

А.Г. ДИВИН

**МЕТОДЫ И СРЕДСТВА  
ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАВИСИМОСТИ  
ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ  
ХАРАКТЕРИСТИК ЖИДКИХ  
ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ ОТ  
СКОРОСТИ СДВИГА И ТЕМПЕРАТУРЫ**



◆ ИЗДАТЕЛЬСТВО ФГБОУ ВПО «ТГТУ» ◆

Научное издание

ДИВИН Александр Георгиевич

МЕТОДЫ И СРЕДСТВА  
ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАВИСИМОСТИ  
ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ЖИДКИХ  
ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ  
ОТ СКОРОСТИ СДВИГА И ТЕМПЕРАТУРЫ

Монография

Редактор Т.М. Глинкина  
Инженер по компьютерному макетированию Т.Ю. Зотова

Подписано в печать 28.06.2011  
Формат 60 × 84/16. 9,30 усл. печ. л. Тираж 100 экз. Заказ № 300

Издательско-полиграфический центр ФГБОУ ВПО «ТГТУ»  
392000, г. Тамбов, ул. Советская, д. 106, к. 14

Министерство образования и науки Российской Федерации  
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего профессионального образования  
«Тамбовский государственный технический университет»

А.Г. ДИВИН

**МЕТОДЫ И СРЕДСТВА  
ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАВИСИМОСТИ  
ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ  
ХАРАКТЕРИСТИК ЖИДКИХ  
ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ  
ОТ СКОРОСТИ СДВИГА И  
ТЕМПЕРАТУРЫ**

*Рекомендовано Научно-техническим советом  
университета в качестве монографии*



---

Тамбов  
Издательство ФГБОУ ВПО «ТГТУ»  
2011

УДК 53.082  
ББК Л71-106.36  
Д443

Рецензенты:

Доктор технических наук, доктор экономических наук,  
профессор ФГБОУ ВПО «ТГТУ»  
*Б.И. Герасимов*

Доктор технических наук, профессор ФГБОУ ВПО «ТГТУ»  
*А.А. Чуриков*

**Дивин, А.Г.**  
Д443 Методы и средства для определения зависимости теплофизических характеристик жидких полимерных материалов от скорости сдвига и температуры : монография / А.Г. Дивин. – Тамбов : Изд-во ФГБОУ ВПО «ТГТУ», 2011. – 160 с. – 100 экз.  
ISBN 8-978-5-8265-1010-0

Представлены методы и приборы для определения зависимости теплофизических характеристик (ТФХ) жидких полимерных материалов от скорости сдвига и температуры, позволяющие выбрать рациональные режимы изготовления изделий из полимерных материалов. Предложены схемы модернизации приборов для определения зависимости ТФХ от температуры, функциональные схемы измерительных устройств, их алгоритмическое и метрологическое обеспечения.

Предназначена научным работникам, аспирантам и студентам, занимающимся измерением ТФХ материалов.

УДК 53.082  
ББК Л71-106.36

**ISBN 8-978-5-8265-1010-0**

© Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Тамбовский государственный технический университет» (ФГБОУ ВПО «ТГТУ»), 2011

## ВВЕДЕНИЕ

---

Жизнь современного человека тесно связана с полимерными материалами. Они используются во всех без исключения сферах его жизнедеятельности, обладают разнообразными характеристиками, определяющими область их применения. Важнейшими свойствами (показателями качества) полимерных материалов, применяемых в качестве теплоизоляции или теплоносителей, являются их теплопроводность, удельная теплоемкость, температуропроводность. Знание теплофизических характеристик (ТФХ) полимерных материалов способствует также выбору оптимальных режимов процессов их переработки.

Процессы производства изделий из полимерных материалов (например, экструзия) протекают, как правило, когда материал находится в жидкой фазе, и сопровождаются неизотермическим сдвиговым течением жидкости по каналам различной формы [1, 2].

Следует сказать, что жидкие полимерные материалы в большинстве своем относятся к классу неньютоновских жидкостей.

Эффективная вязкость расплавов полимеров довольно высока. Это приводит к тому, что в процессе сдвигового течения выделяется тепло за счет диссипации механической энергии вязкого трения. Мощность тепловыделений бывает столь высокой, что приводит к значительному повышению температуры в потоке и вызывает необратимые структурные изменения. По данным в [8], до 80...85% затрат энергии на перемещение полимера в пластикационном цилиндре с помощью шнека превра-

щается в тепло и вызывает приращение температуры рабочей среды на 100...150 °С. Температурное приращение, в свою очередь, зависит от теплофизических характеристик полимерного материала.

Температурный режим в процессе производства изделий из полимерных материалов оказывает существенное влияние на качество продукции. Так, например, термореактивные материалы имеют небольшой температурный диапазон переработки. При температуре 363 К они имеют высокую вязкость, а при температурах выше 373...393 К начинаются необратимые структурные изменения, что приводит к их затвердеванию в технологических аппаратах.

Основными дефектами, возникающими при экструзионном изготовлении изделий из резинотехнических материалов, являются их пористость и преждевременная вулканизация. Это объясняется тем, что при экструзии резиновых смесей диссипация энергии происходит более интенсивно.

При формовании в экструдере таких пищевых продуктов, как макаронные изделия, нагрев теста свыше 80 °С приводит к его завариванию, т.е. денатурации белка и фиксации клейковинного каркаса по всему объему прессовой камеры, что резко снижает скорость прессования и приводит к снижению механической прочности готовых изделий.

Таким образом, существует научная проблема выбора рациональных режимных параметров технологических процессов изготовления изделий из полимерных материалов с высокой эффективной вязкостью, сопровождающихся диссипацией механической энергии сил вязкого трения при сдвиговом неизотермическом течении, при которых максимальная температура в потоке жидкости не превышает некоторого допустимого значения.

Для расчета рациональных режимных параметров, обеспечивающих выполнение заданных ограничений на распределение температурного поля в сдвиговом потоке, применяют методы математического моделирования. При этом в математические модели входят теплофизические и реологические свойства материалов в качестве параметров. Известные на сегодняшний день подобные математические модели учитывают в лучшем случае зависимость этих параметров от температуры. Однако теплофизические характеристики полимерного материала в процессе переработки зависят еще и от других физических величин.

Растворы и расплавы полимерных материалов имеют свойство создавать при течении молекулярные структуры, ориентированные вдоль направления скорости сдвига. При этом наблюдается изменение некоторых физико-механических свойств материалов. В настоящее

время известно, что реологические характеристики, например, эффективная вязкость жидкого полимерного материала, существенно зависят от скорости сдвига. Это явление хорошо изучено, и результаты исследований опубликованы в многочисленных источниках. Кроме этого, в ориентированных аморфных и кристаллических полимерах, а также в процессе деформации каучуков появляется анизотропия теплопроводности. При этом степень анизотропии сильно зависит от степени ориентации. Теплопроводность в направлении деформации оказывается во всех случаях выше, чем теплопроводность в изотропном состоянии, а также в направлении, перпендикулярном ориентации.

При сдвиговом течении неньютоновской полимерной жидкости возникает также анизотропия ее теплофизических свойств, вследствие ориентирования макромолекул полимерного материала вдоль направления сдвига. Теоретические основы такого явления впервые были представлены голландским ученым Ван ден Брюлем, который в 1989 г. применительно для цепочки макромолекулы жидкого полимера предположил зависимость между тензорами теплопроводности  $\Lambda$  и касательного напряжения  $S$ :

$$\Lambda = \lambda_0 \mathbf{I} + C_t \lambda_0 \left[ S - \frac{1}{3} \text{tr} S \mathbf{I} \right],$$

где  $\lambda_0$  – теплопроводность неподвижной жидкости;  $C_t$  – коэффициент теплового напряжения;  $\mathbf{I}$  – единичный тензор;  $\text{tr}$  – след тензора.

Абсолютное большинство средств измерения теплофизических характеристик позволяет измерять теплопроводность, коэффициент температуропроводности и теплоемкость жидкостей в неподвижном состоянии. Однако в последнее время все активнее предпринимаются попытки создания измерительных установок, позволяющих измерять теплопроводность жидкости непосредственно при сдвиговом течении. Вместе с тем, создание измерительной установки, позволяющей определять комплекс теплофизических характеристик неньютоновских жидкостей при заданной скорости сдвига является по-прежнему актуальным.

Таким образом, для выбора рациональных режимов процессов изготовления изделий из полимерных материалов необходимо учитывать зависимость их теплофизических характеристик и от температуры, и от скорости сдвига.

Работа выполнена при поддержке ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009 – 2013 гг., госконтракт № 14.740.11.0141.

# 1. ОБЗОР МЕТОДОВ И СРЕДСТВ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАВИСИМОСТИ ТФХ ЖИДКИХ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ ОТ СКОРОСТИ СДВИГА И ТЕМПЕРАТУРЫ

---

## 1.1. МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАВИСИМОСТИ ТФХ ЖИДКОСТЕЙ ОТ СКОРОСТИ СДВИГА

### 1.1.1. Классификация методов и средств измерения для определения ТФХ жидкостей при сдвиговом течении

В настоящее время методы экспериментального определения теплофизических характеристик жидкостей при сдвиговом течении активно разрабатываются и развиваются как в России, так и за ее пределами.

Все известные в настоящее время методы можно разделить на следующие группы:

1. Методы, заключающиеся в измерении теплофизических характеристик жидкостей при их ламинарном течении в трубках и капиллярах [14 – 16, 24 – 29, 131 – 153].

2. Методы, основанные на измерении теплофизических характеристик жидкостей (обладающих значительными временами релаксации) сразу после остановки их течения.

3. Методы, заключающиеся в определении теплофизических характеристик жидкостей при сдвиговом течении в зазоре между коаксиальными цилиндрами.

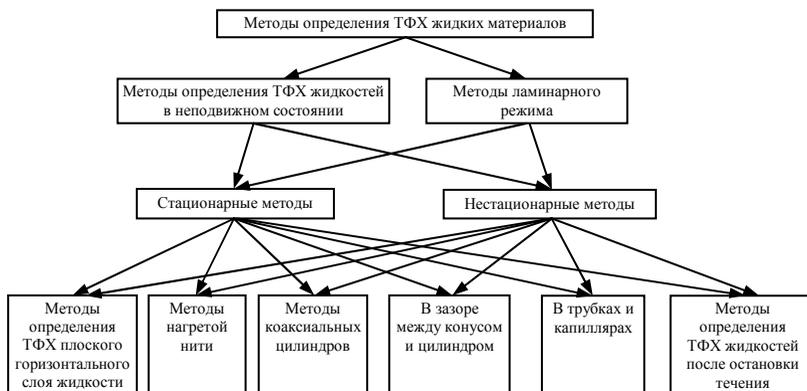
4. Методы, основанные на измерении теплофизических характеристик при сдвиговом течении в зазоре между пластиной и конусом.

Все указанные методы могут быть как стационарными, так и нестационарными.

В соответствии с этим предлагается классификация методов измерения компонентов тензоров теплофизических характеристик расплавов полимеров при сдвиговом течении, представленная на рис. 1.1.

Методы ламинарного режима предусматривают определение теплофизических характеристик жидкостей при их ламинарном течении в каналах различной формы.

Течение жидкости в цилиндрических каналах (трубках и капиллярах) не позволяет получить постоянную скорость сдвига  $\dot{\gamma} = \frac{dv(r)}{dr}$  в потоке, где  $v(r)$  – зависимость скорости потока от радиальной координаты  $r$ .



**Рис. 1.1. Классификация методов измерения компонентов тензоров теплофизических характеристик растворов и расплавов полимерных материалов при сдвиговом течении**

В связи с тем, что профиль скорости  $v(r)$  ньютоновской и большинства неньютоновских жидкостей по сечению трубы имеет параболическую форму и зависит от наличия местных гидравлических сопротивлений, а также длины прямолинейных участков, речь может идти только о средней скорости сдвига в потоке, определяемой как отношение средней скорости течения  $\bar{v} = g / (\pi R^2)$  к радиусу  $R$  капилляра или трубы, где  $g$  – расход жидкости [16].

В приборах, работа которых основана на стационарных методах, распределение температуры в образце не зависит от времени. Теплопроводность вычисляется по формуле [9, 14 – 16, 43]

$$\lambda = \frac{Q}{T_1 - T_2} K_{\phi}, \quad (1.1)$$

где  $Q$  – количество тепла, проходящего в единицу времени от изотермической поверхности с температурой  $T_1$  к изотермической поверхности с температурой  $T_2$ ;  $K_{\phi}$  – коэффициент формы образца.

К классическим стационарным методам относятся следующие [43, 44]:

- метод плоского горизонтального слоя – предложен Христиансенем в 1881 г.;
- метод коаксиальных цилиндров – впервые предложен и применен Винкельманом;
- метод нагретой проволоки – предложен Шлеермахером в 1888 г.

В том случае, когда все величины, входящие в формулу (1.1), определяются на основании измерений, методы называются абсолютными. Если для определения теплопроводности применяют эталонный материал с известными теплофизическими характеристиками, то такие методы называются относительными.

Основные трудности при использовании установок, работа которых основана на стационарных методах, связаны с созданием равномерного одномерного теплового потока [44]. Для этого необходимо выполнение следующих условий:

- должны быть устранены утечки тепла;
- необходимо обеспечить идеальный контакт образца с другими элементами прибора.

Для избежания утечек тепла в установках, реализующих метод плоского слоя, предусматриваются охранные кольца с нагревателями, а для исключения конвективного теплообмена в слое исследуемого вещества этот слой берется тонким, располагается строго горизонтально, а тепловой поток направляется сверху вниз [43].

Метод плоского горизонтального слоя заключается в следующем [43]. На наружных поверхностях однородной плоской стенки толщиной  $\delta$  поддерживаются постоянные температуры  $T_1$  и  $T_2$ , причем  $T_1 > T_2$  при неизменном значении теплового потока  $Q$ . Измерив эти значения, теплопроводность  $\lambda$  вычисляется по формуле (1.1). Если в установившемся режиме тепловой поток будет проходить последовательно через два плоских слоя различных веществ, он создаст в них градиенты температур, обратно пропорциональные теплопроводностям. Исследуемая теплопроводность  $\lambda_x$  найдется как

$$\lambda_x = \lambda_3 \frac{\delta_x (t_1^3 - t_2^3)}{\delta_3 (t_1^x - t_2^x)}, \quad (1.2)$$

где  $\lambda_x$  и  $\lambda_3$  – соответственно теплопроводность анализируемого и эталонного вещества;  $\delta_x$  и  $\delta_3$  – толщина слоя анализируемого и эталонного веществ;  $t_1^x - t_2^x$  – перепад температур в слое исследуемого вещества;  $t_1^3 - t_2^3$  – перепад температур в слое эталонного вещества.

При использовании формулы (1.2) величину теплового потока измерять не нужно, необходимо измерить только перепады температур в слое анализируемого и эталонного веществ. Этот метод называется относительным.

Метод коаксиальных цилиндров может быть осуществлен как в стационарном, так и нестационарном варианте [9, 14 – 16, 43].

Рассматривая перенос тепла через жидкость или газ, помещенные в зазор между двумя коаксиальными цилиндрами, получают формулу для определения теплопроводности [43]:

$$\lambda = \frac{Q \ln \frac{d_2}{d_1}}{2\pi l (t_1 - t_2)}, \quad (1.3)$$

где  $d_1$  и  $d_2$  – наружный диаметр внутреннего цилиндра и внутренний диаметр наружного цилиндра соответственно;  $l$  – длина цилиндров;  $t_1$  и  $t_2$  – температура внутреннего и наружного цилиндров, причем  $t_1 > t_2$ . Эта формула справедлива при изотермических условиях вдоль измерительных цилиндров, т.е. когда их длина достаточно велика.

Если вместо внутреннего цилиндра в методе коаксиальных цилиндров поместить проволоку небольшого диаметра, порядка 0,1 мм, используя ее в качестве нагревателя и термопреобразователя сопротивления, уменьшив при этом размеры внешнего цилиндра с целью исключения конвективного теплообмена, то получаем метод нагретой проволоки [43]. Схема измерительного устройства, реализующего данный метод, представлена на рис. 1.2.

Внутренний цилиндр  $CD$  представляет собой тонкую платиновую проволоку. Она должна быть помещена строго по оси наружного цилиндра, которым является либо стеклянная, либо кварцевая трубка, либо медный блок с высверленным в нем каналом, по оси которого натягивается указанная проволока. Длина измерительного участка  $l$  фиксируется припаянными в точках  $A$  и  $B$  отпайками из тонкой платиновой проволоки. На поверхности трубки для измерения ее температуры наматывается термопреобразователь сопротивления. Перепад температур в стенке определяется расчетным путем. Исследуемая жидкость

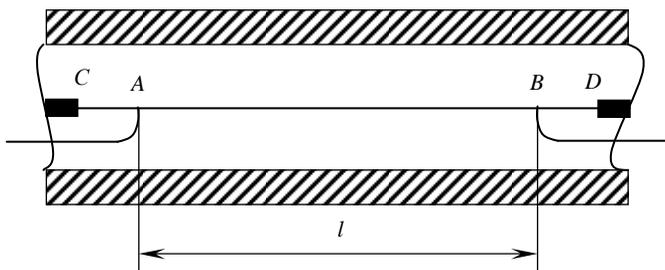


Рис. 1.2. Схема измерительной трубки по методу нагретой проволоки

или газ заполняют промежуток между платиновой проволокой и цилиндром трубки. Смонтированная измерительная трубка помещается в термостат. Тепло от нагреваемой электрическим током проволоки радиально проходит через слой исследуемого вещества. После достижения теплового равновесия измеряются: сила тока и падение напряжения на платиновой проволоке для вычисления количества тепла, проходящего через слой анализируемого вещества; температура платиновой проволоки  $t_1$  и температура на поверхности трубки, пользуясь которой, вычисляется  $t_2$  – температура исследуемого вещества у внутренней поверхности трубки. Теплопроводность  $\lambda$  вычисляется по формуле [43]

$$\lambda = A \frac{Q}{t_1 - t_2},$$

где  $A = \frac{\ln \frac{d_2}{d_1}}{2\pi l}$  – постоянная установки;  $d_1$  и  $d_2$  – диаметр платиновой проволоки и внутренний диаметр цилиндра соответственно;  $l$  – длина измерительного участка.

Метод нагретой проволоки является наиболее разработанным методом определения теплопроводности жидкостей и газов. В нашей стране этот метод впервые был применен Н.Б. Варгафтиком и Д.Л. Тимротом. Применяя этот метод для исследования газов и паров под давлением, они внесли в него ряд изменений, учитывая, что при высоких давлениях должно быть обращено особое внимание на исключение естественной конвекции.

Стационарные методы для определения теплофизических характеристик как твердых, так и жидких материалов впервые стали применяться в конце XIX в. Преимуществами стационарных методов являются высокая точность определения теплофизических характеристик, что позволяет использовать полученные данные в качестве эталонных, а также относительная простота расчетных формул для получения значения теплопроводности.

Недостатком этих методов можно считать необходимость строгого учета явлений, приводящих к конвективному переносу тепла в слое исследуемого материала. Для исключения этих явлений в конструкции измерительных устройств предусматривается создание охранных нагревателей или введение соответствующих поправок в формулы для определения теплофизических характеристик [43, 44].

### 1.1.2. Нестационарные методы определения теплофизических свойств жидкостей

Нестационарные методы характеризуются изменением температурного поля исследуемого тела во времени. Нестационарность тепловых процессов обуславливается изменением энтальпии тела и связана либо с явлениями прогрева, либо охлаждения. При нестационарном режиме количество передаваемого тепла непостоянно во времени [16, 43].

Нестационарные методы обычно основаны на математическом моделировании процесса переноса теплоты в одномерных образцах дифференциальным уравнением теплопроводности [16]

$$\frac{\partial T(r, \tau)}{\partial \tau} = a \frac{1}{r^\gamma} \frac{\partial}{\partial r} \left[ r^\gamma \frac{\partial T(r, \tau)}{\partial r} \right], \quad \tau > 0, \quad R_1 < r < R_2, \quad a - \text{const},$$

где  $\tau$  – время;  $T(r, \tau)$  – функция распределения температуры;  $a$  – коэффициент температуропроводности;  $r$  – координата;  $\gamma$  – коэффициент формы образца ( $\gamma = 0, 1, 2$  соответственно для плоской, цилиндрической и сферической систем координат). Дополняя дифференциальное уравнение теплопроводности начальными и граничными условиями, получают краевую задачу теплопроводности. В результате решения такой задачи находят значения теплофизических характеристик [16]:

коэффициентов температуропроводности  $a = \frac{\lambda}{c\rho}$  или тепловой ак-

тивности  $b = \sqrt{\lambda c \rho}$ , где  $c$  – удельная теплоемкость;  $\rho$  – плотность материала образца.

Ранее нестационарные методы подразделяли на две группы [46]: методы начальной стадии теплообмена (чисто нестационарные или иррегулярные) и методы регулярного режима. В настоящее время выделена еще одна группа методов, основанных на использовании закономерностей всех стадий нестационарного процесса – методы временных интегральных характеристик (ВИХ) и пространственно-временных интегральных характеристик (ПВИХ). Основная идея таких методов изложена в [47 – 49] и заключается в возможности получения достаточно простого аналитического решения обратной краевой задачи. Используется временная интегральная характеристика (ВИХ) температуры и теплового потока – интегральное преобразование Лапласа по временной переменной

$$T^*(x, p) = \int_0^{\infty} \exp(-p\tau) T(x, \tau) d\tau;$$

$$q^*(p) = \int_0^{\infty} \exp(-p\tau) q(\tau) d\tau, \quad p > 0,$$

где  $x, \tau$  – пространственная и временная координаты соответственно;  $T(x, \tau)$  – температура;  $q(\tau)$  – плотность теплового потока;  $T^*(x, p), q^*(p)$  – временная интегральная характеристика температуры и плотности теплового потока соответственно;  $p$  – параметр интегрирования Лапласа, его величина может быть произвольной, но в то же время жестко заданной для определения ВИХ с наибольшей точностью.

Преимущества нестационарных методов: более быстрое определение всего комплекса теплофизических характеристик ( $a, \lambda, \text{ср}, b$ ); часто позволяют избежать измерения тепловых потоков, проходящих через образец; требования к тепловой защите не такие строгие, как в традиционных стационарных методах. Однако к недостаткам таких методов можно отнести сложность расчетных формул, что приводит к необходимости применения численных методов для расчетов значений ТФХ, и связанную с этим сравнительно невысокую точность определения теплофизических характеристик.

### 1.1.3. Методы ламинарного режима

Попытка измерения теплопроводности непосредственно в потоке по методу ламинарного режима была сделана Гретцем, Нуссельтом [18, 22], а также Шумиловым и Яблонским [21]. Суть метода, анализ и критика применяемого авторами метода ламинарного режима приведены в книге Н.Ф. Цедерберга [43]. В результате принятых допущений погрешность измерения теплопроводности исследуемых жидкостей оказалась недопустимо высокой. Этот метод получил дальнейшее развитие в Тамбовском институте химического машиностроения (с 1993 г. переименованного в Тамбовский государственный технический университет). Здесь при непосредственном участии проф. С.В. Пономарева были разработаны измерительные устройства трех типов, реализующие методы ламинарного режима [14 – 17, 24 – 36, 50].

Устройства первого типа предназначены для измерения коэффициента температуропроводности  $a$  и комплексного реотеплофизического параметра  $\mu \cdot a$ , представляющего собой произведение коэффициента динамической вязкости  $\mu$  на коэффициент температуропроводности  $a$ , при ламинарном течении жидкости в трубе с постоянной температурой стенки [24, 25, 51, 52, 53].

В качестве примера можно привести измерительное устройство, описанное в авторском свидетельстве № 817562 [53]. Изобретение относится к области теплофизических измерений и может быть использовано для определения концентраций и теплофизических характеристик жидких сред. Для измерений используют дифференциальный проточный калориметр. Устанавливают исходное значение сигнала измерителя разности тепловых потоков между ячейками и тепловыравнивающим блоком при пропускании через ячейки калориметра исследуемой жидкости и жидкости сравнения с равными расходами. Затем подводят к ячейкам равные тепловые мощности и измеряют расход в одной из ячеек, так чтобы значение сигнала измерителя разности тепловых потоков вновь достигло исходного. По соотношению расходов и теплоемкости жидкости сравнения рассчитывают искомую величину. К недостаткам данного метода следует отнести то, что авторы не учитывают количество тепла, выделяющегося вследствие диссипации энергии при течении жидкости через ячейки калориметра. Данное устройство не может быть использовано для анализа теплофизических характеристик высоковязких и неньютоновских жидкостей.

Способ определения температуропроводности жидкости описан в авторском свидетельстве № 1495697 [54]. Используется сравнительный способ измерений. Исследуемая жидкость и жидкость сравнения с равными исходными температурами пропускаются с постоянными и равными расходами через теплообменные каналы. Температура стенок теплообменных каналов задается равной для обеих жидкостей. Выбирают сечение жидкости с равными избыточными температурами. Их удаления от начала теплообменных участков обратно пропорциональны температуропроводности жидкостей. Расчетная формула имеет вид

$$a = a_3 \frac{l_3}{l_x},$$

где  $a$  – температуропроводность исследуемой жидкости;  $a_3$  – температуропроводность жидкости сравнения;  $l_3$  – расстояние от начала участка теплообмена до сечения, в котором контролируется температура жидкости сравнения;  $l_x$  – расстояние от начала участка теплообмена до сечения, в котором контролируется температура исследуемой жидкости.

Активная фаза измерений теплофизических характеристик по данному методу осуществляется в стационарном режиме. Для стабилизации температурного режима между измерениями необходимо время. Это приводит к увеличению длительности эксперимента и понижает производительность измерений. Также к недостаткам данного метода следует отнести узкий диапазон температур (300...330 К), в котором проводятся измерения теплофизических характеристик.

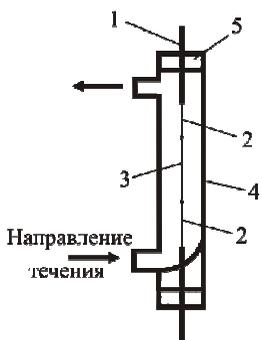
Устройства второго типа используются для измерения коэффициента температуропроводности  $a$ , теплопроводности  $\lambda$ , объемной теплоемкости  $c_p$  и комплексного параметра  $\mu \cdot a$  при ламинарном течении жидкости в трубе, стенку которой обогревают равномерно распределенным источником тепловой энергии (источником равномерно распределенного теплового потока) [27, 55 – 57].

