПбГУНИПТ. Прибор состоит из тепловой ячейки и контроллера.

Принципиальная схема тепловой ячейки показана на рис. 2. Основными элементами тепловой ячейки являются: массивный металлический блок *1*; ниж-

ний градиентный тепломер 2; верхний градиентный тепломер 3; металлический колпак 4 с электрическим нагревателем 5; образец 6; теплозащитная оболочка 7. Блок 1 служит основанием ячейки и в опытах всегда сохраняет комнатную температуру. Каждый тепломер состоит из металлического основания и лицевой металлической пластинки, которые жестко соединены друг с другом через тонкую теплоизоляционную прослойку.





Рис.2. Схема тепловой ячейки.

Нижний тепломер 2 жестко связан с блоком *1* через стойки, а верхний тепломер 3 имеет возможность перемещаться вдоль вертикальной оси ячейки, что обеспечивает удобную установку образца между тепломерами. Оболочка *7* обеспечивает стабильное прижимное давление и надежный тепловой контакт между тепломерами и образцом.

Для разогрева образцов используется электрический нагреватель 5, размещенный на наружной поверхности колпака 4. Он обеспечивает плавный разогрев колпака, который через контакт с верхним тепломером разогревает образец и тепломеры. Следовательно, ячейка обеспечивает изменение температуры образца односторонним тепловым потоком, проникающим через него сверху вниз. Для пассивной тепловой защиты боковых поверхностей образца и тепломеров используется воздушная кольцевая оболочка, образующаяся между ними и колпаком.

Для температурных измерений используются четыре термопары: $t_{0.B}(\tau)$, $t_{0.H}(\tau)$, $t_{H}(\tau)$, $t_{B}(\tau)$. Зоны размещения их рабочих спаев в ячейке показаны

точками как на рис. 2, так и на рис. 3, иллюстрирующем тепловую модель метода. Рабочие спаи термопар постоянно вмонтированы в основания и лицевые пластинки тепломеров, а "холодные" спаи размещаются в блоке *1* ячейки (на рисунке не показаны).



Рис. 3. Тепловая модель метода.

Измеряемые градиентными тепломерами тепловые потоки вычисляются с помощью соотношений

$$Q_{\text{T.H}}(\tau) = K_{\text{T.H}}(t)\vartheta_{\text{T.H}}(\tau), \qquad Q_{\text{T.B}}(\tau) = K_{\text{T.B}}(t)\vartheta_{\text{T.B}}(\tau), \qquad (1)$$

$$K_{\text{T.H}}(t) = K_{\text{T.H}}(t)\vartheta_{\text{T.H}}(\tau), \qquad (1)$$

где – $K_{\text{т.н}}(t)$, $K_{\text{т.в}}(t)$ – тепловые проводимости нижнего и верхнего тепломеров, Вт/К; $\vartheta_{\text{т.н}}(\tau)$, $\vartheta_{\text{т.в}}(\tau)$ – показания тепломеров, равные температурным перепадам в их теплоизоляционных прослойках (рис. 3), т. е. между термопарами, которые вмонтированы в их основания и лицевые пластинки

$$\vartheta_{\text{T,B}}(\tau) = t_{\text{O,B}}(\tau) - t_{\text{B}}(\tau), \quad \vartheta_{\text{T,H}}(\tau) = t_{\text{O,H}}(\tau) - t_{\text{H}}(\tau).$$
 (2)

Учтем влияние контактных тепловых сопротивлений между образцом и лицевыми пластиками тепломеров. Скачок температуры на контактах определяется выражениями

$$\Delta \vartheta_{\mathrm{B,K}}(\tau) = Q_{\mathrm{T,B}}(\tau) P_{\mathrm{K}}/S, \qquad \Delta \vartheta_{\mathrm{H,K}}(\tau) = Q_{\mathrm{T,H}}(\tau) P_{\mathrm{K}}/S, \qquad (3)$$

где $P_{\rm K}$ – удельное тепловое сопротивление одного контакта, S – площадь поперечного сечения образца, м².

Следовательно, температурный перепад на образце оказывается связанным с измеряемым в опыте температурным перепадом $\vartheta_{B,H}(\tau) = t_B(\tau) - t_H(\tau)$ между пластинками тепломеров соотношением

$$\vartheta_{\mathrm{O}}(\tau) = \vartheta_{\mathrm{B},\mathrm{H}}(\tau) - [Q_{\mathrm{B},\mathrm{H}}(\tau) - Q_{\mathrm{T},\mathrm{H}}(\tau)]P_{\mathrm{K}}/S.$$
(4)

Между потоками, которые регистрируются тепломерами, и потоками через грани образца имеются различия

 $Q_{\text{T.H}}(\tau) = K_{\text{T.H}}(t) \vartheta_{\text{T.H}}(\tau) - C_{\text{T}}(t) b(\tau), Q_{\text{T.B}}(\tau) = K_{\text{T.B}}(t) \vartheta_{\text{T.B}}(\tau) - C_{\text{T}}(t) b(\tau),$ (5) где $C_{\text{T}}(t)$ – теплоемкость лицевой пластинки тепломера (с учетом теплоемкости половинки теплоизоляционной прослойки), $b(\tau)$ – скорость изменения температуры на тепломере, К/с.