В работе [59] приведены описание измерительного устройства и результаты экспериментального исследования зависимости теплопроводности жидкостей на основе силикона от скорости сдвига в диапазоне  $0 \dots 300 \text{ с}^{-1}$ .

Измерительное устройство состояло из стеклянной трубки 4 (рис. 1.3), в которую через изоляторы 5 в направлении, совпадающем с осью трубки, вставлен тонкий проволочный нагреватель, состоящий из трех последовательно включенных участков 2 и 3. Участки 2 представляли собой проволочки из константана и выполняли функции охранных нагревателей, а участок 3 был выполнен из никелевой проволоки радиусом  $r_1$  и являлся одновременно и нагревателем и термопреобразователем сопротивления. С помощью выводов 1 нагреватель был включен в мостовую измерительную схему.

Метод измерения основан на зависимости температуры нагреваемой током проволочки из никеля 3 от теплопроводности омывающей ее жидкости.

Математическая модель температурного поля в трубке 4 была записана, исходя из следующих допущений [59]:



**Рис. 1.3.** Измерительное устройство для определения теплопроводности жидкости при течении в трубке [59]

- 1) течение в трубке ламинарное;
- 2) поток однородный и устойчивый;
- 3) вязкость и теплопроводность являются константами;
- 4) жидкость несжимаема;
- 5) скорости течения в направлениях, не совпадающих с осью трубки, равны нулю;
- 6) вторая производная температуры по координате вдоль оси трубы равна нулю.

В итоге температурное поле в трубке было предложено описать следующими дифференциальными уравнениями [59]:

$$\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} = \lambda \left[ \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial T}{\partial r} \right) \right] + A, \quad 0 \leq r \leq r_1,$$

$$\rho c_p \left[ \frac{\partial T}{\partial t} + v_z \frac{\partial T}{\partial z} \right] = \lambda \left[ \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial T}{\partial r} \right) \right] + \mu \left[ \frac{\partial v_z}{\partial r} \right]^2, \quad r_1 \leq r \leq \infty,$$

где  $\rho$ ,  $c_p$  – плотность и удельная теплоемкость жидкости;  $\lambda$  – ее теплопроводность;  $r$  – радиальная координата;  $T$  – температура;  $\mu$  – динамическая вязкость жидкости;  $v_z$  – скорость потока жидкости в направлении оси трубки;  $A$  – объемная плотность тепловыделений в нагревателе.

Результаты эксперимента свидетельствовали об увеличении теплопроводности исследуемой жидкости (полиметилсилоксана) с увеличением скорости сдвига. Это могло быть вызвано нарушением режима ламинарного течения в трубке. В то же время используемая модель температурного поля в трубке не учитывала неньютоновские свойства жидкости, текущей внутри трубки.

Другим методом исследования теплофизических свойств жидкостей при их течении в цилиндрических каналах является метод периодического нагрева в автоматизированном варианте, реализованный Л.П. Филипповым с сотрудниками [60]. Ранее этот метод успешно использовался для определения теплофизических свойств жидкостей в неподвижном состоянии. Его сущность состоит в регистрации колебаний температуры зонда в виде тонкой проволоки (или фольги), вызываемых переменным током. Амплитуда и фаза колебаний температуры зонда зависят от теплофизических свойств жидкости, в которую он погружен (от ее теплопроводности и объемной теплоемкости).

Устройства, реализующие методы ламинарного режима, третьего [58] типа, рассмотрены в параграфе 1.1.5.

#### **1.1.4. Методы, основанные на измерении теплофизических характеристик жидкостей после остановки течения**

Для того чтобы избежать трудностей, связанных с измерением теплопроводности  $\lambda$  при сдвиговом течении, в работах [61, 62] было предложено проводить исследование жидкостей, времена релаксации которых чрезвычайно велики. В этом случае созданная сдвиговым течением внутренняя структура жидкости после остановки течения сохраняется в течение длительного времени. Используя такой подход, в работах [61, 62] с применением метода линейного источника тепла постоянной мощности были исследованы значения теплопроводности  $\lambda_{\text{фф}}$  и  $\lambda_{\text{rr}}$  вдоль и поперек направления сдвига. Полученные результаты свидетельствуют о том, что значения  $\lambda_{\text{фф}}$  превышают значения  $\lambda_{\text{rr}}$  на 26...37%.

В работе [63] приведены результаты исследования анизотропии теплопроводности образцов полимерных материалов, находившихся в условиях сдвигового течения. Образцы материалов получали из полипропилена, нагретого до температуры 215 °С, который в расплавленном состоянии выдавливали через плоскую щель, а затем быстро охлаждали жидким азотом до затвердевания. Из получившейся пластины изготавливали образцы двух типов, имеющие формы цилиндров. Оси цилиндрических образцов первого типа совпадали с направлением скорости сдвига в потоке расплава полимера, а оси образцов второго типа были, наоборот, перпендикулярны этому направлению.

Для исследуемых образцов были определены значения теплопроводности вдоль и поперек направления скорости сдвига по методике, рекомендованной стандартом Американского общества по испытанию материалов (ASTM) E1952-01, основанной на применении модулирующего дифференциального сканирующего калориметра.

Экспериментальные данные свидетельствуют, что с увеличением скорости сдвига анизотропия теплопроводности возрастает. Теплопроводность, измеренная в направлении, перпендикулярном скорости сдвига, всегда оказывалась меньше, чем теплопроводность в направлении, совпадающем с направлением скорости сдвига. Вместе с тем, теплопроводность в направлении, перпендикулярном к скорости сдвига, оказалась больше, чем теплопроводность, измеренная для неподвижного материала. Авторы работы объясняют данный факт изменением структуры материала при отверждении образцов.

В работе [64] описан метод определения температуропроводности неньютоновских жидкостей при сдвиговом течении. Метод основан на применении техники оптического неразрушающего контроля, использующей зависимость параметров рассеяния Релея лазерного излучения от температуропроводности исследуемого материала. Чувствительность метода позволяет определять анизотропию температуропроводности полимеров, подвергнутых деформациям и находящихся как в статическом, так и динамическом состояниях. Результаты были получены для расплава полимера, находящегося в условиях сдвигового течения, и эластомера, подвергнутого одноосному расширению. Эксперименты показывают, что температуропроводность материалов повышается при увеличении скорости сдвига (или степени растяжения) по сравнению с первоначальным значением.

Результаты исследования анизотропии теплофизических характеристик линейных аморфных полимеров приведены в работе [65]. Ориентирование макромолекул в образцах исследуемых материалов (поли-

метилметакрилате и полистироле) достигалось путем их растяжения при высоких температурах с последующим охлаждением. Результаты свидетельствуют, что теплопроводность образцов в направлении, перпендикулярном направлению деформации, уменьшается на 10...20%, а в направлении, совпадающем с направлением деформации, увеличивается на 30...40% при удлинении образца в 4 раза при его растяжении.

### **1.1.5. Методы определения теплофизических характеристик жидкостей при сдвиговом течении в зазоре между коаксиальными цилиндрами**

Эти методы привлекательны в первую очередь тем, что позволяют получать почти постоянную скорость сдвига в зазоре между коаксиальными цилиндрами, один из которых вращается. Это позволяет определять теплофизические характеристики при заданной скорости сдвига как ньютоновских, так и неньютоновских жидкостей.

В работе [66] были исследованы коэффициенты теплопроводности ряда неньютоновских жидкостей, как в покоящемся состоянии, так и при их движении. Движение жидкости со скоростями сдвига от 0 до  $500 \text{ с}^{-1}$  осуществлялось в кольцевом зазоре между двумя коаксиальными цилиндрами. Для жидкостей со значительной вязкостью учитывалось выделение тепла за счет диссипации механической энергии. Однако вводимая поправка для всех исследованных жидкостей не превышала 2%. Погрешность измерения теплопроводности составляла примерно 5%. Проведенные опыты показали, что для исследованных жидкостей существует небольшая зависимость теплопроводности от скорости сдвига.

В работах [67, 68] приведены сведения об экспериментальном исследовании анизотропии теплопроводности смазок при сдвиговом течении в широком диапазоне изменения скоростей сдвига  $\dot{\gamma}$  от 0 до  $1000 \text{ с}^{-1}$ . При этом использовалась измерительная ячейка, выполненная по методу коаксиальных цилиндров. Вращение внутреннего цилиндра ячейки осуществлялось от ротационного вискозиметра Мак-Киннеля, что позволяло создавать в исследуемой среде скорости сдвига от 0 до  $1000 \text{ с}^{-1}$  и одновременно измерять напряжение сдвига  $\sigma$ . На поверхности внутреннего цилиндра был равномерно распределен нихромовый нагреватель. Температуры внутреннего  $T_v$  и наружного  $T_n$  цилиндров измерялись трехспайными термопарами, предварительно проградуированными по образцовому термопреобразователю сопротивления. Подвод напряжения к нагревателю и вывод сигнала термопары с внутреннего цилиндра осуществляли с помощью токосъемника. ЭДС термопар измеряли

потенциометром Р306, а мощность нагревателя – потенциометром Р330. Соотношение геометрических размеров цилиндров следующее:

$$L/D_n = 3; \quad D_n/D_b = 1,02,$$

где  $D_n$  и  $D_b$  – диаметры наружного и внутреннего цилиндров;  $L$  – длина цилиндров.

При таких размерах обеспечиваются высокая однородность поля напряжений сдвига, а также незначительные торцевые потери тепла. Кроме того, при таких размерах распределение температур в зазоре между цилиндрами с погрешностью не более 1% совпадает с плоской задачей (модель Куэтта) с постоянным тепловым потоком  $q$  на внутренней и температурой  $T_n$  – на наружной стенках. Решение этой задачи для стационарного теплового режима позволяет определить  $\lambda_{rr}$  по измеренным значениям,  $q$ ,  $T_b$ ,  $T_n$  при заданном и известном зазоре  $\delta$  между цилиндрами. На изготовленной установке были исследованы значения  $\lambda_{rr}$  трех смазок.

Аналогичная установка была разработана в лаборатории теплофизических измерений Тамбовского института химического машиностроения [9, 14 – 16, 50, 137, 140, 143, 151, 157]. Главное ее отличие заключается в том, что во вращение приводится внешний цилиндр, а внутренний цилиндр, на котором установлены нагреватель и термопреобразователь сопротивления, в процессе эксперимента остается неподвижным. За счет этого упрощаются подвод напряжения к нагревателю и подключение термометра сопротивления к измерительной схеме. Второе отличие заключается в том, что для измерения теплопроводности  $\lambda_{rr}$  предлагается использовать нестационарную методику, позволяющую значительно уменьшить продолжительность и величину теплового воздействия на исследуемый слой жидкости, находящийся в зазоре между коаксиальными цилиндрами. Один из вариантов методики обработки экспериментальной информации приведен в [38].

В работе [69] приведены результаты исследования переноса тепла в ферромагнитных суспензиях при небольших скоростях сдвига – до  $\dot{\gamma} = 16 \text{ с}^{-1}$ . Для таких систем обнаружена небольшая зависимость  $\lambda_{rr}$  от  $\dot{\gamma}$ . Однако этот эффект становится очень заметным при наложении магнитного поля. Значения  $\lambda_{\text{эф}}$  увеличивались по сравнению с  $\lambda_{rr}$  примерно на 25...30%.

Исследованием тепловых эффектов при сдвиговом течении анизотропных растворов полимеров в зазоре между коаксиальными цилиндрами занималась в 1974 – 1976 гг. группа ученых (В.Ф. Поляков, А.Я. Малкин, Б.А. Арутюнов, В.А. Платонов, Н.В. Васильева, В.Г. Куличихин) из Московского института химического машиностроения и

Всесоюзного научно-исследовательского института искусственного волокна. Рабочий узел разработанного ими прибора [70] состоял из двух термостатируемых блоков, каждый из которых представлял собой систему коаксиальных цилиндров, оснащенных датчиками теплового потока. Тепловыделения, возникающие после приведения во вращение одного из цилиндров, регистрировались по дифференциальной схеме, схематически изображенной на рис. 1.4.

Прибор представляет собой комбинацию ротационного вискозиметра куэттовского типа (с рабочим узлом «цилиндр – цилиндр») и дифференциального калориметра, куда помещен рабочий узел вискозиметра. По конструктивному исполнению прибор состоит из измерительного блока *I* и привода *II* для задания требуемой скорости деформирования. Измерительный узел содержит два одинаковых блока, в которые помещены коаксиальные медные цилиндры 6, 7. Диаметр внутреннего цилиндра 39 мм, зазор между цилиндрами 0,5 мм. На наружных поверхностях неподвижных цилиндров 7 и на внутренних вращающихся установленных датчики теплового потока 8. Для контроля температуры в измерительный блок *I* помещена термопара 13.

Привод состоял из электродвигателя постоянного тока 1, электромагнитной муфты 2, коробки передач 4 и тормозного устройства 3. Диапазон реализуемых скоростей сдвига от 4 до 100 с<sup>-1</sup>. Для проведения исследований при повышенных температурах измерительный узел *I* помещали в термостат 11. Исследуемое вещество 12 загружалось в зазоры между обоими цилиндрами 6 и 7 в одинаковых количествах. Сигнал от датчиков теплового потока 8, возникающий при задании деформации или после прекращения течения, через токосъемник 5 подавался на усилитель постоянного тока 9 и регистрировался самопишущим потенциометром 10.

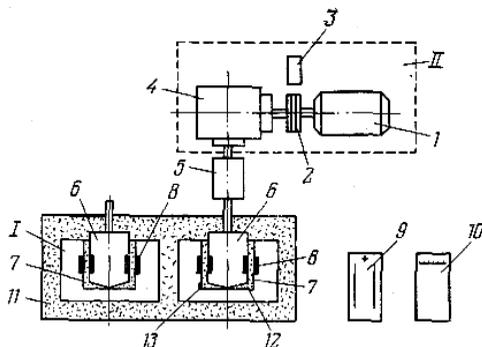


Рис. 1.4. Схема измерительной установки [70] для определения тепловых эффектов при сдвиговом течении

С помощью данной измерительной установки были исследованы анизотропные растворы ПБА в диметилацетамиде. Для этих растворов характерно изменение структуры во времени, что было подтверждено экспериментальными данными [70]. Для начальной стадии была выявлена более высокая мощность тепловыделений в слое анизотропного раствора (рис. 1.5), и вязкость, рассчитываемая из теплофизических измерений, оказалась выше, чем вязкость, определенная из реологических экспериментов. Это может объясняться более высокой степенью ориентации макромолекул полимера и уменьшением теплопроводности материала в условиях сдвиговой деформации.

Beelet [71] описывает измерительную ячейку с коаксиальными цилиндрами, которая позволяет определять одновременно теплопроводность и удельную теплоемкость жидкостей при сдвиговом течении и температурах, близких к температуре окружающей среды. Он заключил, что влияние реологического закона течения на теплопроводность незначительное, не смотря на ярко выраженную молекулярную анизотропию, которой обладают растворы высокомолекулярных жидких полимеров. Тем не менее, влияние анизотропии на теплофизические свойства он не смог установить из-за трудностей математического описания температурного поля в потоке жидкого материала в стационарном тепловом режиме в присутствии поля скоростей.

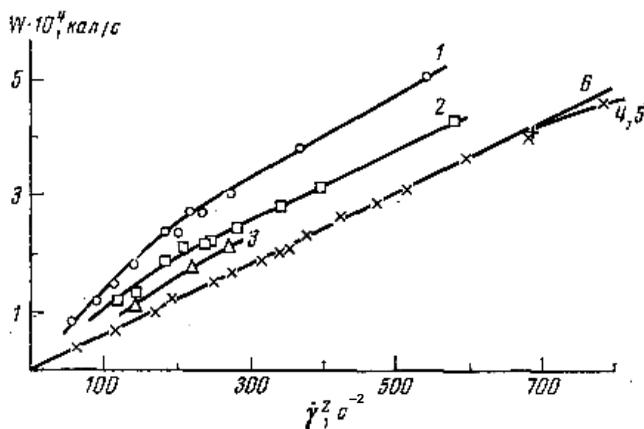


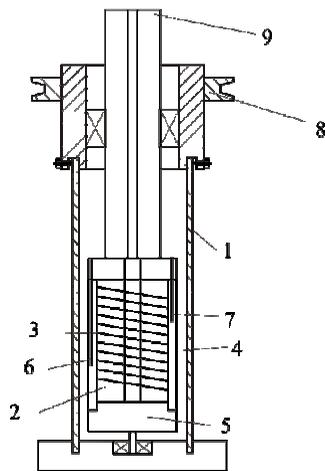
Рис. 1.5. Зависимость  $W$  от  $\dot{\gamma}^2$  для анизотропного раствора ПБА [70] при продолжительности пребывания раствора в измерительном узле 1 (1); 24 (2); 48 (3); 72 (4) и 96 ч (5); прямая б относится к тепловыделениям системы с наибольшей ньютоновской вязкостью

В работе [72] была экспериментально исследована зависимость реологических характеристик и теплопроводности суспензий, содержащих равномерно распределенные взвешенные микрочастицы полиэтилена и полипропилена, от скорости сдвига, размера и объемной концентрации частиц. Теплопроводность определялась в условиях сдвигового течения Куэтта при заданной скорости вращения внешнего цилиндра. Использовались четыре типоразмера частиц от 25 до 300 мкм. Объемная концентрация микрочастиц и скорость сдвига соответственно изменялись в диапазоне 0...10% и 0...900 с<sup>-1</sup>. Измерительное устройство состояло из внутреннего неподвижного и внешнего вращающегося цилиндров.

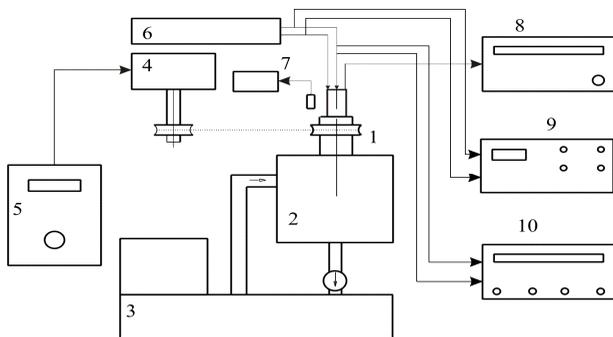
Внутренний цилиндр 2 (рис. 1.6) был сделан из алюминиевой трубки и имел следующие размеры: длина 61,8 мм, диаметр 48 мм и толщина 3,85 мм. Снизу и сверху внутренний цилиндр имел нейлоновые стержни 5 и 9. Внешний цилиндр 1 состоял из двух трубок, вставленных одна в другую и зафиксированных винтами. Нижняя трубка имела наружный диаметр 55 мм, длину 110 мм и толщину 2 мм. Цилиндры имели возможность вращаться друг относительно друга.

Исследуемую жидкость помещали в кольцевой зазор 4 (1,5 мм) между двумя цилиндрами. Внутренний цилиндр имел источник тепла 3, представляющий собой катушку из нихромовой проволоки. Теплоперенос между цилиндрами происходил в радиальном направлении через слой исследуемой жидкости. В процессе эксперимента перепад температур между цилиндрами составлял не более 8 °С. Температура внутреннего цилиндра измерялась при помощи термоэлектрических преобразователей 6 и 7 с номинальной статической характеристикой  $T$ .

В процессе эксперимента измерительное устройство помещалось в водяную рубашку 2 (см. рис. 1.7), через которую прокачивалась вода из термостата. Температура внешнего цилиндра принималась равной температуре воды в термостате. Внешний цилиндр приводился во вращение от электродвигателя 4.



**Рис. 1.6. Конструкция измерительного устройства [72] для исследования зависимости реологических характеристик и теплопроводности суспензии от скорости сдвига**



**Рис. 1.7.** Схема измерительной установки [72] для исследования зависимости реологических характеристик и теплопроводности суспензии от скорости сдвига

Угловая скорость вращения ротора регулировалась контроллером 5. Частота вращения наружного цилиндра измерялась тахометром 7. Напряжение на нагреватель внутреннего цилиндра подавалось с источника питания 6 и одновременно измерялось мультиметром 9. Омметром 10 определялось сопротивление нагревателя, а температура внутреннего цилиндра – термометром 8.

Теплопроводность жидкости при фиксированной скорости сдвига вычислялась в стационарном тепловом режиме по формуле:

$$\lambda = Q \ln \left( \frac{R_o}{R_i} \right) / 2\pi l (T_o - T_i), \quad (1.4)$$

где  $Q$  – мощность источника тепла;  $R_o$  – радиус наружного цилиндра;  $R_i$  – радиус внутреннего цилиндра;  $l$  – длина наружного цилиндра;  $T_o$  – температура наружного цилиндра;  $T_i$  – температура внутреннего цилиндра;  $\gamma$  – скорость сдвига. Погрешность измерения температуры оценивалась равной 0,1 °С, теплопроводности 4,59%, а скорости сдвига – 8,23%. Источниками погрешности, по мнению авторов, являются торцевые утечки тепла от нагревателя, вторичные течения Тейлора в слое суспензии и эксцентриситет кольцевого зазора.

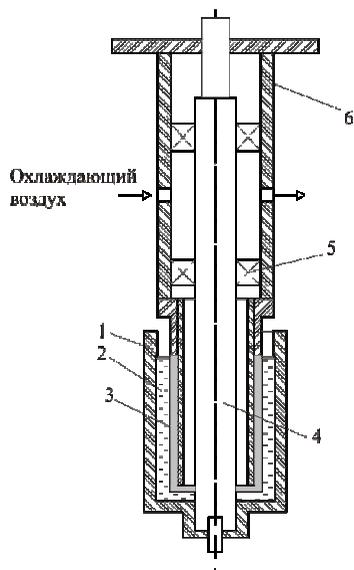
Отсутствие конвективного теплообмена было установлено в ходе проверочных экспериментов с дистиллированной водой и масляной смесью. При этом оказалось, что для различных скоростей сдвига (от 0 до 800 с<sup>-1</sup>) измеренное значение теплопроводности указанных выше веществ изменялось в пределах установленной погрешности.

Экспериментальное определение зависимости теплопроводности суспензий от скорости сдвига показало, что с повышением скорости

сдвига теплопроводность асимптотически увеличивалась, причем, чем выше объемная концентрация частиц и чем больше объем частиц, тем интенсивнее рост теплопроводности. Этот эффект объясняется авто-рами возникновением микроконвекции, обусловленной вращением частицы при сдвиговом течении. Чем больше размер частицы, тем больше действующий на нее вращающий момент и больше угловая скорость вращения частицы, что вызывает появление вокруг нее «микровихрей» жидкости и соответственно возникновение конвективного теплообмена. Из этого следует, что при наличии в исследуемой жидкости микрочастиц предложенное измерительное устройство в условиях сдвигового течения позволяет определять эффективную теплопроводность – включающую в себя как молекулярную теплопроводность  $\lambda$ , так и конвективную передачу тепла.

Таким образом, предложенные авторами [72] метод и измерительное устройство позволяют определять достаточно точно теплопроводность маловязких ньютоновских жидкостей и непригодно для исследования неьютоновских жидких сред с высоким значением вязкости, так как при сдвиговом течении таких сред в слое жидкости будет выделяться тепловая энергия за счет диссипации энергии вязкого трения, что не учитывается формулой (1.4).

В работе [11] рассмотрено измерительное устройство, использовавшееся при определении зависимости теплопроводности пищевых жидкостей (фруктовых концентратов) от скорости сдвига. Оно также состояло из внутреннего неподвижного 3 и внешнего вращающегося 1 цилиндров (рис. 1.8). Внутренний диаметр наружного цилиндра из меди – 59,49 мм, а внешний диаметр внутреннего латунного цилиндра – 56,49 мм. Как утверждают авторы, эксцентриситет цилиндров, равный 0,051 мм, приводит к появлению погрешности измерения теплопроводности 0,1%. В данном случае эксцентриситет не превышал 0,04 мм, поэтому его влияние на результат измерения было пренебрежимо малым.



**Рис. 1.8. Конструкция измерительного устройства [11] для определения зависимости теплопроводности фруктовых концентратов от скорости сдвига**

Внутренний цилиндр содержал основной и охранный нагреватели, а также три термоэлектрических преобразователя с номинальной статической характеристикой (НСХ) типа  $T$ , которые располагались в центре нагревателя и отстояли друг от друга под углом  $120^\circ$ . Для уменьшения утечек тепла через торцы внутреннего цилиндра последний имел воздушные прослойки и охранные нагреватели. Температура верхнего торца наружного цилиндра измерялась также при помощи термоэлектрических преобразователей с НСХ типа  $T$ .

Внешний цилиндр приводился во вращение через стержень 4 и подшипники 5 (см. рис. 1.8), укрепленные в неподвижном опорном цилиндре 6. Исследуемый раствор концентрата заливался в зазор между цилиндрами, после чего они помещались в водяную баню. Для расчета теплопроводности использовалось уравнение (1.4).

В процессе эксперимента производились следующие измерительные операции:

- 1) установка наружного цилиндра и заливка исследуемой жидкости в зазор между цилиндрами;
- 2) включение основного и охранных нагревателей;
- 3) включение электропривода и установка заданной скорости вращения наружного цилиндра;
- 4) регулирование мощности основного нагревателя, при которой разность температур между цилиндрами равна  $1 \dots 6^\circ\text{C}$ .
- 5) регулирование мощности охранных нагревателей, при которой разность температур в центре нагревателя и на верхнем торце цилиндра будет меньше  $0,1^\circ\text{C}$ ;
- 6) регистрация установившейся разности температур между цилиндрами и скорости вращения наружного цилиндра;
- 7) расчет коэффициента теплопроводности.

Для проверки работоспособности измерительной установки были проведены эксперименты с дистиллированной водой.

В дальнейшем в качестве объекта исследования были выбраны растворы апельсинового концентрата, производимого компанией PINTO, и концентрата манго компании SANTE. Вязкость таких жидкостей составила около  $0,01$  Па·с, поэтому авторы работы посчитали возможным пренебречь эффектом диссипации механической энергии за счет вязкого трения в жидкостях при вращении внешнего цилиндра.

Структура исследуемых жидкостей была различна. Концентрат сока манго содержал локальные группы волокон размером до  $200$  мкм, а концентрат апельсинового сока включал в себя твердые частицы. Большинство частиц было диаметром до  $40$  мкм, диаметр некоторых частиц достигал  $50 \dots 100$  мкм. Для концентратов апельсинового сока и

концентрата сока манго было обнаружено, что их теплопроводность прямо пропорционально зависит от скорости сдвига. Причем для концентрата манго коэффициент пропорциональности оказался, по крайней мере, в два раза больше. Авторы объясняют это явление тем, что волоконные группы и волокна в разбавленном растворе при сдвиговом течении могут вращаться и взаимодействовать с окружающей их жидкостью, вызывая конвективный теплообмен между цилиндрами. В концентрированных растворах этот эффект выражен слабее, а при больших скоростях сдвига в полимерных материалах может возникать ориентация макромолекул вдоль направления сдвига, что напротив должно вызвать уменьшение теплопроводности в направлении, перпендикулярном сдвигу.

Таким образом, можно сделать вывод, что используемые авторами работы [11] метод и измерительное устройство не позволяют определять теплопроводность концентрированных растворов полимеров и их расплавов, так как вязкость таких жидкостей и диссипативный разогрев при их сдвиговом течении достаточно велики.

В работе [195] описано измерительное устройство, аналогичное описанному выше, для определения зависимости от скорости сдвига теплопроводности соусов, приобретенных в супермаркетах ЮАР. Измерительное устройство представляет собой два коаксиальных цилиндра, внешний из которых вращается. Определение теплопроводности происходило в интервале температур 20...50 °С и скорости сдвига 0...1000 с<sup>-1</sup>. Исследования показали, что теплопроводность соусов асимптотически повышается с увеличением скорости и температуры.

В работе [198] представлены экспериментальные данные, описывающие взаимосвязь реологических свойств неньютоновских жидкостей и теплопроводности при наличии скорости сдвига. В экспериментальных испытаниях были задействованы 3 вида ньютоновских жидкостей вместе с 18 видами водных растворов полимеров. Эксперименты проводились при концентрациях растворов от 1000 до 5000 ppm и при температуре, изменяющейся в пределах от 299 до 315 К. Скорость деформации изменялась в пределах  $0 < \dot{\gamma} < 750 \text{ с}^{-1}$ . При проведении исследования неньютоновских водных растворов определялись соотношения  $\lambda = f(T, \dot{\gamma})$ , которые были рекомендованы для использования при проектировании и моделировании конкретных объектов.

В статье [199] путем измерения поверхностной концентрации, объема частиц и температуры были экспериментально исследованы реологические свойства и теплопроводность растворенных в кремний-органической жидкости стержнеобразных частиц парафина. Исследо-

вание суспензии при 15 °С показало, что при увеличении концентрации частиц наблюдается сильное снижение вязкости при сдвиге, в то время как исследование эмульсии при 58 °С показало, что жидкость проявляет свойства, характерные для ньютоновской жидкости и имеет нормальную вязкость. Результаты измерения условной вязкости, полученные в настоящем исследовании, согласуются с теоретическим материалом касательно суспензий, содержащих стержнеобразные частицы. Теплопроводности парафина, кремнийорганической жидкости и их смеси измерялись соответственно при разных температурах. Теплопроводность парафина, как дисперсной системы, удовлетворяет условиям уравнения Брейлсфорда-Майера [199].

Большое количество работ посвящено исследованию зависимости теплопроводности расплава полиэтилена от скорости сдвига при помощи измерительных установок на базе двух коаксиальных цилиндров.

В статье [196] описывается измерительное устройство для полимерных жидкостей, состоящее из вращающихся концентрических цилиндров. Теплопроводность измеряется при температурах, близких к 200 °С и скорости деформации до 400 с<sup>-1</sup>. Метод определения теплопроводности разграничивает тепло за счет внутреннего трения в потоке жидкости и тепло, выделяющееся в нагревателе внутреннего цилиндра.

Изучение расплава полиэтилена показало, что при скорости сдвига 50 с<sup>-1</sup> происходит увеличение теплопроводности на 2%, за которым следует постепенное уменьшение до 10% при 400 с<sup>-1</sup>. Возникновение данного эффекта автор статьи объясняет ориентацией макромолекул расплава полиэтилена. К сожалению, из материала статьи непонятно, полиэтилен какой марки подвергался исследованию.

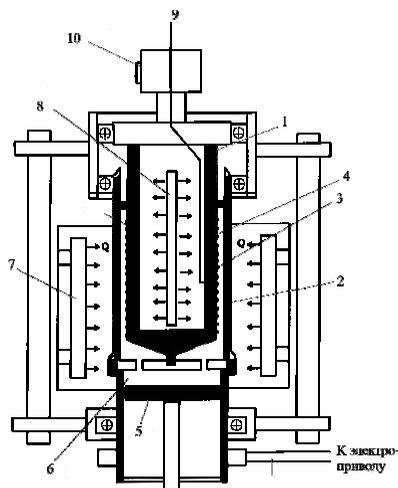
Внешний диаметр неподвижного цилиндра 1,307 дюймов, внутренний диаметр вращающегося цилиндра – 1,374 дюйма. Это, в свою очередь, обеспечивает максимальную разность – равную 11% – скорости деформации жидкости, заполняющей щель от внутренней до внешней стенок цилиндров. Из-за небольшой продолжительности эксперимента глубина проникновения температурного импульса около 0,08 дюймов. Следовательно, задача температурного баланса может быть прекрасно смоделирована путем расчета изменения температуры на границе раздела между двумя полупространствами, где тепло высвобождается с равномерной и постоянной скоростью после начала отсчета, и областями с равномерным распределением температурного поля. Решение представлено Карслоу и Егером [19]:

$$T_i = \frac{1,1284 Q_0 (a_1 a_2)^{1/2}}{\lambda_1 a_2^{1/2} + \lambda_2 a_1^{1/2}} t^{1/2}, \quad (1.5)$$

где  $T_i$  – температура на границе раздела за время  $t$ ;  $Q_0$  – удельный тепловой поток на границе;  $a_1, a_2, \lambda_1, \lambda_2$  – коэффициенты температуропроводности и теплопроводности внешней (расплава полимера) и внутренней (стенка цилиндра) областей соответственно.

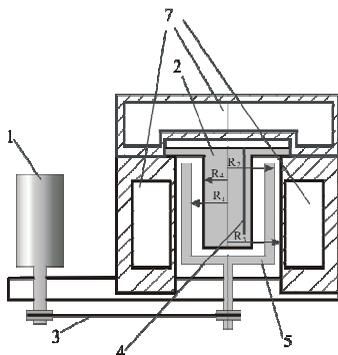
В работе [12] была сделана попытка определения зависимости теплопроводности и вязкости расплава полиэтилена LLDPE HX 5631 от скорости сдвига при помощи одного и того же измерительного устройства, которое представляло собой вискозиметр Куэтта, состоящий из внутреннего неподвижного 1 и внешнего вращающегося 2 цилиндров (см. рис. 1.9). Внутренний цилиндр из термостойкого пластика содержал электрический нагреватель 3 из никелевой проволоки, намотанный на внешнюю поверхность цилиндра. Проволока одновременно служила термометром сопротивления. В зазор между цилиндрами при помощи поршня 5 из полости 6 нагнетался исследуемый расплав полимера 4. Наружная поверхность внешнего цилиндра разогревалась тепловым потоком  $Q$  до температуры плавления полимера при помощи шести симметрично расположенных нагревательных элементов 7. Во внутреннем цилиндре размещался центральный нагреватель 8, при помощи которого создавался положительный градиент температур в слое исследуемого материала (тепловой поток имел направление от внутреннего цилиндра к наружному). Температура полимерного материала дополнительно измерялась при помощи термоэлектрического преобразователя 9, расположенного на внешней поверхности внутреннего цилиндра. Определение теплопроводности осуществлялось по температурному отклику, измеренному при помощи никелевой проволоки 3, включенной в измерительный мост. Тепловое воздействие подводилось путем подачи постоянного напряжения на проволоку 3 после того, как на поверхности внутреннего цилиндра устанавливалось стационарное температурное поле, зависящее от интенсивности источников тепла в слое жидкости, возникающих при диссипации механической энергии за счет вязкого трения при сдвиговом течении.

Кажущаяся вязкость исследуемого материала определялась по значению вращающего момента, измеренного на внутреннем цилиндре при постоянной скорости вращения наружного цилиндра. При этом учитывалась поправка, равная значению вращающего момента, взятого с обратным знаком и измеренного без исследуемого материала при такой же скорости вращения наружного цилиндра. Измерение вращающего момента производилось при помощи тензорезисторного датчика 10 фирмы SEDEM.



**Рис. 1.9. Схема измерительного устройства [12] для измерения теплопроводности и кажущейся вязкости расплавов полимерных материалов**

В результате исследований обнаружилось, что при скоростях сдвига  $\dot{\gamma}$  до  $50 \text{ с}^{-1}$  теплопроводность исследуемого материала в направлении, перпендикулярном течению, снижается, а при более высоких скоростях растет.



**Рис. 1.10. Конструкция вискозиметра, основанного на использовании диссипативного разогрева [74]**

При вычислении теплопроводности исследуемого материала принималось, что последний является твердым телом и его реологические свойства не учитывались.

Мощность источника тепла, возникающего за счет диссипации механической энергии при сдвиговом течении жидкости, прямо пропорциональна вязкости этой жидкости. Эту закономерность использовали авторы работы [74] при разработке вискозиметра на основе двух коаксиальных цилиндров (рис. 1.10). Радиусы внутреннего 2 (неподвижного) и наружного 5 (вращающегося) цилиндров были соответственно  $R_4 = 25 \text{ мм}$  и  $R_1 = 26 \text{ мм}$ , а высота  $60 \text{ мм}$ .

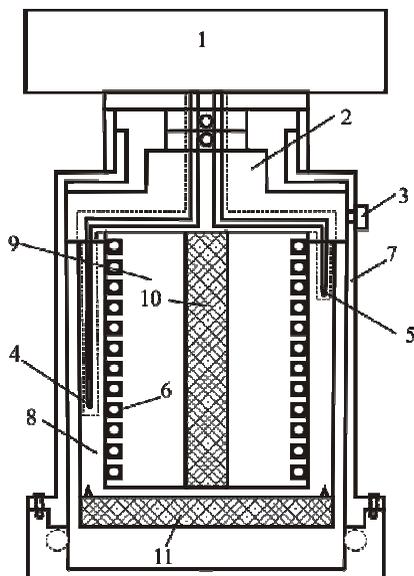
В зазор между цилиндрами толщиной  $R_1 - R_4 = 1$  мм помещали исследуемую жидкость, а в непосредственной близости от наружной стенки наружного цилиндра была установлена концентрическая водяная рубашка 7, температура воды в которой регулировалась и поддерживалась постоянной с точностью до  $\pm 0,01$  °С. Наружный цилиндр размещался внутри водяной рубашки. При этом выдерживалась посадка с небольшим воздушным зазором.

Радиусы внешней поверхности наружного цилиндра ( $R_2$ ) и внутренней поверхности водяной рубашки ( $R_3$ ) составляли примерно 30 мм. Во внутреннем цилиндре на расстоянии 1 мм от внешней поверхности размещался платиновый термопреобразователь сопротивления 4 с номинальной статической характеристикой Pt100, включенный в измерительный мост Уитстона. Наружный цилиндр приводился в движение при помощи электропривода 1 и трансмиссии 3 (ременной передачи).

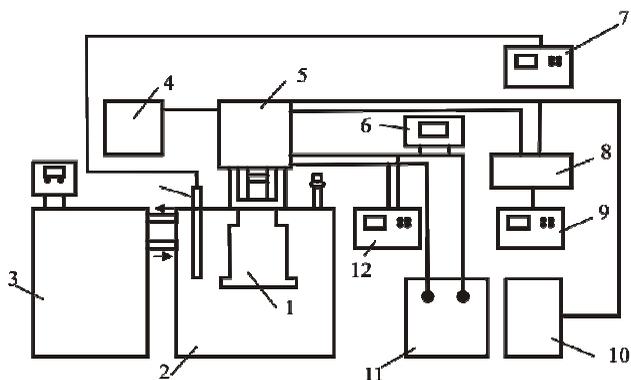
Температура в месте установки термопреобразователя измерялась с точностью  $\pm 0,01$  °С. Вязкость жидкости определялась косвенно, по результатам измерения разности температур во внутреннем цилиндре и в водяной рубашке при постоянной скорости сдвига и в стационарном тепловом режиме. Влияние теплопроводности жидкости на разность температур при этом не учитывалось. Скорость сдвига в слое исследуемого материала поддерживалась постоянной в диапазоне от 0 до  $1000 \text{ с}^{-1}$ . Вискозиметр применялся для определения вязкости ньютоновских жидкостей и кажущейся вязкости неньютоновских жидкостей. Погрешность измерения при этом оценивалась не более 5%.

Профессор Thomas F. Irvine, Jr (США) совместно с Dong-Lyeol Lee также проводили исследования зависимости теплопроводности растворов карбоксиметилцеллюлозы (КМС) от скорости сдвига [75]. В работе использовалось измерительное устройство (см. рис. 1.11), состоящее из двух коаксиальных цилиндров 7 и 8, из которых наружный 7 имел возможность вращаться от механизма 1. Внутренний цилиндр имел нейлоновое основание 9, изолятор 11, а также резиновую вставку 10. Цилиндры имели следующие размеры: внутренний диаметр наружного цилиндра 5 равен 5,6 см, внутреннего цилиндра – 5,35 см. Зазор между цилиндрами составлял 1,25 мм. В этом же цилиндре расположены термоэлектрические преобразователи 4, 5 и обмотка из нихромовой проволоки, выполняющая функцию электронагревателя. В наружном цилиндре имелось отверстие с пробкой 3. В зазоре между цилиндрами находилась исследуемая жидкость.

Структурная схема измерительной установки показана на рис. 1.12.



**Рис. 1.11.** Конструкция измерительного устройства [75] для исследования зависимости теплопроводности растворов КМЦ от скорости сдвига



**Рис. 1.12.** Структурная схема измерительной установки [75] для исследования зависимости теплопроводности растворов КМЦ от скорости сдвига:

- 1 – вращающийся цилиндр; 2 – ванна с циркулирующим внутри теплоносителем с постоянной температурой; 3 – жидкостный термостат;
- 4 – датчик скорости вращения внутреннего цилиндра;
- 5 – вращающийся механизм; 6 – амперметр; 7, 9, 12 – мультиметры;
- 8 – селектор термопары; 10, 11 – источники питания

Коэффициент теплопроводности измерялся косвенно по перепаду температур  $\Delta T$  между цилиндрами при фиксированной скорости сдвига с использованием зависимости, аналогичной (1.1).

Эксперименты показали, что для КМЦ теплопроводность возрастает с увеличением скорости сдвига. Погрешность измерения теплопроводности оценивалась автором не выше 5,8%, а скорости сдвига не более 8,5%.

В работе [197] представлены результаты экспериментальных исследований, основанных на корреляции реологического поведения неньютоновских жидкостей и теплопроводности с учетом скорости сдвига. Тестируемыми жидкостями были вода, глицерин и бензин (как ньютоновские жидкости) и водные растворы натриевой соли карбоксиметилцеллюлозы (молекулярные массы 250,000 и 700,000 кг/кмоль) как неньютоновские жидкости (с концентрацией полиэлектролитов в растворах от 1000 до 5000 wppm).

Эксперименты проводились в диапазоне температур от 299 до 315 К. Исследуемый диапазон скоростей сдвига:  $0 \leq \dot{\gamma} \leq 750$  [с<sup>-1</sup>]. Было подтверждено, что теплопроводность ньютоновских жидкостей при постоянной температуре не зависит от скорости сдвига. Для неньютоновских жидкостей были получены зависимости  $\lambda = f(T, \dot{\gamma})$ . Как оказалось, теплопроводность исследуемых растворов линейно возрастает с увеличением скорости сдвига. Максимальный эффект был достигнут при температуре 315 К для натриевой соли карбоксиметилцеллюлозы концентрации 1000 wppm и молекулярной массы  $M = 700,000$  кг/кмоль.

В работе [76] описано измерительное устройство и приведены экспериментальные данные по зависимости теплопроводности расплава полиэтилена от скорости сдвига. Измерительное устройство представляло собой два коаксиальных цилиндра – внутренний и внешний, последний из которых вращался совместно с водяной рубашкой. Эта рубашка предназначалась для поглощения тепла, которое проходило через слой исследуемой жидкости от нагревателя, расположенного во внутреннем неподвижном цилиндре. Активная стадия теплофизического эксперимента происходила после установления в измерительном устройстве стационарного температурного поля в результате действия источника тепла, возникающего за счет диссипации энергии сил вязкого трения при сдвиговом течении расплава полимера в зазоре между цилиндрами. Экспериментальные данные свидетельствуют об уменьшении теплопроводности расплава полиэтилена на 10% при увеличении скорости сдвига от 0 до 300 с<sup>-1</sup>.

### 1.1.6. Метод определения теплопроводности жидкостей при течении в зазоре между конусом и пластиной

Экспериментальное исследование процессов теплопереноса в растворах «Карбопол» при их сдвиговом течении в зазоре между конусом и пластиной нашло отражение в работах [77, 78]. Авторы работы [77] использовали измерительное устройство, в котором исследуемая жидкость находится между вращающейся пластиной и неподвижным конусом. Преимущество такого измерительного устройства состоит в том, что когда угол между конусом и пластиной небольшой ( $6^\circ$ ), жидкость находится при постоянной скорости сдвига.

Верхняя часть 1 измерительного устройства (рис. 1.13) состоит из неподвижного диска, температура которого поддерживается постоянной. В этом диске расположены два нагревательных элемента *A* и *B*. Внешний нагреватель *B* предназначен для очень вязких жидкостей, а внутренний для жидкостей средней вязкости. Нижняя часть 2 имеет полость конической формы в которой находится исследуемая жидкость 3. Эта часть измерительного устройства способна вращаться с заданной угловой скоростью  $\omega$ . В стенках измерительного устройства находится шесть спаев термоэлектрических преобразователей. Из них *T1*, *T2*, *T3* находятся в верхней части измерительного устройства, *T4* и *T6* расположены в непосредственной близости от нагревательных элементов. Термопара *T5* связана с измерительным прибором через вращающиеся медные контакты.

Как показал опыт использования измерительного устройства, в слое исследуемой жидкости возникают вторичные течения уже при небольших скоростях сдвига. Это наверняка должно было приводить к конвективному теплообмену в жидком материале, о чем и свидетельствуют

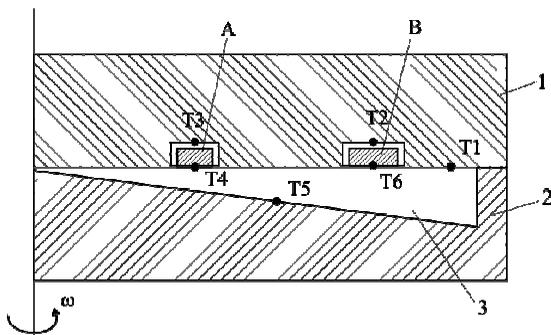


Рис. 1.13. Схема измерительного устройства «конус-пластина»

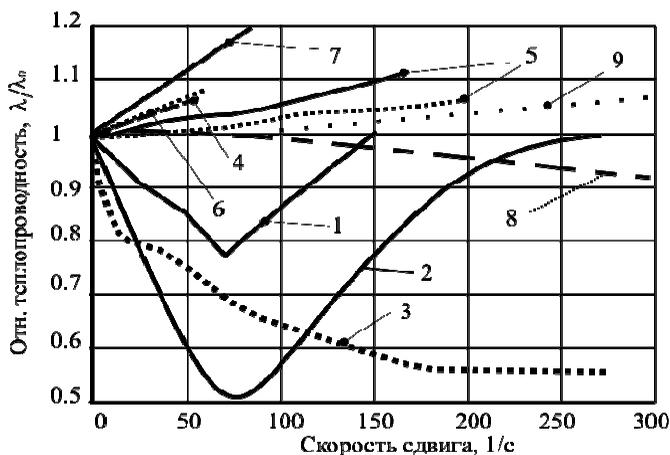
результаты экспериментов. Значения измеренной эффективной теплопроводности линейно зависели от скорости сдвига, что позволило авторам работы предложить зависимость

$$\lambda = \lambda_0 + a\dot{\gamma},$$

где  $a$  – коэффициент, зависящий от температуры;  $\lambda_0$  – теплопроводность, измеренная при нулевой скорости сдвига  $\dot{\gamma}$ .

### 1.1.7. Выводы

Данные по измерениям теплопроводности и температуропроводности жидких полимеров при сдвиговом течении несколько неоднозначны. Например, результаты определения зависимости теплопроводности полиэтилена от скорости сдвига указывают (рис. 1.14), что в направлении, перпендикулярном сдвиговому течению, теплопроводность сначала уменьшается, а затем возрастает с увеличением скорости сдвига, а для другого полимера теплопроводность монотонно возрастает при повышении скорости сдвига.



**Рис. 1.14. Графики зависимостей относительной теплопроводности неньютоновских жидкостей от скорости сдвига:**

- 1 [12], 2 [73], 3 [73], 8 [76] – расплав полиэтилена;
- 4 – раствор «Карбопол» [77]; 5 – полиметилсилоксан [59];
- 6 – раствор «Карбопол-940» [78];
- 7 – растворы пищевых концентратов [11];
- 9 – раствора КМЦ [45]

На основании изложенных выше сведений можно сделать вывод, что для определения зависимости компонентов тензоров теплопроводности и температуропроводности от скорости сдвига наиболее подходит метод коаксиальных цилиндров. Так как большинство неньютоновских жидкостей, к которым относятся растворы и расплавы полимерных материалов, обладают значительной вязкостью, необходимо учитывать в процессе измерений наличие источника тепла в сдвиговом потоке за счет диссипации энергии вязкого трения.

## 1.2. МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЯ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАВИСИМОСТИ ТФХ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ ОТ ТЕМПЕРАТУРЫ

### 1.2.1. Адиабатические калориметры

Для определения зависимости теплоемкости от температуры материалов обычно применяют адиабатические калориметры, в которых все подводимое тепло расходуется на нагрев образца массой  $m$ . В этом случае удельная теплоемкость материала образца может быть рассчитана по формуле

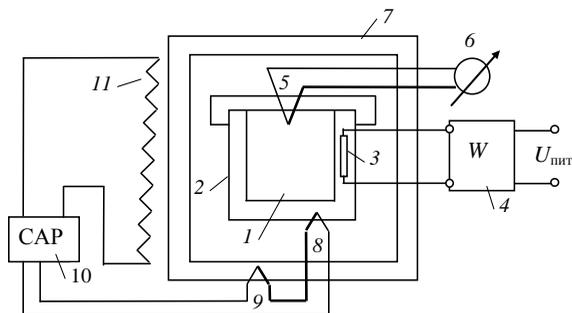
$$\bar{c}_p = \frac{\Delta Q}{m\Delta T}, \quad (1.6)$$

где  $\Delta Q$  – подведенное к образцу тепло;  $\Delta T$  – изменение температуры образца;  $\bar{c}_p$  – теплоемкость, средняя для данного температурного интервала.

Схема адиабатического калориметра показана на рис. 1.15. Образец  $1$  из исследуемого материала (жидкость или твердое тело) с известной массой  $m$  и удельной теплоемкостью  $c_x$ , подлежащей измерению, помещают в ампулу-стакан  $2$  с известной удельной теплоемкостью  $c_a$  и массой  $m_a$ . Нагреватель  $3$  может быть размещен в стенке ампулы  $2$  (если образец  $1$  представляет собой твердое тело) или непосредственно в исследуемом материале, если это жидкость. Ваттметр  $4$  позволяет измерять электрическую мощность  $W(\tau)$ , потребляемую нагревателем  $3$ , и вычислять суммарное количество тепла:

$$Q = \int_{\tau_0}^{\tau_n} W(\tau) d\tau, \quad (1.7)$$

подведенное к двухсоставному ядру, образованному образцом  $1$  и ампулой  $2$ . Термопара  $5$  и вторичный прибор  $6$  позволяют измерять температуру двухсоставного ядра. На рис. 1.15 показано, что термопара  $5$  может быть установлена непосредственно в исследуемом материале (если это жидкость или сыпучее вещество), однако, при измерении



**Рис. 1.15. Модель адиабатического калориметра с двухсоставным ядром:**

- 1 – исследуемый образец с неизвестной удельной теплоемкостью  $C_x$  и известной массой  $m$ ; 2 – ампула (стакан с крышкой); 3 – нагреватель;
- 4 – прибор для измерения электрической мощности (ваттметр);
- 5, 8, 9 – термопары; 6 – прибор для измерения температуры;
- 7 – внешняя металлическая оболочка; 10 – автоматический регулятор, поддерживающий нулевую разность температур (измеряемую дифференциально включенными термопарами 8 и 9) между ампулой 2 и внешней металлической оболочкой 7;
- 11 – охранный нагреватель адиабатической системы

теплоемкости твердых материалов термопару 5 часто устанавливают в стенке ампулы 2.

Внешнюю оболочку 7 обычно выполняют из металла, что позволяет создать изотермические условия вокруг двухсоставного центрального ядра. Адиабатическая система, включающая в себя дифференциально включенные термопары 8, 9, автоматический регулятор 10 и охранный нагреватель 11, обеспечивает почти полное устранение утечек тепла от двухсоставного ядра (включающего в себя исследуемый материал 1 и ампулу-стакан 2 с крышкой) за счет поддержания нулевой разности температур между внешней металлической оболочкой 7 и ампулой 2.

Если принять меры к тому, чтобы в ходе эксперимента обеспечивался идеальный тепловой контакт между исследуемым образцом 1 и ампулой 2, то температуры образца 1 и ампулы 2 можно считать одинаковыми.

Основная расчетная формула (1.8) адиабатического калориметра учитывает также полную теплоемкость ампулы  $C_a$ :

$$C_x = \frac{1}{m} \left[ \frac{Q}{T_k - T_H} - C_a \right]. \quad (1.8)$$

В большинстве случаев на практике не удается полностью устранить утечки тепла от центрального двухсоставного ядра в окружающую среду. В этом случае для повышения точности измерения в расчетные зависимости включают функции поправки.

Адиабатические калориметры имеют достаточно несложную конструкцию, позволяют измерить теплоемкость с маленькими погрешностями и применять их при прецизионных научных исследованиях.

Обычно при измерениях теплоемкости образец нагревают ступеньками до 25 °С, причем тепло подводится таким образом, чтобы скорость нагрева была невелика. После каждого нагрева следует длительная выдержка для достижения теплового равновесия. Точность определения теплоемкости достигает 0,1%.