Следует учесть влияние прямого теплообмена колпака с образцом через разделяющее их воздушное кольцо. В оптимальных условиях боковой тепловой поток Q_{α} должен оставаться малым и не выходить за рамки поправки к потокам через тепломеры. Для определения теплоемкости можно ограничиваться его упрощенной аналитической оценкой в общем тепловом балансе и вычислять по формуле

$$Q_{\alpha}(\tau) \cong \alpha h_0 \Pi \,\overline{\vartheta}(\tau), \tag{6}$$

где α – эффективный коэффициент теплоотдачи в воздушном зазоре между колпаком и образцом, Вт/(м²·К); П – периметр образца, м; h_0 – суммарная толщина образца и боковых поверхностей тепломеров, м; $\overline{\vartheta}(\tau)$ – средний перепад температуры между колпаком и образцом, К. При этом можно упрощенно принимать, что температура колпака близка к температуре основания верхнего тепломера, так как они имеют хороший тепловой контакт между собой.

Учитывать влияние бокового теплообмена на теплопроводность несколько сложнее. Однако оно проявляется гораздо слабее, чем у теплоемкости, поэтому им чаще всего удается пренебрегать или же учитывать его экспериментально, при калибровке тепломеров ячейки.

После учета всех перечисленных факторов расчетные формулы для теплопроводности и удельной теплоемкости образца приобретают вид

$$\lambda(t) = \frac{h_o}{\frac{2S\vartheta_{\text{B.H}}}{K_{\text{T.B}}(t)\vartheta_{\text{T.B}} - K_{\text{T.H}}(t)\vartheta_{\text{T.H}}} - 2P_{\text{K}}},$$
(7)

$$c(t) = \frac{1}{M} \left[\frac{K_{\text{T.H}}(t)\vartheta_{\text{T.H}} + K_{\text{T.B}}(t)\vartheta_{\text{T.B}} + Q_{\alpha}}{b_{ov}(\tau)} - 2C_{\text{T}}(t) \right], \tag{8}$$

где $b_{ov}(\tau)$ – средняя объемная скорость разогрева образца, К/с; $2C_{T}(t)$ – суммарная теплоемкость лицевых пластинок тепломеров, Дж/К; $2P_{K}$ – суммарное удельное контактное тепловое сопротивление. В формулах потоки считаются положительными, если проникают в образец.

Параметры $K_{\text{т.н}}(t)$, $K_{\text{т.в}}(t)$ и $2P_{\text{к}}$ являются постоянными прибора и определяются в градуировочных опытах на материалах с хорошо изученными теплофизическими свойствами (медь, кварцевое стекло). Диаметр образцов исследуемого материала составляет 20 мм, а их высота – от 1 до 20 мм. Образцы требуют контроля на плоскостность и шлифовки плоских граней с применением притирочной пасты. Чтобы определить контактное сопротивление, ставят опыт с образцом из меди. Для определения коэффициента тепловых потерь проводят серию опытов с плавленым кварцем различной высоты. Для данной ячейки были получены следующие значения этих параметров:

$$K_{\text{T.H}}(t) = 0,0574 + 1,25 \cdot 10^{-4} t_{\text{H}}, K_{\text{T.B}}(t) = 0,0839 + 1,06 \cdot 10^{-4} t_{\text{B}},$$

$$2P_{\text{K}} = 13,2 \cdot 10^{-4},$$
(9)

где $t_{\rm B}$ и $t_{\rm H}$ – температуры верхней и нижней лицевых пластинок, °С.

На рис. 4 отражен общий характер изменения температур основных элементов тепловой ячейки при работе в режиме динамического разогрева.



Рис.4. Изменение температур основных элементов тепловой ячейки в ходе опыта от времени.

Экспериментальные данные для различных материалов, полученные с помощью данного прибора, и их значения из справочных данных [1] представлены на рис. 5 и 6.



Рис.5. Зависимость теплопроводности от температуры.

Рис. 6. Зависимость удельной теплоем-кости от температуры.

Метрологический анализ показал, что относительная погрешность измерения теплопроводности составляет (3...5) %, удельной теплоемкости – (5...8) %. Теплопроводность исследуемых образцов может составлять (0,15...7,0) Вт/(м·К), а удельная теплоемкость – (500...4200) Дж/(кг·К).

Список литературы

- 1. Теплофизические измерения и приборы/ Е.С. Платунов, С.Е. Буравой, В.В. Курепин, Г.С. Петров; Под общ. Ред. Е.С Платунова. Л.: Машиностроение, Ленингр. отд-ние, 1986, 256 с.
- 2. Баранов И.В. Теория, методы и средства комплексного исследования теплофизических свойств в режиме разогрева-охлаждения. Дис. докт. тенх. наук. СПбГУНИПТ, СПб, 2007.
- 3. Кондратьев Г.М. Тепловые измерения М. Л.: Машгиз, 1957. 244 с.

t, "C

Dynamic calorimeter for complex thermalphysic measuring

Platunov E.C., Baranov I.V., Miheeva E.Y. alenkam2005@mail.ru

Saint-Petersburg state university of refrigeration and food engineering

Today a lot of new modern construction materials appear which thermal characteristics should be measured. New automatic instrument $\mathcal{A}K$ - $c\lambda$ -400 to measure thermal capacity and thermal conductivity of homogeneous solid nonmetallic materials at monotonous heating mode have been considered at this research.

Key words: thermal conductivity, thermal capacity, thermal cell, temperature sensor, complex measuring, dynamic method.