Кроме определения теплоемкости, адиабатические калориметры применяются для исследования тепловых эффектов, сопровождающих химические реакции, потенциально опасных технологических процессов. Адиабатические калориметры идеально подходят для этих целей, так как позволяют моделировать процессы, протекающие по наименее благоприятному сценарию, когда отсутствует теплообмен с окружающей средой.

Разработаны адиабатические калориметры с непрерывным нагревом, в которых скорости нагрева доведены до 6 °С/мин, а навески уменьшены до 1 г [91]. Уменьшение навесок и увеличение скоростей, а также отступление в значительной мере от адиабатических условий привело к снижению точности измерений до 0,5...5%. Однако часто этой точности бывает достаточно для количественного сравнения результатов.

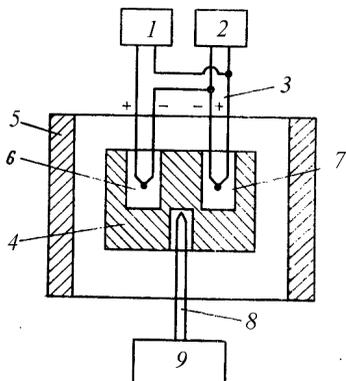
### **1.2.2. Дифференциальный термический анализ**

Дифференциальный термический анализ (ДТА) широко применяется в физико-химических исследованиях полимеров [44]. Принцип этого метода заключается в регистрации температурной зависимости разности температур исследуемого образца и эталона при непрерывном нагреве или охлаждении. Метод ДТА применяется для выявления структурных превращений, при которых изменяется либо энтальпия (фазовые переходы), либо теплоемкость вещества (стеклование). Типичный прибор для ДТА (рис. 1.16) состоит из блока с ячейками для образца и эталона (термически инертного вещества), электропечи, программатора температуры, регистратора температуры и разности температур [44].

Процессы, сопровождающиеся поглощением или выделением тепловой энергии, приводят к возникновению разности температур между образцом и эталоном, что фиксируется на термограммах в виде пиков.

**Рис. 1.16. Схема прибора для ДТА:**

- 1, 2 – регистраторы температуры и разности температур;
- 3 – комбинированная термопара;
- 4 – блок;
- 5 – печь;
- 6 – сравнительная ячейка;
- 7 – рабочая ячейка;
- 8, 9 – регулирующая термопара с регулятором



Навески полимера, необходимые для исследования методом ДТА, обычно составляют от нескольких десятков до нескольких сотен миллиграммов, а скорости нагрева чаще всего – от 1 до 10 °С/мин. В современных приборах масса исследуемого образца составляет несколько миллиграммов, что позволяет увеличивать скорости нагрева до 50 °С/мин и более. Методом ДТА проводят исследования в широком интервале температур: нижним пределом обычно является температура жидкого азота, верхний же практически не ограничен. Однако тепловые эффекты структурных превращений удается определить лишь с небольшой точностью, поскольку они зависят от большого числа трудно контролируемых факторов, таких как размер, форма и плотность образца, расположение термопары в образце, скорость нагрева и др. [44, 202, 203, 204]. Хотя проведено большое число работ по исследованию влияния различных факторов на количественные характеристики, определяемые методом ДТА [44], реальная точность определения тепловых эффектов невысока и в лучших случаях может достигать 10...15%.

### 1.2.3. Динамическая калориметрия

Необходимость повышения точности определения теплоемкости и тепловых эффектов при структурных измерениях в материалах привела к развитию динамической калориметрии. Динамические калориметры для исследования полимеров можно разделить на две группы. Принцип работы калориметров первой группы основан на регистрации тепловых потоков, поступающих в образец в процессе непрерывного нагрева. В отличие от обычного ДТА при использовании калориметров эта регистрация осуществляется вне образца. Ко второй группе относятся приборы, работа которых основана на автоматической компен-

сации возникающей разности температур между измерительной и сравнительной ячейками непосредственно в ячейках калориметра таким образом, чтобы в течение всего опыта температура рабочей и сравнительной ячеек поддерживалась постоянной.

Для повышения точности определения тепловых эффектов методом ДТА и использования его для количественного определения теплостойкости необходимо выполнять следующие требования: дифференциальная термопара, регистрирующая разность температур между исследуемым и сравнительным веществами, должна быть расположена вне этих веществ и строго зафиксирована по отношению к держателям образца и эталона и по отношению к источнику тепла; должна быть обеспечена стабильность и воспроизводимость температурной программы во всех опытах.

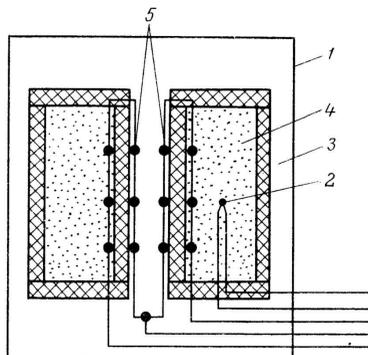
Среди методов динамической калориметрии, основанных на регистрации (а также регулировании) теплового потока, поступающего в образец в процессе нагрева, наиболее полно обоснован теоретически и разработан практически метод диатермической оболочки [16, 91]. Он сочетает в себе достоинства калориметрии, и ДТА. Измерение (интегрирование) теплового потока в этом методе производится путем регистрации температурного перепада во многих точках оболочки малой теплопроводности, окружающей исследуемый объект. Регистрация этого перепада осуществляется дифференциальной термобатареей, равномерно покрывающей поверхность оболочки таким образом, чтобы «холодные» спаи находились на одной ее поверхности, а «горячие» — на другой. Обычно в такой батарее имеются десятки или сотни дифференциальных термоспаев.

На основе метода диатермической оболочки были разработаны автоматические калориметрические установки (рис. 1.17) для исследования теплостойкости и тепловых эффектов в полимерах [16, 44, 91]. В калориметрическом блоке располагались две или четыре цилиндрические микрокалориметрические ячейки, включающие керамические оболочки малой теплопроводности с расположенными на их поверхностях термобатареями, содержащими обычно 100...150 дифференциальных термоспаев. Обычные размеры ячеек 0,5...3 см<sup>3</sup>. Температурный интервал работы от -180 до +300 °С. Типичные скорости нагрева 1...5 °С/мин. Точность определения теплостойкости и тепловых эффектов на образцах массой 0,5...1,0 г составляет  $\pm(2...3)\%$ .

Работа динамических калориметров второй группы, в которых компенсация происходит непосредственно в ячейках калориметра, основана на принципе, впервые реализованном Клербро с сотрудниками [44] для измерения латентной энергии деформации металлов.

**Рис. 1.17. Схема калориметрической установки, принцип действия которой основан на методе диатермической оболочки [44]:**

- 1 – калориметрический блок;
- 2 – термопара, регистрирующая температуру образца;
- 3 – диатермическая оболочка;
- 4 – образец; 5 – термобатареи

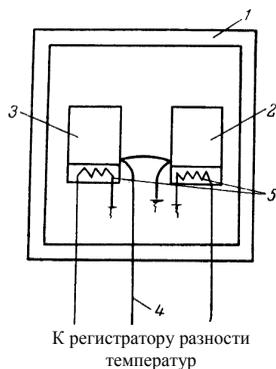


Впоследствии этот же принцип был использован при создании ряда динамических калориметров [44], из которых наибольшее распространение получил прибор типа DSC-1B, выпускаемый с 1963 г. серийно американской фирмой «Perkin Elmer» и названный дифференциальным сканирующим калориметром [44]. Термин «сканирующий» был использован с целью подчеркнуть способность этого прибора давать автоматическую развертку тепловой мощности, необходимой для компенсации температурных изменений при различных скоростях нагрева.

Принцип действия динамических калориметров с компенсацией поясняется схемой, представленной на рис. 1.18. Калориметрический блок с двумя микроячейками нагревается с постоянной скоростью. Два автономных микронагревателя, расположенные в каждой из ячеек, автоматически выравнивают разность температур, возникающую в процессе нагрева между измерительной и сравнительной ячейками. Тепловая мощность, необходимая для этого, автоматически регистрируется. Энтальпия процесса определяется по площади под графиком зависимости тепловой мощности от времени (температуры).

**Рис. 1.18. Схема дифференциального сканирующего калориметра DSC [44]:**

- 1 – блок; 2 – рабочая ячейка;
- 3 – сравнительная ячейка;
- 4 – регистратор разности температур;
- 5 – нагреватели



Таким образом, фундаментальным отличием дифференциального калориметра с компенсацией от обычных приборов для ДТА является регистрация непосредственно тепловой мощности процесса. При этом соблюдается полное внешнее сходство термограмм. Этот калориметр дает возможность определять и температурную зависимость теплоемкости путем сравнения результатов измерения на образце с известной массой с соответствующими результатами измерений для стандартного вещества (например,  $Al_2O_3$ ).

Одной из самых удачных моделей калориметра фирмы «Perkin Elmer» является модель DSC-2 с расширенным температурным интервалом (от  $-175$  до  $+725$  °C).

Важным достоинством этих калориметров является возможность проведения измерений в изотермическом режиме. Малая термическая инерция позволяет использовать эти калориметры для исследования кинетики физических и химических процессов на основе анализа кинетики выделения или поглощения тепла [252].

Современные дифференциальные сканирующие калориметры выпускаются фирмами Perkin Elmer, Netzch (рис. 1.19), Setaram и др. Они позволяют определять: температуры и теплоты плавления и кристаллизации; фазовые переходы в твердом состоянии; степень упорядоченности структуры (степень кристалличности); наличие или отсутствие примесей в образце и др. Процесс управления ходом эксперимента автоматизирован и протекает с использованием вычислительной техники. Программное обеспечение, как правило, выполняет следующие функции: автоматический поиск пика; определение температур структурных переходов; вычисление энтальпии превращений; автоматическую коррекцию базовой линии; определение удельной теплоемкости материала и расчет других теплофизических параметров.

В последнее время все больше находят применение термомодулированные дифференциальные сканирующие калориметры ТМ-ДСК. В эксперименте с термомодулированным ДСК (ТМ-ДСК) на линейную скорость нагревания накладывается синусоидальная температурная модуляция. В таком случае результатом измерения является также



**Рис. 1.19.** Общий вид дифференциально-сканирующего калориметра DSC-404 F3 Pegasus фирмы Netzch

осциллирующий ДСК сигнал, в котором среднее значение, амплитуда и фазовый сдвиг являются характеристиками различных свойств образца. Анализ сигнала позволяет разделить процессы, реагирующие на температурную модуляцию (обратимые), и на процессы, протекающие независимо от модуляции (необратимые). Хорошее разделение термодинамических переходов и кинетических процессов позволяет широко применять этот метод для изучения сшивания полимеров, когда переходы стеклования, процессы релаксации, плавления и отверждения часто накладываются друг на друга.

#### 1.2.4. Основы измерения теплоемкости методом монотонного нагрева

Данный метод рекомендован ГОСТ 23630.1–79 для измерения удельной теплоемкости пластмасс. Сущность изложенного в стандарте метода состоит в измерении теплового потока, поглощаемого образцом в процессе монотонного режима нагрева динамического калориметра, характеризуемого временем запаздывания температуры на тепломере с известной эффективной тепловой проводимостью.

Образец материала для испытания должен быть в форме диска диаметром 15 мм, высотой 10 мм с прорезью 0,5 мм в диаметральной плоскости для компенсации температурного расширения. Метод реализован в приборе ИТ-с-400, обеспечивающем измерение теплоемкости с погрешностью не более 10%.

Он состоит из блока измерительного, основой которого является С-калориметр (рис. 1.20), блока питания и регулирования, обеспечивающего монотонный режим нагрева со средней скоростью 0,1 °С/с и автоматическое регулирование температуры адиабатной оболочки.

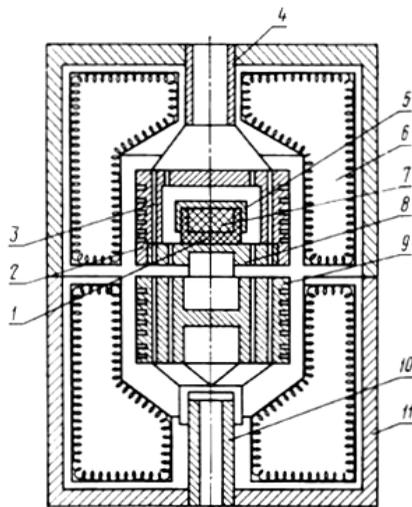
Измерение (испытание) проводят в интервале температур от –100 до +400 °С, если в нормативно-технической документации на пластмассу нет иных указаний.

Испытание при отрицательных температурах начинают охлаждением жидким азотом до температуры –150 °С металлического ядра калориметра.

Удельную теплоемкость ( $c_p$ , Дж/(кг·К)) для каждой температуры испытания вычисляют по формуле

$$c_p = \frac{K_T}{m} (\tau_T - \overline{\tau_T}),$$

где  $\tau_T$  – время запаздывания температуры ампулы с образцом по отношению к температуре основания, с;  $\overline{\tau_T}$  – постоянная прибора, определяемая при градуировке, с;  $K_T$  – постоянная прибора, определяемая при градуировке, Вт/К;  $m$  – масса образца, кг.



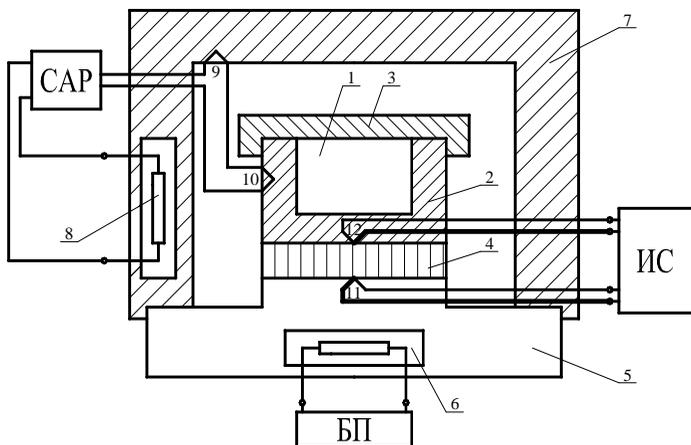
**Рис. 1.20. Конструкция измерительной ячейки прибора ИТ-с-400:**

1 – тепломер с ампулой; 2 – адиабатная оболочка; 3 – термопара (4 шт.);  
 4 – входной патрубкок; 5 – крышка; 6 – теплозащитная оболочка; 7 – образец;  
 8 – основание; 9 – нагревательный блок; 10 – выходной патрубкок; 11 – корпус

Метод монотонного нагрева реализован в измерителе теплоемкости ИТ-с-400, предназначенном для исследования температурной зависимости теплоемкости твердых тел, сыпучих, волокнистых материалов, жидкостей с плотностью не менее  $800 \text{ кг/м}^3$ .

Тепловая схема С-калориметра типа ИТ-с-400 представлена на рис. 1.21.

В процессе подготовки к работе образец 1 помещают в ампулу, выполненную в виде стакана 2 с крышкой 3. Стакан размещают на тепломере 4, закрепленном на основании 5 с встроенным нагревателем 6. Тепловая связь образца 1, находящегося в стакане 2 с крышкой 3, с внешней средой допускается только через тепломер 4. Поэтому внешние поверхности стакана 3 отделены от окружающей среды адиабатической оболочкой, выполненной в виде колпака 7 со встроенным в него нагревателем 8. Система автоматического регулирования САР поддерживает нулевую разность между температурой колпака 7 (измеряемой термопарой 9) и температурой стакана 2 (измеряемой термопарой 10) путем изменения электрической мощности, подводимой к нагревателю 8, равномерно распределенному по боковой поверхности колпака 7. Монотонный нагрев образца 1 и ампулы осуществляется за счет подвода электрической мощности к нагревателю 6, встроенному в основание 5.



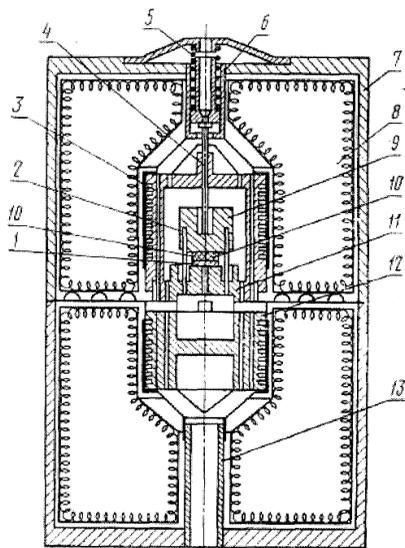
**Рис. 1.21. Функциональная схема динамического калориметра типа ИТ-с-400**

Следует сказать, что хотя погрешность измерения теплоемкости данным методом достаточно высока и некоторые измерительные операции требуют участия человека, есть возможность улучшения эксплуатационных и метрологических характеристик данного средства измерения при условии использования современных достижений в области информационных технологий, а также новейших средств автоматизации измерений.

### **1.2.5. Методы определения зависимости теплопроводности материалов от температуры**

Зависимость теплопроводности и теплоемкости материалов от температуры в одном эксперименте позволяют определять методы регулярного режима второго рода. Это динамические нестационарные методы, при которых скорости нагрева (охлаждения) в каждой точке образца одинаковы и постоянны. Данный метод положен в основу принципа действия прибора ИТ-λ-400, основой которого является λ-калориметр. Метод измерения рекомендован ГОСТ 23630.2-79 для измерения теплопроводности пластмасс.

Основой прибора ИТ-λ-400 является металлическое ядро, состоящее из нагревательного блока, основания, тепломера, стержня из меди и адиабатной оболочки (рис. 1.22). При нагреве через каждые 25 °С (температура стержня) измеряют перепады температуры на образце и на тепломере при помощи термоэлектрических преобразователей и гальванометра.



**Рис. 1.22. Конструкция измерительной ячейки прибора ИТ-λ-400:**

- 1 – термомер; 2 – термопара; 3 – адиабатная оболочка; 4 – прижим;  
 5 – пружина; 6 – входной патрубков; 7 – корпус; 8 – теплозащитная оболочка;  
 9 – стержень; 10 – образец; 11 – основание; 12 – нагревательный блок;  
 13 – выходной патрубков

При подготовке к измерению образец взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, измеряют высоту и диаметр образца с погрешностью не более 0,01 мм. Контактные поверхности образца, основания и стержня протирают бензином (спиртом), затем на них наносят тонкий слой кремнийорганической жидкости марки ПФМС-4, если в нормативно-технической документации на пластмассу нет иных указаний.

Испытуемый образец устанавливают в прибор на термомер, затем опускают стержень, прижимая его прижимом и пружиной, и закрывают калориметр.

Теплопроводность образцов ( $\lambda$ , Вт/(м·К)) для каждой температуры вычисляют по формуле

$$\lambda = \frac{h}{P_o} (1 - \sigma_{\beta}),$$

где  $h$  – высота образца, м;  $P_o$  – тепловое сопротивление образца, м<sup>2</sup>·К/Вт;  $\sigma_{\beta}$  – поправка на тепловое расширение образца, которую вычисляют по формуле

$$\sigma_{\beta} = \beta \Delta t ,$$

где  $\beta$  – справочное значение коэффициента линейного теплового расширения,  $K^{-1}$ ;  $\Delta t$  – температурный интервал испытания, К.

Тепловое сопротивление образца ( $P_o$ ) вычисляют по формуле

$$P_o = \frac{n_o S}{n_T K_T} (1 + \sigma_c) - P_k ,$$

где  $S$  – площадь поперечного сечения,  $m^2$ ;  $P_k$  – поправка, учитывающая тепловое сопротивление контактов и определяемая из градуировки прибора;  $n_o$  – перепад температуры на образце, число делений шкалы гальванометра;  $n_T$  – перепад температуры на тепломере, число делений шкалы гальванометра;  $K_T$  – коэффициент пропорциональности, характеризующий эффективную тепловую проводимость рабочего слоя тепломера, определяемый из градуировки прибора;  $\sigma_c$  – поправка на теплоемкость образца.

Поправку на теплоемкость ( $\sigma_c$ ) вычисляют по формуле

$$\sigma_c = \frac{c_o m_o}{2(c_o m_o + c_c m_c)} ,$$

где  $c_o$  – удельная теплоемкость образца, Дж/(кг·К);  $c_c$  – удельная теплоемкость стержня, Дж/(кг·К);  $m_o$  – масса образца, кг;  $m_c$  – масса стержня, кг.

Температуру ( $\bar{t}$ ) в градусах Цельсия, к которой относят измеренное значение теплопроводности, вычисляют по формуле

$$\bar{t} = t_c + 0,5 A_t K_u n_o ,$$

где  $t_c$  – температура стержня, К;  $A_t$  – температурный коэффициент термомпары, К/мВ;  $K_u$  – чувствительность гальванометра, мВ/делений;  $n_o$  – показания гальванометра (деления шкалы).

За результат испытания принимают среднее арифметическое значение теплопроводности не менее чем трех образцов, допустимое расхождение между которыми должно быть указано в нормативно-технической документации на пластмассу.

## **2. МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАВИСИМОСТИ ТФХ ЖИДКИХ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ ОТ СКОРОСТИ СДВИГА И ТЕМПЕРАТУРЫ**

---

### **2.1. МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАВИСИМОСТИ ТФХ ЖИДКИХ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ ОТ СКОРОСТИ СДВИГА**

#### **2.1.1. Физическая модель и конструкция измерительного устройства для определения ТФХ жидких полимерных материалов при сдвиговом течении**

На основании проведенного анализа существующих методов и средств измерений, позволяющих определять теплопроводность и температуропроводность жидкостей в условиях сдвигового течения, физическая модель измерительного устройства для определения зависимости от скорости сдвига теплофизических характеристик жидких полимерных материалов предлагается в виде системы, состоящей из двух коаксиальных цилиндров, в зазоре между которыми находится исследуемый материал в жидкой фазе.

При разработке физической модели следует учитывать опасность возникновения вихрей Тейлора, которые образуются в жидкости, находящейся в зазоре между двумя вращающимися коаксиальными цилиндрами [79]. При вращении одного или обоих цилиндров возникает неустойчивое расслоение жидкости, так как частицы, находящиеся вблизи внутренней стенки, стремятся под действием центробежной силы переместиться в наружные слои.

Исследованию потоков между вращающимися цилиндрами посвящено большое количество работ. Начало научной разработки этой проблемы положил сам Тейлор в 1923 г., который изучал устойчивость потока. Проблеме устойчивости и изменению структуры потока посвящены работы [80 – 87].

В наиболее простом случае, когда внутренний цилиндр вращается, внешний неподвижен, в жидкости, не имеющей осевого перемещения, при изотермических условиях возникают тороидальные вихри Тейлора (рис. 2.1) [80]. При увеличении скорости вращения внутреннего цилиндра в потоке возникает турбулентность, при этом вихри Тейлора не исчезают, но несколько изменяют свою форму. После достижения некоторой скорости вращения в жидкости возникают волны в осевом направлении [80].

При одновременном вращении обоих цилиндров в одну и ту же сторону вторичные течения могут возникать только в случае, когда угловая скорость внутреннего цилиндра больше чем внешнего. В этих условиях наблюдались симметричные вихри Тейлора. При противоположном направлении вращения в соотношении угловых скоростей

$$\bar{\Omega}_1 = \frac{\Omega_1}{\Omega_2} = 0,75 \text{ наблюдались симметричные вихри Тейлора, а при } \bar{\Omega}_1 > 0,75$$

несимметричные ( $\Omega_1$  и  $\Omega_2$  – угловые скорости вращения внутреннего и внешнего цилиндров) [83 – 85].

Для наглядного отображения областей устойчивости неньютоновской жидкости при сдвиговом течении в зазоре между коаксиальными цилиндрами Тейлором была построена кривая, показанная на рис. 2.2.

При реологических исследованиях, как правило, вращают только один цилиндр, второй удерживают неподвижным. Из рисунка видно, что при вращении только внешнего цилиндра ( $\Omega_1 = 0$ ) течение всегда устойчиво и вихри Тейлора не возникают. Максимально возможная скорость внешнего цилиндра, соответствующая предельному значению числа Рейнольдса, определяется из эмпирического выражения [98]:

$$\frac{\Omega_2}{\nu} R_H^2 \left( 1 - \frac{R_B}{R_H} \right) = 1900.$$

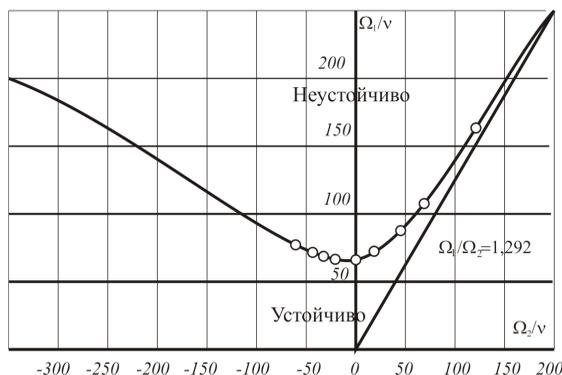


Рис. 2.2. Области устойчивости сдвигового течения неньютоновской жидкости

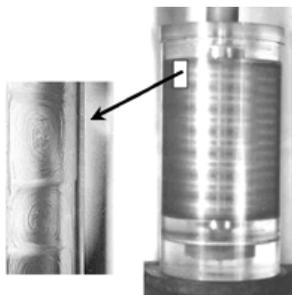


Рис. 2.1. Возникновение вихрей Тейлора [79]

Неизотермичность потока между вращающимися цилиндрами отражается на поле центробежных массовых сил и также влияет на условия образования вихрей Тейлора [87]. При горизонтальном расположении оси цилиндра гравитационные массовые силы не оказывают существенного влияния на поток между вращающимися цилиндрическими поверхностями, но при вертикальном расположении оси оно может быть существенным. Изучение потоков воды между вертикальными цилиндрами, из которых внутренний с радиусом  $R_v$  вращается, а внешний с радиусом  $R_n$  неподвижен [80, 81], показало, что при небольшой скорости вращения характер потока определяется тепловой конвекцией. Величина температурного градиента влияет на характер вихрей Тейлора. Независимо от направления теплового потока при небольшой величине температурного градиента вихри сохраняют тороидальную форму, и при большей становятся спиральными [80, 81, 87].

Влияние массовых сил на поток в изотермической системе для случая, когда движение жидкости создается вследствие вращения только внутреннего цилиндра, учитывается критерием  $S$  [80].

$$S = \frac{\Omega_1^2}{\nu^2} r_1 b^3,$$

где  $b$  – расстояние между цилиндрами;  $r_1$  – радиус внутреннего цилиндра;  $\nu$  – кинематическая вязкость жидкости.

Анализ устойчивости потока между вращающимися цилиндрами основан на методе малых возмущений. Решение этой задачи впервые было получено Тейлором [83] и развито в работах других исследователей.

Тейлор проанализировал случай, когда зазор между цилиндрами значительно меньше радиусов цилиндров.

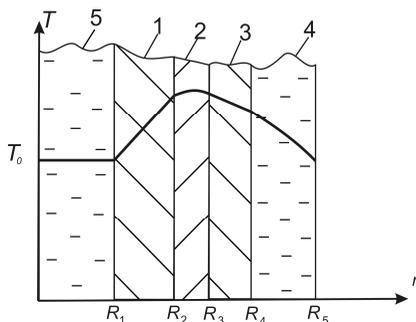
Результаты численного расчета границ устойчивости потока в канале между вращающимися цилиндрами и экспериментальные данные свидетельствуют о возрастании устойчивости потока при вращении внешнего цилиндра [80]. В самом деле, при таком течении частица жидкости, находящаяся ближе к внешней стенке, сопротивляется перемещению по направлению к внутренней стенке, поскольку центробежная сила, которая действует на нее, больше силы для частиц, расположенных ближе к оси вращения. Одновременно затруднено и перемещение частицы жидкости изнутри наружу, так как для этого нужно, чтобы на частицу действовала большая центробежная сила. В результате переход к турбулентному режиму течения происходит при значительно более высоких числах Рейнольдса, чем для соответствующей системы, в которой вращается только внутренний цилиндр, когда центробежная сила способствует возникновению неустойчивого течения. Этот теоретический вывод был подтвержден экспериментально [85].

В неизотермической системе, когда температура внешнего цилиндра отличается от температуры внутреннего цилиндра, критерий Тейлора имеет вид:

$$Ta_{кр} = Ta_{кр,и} \cdot \left(1 - \frac{1}{4} \beta \Delta t Pr\right)^{\frac{1}{2}},$$

где  $\beta$  – коэффициент объемного расширения жидкости;  $\Delta t$  – разность температур между поверхностями внешнего и внутреннего цилиндров;  $Pr$  – критерий Прандтля;  $Ta_{кр,и}$  – критерий устойчивости в изотермической системе. Из этой формулы видно, что положительный тепловой поток от внутреннего цилиндра к внешнему увеличивает устойчивость течения жидкости в зазоре между цилиндрами. Это также было подтверждено экспериментально в работах [81, 87]. Действительно, в этом случае при вращении наружного цилиндра менее нагретые и потому более плотные слои жидкости будут находиться на большем удалении от неподвижного цилиндра и будут вращаться с большей скоростью, что затруднит их перемещение к внутреннему цилиндру. Вихри Тейлора при этом не образуются.

Обобщая вышеизложенное, можно сказать, что для экспериментального определения теплофизических характеристик жидкостей при сдвиговом течении наиболее подходит конфигурация измерительной системы на базе двух вращающихся коаксиальных цилиндров. Вращение наружного цилиндра при неподвижном внутреннем, а также положительный тепловой поток (от внутреннего цилиндра к внешнему) благоприятно влияют на устойчивость ламинарного течения жидкости в зазоре между цилиндрами. Исходя из этих соображений, модель измерительного устройства, предназначенного для определения теплофизических характеристик жидкостей при сдвиговом течении, будет иметь вид, представленный на рис. 2.3.



**Рис. 2.3. Физическая модель измерительного устройства**

Эта модель представляет собой два коаксиальных цилиндра: внутренний (составной) и наружный, в зазоре между которыми находится исследуемая жидкость 4. В сечении внутреннего цилиндра на подложке 1 размещен слой 2 электронагревателя и термопреобразователя сопротивления, отделенных от исследуемой жидкости защитным слоем 3. Наружный цилиндр приводится во вращение с постоянной угловой скоростью  $\Omega$ . В полости внутреннего цилиндра находится активно перемешиваемая жидкость 5 с постоянной температурой. Наличие этой полости дает возможность уменьшить время разогрева внутреннего цилиндра и всего измерительного устройства до требуемой температуры на подготовительном этапе и на активной стадии теплофизического эксперимента.

На основе измерительного устройства с предложенной физической моделью имеется возможность реализовать как стационарные, так и нестационарные методы измерения. Традиционно стационарные методы считаются более точными, однако они требуют гораздо большей длительности активной стадии эксперимента, когда в исследуемую жидкость поступает тепловой поток от источника тепловой энергии. Как правило, источник тепла имеет постоянную мощность и размещается в измерительном устройстве. По установившейся температуре, фиксируемой в измерительном устройстве, имеется возможность определения теплопроводности исследуемой жидкости. Расчетные соотношения при этом отличаются относительной простотой.

Нестационарные методы измерения обеспечивают лучшее быстроедействие, позволяют определять комплекс теплофизических характеристик по результатам только одного эксперимента, однако точность измерения при этом хуже, чем при реализации стационарных методов. При этом следует иметь в виду, что хотя длительность активной стадии эксперимента для нестационарных методов короче чем при стационарных, так или иначе требуется значительное время для подготовительной стадии, когда в измерительном устройстве происходит установление температурного поля в соответствии с выбранными начальными условиями.

### **2.1.2. Математическая модель температурного поля в слое исследуемой жидкости при сдвиговом течении в зазоре между коаксиальными цилиндрами измерительного устройства и постановка обратной задачи теплопроводности**

Для аналитического определения теплофизических характеристик исследуемого материала при помощи измерительного устройства необходимо сформулировать обратную задачу теплопроводности (ОЗТ). ОЗТ должна включать в себя дифференциальное уравнение теплопроводности Фурье, краевые и дополнительные условия. В случае, если исследуемое вещество – жидкость, находящаяся в зазоре между коаксиальными цилиндрами, один из которых вращается, дифференциальное уравнение те-

плопроводности в общем случае записывается на основании уравнений движения, энергии и неразрывности. Уравнение движения для цилиндрической системы координат  $(r, z, \varphi)$  записывается в виде [1, 88]:

$$\begin{aligned}
 \frac{\partial P}{\partial r} &= \frac{1}{r} \left[ \frac{\partial}{\partial r} (r p_{rr}) + \frac{\partial p_{r\varphi}}{\partial \varphi} - p_{\varphi\varphi} + r \frac{\partial p_{rz}}{\partial z} \right] - \\
 &\quad - \sigma \left[ \frac{\partial \omega_r}{\partial \tau} + \omega_r \frac{\partial \omega_r}{\partial r} + \frac{\omega_\varphi}{r} \frac{\partial \omega_r}{\partial \varphi} - \frac{\omega_\varphi^2}{r} + \omega_z \frac{\partial \omega_r}{\partial z} \right], \\
 \frac{1}{r} \frac{\partial P}{\partial \varphi} &= \left[ \frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial r} (r^2 \sigma_{r\varphi}) + \frac{1}{r} \frac{\partial \sigma_{\varphi\varphi}}{\partial \varphi} + \frac{\partial \sigma_{\varphi z}}{\partial z} \right] - \\
 &\quad - \rho \left[ \frac{\partial \omega_\varphi}{\partial \tau} + \omega_r \frac{\partial \omega_\varphi}{\partial r} + \frac{\omega_\varphi}{r} \frac{\partial \omega_\varphi}{\partial \varphi} + \frac{\omega_r \omega_\varphi}{r} + \frac{\omega_z \partial \omega_\varphi}{\partial z} \right], \\
 \frac{\partial P}{\partial \varphi} &= \left[ \frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial r} (r^2 \sigma_{r\varphi}) + \frac{1}{r} \frac{\partial \sigma_{\varphi\varphi}}{\partial \varphi} + \frac{\partial \sigma_{\varphi z}}{\partial z} \right] - \\
 &\quad - \rho \left[ \frac{\partial \omega_\varphi}{\partial \tau} + \omega_r \frac{\partial \omega_\varphi}{\partial r} + \frac{\omega_\varphi}{r} \frac{\partial \omega_\varphi}{\partial \varphi} + \frac{\omega_r \omega_\varphi}{r} + \frac{\omega_z \partial \omega_\varphi}{\partial z} \right]. \tag{2.1}
 \end{aligned}$$

Уравнение энергии

$$\begin{aligned}
 c_{\nu\rho} \left( \frac{\partial T}{\partial \tau} + \omega_r \frac{\partial T}{\partial r} + \frac{\omega_\varphi}{r} \frac{\partial T}{\partial \varphi} + \omega_z \frac{\partial T}{\partial z} \right) &= - \left( \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} (r q_r) + \frac{1}{r} \frac{\partial q_\varphi}{\partial \varphi} + \frac{\partial q_z}{\partial z} \right) - \\
 - T \left( \frac{\partial P}{\partial T} \right)_\rho \left( \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} (r \omega_r) + \frac{1}{r} \frac{\partial \omega_\varphi}{\partial \varphi} + \frac{\partial \omega_z}{\partial z} \right) &- \\
 - \left( \sigma_{rr} \frac{\partial \omega_r}{\partial r} + \sigma_{\varphi\varphi} \frac{1}{r} \left( \frac{\partial \omega_\varphi}{\partial \varphi} + \omega_r \right) + \sigma_{zz} \frac{\partial \omega_z}{\partial z} \right) &- \\
 - \left\{ \sigma_{r\varphi} \left[ r \frac{\partial}{\partial r} \left( \frac{\omega_\varphi}{r} \right) + \frac{1}{r} \frac{\partial \omega_r}{\partial \varphi} \right] + \sigma_{rz} \left( \frac{\partial \omega_z}{\partial r} + \frac{\partial \omega_r}{\partial z} \right) + \sigma_{\varphi z} \left( \frac{1}{r} \frac{\partial \omega_z}{\partial \varphi} + \frac{\partial \omega_\varphi}{\partial z} \right) \right\}. \tag{2.2}
 \end{aligned}$$

Уравнение неразрывности

$$\frac{\partial \rho}{\partial \tau} + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} (r \rho \omega_r) + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial \varphi} (\rho \omega_\varphi) + \frac{\partial}{\partial z} (\rho \omega_z) = 0, \tag{2.3}$$

где  $\omega_r, \omega_\varphi, \omega_z$  – проекции вектора скорости течения по осям цилиндрических координат;  $q_r, q_\varphi, q_z$  – составляющие вектора теплового потока;  $\sigma_{rr}, \sigma_{\varphi\varphi}, \sigma_{zz}, \sigma_{r\varphi}, \sigma_{rz}, \sigma_{\varphi z}, \sigma_{\varphi r}, \sigma_{zr}, \sigma_{z\varphi}$  – компоненты тензора напряжений;  $P$  – давление;  $\rho$  – плотность;  $T$  – температура.

Видно, что приведенные выше уравнения довольно громоздки и не позволяют получить достаточно простых и потому приемлемых дифференциальных уравнений, описывающих распределение температурного поля в цилиндрических слоях измерительного устройства. Кроме этого, возникают трудности с определением аналитических выражений для расчета теплофизических характеристик исследуемой жидкости. Поэтому необходимо провести анализ данных уравнений с целью возможного их упрощения.

### 2.1.3. Анализ уравнений движения, энергии и неразрывности и принятие упрощающих допущений

Приведенные выше уравнения энергии, движения и неразрывности описывают состояние жидкого материала в общем случае, когда присутствуют трехмерные поля скоростей, напряжений, температур и тепловых потоков. Предлагаемое измерительное устройство предусматривает более простой случай состояния исследуемой жидкости.

Ниже приведены допущения, которые позволят упростить уравнения движения, энергии и неразрывности.

1. Течение жидкого материала между коаксиальными цилиндрами измерительного устройства является установившимся (компоненты вектора скорости  $\omega$  во времени не изменяются); это допущение позволяет исключить производные компонентов скорости  $\omega$  по времени  $\tau$  из уравнений движения исследуемой жидкости, т.е.

$$\frac{\partial \omega_r}{\partial \tau} = 0; \quad \frac{\partial \omega_\varphi}{\partial \tau} = 0; \quad \frac{\partial \omega_z}{\partial \tau} = 0. \quad (2.4)$$

2. Течение жидкости в зазоре постоянной толщины между цилиндрами измерительного устройства является одномерным (проекция вектора скорости в направлении осей  $r$  и  $z$  равны нулю  $\omega_r = 0$ ,  $\omega_z = 0$ ), тогда упрощенное уравнение движения запишется только для проекции вектора скорости  $\tilde{\omega}$  в направлении  $\varphi$ :

$$\frac{1}{r} \frac{\partial P}{\partial \varphi} = \left[ \frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial r} (r^2 \sigma_{r\varphi}) + \frac{1}{r} \frac{\partial \sigma_{\varphi\varphi}}{\partial \varphi} + \frac{\partial \sigma_{\varphi z}}{\partial z} \right] - \rho \left( \frac{\omega_\varphi}{r} \frac{\partial \omega_\varphi}{\partial \varphi} \right). \quad (2.5)$$

Так как зазор между цилиндрами имеет постоянную толщину и скорость потока при одном и том же значении  $r$ , но при разных  $\varphi$  постоянна, то это позволяет утверждать, что  $\frac{\partial \omega_\varphi}{\partial \varphi} = 0$ . Таким образом получаем

$$\frac{1}{r} \frac{\partial P}{\partial \varphi} = \left[ \frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial r} (r^2 \sigma_{r\varphi}) + \frac{1}{r} \frac{\partial \sigma_{\varphi\varphi}}{\partial \varphi} + \frac{\partial \sigma_{\varphi z}}{\partial z} \right]. \quad (2.6)$$

Компонента тензора напряжений  $\sigma_{\varphi\varphi}$  остается неизменной вдоль оси течения, поэтому можно записать  $\frac{\partial \sigma_{\varphi\varphi}}{\partial \varphi} = 0$ .

Учитывая вышесказанное, уравнение движения (2.1) примет вид

$$\frac{1}{r} \frac{\partial P}{\partial \varphi} = \left[ \frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial r} (r^2 \sigma_{r\varphi}) + \frac{\partial \sigma_{\varphi z}}{\partial z} \right]. \quad (2.7)$$

3. Вблизи торцов внутреннего и наружного цилиндров измерительного устройства не возникает краевых эффектов, искажающих профиль течения исследуемой жидкости в зазоре между цилиндрами (см. рис. 2.1). Вследствие этого, компонента  $\sigma_{\varphi z}$ , определяющая сдвиговые напряжения в плоскости течения вдоль оси  $z$ , также остается неизменной, т.е.  $\frac{\partial \sigma_{\varphi z}}{\partial z} = 0$ .

4. Перепад давления в направлении  $\varphi$  равен нулю, т.е. течение исследуемой жидкости происходит только за счет сил вязкого трения между слоями (течение Куэтта) при вынужденном вращении наружного цилиндра. Таким образом,  $\frac{\partial P}{\partial \varphi} = 0$  и уравнение движения окончательно примет вид:

$$\frac{\partial}{\partial r} (r^2 \sigma_{r\varphi}) = 0. \quad (2.8)$$

5. На внутренней поверхности наружного цилиндра и на внешней поверхности внутреннего цилиндра выполнена гипотеза о прилипании пристенных слоев исследуемого материала [94]. При нахождении зависимости распределения окружных скоростей исследуемой неньютоновской жидкости по радиусу  $\omega_\varphi(r)$  это допущение позволяет задать граничные условия на поверхностях  $\omega_\varphi(R_4) = 0$  и  $\omega_\varphi(R_5) = \omega_0$  измерительного устройства [92].

6. При малых значениях перепада температуры в слое исследуемой жидкости можно принять, что ее плотность  $\rho$  и вязкость по сечению потока остаются неизменными [89]. На этом основании решения уравнений неразрывности и движения можно искать независимо от уравнения энергии.

7. Исследуемая неньютоновская степенная жидкость несжимаема, ее теплофизические и реологические свойства не зависят от давления [89, 90].

8. Уравнения связи проекций  $q_r$ ,  $q_\varphi$ ,  $q_z$  вектора теплового потока с проекциями градиента температуры в случае, когда коэффициент теплопроводности  $\lambda$  жидкого полимерного материала при сдвиговом течении превращается в тензор  $\Lambda$ , имеют вид [1, 44, 88]:

$$\begin{aligned}
 q_z &= -\left( \lambda_{zz} \frac{\partial T}{\partial z} + \lambda_{zr} \frac{\partial T}{\partial r} + \lambda_{z\varphi} \frac{\partial T}{\partial \varphi} \right); \\
 q_r &= -\left( \lambda_{rz} \frac{\partial T}{\partial z} + \lambda_{rr} \frac{\partial T}{\partial r} + \lambda_{r\varphi} \frac{\partial T}{\partial \varphi} \right); \\
 q_\varphi &= -\left( \lambda_{\varphi z} \frac{\partial T}{\partial z} + \lambda_{\varphi r} \frac{\partial T}{\partial r} + \lambda_{\varphi\varphi} \frac{\partial T}{\partial \varphi} \right).
 \end{aligned}
 \tag{2.9}$$

Компоненты  $\lambda_{r\varphi}$ ,  $\lambda_{rz}$ ,  $\lambda_{\varphi z}$ ,  $\lambda_{\varphi r}$ ,  $\lambda_{zr}$ ,  $\lambda_{z\varphi}$  тензора теплопроводности  $\Lambda$  много меньше диагональных компонентов  $\lambda_{rr}$ ,  $\lambda_{\varphi\varphi}$ ,  $\lambda_{zz}$  [9, 91]. На этом основании членами уравнений (2.2), содержащими внедиагональные компоненты тензора теплопроводности, можно пренебречь. Тогда уравнения (2.9) примут вид:

$$q_z = -\left( \lambda_{zz} \frac{\partial T}{\partial z} \right); \quad q_r = -\left( \lambda_{rr} \frac{\partial T}{\partial r} \right); \quad q_\varphi = -\left( \lambda_{\varphi\varphi} \frac{\partial T}{\partial \varphi} \right). \tag{2.10}$$

9. Весь тепловой поток, выделяющийся в электрическом нагревателе, проходит через слой исследуемой жидкости преимущественно в направлении  $r$ . Количеством тепла, распространяющимся в других направлениях, можно пренебречь вследствие того, что геометрические параметры измерительного устройства позволяют обеспечить отсутствие оттока тепла по оси  $z$  и в направлении  $\varphi$ . Тогда из уравнений (2.10) окончательно будем иметь:

$$q_r = -\left( \lambda_{rr} \frac{\partial T}{\partial r} \right). \tag{2.11}$$

10. Поля температуры в слоях 1, 2, 3 внутреннего цилиндра и слое 4 исследуемой неньютоновской жидкости внешнего цилиндра не зависят от угловой (полярной) координаты  $\varphi$  и не зависят от осевой координаты  $z$  (см. рис. 2.2). На этом основании можно записать:

$$\frac{\partial T}{\partial \varphi} = \frac{\partial T}{\partial z} = 0.$$

11. Теплофизические характеристики  $\lambda_{rr}$ ,  $a_{rr}$ ,  $c$ ,  $\rho$  исследуемой жидкости в ходе эксперимента постоянны. Это допущение будет справедливо при малом перепаде температур в слое исследуемой жидкости [89] (до 5 °C).

12. В слое 4 (см. рис. 2.2) исследуемой неньютоновской жидкости действует источник теплоты, возникающий только за счет диссипативного разогрева при сдвиговом течении. Основываясь на этом допущении и допущениях 10, 11 уравнение теплового баланса для слоя исследуемой неньютоновской жидкости окончательно примет вид

$$c_x \rho_x \frac{\partial T_4(r, \tau)}{\partial \tau} + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} (r q_r(r, \tau)) = \sigma_{r\varphi} r \frac{\partial}{\partial r} \left( \frac{\omega_\varphi}{r} \right), \quad (2.12)$$

где правая часть уравнения представляет собой объемную мощность диссипативного источника тепла в слое исследуемой жидкости,  $\frac{\text{Вт}}{\text{м}^3}$ .

13. Термические сопротивления между слоями 1 и 2, 2 и 3 внутреннего цилиндра и слоем исследуемой жидкости 4 (см. рис. 2.3) отсутствуют.

14. Температура теплоносителя, прокачиваемого через внутреннюю полость 5 внутреннего цилиндра и водяную рубашку на внешней поверхности наружного цилиндра, поддерживается постоянной, что позволяет задать граничные условия первого рода на поверхностях с координатами  $R_1$  и  $R_5$  (см. рис. 2.3) [9, 45, 88]. Температуры на этих поверхностях будем полагать условно равными нулю, т.е.

$$T_1(R_1, \tau) = T_0 = 0; \quad T_4(R_5, \tau) = T_0 = 0. \quad (2.13)$$

15. На границах слоев 1 и 2, 2 и 3, 3 и 4 (см. рис. 2.3) выполняется допущение о непрерывности температур и тепловых потоков [45, 88], что позволяет задать на этих поверхностях граничные условия четвертого рода в виде:

$$T_i(R_{i+1} - 0, \tau) = T_{i+1}(R_{i+1} + 0, \tau); \quad \lambda_i \frac{\partial T_i(R_{i+1} - 0, \tau)}{\partial r} = \lambda_{i+1} \frac{\partial T_{i+1}(R_{i+1} + 0, \tau)}{\partial r}, \quad (2.14)$$

где  $i = 1, 2, 3$ .

Подставляя в уравнение неразрывности (2.3)  $\omega_r = 0$ ,  $\omega_z = 0$ , получим:

$$\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} (r \rho \omega_r) = 0, \quad \frac{\partial}{\partial z} (\rho \omega_z) = 0.$$

С учетом вышесказанного (2.3) упрощается и примет вид

$$\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} (\omega_\varphi) = 0. \quad (2.15)$$

#### **2.1.4. Определение профиля скорости жидкости со степенным реологическим законом при течении в зазоре между коаксиальными цилиндрами**

Рассмотрим течение неньютоновской жидкости в зазоре между коаксиальными цилиндрами измерительного устройства, подчиняющейся степенному реологическому закону

$$\sigma_{r\varphi} = m_0 \dot{\gamma}^n, \quad (2.16)$$

где  $n$  – индекс течения;  $m_0$  – коэффициент консистенции;  $\dot{\gamma}$  – скорость сдвига, определяемая выражением [92]

$$\dot{\gamma} = r \frac{\partial}{\partial r} \left( \frac{\omega_\varphi}{r} \right). \quad (2.17)$$

Подставляя (2.17) в (2.16), получим:

$$\sigma_{r\varphi} = m_0 r^n \left[ \frac{\partial}{\partial r} \left( \frac{\omega_\varphi}{r} \right) \right]^n. \quad (2.16a)$$

Тогда уравнение движения [2.8] запишется в виде

$$\frac{\partial}{\partial r} r^2 m_0 r^n \left[ \frac{\partial}{\partial r} \left( \frac{\omega_\varphi}{r} \right) \right]^n = 0, \quad (2.18)$$

Дифференцируя (2.18) по  $r$ , получим:

$$r^{2+n} m_0 \left[ \frac{\partial}{\partial r} \left( \frac{\omega_\varphi}{r} \right) \right]^n = C_1,$$

где  $C_1$  – постоянная величина.

В результате будем иметь следующее дифференциальное уравнение

$$d \left( \frac{\omega_\varphi}{r} \right) = \left( \frac{C_1}{r^{2+n} m_0} \right)^{\frac{1}{n}} dr,$$

решая которое получаем:

$$\omega_\varphi(r) = \left( \frac{C_1}{m_0} \right)^{\frac{1}{n}} \frac{nr}{(-2)} + C_2 r. \quad (2.19)$$

Постоянные интегрирования  $C_1$  и  $C_2$  определим из граничных условий, предусматривающих, что внутренний цилиндр неподвижен, а наружный в точке  $r = R_5$  вращается с линейной скоростью  $\omega_0$ :

$$\begin{cases} \omega_\varphi(R_4) = 0; \\ \omega_\varphi(R_5) = \omega_0. \end{cases} \quad (2.20)$$

Подставляя в (2.20) уравнение (2.19), получим систему

$$\left\{ \begin{array}{l} -\left(\frac{C_1}{m_0}\right)^{\frac{1}{n}} \frac{n R_4^{1-\frac{2}{n}}}{2} + C_2 R_4 = 0; \\ -\left(\frac{C_1}{m_0}\right)^{\frac{1}{n}} \frac{n R_5^{1-\frac{2}{n}}}{2} + C_2 R_5 = \Omega R_5, \end{array} \right. , \quad (2.21)$$

где  $\Omega$  – угловая скорость вращения наружного цилиндра,  $\frac{1}{c}$ .

Решая систему уравнений (2.21), определяем постоянные интегрирования  $C_1$  и  $C_2$ :

$$C_1 = \frac{2^n m_0 \Omega^n}{n^n \left( R_4^{\frac{2}{n}} - R_5^{\frac{2}{n}} \right)}, \quad (2.22)$$

$$C_2 = \frac{\Omega R_4^{\frac{2}{n}}}{\left( R_4^{\frac{2}{n}} - R_5^{\frac{2}{n}} \right)}, \quad (2.23)$$

что в итоге позволяет получить выражение для определения поля скоростей в зазоре между коаксиальными цилиндрами измерительного устройства:

$$\omega_\varphi = \frac{\Omega r \left( R_4^{\frac{2}{n}} - r^{\frac{2}{n}} \right)}{\left( R_4^{\frac{2}{n}} - R_5^{\frac{2}{n}} \right)}. \quad (2.24)$$

### 2.1.5. Определение функции диссипативного источника тепла в слое исследуемой жидкости при течении в зазоре между коаксиальными цилиндрами измерительного устройства

Неньютоновские жидкости обладают, как правило, значительными эффективными вязкостями [89]. По этой причине пренебрегать источником тепла за счет диссипативного разогрева при сдвиговом течении в зазоре между коаксиальными цилиндрами не представляется

возможным. Функция источника тепла  $\Phi(r)$  определяется правой частью уравнения (2.12).

$$\Phi(r) = \sigma_{r\varphi} r \frac{\partial}{\partial r} \left( \frac{\omega_{\varphi}}{r} \right). \quad (2.25)$$

Подставляя в (2.25) выражение 2.24, получаем

$$\Phi(r) = \sigma_{r\varphi} r \frac{\partial}{\partial r} \left( \frac{\Omega \left( R_4^{\frac{2}{n}} - r^{\frac{2}{n}} \right)}{\left( R_4^{\frac{2}{n}} - R_5^{\frac{2}{n}} \right)} \right)$$

или

$$\Phi(r) = 2 \sigma_{r\varphi} \Omega \frac{r^{\frac{2}{n}}}{n \left( R_4^{\frac{2}{n}} - R_5^{\frac{2}{n}} \right)}.$$

В то же время касательное напряжение  $\sigma_{r\varphi}$  неньютоновской жидкости, подчиняющейся степенному реологическому закону, определяется выражением (2.16а). Подставляя это выражение в (2.25), с учетом (2.24) получим

$$\Phi(r) = m_0 r^{n+1} \left( \frac{2\Omega \frac{r^{\frac{2}{n}}}{n \left( R_4^{\frac{2}{n}} - R_5^{\frac{2}{n}} \right)}}{\left( R_4^{\frac{2}{n}} - R_5^{\frac{2}{n}} \right)} \right)^{n+1}. \quad (2.26)$$

Таким образом, уравнение энергии (теплого баланса) преобразуется к виду:

$$c_x \rho_x \frac{\partial T_4(r, \tau)}{\partial \tau} + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} (r q_r(r, \tau)) = m_0 r^{n+1} \cdot \left( \frac{2\Omega \frac{r^{\frac{2}{n}}}{n \left( R_4^{\frac{2}{n}} - R_5^{\frac{2}{n}} \right)}}{\left( R_4^{\frac{2}{n}} - R_5^{\frac{2}{n}} \right)} \right)^{n+1}.$$

С учетом допущений 8 и 11 данное уравнение можно записать в следующем виде:

$$c_x \rho_x \frac{\partial T_4(r, \tau)}{\partial \tau} - \lambda_{rr} \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{dT(r, \tau)}{dr} \right) = m_0 r^{n+1} \left( 2\Omega \frac{r^{\frac{2}{n}}}{n r \left( R_4^n - R_5^n \right)} \right)^{n+1}.$$

### 2.1.6. Методы определения теплофизических характеристик неньютоновских жидких материалов при сдвиговом течении в зазоре между коаксиальными цилиндрами измерительного устройства

Для предложенного измерительного устройства ОЗТ с учетом выше принятых допущений предлагается записать в следующем виде:

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{\partial T_1(r, \tau)}{\partial \tau} = \frac{\lambda_1}{c_1 \rho_1} \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial T_1(r, \tau)}{\partial r} \right), \quad R_1 < r < R_2, \quad \tau > 0; \\ \frac{\partial T_2(r, \tau)}{\partial \tau} = \frac{\lambda_2}{c_2 \rho_2} \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial T_2(r, \tau)}{\partial r} \right) + \frac{Q_H}{V_H c_2 \rho_2}, \quad R_2 < r < R_3, \quad \tau > 0; \\ \frac{\partial T_3(r, \tau)}{\partial \tau} = \frac{\lambda_3}{c_3 \rho_3} \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial T_3(r, \tau)}{\partial r} \right), \quad R_3 < r < R_4, \quad \tau > 0; \\ \frac{\partial T_4(r, \tau)}{\partial \tau} = \frac{\lambda_{rr}}{c_x \rho_x} \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial T_4(r, \tau)}{\partial r} \right) + \Phi(r), \quad R_4 < r < R_5, \quad \tau > 0 \end{array} \right. \quad (2.27)$$

с начальными условиями  $T_1(r, 0) = T_2(r, 0) = T_3(r, 0) = T_4(r, 0) = 0$  и граничными условиями:

$$T_1(R_1) = T_0 = 0; \quad (2.28)$$

$$T_1(R_2 - 0, \tau) = T_2(R_2 + 0, \tau), \quad \lambda_1 \frac{\partial T_1(R_2 - 0, \tau)}{\partial r} = \lambda_2 \frac{\partial T_2(R_2 + 0, \tau)}{\partial r}; \quad (2.29)$$

$$T_2(R_3 - 0, \tau) = T_3(R_3 + 0, \tau), \quad \lambda_2 \frac{\partial T_2(R_3 - 0, \tau)}{\partial r} = \lambda_3 \frac{\partial T_3(R_3 + 0, \tau)}{\partial r}; \quad (2.30)$$

$$T_3(R_4 - 0, \tau) = T_4(R_4 + 0, \tau), \quad \lambda_3 \frac{\partial T_3(R_4 - 0, \tau)}{\partial r} = \lambda_{rr} \frac{\partial T_4(R_4 + 0, \tau)}{\partial r}; \quad (2.31)$$

$$T_4(R_5, \tau) = 0, \quad (2.32)$$

а также дополнительным условием, учитывающим, что в эксперименте определяется температура слоя нагревателя внутреннего цилиндра измерительного устройства.  $T_1, T_2, T_3, T_4$  – температуры в слоях подложки, нагревателя, защитного слоя и анализируемого материала, находящегося в цилиндрическом зазоре измерительного устройства, К;  $\tau$  – время, с;  $R_1, R_2, R_3, R_4$  – внешние радиусы слоев внутреннего цилиндра, м;  $R_5$  – внутренний радиус наружного цилиндра, м;  $\lambda_1, \lambda_2, \lambda_3$  – соответственно коэффициенты теплопроводности подложки (слой 1), нагревателя (слой 2) и защитного слоя 3 внутреннего цилиндра, Вт/(м·К) (см. рис. 2.1);  $\lambda_{rr}$  – второй диагональный компонент тензора теплопроводности  $\Lambda$  исследуемого расплава полимерного материала, Вт/(м·К);  $T^*(r, t)$  – значение избыточной температуры слоя нагревателя, измеряемой в процессе эксперимента, К.

Аналитическое решение представленной задачи получить довольно сложно, и поэтому проведение активной стадии эксперимента по определению теплофизических характеристик исследуемого материала предлагается провести в два этапа, что позволит значительно упростить приведенную выше математическую модель. В зависимости от того, какие измерительные операции осуществляются на каждом этапе эксперимента, возможны два метода определения теплофизических характеристик, каждый из которых применим для конкретного класса жидкостей.

### **2.1.7. Метод № 1 для определения теплопроводности и температуропроводности жидких полимерных материалов при сдвиговом течении в зазоре между коаксиальными цилиндрами измерительного устройства**

Метод основан на применении принципа суперпозиции применительно к температурному полю в измерительном устройстве, когда значение температуры в его рабочей области, установившееся в результате действия диссипативного источника тепла, распределенного в слое исследуемой жидкости, повышается вследствие действия теплового источника – электрического нагревателя, расположенного во внутреннем цилиндре измерительного устройства (рис. 2.4).

Таким образом, на первом этапе активной стадии теплофизического эксперимента действует только один источник тепла за счет диссипации механической энергии вязкого (внутреннего) трения

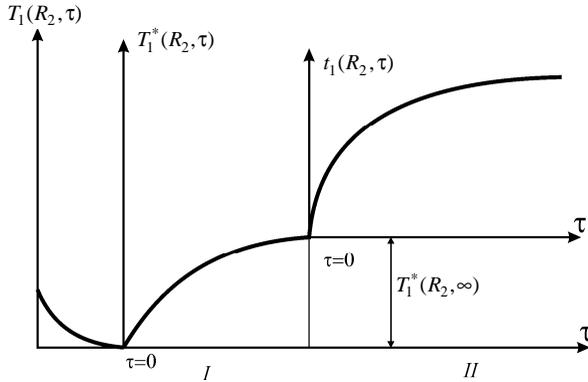


Рис. 2.4. К принципу суперпозиции температурных полей

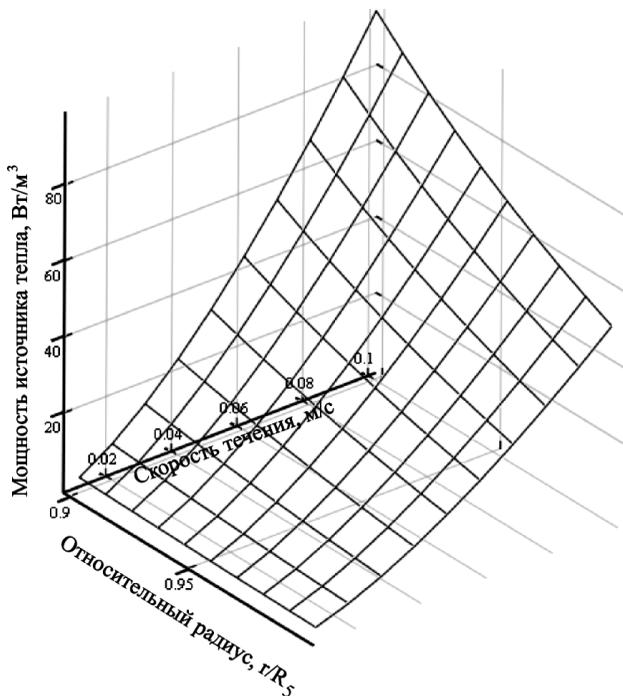
в слое исследуемой жидкости. После того, как во всем измерительном устройстве установится стационарное температурное поле, включается электрический нагреватель, расположенный во внутреннем цилиндре измерительного устройства, и, начиная с этого момента, через равные интервалы времени регистрируются значения среднеинтегральной температуры слоя нагревателя, избыточной по отношению к температуре, установившейся в конце первого этапа в этом же слое.

Для упрощения решения краевой задачи теплопроводности целесообразно пренебречь толщиной электрического нагревателя. Это позволит избавиться от неоднородности дифференциального уравнения, описывающего температурное поле во втором слое измерительного устройства и получить несложные расчетные зависимости.

Мощность выделения тепла  $\Phi(\bar{r}, \omega)$  на основании (2.26) прямо пропорциональна коэффициенту консистенции  $m$  жидкости и зависит от скорости течения жидкости в зазоре  $\omega$  и значения относительного радиуса  $\bar{r} = \frac{r}{R_5}$ .

$$\Phi(\bar{r}, \omega) = m \left[ 2\omega \frac{\bar{r}^{-\frac{2}{n}+1}}{n\bar{r} \begin{bmatrix} -2 & -2 \\ k^n & -1^n \end{bmatrix}} \right]^{n+1},$$

где  $k$  – отношение радиуса внутреннего цилиндра к радиусу наружного цилиндра. График зависимости  $\Phi(\bar{r}, \omega)$  показан на рис. 2.5.



**Рис. 2.5. Зависимость мощности источника тепла за счет диссипации механической энергии сил вязкого трения от скорости течения жидкости в зазоре между цилиндрами и значения относительного радиуса  $r/R_5$  ( $n = 0,9$ )**

Для жидкостей, обладающих значительной консистенцией, выделение тепла при вращении наружного цилиндра может быть столь значительным, что произойдет разогрев внутреннего цилиндра и изменение температуры термопреобразователя сопротивления, расположенного в нем. Превышение температуры внутреннего цилиндра зависит от теплопроводности исследуемой жидкости. Это позволит определить расчетную зависимость для значения теплопроводности исследуемой жидкости как функцию среднеинтегральной температуры в слое нагревателя внутреннего цилиндра по результатам эксперимента в конце первого этапа измерения.

Запишем математическую модель для стационарного температурного поля в измерительном устройстве для случая, когда в нем действует только один источник тепла в слое исследуемой жидкости за счет вязкого трения при вращении наружного цилиндра.

2.1.7.1. Этап стационарной стадии метода № 1  
определения теплофизических характеристик

Перед началом активной стадии измерений (стадии, на которой происходит подвод тепла к исследуемой жидкости) необходимо провести подготовительный этап, заключающийся в установлении постоянной температуры во всех слоях измерительного устройства. Только после этого следует приводить во вращение наружный цилиндр измерительного устройства. При стационарном тепловом режиме математическая модель распределения температуры опишется следующим образом:

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{d}{dr} \left( r \frac{dT_1^*(r)}{dr} \right) = 0, \quad R_1 < r < R_2; \\ \frac{d}{dr} \left( r \frac{dT_2^*(r)}{dr} \right) = 0, \quad R_2 < r < R_3; \\ \frac{d}{dr} \left( r \frac{dT_3^*(r)}{dr} \right) = 0, \quad R_3 < r < R_4; \\ \lambda_{rr} \frac{1}{r} \frac{d}{dr} \left( r \frac{dT_4^*(r)}{dr} \right) + m_0 r^{n+1} \left( \frac{2\Omega \frac{r^{\frac{2}{n}}}{nr \left( R_4^n - R_5^n \right)}} \right)^{n+1} = 0, \quad R_4 < r < R_5. \end{array} \right. \quad (2.33)$$

Граничные условия

$$\left\{ \begin{array}{l} T_1^*(R_1) = T_0 = \text{const}; \\ T_1^*(R_{i+1}) = T_{i+1}^*(R_{i+1}); \\ \lambda_i \frac{dT_i^*(R_{i+1})}{dr} = \lambda_{i+1} \frac{dT_{i+1}^*(R_{i+1})}{dr}; \\ T_4^*(R_5) = T_0 = \text{const}; \\ i = 1, 2, 3. \end{array} \right. \quad (2.34)$$

Дополнительное условие заключается в том, что в эксперименте определяется значение избыточной среднеинтегральной температуры:

$$T^* = \frac{2}{R_3^2 - R_2^2} \int_{R_2}^{R_3} T_2(r) r dr. \quad (2.35)$$

Общие решения исходных дифференциальных уравнений (2.33) имеют вид

$$\begin{cases} T_1^*(r) = C_1 \ln(r) + C_2, & R_1 < r < R_2; \\ T_2^*(r) = C_3 \ln(r) + C_4, & R_2 < r < R_3; \\ T_3^*(r) = C_5 \ln(r) + C_6, & R_3 < r < R_4; \\ T_4^*(r) = \Phi'(r) + C_7 \ln(r) + C_8, & R_4 < r < R_5. \end{cases} \quad (2.36)$$

Подстановкой общих решений (2.36) и дополнительного условия (2.35) в граничные условия (2.34) получаем систему уравнений:

$$\begin{cases} C_1 \ln R_1 + C_2 = 0; \\ C_1 \ln R_2 + C_2 - C_3 \ln R_2 - C_4 = 0; \\ C_1 \frac{\lambda_1}{R_2} = C_3 \frac{\lambda_2}{R_2}; \\ C_3 K + C_4 = T^*; \\ C_3 \ln R_3 + C_4 - C_5 \ln R_3 - C_6 = 0; \\ C_3 \frac{\lambda_2}{R_3} = C_5 \frac{\lambda_3}{R_3}; \\ C_7 \ln R_4 + C_8 + \frac{\Phi_1(\Omega)}{\lambda_{rr}} = C_5 \ln R_4 + C_6; \\ C_7 \ln R_5 + C_8 + \frac{\Phi_2(\Omega)}{\lambda_{rr}} = 0; \\ \frac{C_5}{R_4} \lambda_3 - \lambda_{rr} \left[ C_7 \frac{1}{R_4} + \frac{\Phi_3(\Omega)}{\lambda_{rr}} \right] = 0. \end{cases}$$

Путем решения данной системы уравнений находится выражение для вычисления теплопроводности исследуемой жидкости:

$$\lambda_{rr} = \frac{\Phi_1(\omega) + \Phi_2(\omega) + \Phi_3(\omega)}{K_2 - K_1 \ln R_4},$$

где  $\Phi_1(\omega)$ ,  $\Phi_2(\omega)$ ,  $\Phi_3(\omega)$  – функциональные зависимости от скорости вращения наружного цилиндра:

$$\varphi_1(\omega) = A(\omega) R_4^{-1-\frac{2}{n}} / \left(1 + \frac{2}{n}\right)^2 ;$$

$$\varphi_2(\omega) = A(\omega) R_5^{-1-\frac{2}{n}} / \left(1 + \frac{2}{n}\right)^2 ;$$

$$\varphi_3(\omega) = A(\omega) R_4^{-2-\frac{2}{n}} / \left(1 + \frac{2}{n}\right)^2 .$$

Значения  $K_1$ ,  $K_2$ ,  $K_3$  определяются из выражений:

$$K_1 = \frac{\lambda_2}{\lambda_3} \frac{\ln R_1 T^*}{\frac{\lambda_1}{\lambda_2} (\ln R_2 - K_3) - \ln \frac{R_2}{R_1}} ;$$

$$K_2 = \frac{T^* \left( \frac{\lambda_1}{\lambda_2} \ln R_3 + \ln \frac{R_2}{R_1} - \frac{\lambda_1}{\lambda_2} \ln R_2 + \frac{\lambda_2}{\lambda_3} \ln R_1 \ln R_3 \right)}{\frac{\lambda_1}{\lambda_2} (K_3 - \ln R_2) + \ln \frac{R_2}{R_1}} .$$

$$K_3 = \frac{(\ln R_3 - 0,5)R_3^2 - (\ln R_2 - 0,5)R_2^2}{R_3^2 - R_2^2} .$$

2.1.7.2. Этап нестационарной стадии метода определения теплофизических характеристик неньютоновских жидкостей при сдвиговом течении

Математическая модель, описывающая температурное поле рассматриваемой системы, будет иметь вид:

$$\frac{\partial t_i(r, \tau)}{\partial \tau} = \frac{\lambda_i}{c_i \rho_i} \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left[ r \frac{\partial t_i(r, \tau)}{\partial r} \right], \quad R_i < r < R_{i+1}, \tau > 0, i = 1, 2, 3, 4.$$

Начальные условия:

$$t_i(r, 0) = 0, \quad i = 1, 2, 3, 4.$$

Граничные условия:

$$t_1(R_1, \tau) = 0; \quad t_4(R_5, \tau) = 0;$$

$$t_1(R_2, \tau) = t_2(R_2, \tau); \quad t_2(R_3, \tau) = t_3(R_3, \tau); \quad t_3(R_4, \tau) = t_4(R_4, \tau);$$

$$\begin{aligned} \lambda_1 \frac{dt_1(R_2, \tau)}{dr} - \lambda_2 \frac{dt_2(R_2, \tau)}{dr} &= q; \quad \lambda_2 \frac{dt_2(R_3, \tau)}{dr} = \lambda_3 \frac{dt_3(R_3, \tau)}{dr}; \\ \lambda_3 \frac{dt_3(R_4, \tau)}{dr} &= \lambda_4 \frac{dt_4(R_4, \tau)}{dr}; \quad \lambda_x = \lambda_4; \quad c_x \rho_x = c_4 \rho_4. \end{aligned} \quad (2.37)$$

С применением интегрального преобразования Лапласа

$$T^*(r, p) = \int_0^{\infty} t(r, \tau) \exp(-p\tau) d\tau, \quad q^*(p) = \int_0^{\infty} q(\tau) \exp(-p\tau) d\tau$$

данная математическая модель преобразуется к виду:

$$p t_i^*(r, p) = \frac{\lambda_i}{c_i \rho_i} \frac{1}{r} \frac{dt_i(r, \tau)}{dr}, \quad R_i < r < R_{i+1}, \quad i = 1, 2, 3, 4.$$

Граничные условия запишутся следующим образом:

$$\begin{aligned} t_1^*(R_1, p) &= 0; \quad t_4^*(R_5, p) = 0. \\ t_1^*(R_2, p) &= t_2^*(R_2, p); \quad t_2^*(R_3, p) = t_3^*(R_3, p); \quad t_3^*(R_4, p) = t_4^*(R_4, p); \\ \lambda_1 \frac{dt_1^*(R_2, p)}{dr} - \lambda_2 \frac{dt_2^*(R_2, p)}{dr} &= q^*(p); \\ \lambda_2 \frac{dt_2^*(R_3, p)}{dr} &= \lambda_3 \frac{dt_3^*(R_3, p)}{dr}; \\ \lambda_3 \frac{dt_3^*(R_4, p)}{dr} &= \lambda_x \frac{dt_4^*(R_4, p)}{dr}. \end{aligned}$$

Общие решения дифференциальных уравнений, полученных при помощи преобразования Лапласа, имеют вид:

$$t_i^* = S_{2i-1} I_0 \left( r \sqrt{\frac{p}{a_i}} \right) + S_{2i} K_0 \left( r \sqrt{\frac{p}{a_i}} \right), \quad i = 1, 2, 3, 4,$$

где  $S_1, S_2, \dots, S_8$  – постоянные коэффициенты;  $a_4 = a_x$  – температуропроводность исследуемой жидкости;  $I_0(x), K_0(x)$  – модифицированные функции Бесселя и Ханкеля нулевого порядка.

С учетом того, что в эксперименте определяется интегральная характеристика температуры

$$t_1^*(R_2, p) = \int_0^{\infty} t_1(R_2, \tau) e^{-p\tau} d\tau,$$

на основании представленных граничных условий и общих решений дифференциальных уравнений получены системы уравнений:

$$\begin{cases} S_1(p)I_0(g_{11}) + S_2(p)K_0(g_{11}) = 0; \\ S_1(p)I_0(g_{21}) + S_2(p)K_0(g_{21}) = t_1^*(R_2, p); \end{cases} \quad (2.38)$$

$$\begin{cases} S_1(p)I_0(g_{21}) + S_2(p)K_0(g_{21}) = S_3(p)I_0(g_{22}) + S_4(p)K_0(g_{22}); \\ \lambda_1[S_1(p)I_0(g_{21}) - S_2(p)K_1(g_{21})] - \frac{g_{22}}{R_2} \lambda_2[S_3(p)I_0(g_{22}) - S_4(p)K_1(g_{22})] = \frac{q}{p}; \end{cases} \quad (2.39)$$

$$\begin{cases} S_5(p)I_0(g_{32}) + S_4(p)K_0(g_{33}) = S_5(p)I_0(g_{33}) + S_6(p)K_0(g_{33}); \\ S_3(p)I_0(g_{32}) + S_4(p)K_0(g_{33}) = \frac{\lambda_3 g_{33}}{\lambda_2 g_{32}} [S_5(p)I_1(g_{33}) - S_6(p)K_1(g_{33})]; \end{cases} \quad (2.40)$$

$$\begin{cases} S_7(p)I_0(g_{54}) + S_8(p)K_0(g_{54}) = 0; \\ S_5(p)I_0(g_{43}) + S_6(p)K_0(g_{43}) = S_7(p)I_0(g_{44}) + S_8(p)K_0(g_{44}); \\ S_5(p)I_0(g_{43}) - S_6(p)K_0(g_{43}) = \frac{\lambda_x g_{44}}{\lambda_3 g_{43}} [S_7(p)I_1(g_{44}) - S_8(p)K_1(g_{44})], \end{cases} \quad (2.41)$$

где  $g_{11} = R_1 \sqrt{\frac{p}{a_1}}$ ;  $g_{21} = R_2 \sqrt{\frac{p}{a_1}}$ ;  $g_{22} = R_2 \sqrt{\frac{p}{a_2}}$ ;  $g_{32} = R_3 \sqrt{\frac{p}{a_2}}$ ;  
 $g_{33} = R_3 \sqrt{\frac{p}{a_3}}$ ;  $g_{43} = R_4 \sqrt{\frac{p}{a_3}}$ ;  $g_{44} = R_4 \sqrt{\frac{p}{a_4}}$ ;  $g_{54} = R_5 \sqrt{\frac{p}{a_4}}$ ;  $a_4 = a_x$ .

Для определения неизвестных коэффициентов  $S_1 \dots S_8$ ,  $\lambda_x$ ,  $a_x = a_4$  целесообразно задаться двумя значениями параметра преобразования Лапласа  $p_1$  и  $p_2$ .

Система (2.38) позволяет получить зависимости для вычисления значений коэффициентов  $S_{11} = S_1(p_1)$ ,  $S_{12} = S_1(p_2)$ ,  $S_{21} = S_2(p_1)$ ,  $S_{22} = S_2(p_2)$ :

$$S_{li} = \frac{t_{li}^* K_0(g_{1li})}{I_0(g_{2li}) K_0(g_{1li}) - I_0(g_{2li}) K_0(g_{2li})};$$

$$S_{2i} = \frac{t_{li}^* I_0(g_{1li})}{I_0(g_{1li}) K_0(g_{2li}) - I_0(g_{2li}) K_0(g_{1li})}; \quad i = 1, 2.$$

Постоянные  $S_{31} = S_3(p_1)$ ,  $S_{32} = S_3(p_2)$ ,  $S_{41} = S_4(p_1)$ ,  $S_{42} = S_4(p_2)$  определяются из выражений:

$$\begin{aligned}
 S_{3i} &= [g_{22i} p_i \lambda_2 I_0(g_{22i})(K_0(g_{22i}) + K_1(g_{22i}))]^{-1} \times \\
 &\times [R_2 S_{1i} p_i \lambda_1 I_0(g_{21i}) K_0(g_{22i}) - R_2 q K_0(g_{22i}) - R_2 S_{2i} p_i \lambda_1 K_0(g_{22i}) K_1(g_{21i}) + \\
 &+ S_{1i} g_{22i} p_i \lambda_2 I_0(g_{21i}) K_1(g_{22i}) + S_{2i} g_{22i} p_i \lambda_2 K_0(g_{21i}) K_1(g_{22i})]; \\
 S_{4i} &= (R_2 q - R_2 S_{1i} p_i \lambda_1 I_0(g_{21i}) + R_2 S_{2i} p_i \lambda_1 K_1(g_{21i}) + S_{1i} g_{22i} p_i \lambda_2 I_0(g_{21i}) + \\
 &+ S_{2i} g_{22i} p_i \lambda_2 K_0(g_{21i}) K_1(g_{22i})) (g_{22i} p_i \lambda_2 (K_0(g_{22i}) + K_1(g_{22i})))^{-1}, \quad i = 1, 2; \\
 S_{5i} &= [S_{3i} (g_{32i} \lambda_2 I_1(g_{32i}) K_0(g_{33i}) + g_{33i} \lambda_3 I_0(g_{32i}) K_1(g_{33i}))] - \\
 &- [S_{4i} (g_{32i} \lambda_2 K_0(g_{33i}) K_1(g_{32i}) - g_{33i} \lambda_3 K_0(g_{32i}) K_1(g_{33i}))] D_i^{-1}; \\
 S_{6i} &= [S_3 (g_{33i} \lambda_3 I_0(g_{32i}) I_1(g_{33i}) - g_{32i} \lambda_2 I_0(g_{33i}) I_1(g_{32i})) + \\
 &+ S_4 (g_{32i} \lambda_2 K_0(g_{33i}) K_1(g_{32i}) + g_{33i} \lambda_3 I_1(g_{33i}) K_0(g_{32i}))] D_i^{-1}; \quad i = 1, 2,
 \end{aligned}$$

где  $D_i = g_{33i} \lambda_3 I_0(g_{33i}) K_1(g_{32i}) + g_{33i} \lambda_3 I_1(g_{33i}) K_0(g_{33i})$ .

Подставляя найденные значения  $S_{ki}$  в систему (2.41), находим коэффициенты системы из 18 уравнений с 18 неизвестными.

$$c_1(p_i), \dots, c_8(p_i), \lambda_x, a_x, \quad \text{где } i = 1, 2.$$

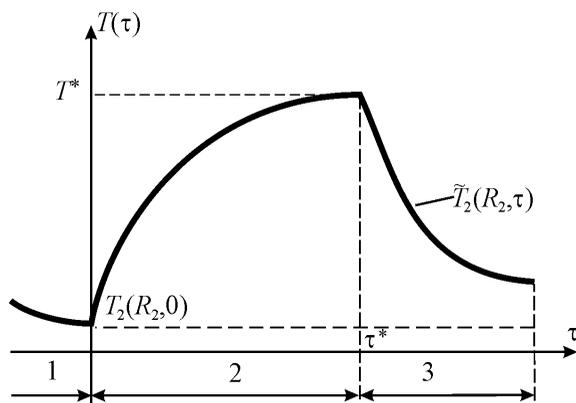
Представленный метод отличается относительной простотой расчетных зависимостей, а также тем, что в данном случае можно не учитывать влияние диссипативного разогрева, а, следовательно, и реологических характеристик жидкостей на результаты определения температуры нагревателя измерительного устройства. Однако, как показала практика использования метода, время одного цикла теплофизического эксперимента, прошедшее с момента начала первого этапа первого измерения до момента начала первого этапа второго измерения достаточно велико. Подготовительный этап при этом может длиться несколько часов. Поэтому, если исследуется материал в жидкой фазе, способный быстро полимеризоваться на воздухе даже без добавления специальных реагентов (например, синтетический латекс), то по результатам двух измерений, последовательно проведенных друг за другом, получают значения теплофизических характеристик материала, существенно отличающиеся друг от друга. По этой причине для данного класса жидких полимерных материалов, подверженных самопроизвольной полимеризации, был предложен следующий метод измерения теплофизических характеристик, представленный ниже.

### 2.1.8. Метод № 2 для определения теплофизических характеристик неньютоновских жидкостей при сдвиговом течении

Перед активной стадией эксперимента для данного метода также необходимо провести подготовительный этап, в ходе которого температура в каждом слое измерительного устройства устанавливается постоянной и равной заранее заданному значению. О завершении подготовительной стадии судят по установлению во времени измеренной среднеинтегральной температуры слоя нагревателя.

На первом этапе (стадии) измерения необходимо включить привод наружного цилиндра и подать мощность на нагреватель внутреннего цилиндра. При этом теплоперенос от внутреннего цилиндра к внешнему будет происходить через слой исследуемой жидкости. Если жидкость вязкая и неньютоновская, подчиняющаяся реологическому закону (2.16), то в ней возникнет источник тепла за счет диссипации механической энергии «вязкого трения», описываемый уравнением (2.26). Когда во всех слоях измерительного устройства установится стационарный тепловой режим, регистрируется среднеинтегральная температура  $T^*$  в слое нагревателя и на этом первый этап заканчивается.

На втором этапе отключают нагреватель и регистрируют изменение во времени среднеинтегральной температуры  $\tilde{T}^*(r, \tau)$  слоя 2 цилиндрической системы измерительного устройства (рис. 2.6).



**Рис. 2.6. Зависимость среднеинтегральной температуры слоя нагревателя измерительного устройства от времени и этапа эксперимента:**

1 – подготовительный этап эксперимента; 2 – этап стационарной стадии метода измерений; 3 – этап нестационарной стадии метода измерений

Таким образом, исходная обратная задача теплопроводности разбивается на две, соответствующие стационарной и нестационарной стадиям эксперимента. Математическое описание данных задач приведено ниже.

2.1.8.1. Постановка обратной задачи для определения теплопроводности неньютоновских жидкостей со степенным законом течения для стационарного этапа метода измерений № 2

Дифференциальные уравнения, описывающие распределение температур в слоях 1, 2, 3 и 4 измерительного устройства в установившемся стационарном режиме, примут следующий вид:

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{d}{dr} \left( r \frac{dT_1^*(r)}{dr} \right) = 0, \quad R_1 < r < R_2; \\ \frac{\lambda_2}{c_2 \rho_2} \frac{1}{r} \frac{d}{dr} \left( r \frac{dT_2^*(r)}{dr} \right) + \frac{Q_H}{V_H c_2 \rho_2} = 0, \quad R_2 < r < R_3; \\ \frac{d}{dr} \left( r \frac{dT_3^*(r)}{dr} \right) = 0, \quad R_3 < r < R_4; \\ \lambda_{rr} \frac{1}{r} \frac{d}{dr} \left( r \frac{dT_4^*(r)}{dr} \right) + m_0 r^{n+1} \left( \frac{2\omega_0}{nr \left( R_4^n - R_5^n \right)} \right)^{n+1} = 0, \quad R_4 < r < R_5. \end{array} \right. \quad (2.42)$$

Граничные условия:

$$\left\{ \begin{array}{l} T_1^*(R_1) = T_0 = \text{const}; \\ T_1^*(R_{i+1}) = T_{i+1}^*(R_{i+1}); \\ \lambda_i \frac{dT_i^*(R_{i+1})}{dr} = \lambda_{i+1} \frac{dT_{i+1}^*(R_{i+1})}{dr}; \\ T_4^*(R_5) = T_0 = \text{const}; \\ i = 1, 2, 3. \end{array} \right. \quad (2.43)$$

Дополнительное условие:

$$T^* = \frac{2}{R_3^2 - R_2^2} \int_{R_2}^{R_3} T_2^*(r) r dr, \quad (2.44)$$

где  $T^*$  – среднеинтегральная избыточная температура в слое нагревателя неподвижного внутреннего цилиндра, К;  $c_x \rho_x$  – объемная теплоемкость исследуемой жидкости, Дж/(м<sup>3</sup>·К);  $Q_n$  – тепловой поток от нагревателя внутреннего цилиндра, Вт;  $V_n$  – объем нагревателя, м<sup>3</sup>;  $\sigma_{r\varphi}$  – касательное напряжение в слое исследуемой жидкости, Па.

Для неньютоновских жидкостей зависимость компоненты тензора напряжения  $\sigma_{r\varphi}$  от скорости сдвига  $\dot{\gamma}$  имеет вид:

$$\sigma_{r\varphi}(\gamma, r) = \eta_a(\gamma) \cdot \dot{\gamma}(r),$$

где  $\eta_a(\gamma)$  – кажущаяся вязкость неньютоновской жидкости, Па·с;  $\eta_a(\gamma) = m \gamma^{n-1}$ ,  $m$  – коэффициент консистенции,  $n$  – индекс течения.

### 2.1.8.2. Решение обратной задачи для определения теплопроводности неньютоновских жидкостей со степенным законом течения для стационарной стадии метода № 2

Общие решения исходных дифференциальных уравнений (2.42) имеют вид

$$\begin{cases} T_1^*(r) = C_1 \ln(r) + C_2, & R_1 < r < R_2; \\ T_2^*(r) = -\frac{Q_n r^2}{4V_n \lambda_2} + C_3 \ln(r) + C_4, & R_2 < r < R_3; \\ T_3^*(r) = C_5 \ln(r) + C_6, & R_3 < r < R_4; \\ T_4^*(r) = \Phi'(r) + C_7 \ln(r) + C_8, & R_4 < r < R_5, \end{cases} \quad (2.45)$$

где  $\Phi'(r)$  – функция, описываемая выражением

$$\Phi'(r) = -\frac{A(\omega)}{\lambda_{rr}} \left[ \frac{r^{-1-\frac{2}{n}}}{\left(1 + \frac{2}{n}\right)^2} \right];$$

$C_1, \dots, C_8$  – постоянные коэффициенты.

Подстановкой общих решений (2.45) и дополнительного условия (2.44) в граничные условия (2.43) получаем систему уравнений:

$$\left\{ \begin{array}{l} C_1 \ln R_1 + C_2 = 0; \\ C_1 \ln R_2 + C_2 - C_3 \ln R_2 - C_4 = -\frac{R_2^2}{4} \frac{Q}{V_H \lambda_2}; \\ C_1 \frac{\lambda_1}{R_2} - C_3 \frac{\lambda_2}{R_2} = -\frac{Q R_2}{2V_H}; \\ C_3 \left[ \frac{(\ln R_3 - 0,5) R_3^2 - (\ln R_2 - 0,5) R_2^2}{R_3^2 - R_2^2} \right] + C_4 = T^* + \frac{Q (R_3^4 - R_2^4)}{8\lambda_2 V_H (R_3^2 - R_2^2)}; \\ C_3 \ln R_3 + C_4 - C_5 \ln R_3 - C_6 = \frac{R_3^2}{4} \frac{Q}{V_H \lambda_2}; \\ C_3 \frac{\lambda_2}{R_3} - C_5 \frac{\lambda_3}{R_3} = \frac{R_3}{2V_H} Q; \\ C_7 \ln R_4 + C_8 + \frac{A(\omega)}{\lambda_{rr}} \frac{1}{\left(1 + \frac{2}{n}\right)^2} R_4^{-1-\frac{2}{n}} = C_5 \ln R_4 + C_6; \\ C_7 \ln R_5 + C_8 - \frac{A(\omega)}{\lambda_{rr}} \frac{1}{\left(1 + \frac{2}{n}\right)^2} R_5^{-1-\frac{2}{n}} = 0; \\ \frac{C_5}{R_4} \lambda_3 - \lambda_{rr} \left[ C_7 \frac{1}{R_4} + \frac{A(\omega)}{\lambda_{rr}} \frac{1}{\left(1 + \frac{2}{n}\right)^2} R_4^{-2-\frac{2}{n}} \right] = 0, \end{array} \right. \quad (2.46)$$

где  $V_H = (R_3^2 - R_2^2)\pi l$  – объем нагревателя внутреннего цилиндра, а  $l$  – длина цилиндрического слоя нагревателя;  $n$  – индекс течения (показатель степени, входящий в реологический закон течения исследуемой жидкости  $\sigma = m\dot{\gamma}^n$ );  $m$  – показатель консистенции исследуемой жидкости;  $Q$  – мощность источника тепла, распределенного в слое электрического нагревателя;  $A(\omega)$  – функция, зависящая от скорости движения  $\omega$

поверхности внешнего цилиндра с радиусом  $R_5$ , индекса течения  $n$  исследуемой жидкости и радиусов  $R_4$  и  $R_5$  внутреннего и наружного цилиндров,

$$A(\omega) = \frac{m(2\omega)^{n+1}}{\left[ n \left( R_4^{-\frac{2}{n}} - R_5^{-\frac{2}{n}} \right) \right]^{n+1}}.$$

Из приведенной выше системы уравнений получена расчетная зависимость для искомого значения теплопроводности  $\lambda_{rr}$  исследуемой жидкости:

$$\lambda_{rr} = \frac{A_2 \frac{\lambda_3}{R_4} + A(\omega) f^2(n) \frac{R_5^{-1-\frac{2}{n}} - R_4^{-1-\frac{2}{n}}}{(\ln R_4 - \ln R_5) R_4} - A(\omega) f(n) R_4^{-2-\frac{2}{n}}}{A_2 \ln R_4 + A_1} \times (2.46a) \\ \times R_4 (\ln R_4 - \ln R_5),$$

где  $A_1(T^*)$ ,  $A_2(Q)$  – функции геометрических параметров измерительного устройства, среднеинтегральной температуры  $T^*$ , теплового потока  $Q$ , индекса течения и других параметров, определяемые с использованием зависимостей:

$$A_1 = A_3 \ln R_3 + A_4 - A_2 \ln R_3 - \frac{R_3^2}{4} \frac{Q}{l_2 V};$$

$$A_2 = \left( A_4 \frac{\lambda_2}{R_3} - R_3 \frac{Q}{2V} \right) \frac{R_3}{\lambda_3};$$

$$f(n) = \frac{1}{1 + \frac{2}{n}}.$$

Значения функций  $A_3(T^*)$ ,  $A_4(T^*, Q)$  и параметров  $Q_0$ ,  $Q_1$  и  $K$  вычисляются с использованием выражений:

$$A_3 = \frac{T^* + Q_1 - A_4}{k};$$

$$A_4(T^*, Q) = \frac{\left( Q_0 + \frac{T^* + Q_1}{K} \ln R_2 \right) \lambda_1}{\left( 1 - \frac{\ln R_2}{\ln R_1} \right) \ln R_1 R_2} + \frac{T^* + Q_1}{K} \frac{\lambda_2}{R_2} - \frac{QR_2}{2V_H}$$

$$\frac{\left( \frac{\ln R_2}{K} - 1 \right)}{\left( 1 - \frac{\ln R_2}{\ln R_1} \right)} \frac{\lambda_1}{\ln R_1 R_2} + \frac{\lambda_2}{KR_2}$$

где

$$Q_0 = -\frac{R_2^2}{4} \frac{Q}{V_H \lambda_2}; \quad Q_1 = \frac{Q(R_3^4 - R_2^4)}{8\lambda_2 V_H (R_3^2 - R_2^2)};$$

$$K = \frac{\left( \ln R_3 - \frac{1}{2} \right) R_3^2 - \left( \ln R_2 - \frac{1}{2} \right) R_2^2}{R_3}.$$

### 2.1.8.3. Постановка обратной задачи для определения теплофизических характеристик неньютоновских жидкостей со степенным законом течения для нестационарной стадии метода измерения № 2

При отключении нагревателя нестационарное температурное поле в слоях измерительного устройства описывается следующей математической моделью:

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{\partial \tilde{T}_1(r, \tau)}{\partial \tau} = \frac{\lambda_1}{c_1 \rho_1} \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial \tilde{T}_1(r, \tau)}{\partial r} \right), \quad R_1 < r < R_2, \quad \tau > \tau^*; \\ \frac{\partial \tilde{T}_2(r, \tau)}{\partial \tau} = \frac{\lambda_2}{c_2 \rho_2} \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial \tilde{T}_2(r, \tau)}{\partial r} \right), \quad R_2 < r < R_3, \quad \tau > \tau^*; \\ \frac{\partial \tilde{T}_3(r, \tau)}{\partial \tau} = \frac{\lambda_3}{c_3 \rho_3} \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial \tilde{T}_3(r, \tau)}{\partial r} \right), \quad R_3 < r < R_4, \quad \tau > \tau^*; \\ \frac{\partial \tilde{T}_4(r, \tau)}{\partial \tau} = \frac{\lambda_{rr}}{c_x \rho_x} \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial \tilde{T}_4(r, \tau)}{\partial r} \right) + \frac{\Phi(r)}{c_x \rho_x}, \quad R_4 < r < R_5, \quad \tau > \tau^*. \end{array} \right.$$

Начальные условия (условно принимаем  $\tau^* = 0$ ):

$$\tilde{T}_1(r, 0) = T_1^*(r), \quad \tilde{T}_2(r, 0) = T_2^*(r), \quad \tilde{T}_3(r, 0) = T_3^*(r), \quad \tilde{T}_4(r, 0) = T_4^*(r).$$

Граничные условия:

$$\tilde{T}_1(R_1, \tau) = T_0 = 0;$$

$$\tilde{T}_1(R_2, \tau) = \tilde{T}_2(R_2, \tau); \quad \lambda_1 \frac{d\tilde{T}_1(R_2, \tau)}{dr} = \lambda_2 \frac{d\tilde{T}_2(R_2, \tau)}{dr};$$

$$\tilde{T}_2(R_3, \tau) = \tilde{T}_3(R_3, \tau); \quad \lambda_2 \frac{d\tilde{T}_2(R_3, \tau)}{dr} = \lambda_3 \frac{d\tilde{T}_3(R_3, \tau)}{dr};$$

$$\tilde{T}_3(R_3, \tau) = \tilde{T}_4(R_3, \tau); \quad \lambda_3 \frac{d\tilde{T}_1(R_2, \tau)}{dr} = \lambda_{rr} \frac{d\tilde{T}_2(R_2, \tau)}{dr};$$

$$\tilde{T}_4(R_4, \tau) = T_0 = 0.$$

Применяя преобразование Лапласа [45]

$$\hat{T}(r, p) = \int_0^{\infty} \tilde{T}(r, \tau) \cdot e^{-p\tau} d\tau,$$

а также учитывая, что  $a_i = \frac{\lambda_i}{c_i \rho_i}$ ,  $a_{rr} = \frac{\lambda_{rr}}{c_x \rho_x}$  ( $i = 1, 2, 3$ ), перепишем

приведенную выше математическую модель следующим образом:

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{d^2 \hat{T}_1(r, p)}{dr^2} + \frac{1}{r} \frac{d\hat{T}_1(r, p)}{dr} - \frac{p}{a_1} T_1(r, p) = W_1(r), \quad R_1 < r < R_2; \\ \frac{d^2 \hat{T}_2(r, p)}{dr^2} + \frac{1}{r} \frac{d\hat{T}_2(r, p)}{dr} - \frac{p}{a_2} T_2(r, p) = W_2(r), \quad R_2 < r < R_3; \\ \frac{d^2 \hat{T}_3(r, p)}{dr^2} + \frac{1}{r} \frac{d\hat{T}_3(r, p)}{dr} - \frac{p}{a_3} T_3(r, p) = W_3(r), \quad R_3 < r < R_4; \\ \frac{d^2 \hat{T}_4(r, p)}{dr^2} + \frac{1}{r} \frac{d\hat{T}_4(r, p)}{dr} - \frac{p}{a_4} T_3(r, p) = W_4(r), \quad R_4 < r < R_5, \end{array} \right. \quad (2.47)$$

где  $p$  – действительное число,  $\frac{1}{c}$ ;  $W_1(r) = -\frac{T_1^*(r)}{a_1}$ ,  $W_2(r) = -\frac{T_2^*(r)}{a_2}$ ,

$$W_3(r) = -\frac{T_3^*(r)}{a_3}, \quad W_4(r) = -\frac{T_4^*(r)}{a_{rr}} + \frac{\Phi(r)}{p a_{rr}}.$$

Граничные условия будут иметь вид:

$$\hat{T}_1(R_1, p) = T_0 = 0;$$

$$\hat{T}_1(R_2, p) = \hat{T}_2(R_2, p); \quad \lambda_1 \frac{d\hat{T}_1(R_2, p)}{dr} = \lambda_2 \frac{d\hat{T}_2(R_2, p)}{dr};$$

$$\hat{T}_2(R_3, p) = \hat{T}_3(R_3, p); \quad \lambda_2 \frac{d\hat{T}_2(R_3, p)}{dr} = \lambda_3 \frac{d\hat{T}_3(R_3, p)}{dr};$$

$$\hat{T}_3(R_3, p) = \hat{T}_4(R_3, p); \quad \lambda_3 \frac{d\hat{T}_1(R_2, p)}{dr} = \lambda_{rr} \frac{d\hat{T}_2(R_2, p)}{dr};$$

$$\hat{T}_4(R_4, p) = T_0 = 0.$$

Неоднородные дифференциальные уравнения (2.47) можно записать в следующем обобщенном виде:

$$\frac{d^2}{dr^2} [\hat{T}(r, p)] + \frac{1}{r} \frac{d\hat{T}(r, p)}{dr} - \frac{p}{a} \hat{T}(r, p) = W(r). \quad (2.48)$$

Пусть  $r = i\sqrt{\frac{a}{p}}x$ , здесь  $i$  – мнимое число, тогда

$$x = i\sqrt{\frac{p}{a}}r;$$

$$\frac{d\hat{T}}{dr} = \frac{d\hat{T}}{dx} \left( -i\sqrt{\frac{p}{a}} \right) = -i\sqrt{\frac{p}{a}} \frac{d\hat{T}}{dx};$$

$$\frac{d^2\hat{T}}{dr^2} = \left( -i\sqrt{\frac{p}{a}} \right)^2 \frac{d^2\hat{T}}{dx^2} = -\frac{p}{a} \frac{d^2\hat{T}}{dx^2}.$$

Следовательно, уравнение (2.48) примет вид:

$$-\frac{p}{a} \frac{d^2\hat{T}}{dx^2} + \frac{1}{i\sqrt{\frac{a}{p}}x} \left( -i\sqrt{\frac{p}{a}} \right) \frac{d\hat{T}}{dx} - \frac{p}{a} \hat{T} = W(x)$$

или

$$-\frac{p}{a} \hat{T}'' - \frac{p}{a} \frac{1}{x} \hat{T}' - \frac{p}{a} \hat{T} = W \left( -i\sqrt{\frac{a}{p}}x \right).$$

Умножим обе части получившегося уравнения на  $\left(-\frac{a}{p}x^2\right)$ , получим

$$\left(-\frac{a}{p}x^2\right)\left(-\frac{p}{a}\right)\hat{T}'' - \frac{p}{a}\left(-\frac{a}{p}x^2\right)\frac{1}{x}\hat{T}' - \frac{p}{a}\left(-\frac{a}{p}x^2\right)\hat{T} = -\frac{a}{p}x^2\Phi\left(i\sqrt{\frac{a}{p}}x\right)$$

или

$$x^2\hat{T}'' + x\hat{T}' + x^2\hat{T} = -\frac{a}{p}x^2\hat{O}\left(i\sqrt{\frac{a}{p}}x\right).$$

Таким образом, уравнение (2.48) можно записать в виде

$$x^2u'' + xu' + x^2u = f(x), \quad (2.49)$$

где  $x = -i\sqrt{\frac{p}{a}}r$ ,  $r = i\sqrt{\frac{a}{p}}x$ ;  $u = u(p, x) = \hat{T}\left(p, i\sqrt{\frac{a}{p}}x\right) = \hat{T}(p, r)$ ;

$$f(x) = -\frac{a}{p}x^2\hat{O}\left(i\sqrt{\frac{a}{p}}x\right) = r^2W(r).$$

Общее решение неоднородного уравнения (2.49), полученное с использованием метода функции Грина [95], можно записать следующим образом:

$$u(p, x) = C_1J_0(x) + C_2Y_0(x) + \frac{\pi}{2}Y_0(x)\int x^{-1}J_0(x)f(x)dx - \frac{\pi}{2}J_0(x)\int x^{-1}Y_0(x)f(x)dx, \quad (2.50)$$

где  $C_1, C_2$  – постоянные коэффициенты;  $J_0, Y_0$  – цилиндрические функции соответственно первого и второго рода Бесселя и Неймана.

Так как  $x = -i\sqrt{\frac{p}{a}}r$ , то решение уравнения (2.48) можно записать:

$$\hat{T}(p, r) = C_1A_1(p, r) + C_2A_2(p, r) + B(p, r), \quad (2.51)$$

где  $C_1, C_2$  – постоянные;  $A_1(p, r), A_2(p, r), B(p, r)$  – функции, определяемые зависимостями:

$$A_1(p, r) = J_0\left(-i\sqrt{\frac{p}{a}}r\right); \quad A_2(p, r) = Y_0\left(-i\sqrt{\frac{p}{a}}r\right);$$

$$B(p, r) = \frac{\pi}{2} A_2(p, r) \int r W(r) A_1(p, r) dr - \frac{\pi}{2} A_1(p, r) \int r W(r) A_2(p, r) dr.$$

Из (2.50) находим:

$$\begin{aligned} \frac{d\hat{T}}{dr} &= \left[ C_1 - \frac{\pi}{2} \int r W(r) A_2(p, r) dr \right] \frac{dA_1(p, r)}{dr} + \\ &+ \left[ C_2 + \frac{\pi}{2} \int r W(r) A_1(p, r) dr \right] \frac{dA_2(p, r)}{dr} = \\ &= \left[ C_1 - \frac{\pi}{2} \int r W(r) A_2(p, r) dr \right] J_0' \left( -i\sqrt{\frac{p}{a}}r \right) \left( -i\sqrt{\frac{p}{a}} \right) + \\ &+ \left[ C_2 + \frac{\pi}{2} \int r W(r) A_1(p, r) dr \right] Y_0' \left( -i\sqrt{\frac{p}{a}}r \right) \left( -i\sqrt{\frac{p}{a}} \right). \end{aligned}$$

Запишем систему (2.47) в виде:

$$\frac{d^2 \hat{T}_k(r, p)}{dr^2} + \frac{1}{r} \frac{d\hat{T}_k(r, p)}{dr} - \frac{p}{a_k} \hat{T}_k(r, p) = W_k, \quad R_k < r < R_{k+1}, \quad (2.52)$$

$k = 1, 2, 3, 4$  ( $a_4 = a_{rr}$ ).

$$\begin{cases} \hat{T}_1(R_1) = \hat{T}_4(R_5) = 0; \\ \hat{T}_{k-1}(R_k) = T_k(R_k), \quad k = 2, 3, 4; \\ \lambda_{k-1} \frac{d\hat{T}_{k-1}}{dr} = \lambda_k \frac{d\hat{T}_k}{dr}, \quad k = 2, 3, 4, \end{cases} \quad (2.53)$$

Общее решение системы (2.52) примет вид:

$$\hat{T}_k = C_k^{(1)} A_k^{(1)}(r) + C_k^{(2)} A_k^{(2)}(r) + B_k(r), \quad k = 1, 2, 3, 4. \quad (2.54)$$

Тогда граничные условия (2.53) можно записать следующим образом:

$$\left\{ \begin{array}{l}
C_1^{(1)} A_1^{(1)}(R_1) + C_1^{(2)} A_1^{(2)}(R_1) + B_1(R_1) = 0; \\
C_4^{(1)} A_4^{(1)}(R_5) + C_4^{(2)} A_4^{(2)}(R_5) + B_4(R_5) = 0; \\
C_{k-1}^{(1)} A_{k-1}^{(1)}(R_k) + C_{k-1}^{(2)} A_{k-1}^{(2)}(R_k) + B_{k-1}(R_k) = \\
= C_k^{(1)} A_k^{(1)}(R_k) + C_k^{(2)} A_k^{(2)}(R_k) + B_k(R_k), \quad k = 2, 3, 4; \\
\lambda_{k-1} \left\{ \left[ C_{k-1}^{(1)} - \frac{\pi}{2} \int_{R_{k-1}}^{R_k} r W_{k-1}(r) A_{k-1}^{(2)}(p, r) dr \right] \frac{dA_{k-1}^{(1)}(R_k)}{dr} + \right. \\
\left. + \left[ C_{k-1}^{(2)} - \frac{\pi}{2} \int_{R_{k-1}}^{R_k} r W_{k-1}(r) A_{k-1}^{(1)}(p, r) dr \right] \frac{dA_{k-1}^{(2)}(R_k)}{dr} \right\} = \\
= \lambda_k \left\{ C_k^{(1)} \frac{dA_k^{(1)}(R_k)}{dr} + C_k^{(2)} \frac{dA_k^{(2)}(R_k)}{dr} \right\}, \quad k = 2, 3, 4,
\end{array} \right. \quad (2.55)$$

где

$$\begin{aligned}
B_k(p, r) &= \frac{\pi}{2} A_k^{(2)}(p, r) \int_{R_k}^r r W_k(r) A_k^{(1)}(p, r) dr - \\
&\quad - \frac{\pi}{2} A_k^{(1)}(p, r) \int_{R_k}^r r W_k(r) A_k^{(2)}(p, r) dr,
\end{aligned}$$

следовательно:

$$\left\{ \begin{array}{l}
B_k(p, R_k) = 0; \\
B_k(p, R_{k+1}) = \frac{\pi}{2} A_k^{(2)}(p, R_{k+1}) \int_{R_k}^{R_{k+1}} r W_k(r) A_k^{(1)}(p, r) dr - \\
\quad - \frac{\pi}{2} A_k^{(1)}(p, R_{k+1}) \int_{R_k}^{R_{k+1}} r W_k(r) A_k^{(2)}(p, r) dr.
\end{array} \right. \quad (2.56)$$

Пусть  $A_{jk}^{(s)} = A_j^{(s)}(p, R_k)$ ;  $B_{kk+1} = B_k(p, R_{k+1})$ ;  $\bar{A}_{jk}^{(s)} = \frac{d}{dr} A_j^{(s)}(p, R_k)$ ,

где  $j = 1, 2, 3$ ;  $k = 2, 3, 4$ ;  $s = 1, 2$ .

Тогда система уравнений (2.55) запишется следующим образом:

$$\begin{cases} C_1^{(1)} A_{11}^{(1)} + C_1^{(2)} A_{11}^{(2)} = 0; \\ C_4^{(1)} A_{45}^{(1)} + C_4^{(2)} A_{45}^{(2)} + B_{45} = 0; \\ C_{k-1}^{(1)} A_{k-1k}^{(1)} + C_{k-1}^{(2)} A_{k-1k}^{(2)} + B_{k-1k} = C_k^{(1)} A_{kk}^{(1)} + C_k^{(2)} A_{kk}^{(2)}; \\ \lambda_{k-1} \left\{ \left( C_{k-1}^{(1)} - B_{k-1}^{(2)} \right) \overline{A}_{k-1}^{(1)} + \left( C_{k-1}^{(2)} + B_{k-1}^{(1)} \right) \overline{A}_{k-1}^{(2)} \right\} = \\ = \lambda_k \left\{ C_k^{(1)} \overline{A}_{kk}^{(2)} + C_k^{(2)} \overline{A}_{kk}^{(1)} \right\} \quad k = 2, 3, 4. \end{cases} \quad (2.57)$$

Здесь

$$B_{k-1}^{(1)} = \frac{\pi}{2} \int_{R_{k-1}}^{R_k} r W_{k-1}(r) A_{k-1}^{(1)}(p, r) dr; \quad B_{k-1}^{(2)} = \frac{\pi}{2} \int_{R_{k-1}}^{R_k} r W_{k-1}(r) A_{k-1}^{(2)}(p, r) dr.$$

Так как

$$\hat{T}^*(p) = \frac{2}{R_3^2 - R_2^2} \int_{R_2}^{R_3} \hat{T}_2(p, r) r dr,$$

следовательно:

$$\begin{aligned} \hat{T}^* &= \frac{2}{R_3^2 - R_2^2} \int_{R_2}^{R_3} \left[ C_2^{(1)} A_2^{(1)}(p, r) + C_2^{(2)} A_2^{(2)}(p, r) + B_2(p, r) \right] r dr = \\ &= \int_0^{\infty} \tilde{T}^*(\tau) e^{-p\tau} d\tau; \end{aligned}$$

$$C_2^{(1)} k_1 + C_2^{(2)} k_1 = \hat{T}^* - \tilde{B} = D; \quad (2.58)$$

$$\begin{aligned} k_1 &= \frac{2}{R_3^2 - R_2^2} \int_{R_2}^{R_3} A_2^{(1)}(p, r) r dr; \\ k_2 &= \frac{2}{R_3^2 - R_2^2} \int_{R_2}^{R_3} A_2^{(2)}(p, r) r dr; \end{aligned} \quad (2.59)$$

$$\tilde{B} = \frac{2}{R_3^2 - R_2^2} \int_{R_2}^{R_3} B_2(p, r) r dr;$$

$$D = \hat{T}^* - \tilde{B}.$$

Из (2.58) и (2.59) следует:

$$\begin{cases} C_1^{(1)} A_{11}^{(1)} + C_1^{(2)} A_{11}^{(2)} = 0; \\ C_2^{(1)} k_1 + C_2^{(2)} k_2 = D; \\ C_1^{(1)} A_{12}^{(1)} + C_1^{(2)} A_{12}^{(2)} + B_{12} = C_2^{(1)} A_{22}^{(1)} + C_2^{(2)} A_{22}^{(2)}; \\ \lambda_1 \left\{ (C_1^{(1)} - B_1^{(2)}) \bar{A}_{12}^{\prime(1)} + (C_1^{(2)} + B_1^{(1)}) \bar{A}_{12}^{\prime(2)} \right\} = \\ = \lambda_2 \left\{ C_2^{(1)} \bar{A}_{22}^{\prime(2)} + C_2^{(2)} \bar{A}_{22}^{\prime(2)} \right\}. \end{cases} \quad (2.60)$$

Отсюда находим:

$$C_1^{(1)} = -\frac{A_{11}^{(2)}}{A_{11}^{(1)}} C_1^{(2)};$$

$$C_2^{(1)} = \frac{1}{k_1} (D - C_2^{(2)} k_2);$$

$$\begin{cases} C_1^{(2)} \left( A_{12}^{(2)} - A_{12}^{(1)} \frac{A_{11}^{(2)}}{A_{11}^{(1)}} \right) - \frac{A_{22}^{(1)}}{k_1} (D - C_2^{(2)} k_2) - C_2^{(2)} A_{22}^{(2)} + B_{12} = 0; \\ \lambda_1 \left[ \left( -\frac{A_{11}^{(2)}}{A_{11}^{(1)}} C_1^{(2)} - B_1^{(2)} \right) \bar{A}_{12}^{\prime(1)} + (C_1^{(2)} + B_1^{(1)}) \bar{A}_{12}^{\prime(2)} \right] = \\ = \lambda_2 \left[ \frac{1}{k_1} (D - C_2^{(2)} k_2) \bar{A}_{22}^{\prime(1)} + C_2^{(2)} \bar{A}_{22}^{\prime(2)} \right] \end{cases}$$

или

$$\begin{cases} C_1^{(2)} a_{11} + C_2^{(2)} a_{12} = d_1; \\ C_1^{(2)} a_{21} + C_2^{(2)} a_{22} = d_2, \end{cases}$$

где

$$a_{11} = A_{12}^{(2)} - \frac{A_{11}^{(2)} A_{12}^{(1)}}{A_{11}^{(1)}}; \quad a_{12} = \frac{k_2 A_{22}^{(1)}}{k_1} - A_{22}^{(2)};$$

$$d_1 = -B_{12} + \frac{D A_{22}^{(1)}}{k_1}; \quad a_{21} = \lambda_1 \left( -\frac{A_{11}^{(2)} \bar{A}_{12}^{\prime(1)}}{A_{11}^{(1)}} \right) + \bar{A}_{12}^{\prime(2)};$$

$$a_{22} = -\lambda_2 \left( -\frac{\bar{A}_{22}^{\prime(1)} k_2}{k_1} \right) + \bar{A}_{22}^{\prime(2)}; \quad d_2 = \lambda_1 (B_1^{(2)} \bar{A}_{12}^{\prime(1)} - B_1^{(1)} \bar{A}_{12}^{\prime(2)}) + \lambda_2 \left( \frac{D \bar{A}_{22}^{\prime(1)}}{k_1} \right).$$

Следовательно:

$$C_1^{(2)} = \frac{\begin{vmatrix} d_1 & a_{12} \\ d_2 & a_{22} \end{vmatrix}}{\begin{vmatrix} a_{11} & a_{12} \\ a_{21} & a_{22} \end{vmatrix}}; \quad C_2^{(2)} = \frac{\begin{vmatrix} a_{11} & d_1 \\ a_{21} & d_2 \end{vmatrix}}{\begin{vmatrix} a_{11} & a_{12} \\ a_{21} & a_{22} \end{vmatrix}}.$$

Таким образом, используя введенные выше обозначения, получаем:

$$\begin{cases} C_1^{(2)} = \frac{d_1 a_{22} - d_2 a_{12}}{a_{11} a_{22} - a_{12} a_{21}}; \\ C_1^{(1)} = \frac{A_{11}^{(2)}}{A_{11}^{(1)}} C_1^{(2)}; \\ C_2^{(2)} = \frac{a_{11} d_2 - a_{21} d_1}{a_{11} a_{22} - a_{12} a_{21}}; \\ C_2^{(1)} = \frac{1}{k_1} (D - C_2^{(2)} k_2). \end{cases} \quad (2.61)$$

Теперь, используя (2.61), можно найти  $C_3^{(1)}$  и  $C_3^{(2)}$ .

Из (2.60) следует:

$$\begin{cases} C_3^{(1)} A_{33}^{(1)} + C_3^{(2)} A_{33}^{(2)} = D_3; \\ C_3^{(1)} \bar{A}_{33}^{(1)} + C_3^{(2)} \bar{A}_{33}^{(2)} = \bar{D}_3, \end{cases}$$

где

$$\begin{aligned} D_3 &= C_2^{(1)} A_{23}^{(1)} + C_2^{(2)} A_{23}^{(2)} + B_{23}; \\ \bar{D}_3 &= \frac{\lambda_2}{\lambda_3} \left\{ (C_2^{(1)} - B_2^{(2)}) \bar{A}_{23}^{(1)} + (C_2^{(2)} - B_2^{(1)}) \bar{A}_{23}^{(2)} \right\}. \end{aligned}$$

Из последних соотношений следует:

$$\begin{cases} C_3^{(1)} = \frac{D_3 \bar{A}_{33}^{(2)} - \bar{D}_3 A_{33}^{(2)}}{A_{33}^{(1)} \bar{A}_{33}^{(2)} - A_{33}^{(2)} \bar{A}_{33}^{(1)}}; \\ C_3^{(2)} = \frac{A_{33}^{(1)} \bar{D}_3 - \bar{A}_{33}^{(1)} D_3}{A_{33}^{(1)} \bar{A}_{33}^{(2)} - A_{33}^{(2)} \bar{A}_{33}^{(1)}}. \end{cases} \quad (2.62)$$

Теперь, используя оставшиеся три уравнения из (2.60), можно найти

$$C_4^{(1)}, C_4^{(2)} \text{ и } a_{rr} = a_4. \left( a_{rr} = \frac{\lambda_{rr}}{c_x \rho_x}; \lambda_{rr} = \lambda_4 \right).$$

Эта система имеет вид:

$$\begin{cases} \lambda_3 \left\{ \left( C_3^{(1)} - B_3^{(2)} \right) \bar{A}_{34}^{(1)} + \left( C_3^{(2)} + B_3^{(1)} \right) \bar{A}_{34}^{(2)} \right\} = \\ = \lambda_4 \left\{ C_4^{(1)} \bar{A}_{44}^{(2)} + C_4^{(2)} \bar{A}_{44}^{(1)} \right\}; \\ C_3^{(1)} A_{34}^{(1)} + C_3^{(2)} A_{34}^{(2)} + B_{34} = C_4^{(1)} A_{44}^{(1)} + C_4^{(2)} A_{44}^{(2)}; \\ C_4^{(1)} A_{45}^{(1)} + C_4^{(2)} A_{45}^{(2)} + B_{45} = 0. \end{cases} \quad (2.63)$$

Так как неизвестная  $a_4$  входит в выражение для  $\Phi_4$  и для  $B_{45}$ , то система (2.63) является нелинейной. Для того, чтобы ее решить, надо знать, как  $W_4$  и  $B_{45}$  зависят от  $a_4$ :

$$W_4 = -\frac{1}{a_4} T_4^*(r);$$

$$\begin{aligned} B_{45} = B_4(p, R_5) &= \frac{\pi}{2} A_4^{(2)}(p, R_5) \int_{R_4}^{R_5} r W_4(r) A_4^{(1)}(p, r) dr - \\ &- \frac{\pi}{2} A_4^{(1)}(p, R_5) \int_{R_4}^{R_5} r W_4(r) A_4^{(2)}(p, r) dr; \end{aligned}$$

$$A_4^{(1)}(p, r) = J_0 \left( -i \sqrt{\frac{p}{a_4}} r \right);$$

$$A_4^{(2)}(p, r) = Y_0 \left( -i \sqrt{\frac{p}{a_4}} r \right);$$

$$A_{45}^{(1)}(p, r) = A_4^{(1)}(p, R_5) = J_0 \left( -i \sqrt{\frac{p}{a_4}} R_5 \right);$$

$$A_{45}^{(2)}(p, r) = A_4^{(2)}(p, R_5) = Y_0 \left( -i \sqrt{\frac{p}{a_4}} R_5 \right);$$

$$A_{44}^{(1)}(p, r) = A_4^{(1)}(p, R_4) = J_0 \left( -i \sqrt{\frac{p}{a_4}} R_4 \right);$$

$$A_{44}^{(2)}(p, r) = A_4^{(2)}(p, R_4) = Y_0 \left( -i \sqrt{\frac{p}{a_4}} R_4 \right);$$

$$\bar{A}_{44}^{(1)} = \frac{d}{dr} A_4^{(1)}(p, r) \Big|_{r=R_4};$$

$$\bar{A}_{44}^{(2)} = \frac{d}{dr} A_4^{(2)}(p, r) \Big|_{r=R_4}.$$

Систему (2.63) можно записать в виде:

$$\begin{cases} C_4^{(1)} A_{44}^{(1)}(a_4) + C_4^{(2)} A_{44}^{(2)}(a_4) = \Phi; \\ C_4^{(1)} A_{45}^{(1)}(a_4) + C_4^{(2)} A_{45}^{(2)}(a_4) = -B_{45}(a_4); \\ \lambda_4 \{ C_4^{(1)} \bar{A}_{44}^{(1)}(a_4) + C_4^{(2)} \bar{A}_{44}^{(2)}(a_4) \} = \Psi, \end{cases} \quad (2.64)$$

где  $\Psi = \lambda_3 \{ (C_3^{(1)} - B_3^{(2)}) \bar{A}_{34}^{(1)} + (C_3^{(2)} - B_3^{(1)}) \bar{A}_{34}^{(2)} \}$ ;

$\Phi = C_3^{(1)} A_{34}^{(1)} + C_3^{(2)} A_{34}^{(2)} + B_{34}$ .

Так как  $\lambda_4 = \lambda_{rr}$  определена по экспериментальным данным стационарной стадии рассматриваемого метода измерений, то система (2.64) имеет три неизвестных  $C_4^{(1)}$ ,  $C_4^{(2)}$  и  $a_4 = a_{rr}$ . Для определения этих неизвестных достаточно воспользоваться методом последовательных приближений или использовать возможности системы математических расчетов MathCard 14.0.

Задаваясь двумя значения  $p$ , можно определить также значение  $\lambda_{rr}$ , сравнить его со значением, полученным на первом этапе эксперимента и таким образом проверить корректность решения задачи, повысить надежность полученных результатов измерений.

## 2.2. МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ ЗАВИСИМОСТИ ТЕПЛОЕМКОСТИ МАТЕРИАЛОВ ОТ ТЕМПЕРАТУРЫ

Теплоемкостью системы называют физическую величину, определяемую через отношение поглощаемого системой элементарного количества теплоты к соответствующему приращению ее температуры. В каждом конкретном термодинамическом процессе теплоемкость оказывается теплофизической характеристикой вещества, однозначно зависящей от температуры и давления. Чаще всего представляют интерес изохорная  $c_v$  и изобарная  $c_p$  удельные теплоемкости, которые совпадают соответственно с частными производными от удельной внутренней энергии  $u(p, T)$  и удельной энтальпии  $i(p, T)$  по температуре, т.е.

$$c_v = (\partial u / \partial t)_v; \quad c_p = (\partial i / \partial t)_p. \quad (2.65)$$

Теоретической основой подавляющего большинства современных методов определения теплофизических свойств является феноменологическая теория теплопроводности. Все нестационарные и стационарные тепловые процессы в твердых телах подчиняются дифференциальному уравнению теплопроводности (уравнению Фурье):

$$c\rho(\partial t / \partial \tau) = \operatorname{div}(\lambda \operatorname{grad} t) + W, \quad (2.66)$$

где  $\operatorname{div}(\lambda \operatorname{grad} t) = \operatorname{div}(-\vec{q})$  – дивергенция  $\vec{q}$ ;  $W$  – объемная плотность внутренних источников тепла.

При  $\lambda = \text{const}$  уравнение линеаризуется:

$$\partial t / \partial \tau = a \nabla^2 t + \omega / (c\rho). \quad (2.67)$$

В теплофизических измерениях с точки зрения простоты расчетных соотношений, эксплуатационных возможностей и общей информативности наибольший интерес представляет квазистационарная стадия теплового процесса. На этой стадии температурное поле образца перестает зависеть от начальных условий, а в большинстве задач и от времени. Изменяется лишь общий уровень температуры образца, причем в первом приближении по линейному закону, что при определенных ограничениях позволяет за один опыт исследовать теплофизические свойства как функции температуры.

Если в опыте будет непосредственно определяться скорость разогрева образца  $b = dT/dt$ , то появляется возможность рассчитать теплоемкость материала образца как функцию температуры.

Для определения зависимости теплоемкости и других теплофизических характеристик от температуры наиболее привлекательными

являются методы регулярного режима 2-го рода, аналитически обоснованные А.В. Лыковым, Н.Ю. Тайцем, Г.П. Иванцовым и Г.М. Кондратьевым. Широкое практическое внедрение методы этой группы получили в работах Е.С. Платунова, В.В. Курепина и С.Е. Буравого. Разработки этих ученых получили воплощение в приборах, серийно выпускаемых на заводе «Эталон» в г. Актюбинск в течение 15 лет до 1991 г. В основу принципа действия этих приборов заложен метод монотонного разогрева. Температурный режим исследуемого образца в ходе измерений с использованием данного метода является обобщением квазистационарного и регулярного режимов. В настоящее время монотонным режимом принято называть такой режим разогрева-охлаждения образцов, при котором внутри образца одновременно сохраняются малыми температурные перепады и почти равномерное поле скоростей изменения температуры [91].

Наиболее известными приборами, выпускавшимися серийно на заводе «Эталон» и реализующими метод монотонного разогрева, являлись приборы серии ИТ-с-400 и ИТ-λ-400. Большое количество этих приборов до сих пор используются в теплофизических измерениях на предприятиях и в научных лабораториях. Однако несовершенные системы автоматического регулирования темпа нагрева и системы поддержания адиабатического режима в процессе нагрева образца, а также отсутствие автоматизированной системы сбора экспериментальных данных не позволят в полной мере реализовать возможности метода монотонного разогрева.

При определении зависимости теплопроводности и теплоемкости от температуры твердых тел широко распространен метод измерения, при котором однородный цилиндр радиусом  $R$ , имеющий равномерное начальное температурное поле с  $t(r, 0) = 0$ , разогревается с боковой поверхности постоянным тепловым потоком плотностью  $q_n$ .

В опыте измеряется перепад температуры  $T_{R0}(\tau) = t(R, \tau) - t(0, \tau)$ .

Непосредственно регистрируются  $t(0, \tau)$  и  $T_{R0}(\tau) = t(R, \tau) - t(0, \tau)$ . Рабочей является квазистационарная стадия. Расчетные формулы:

$$\lambda = q_n R / (2T_{R0}); c = 2q_n / (\rho R b), \quad (2.68)$$

где  $b = dt/d\tau$ .

Для оценки нелинейных факторов в таких методах используются различные приближенные приемы решения нелинейного уравнения теплопроводности, учитывающие специфику теплофизических измерений и, в частности, совокупность ограничений на форму образца, граничные условия, режим опыта и, главное, допустимый перепад температуры в образце.

Важную группу составляют методы, в которых в общем случае используются закономерности симметричного разогрева коротких металлических стержней внутренним тепловым источником  $W(t)$  при монотонно изменяющейся температуре их торцевых граней.

Для определения зависимости теплоемкости и теплопроводности жидких полимерных материалов наиболее подходят методы монотонного разогрева, реализованные в приборах ИТ-с-400 и ИТ-λ-400, при условии автоматизации измерительных операций.

Так как полимеры в жидкой фазе обладают значительной эффективной вязкостью, то при измерении теплопроводности можно пренебречь опасностью возникновения конвекции. При этом легко обеспечить выполнение известного в теории конвективного теплообмена условия [91]:  $Gr \cdot Pr < 800$ , где  $Gr$  и  $Pr$  – соответственно критерии Грасгофа и Прандтля.

В методах монотонного режима (в отличие от квазистационарных) снимается требование о постоянстве скорости разогрева образца. Тем не менее, устройства задания граничных условий в теплоизмерительной ячейке должны обеспечивать воспроизводимость режима, т.е. зависимости  $b(t)$  от опыта к опыту.

### 2.2.1. Метод и измерительная ячейка для широкотемпературных измерений

Тепловая схема метода динамического  $C$ -калориметра представлена на рис. 2.7. Образец 1, помещенный в металлическую ампулу 2, разогревается потоком  $Q(\tau)$  через тепломер 4. Боковая поверхность ампулы и тепломера окружена идеальной тепловой изоляцией 3. Внутри ампулы в общем случае может действовать источник мощностью  $W_a$ .

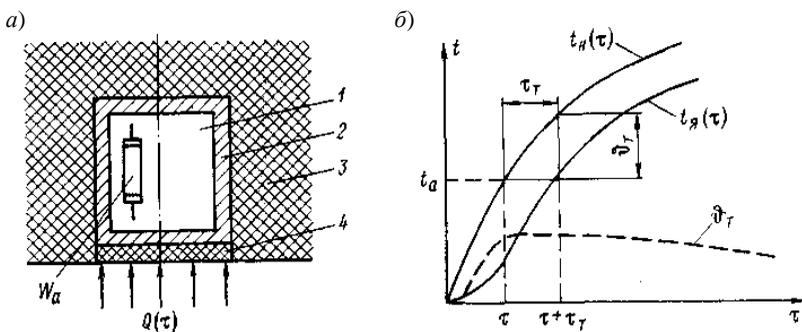


Рис. 2.7. Тепловая схема метода динамического  $C$ -калориметра (а) и особенности изменения сигналов термометра и тепломера (б)

Для упрощения дальнейших выводов будем считать, что в ячейке используется металлический тепломер, контактная пластина которого совмещена с ампулой, а рабочий слой имеет пренебрежимо малую теплоемкость по сравнению с теплоемкостью ампулы и образца. В связи с этим, как и ранее в схеме динамического  $C$ -калориметра, можно видеть, что температурное поле в тепломере остается практически стационарным и о величине теплового потока  $Q_T(\tau)$ , проходящего через тепломер, можно судить по его проводимости  $K_T(t)$  и перепаду  $\Delta T_T(t)$  на рабочем слое, т.е.  $Q_T(\tau) = K_T(t)\Delta T_T(t)$ .

Точность рабочих и образцовых теплофизических приборов определяется пределом допускаемой погрешности измерения. В общей схеме проектирования прибора ей отводится ведущее место: выбор основных параметров образца, теплоизмерительной ячейки и режима опыта проводится исходя из заданного предела допускаемой погрешности. Значение ее контролируется в процессе эксплуатации прибора проведением периодических проверок.

По теплопроводности и удельной теплоемкости аттестованы и включены в Государственный реестр на стандартные образцы оптический кварц КВ, стекла ТФ1 и ЛК5, сталь 12Х18Н10Т. К этим материалам можно добавить органическое стекло и низколегированную сталь, которые являются мерами теплопроводности и имеют достаточно хорошо изученную теплоемкость.

*Схема измерительного устройства и расчетные зависимости для теплоемкости полимерных материалов от температуры.* Образец испытуемый 1 размещается внутри металлической ампулы 2 и монотонно разогревается вместе с ней за счет непрерывно поступающего к ампуле через тепломер 3 теплового потока  $Q$  (рис. 2.8).

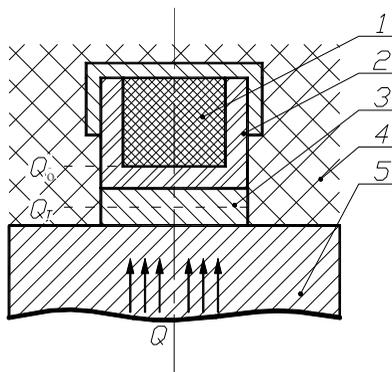


Рис. 2.8. Тепловая схема метода

Тепловая связь ампулы 2 и образца 1 с внешней средой допускается только через тепломер 3, поэтому открытые участки поверхности ампулы отделены от среды оболочкой адиабатической 4.

Тепловой поток  $Q_T$ , проходящий через сечение тепломера, идет на разогрев образца испытуемого и ампулы и определяется по формуле

$$Q_T = Q_o + Q_a, \quad (2.69)$$

где  $Q_o$  – тепловой поток, идущий на разогрев образца испытуемого, Вт;  $Q_a$  – тепловой поток, идущий на разогрев ампулы, Вт.

Тепловой поток, идущий на разогрев образца испытуемого, определяется по формуле:

$$Q_o = cm_o b, \quad (2.70)$$

где  $c$  – удельная теплоемкость образца, Дж/(кг·К);  $m_o$  – масса образца, кг;  $b$  – скорость разогрева, К/с.

Тепловой поток, идущий на разогрев ампулы, определяется по формуле

$$Q_a = C_a b, \quad (2.71)$$

где  $C_a$  – полная теплоемкость ампулы, Дж/К.

О величине теплового потока, проходящего через тепломер  $Q_T$ , удастся судить по величине перепада температуры на тепломере  $\Delta T_T$  и тепловой проводимости тепломера  $K_T$ , определенной из независимых градуировочных экспериментов:

$$Q_T = K_T \Delta T_T. \quad (2.72)$$

Параметр  $K_T = K_T(t)$  является постоянной прибора и зависит только от температурного уровня. Расчетная формула теплоемкости имеет вид

$$c = \frac{1}{m_o} \left( \frac{K_T \Delta T_T}{b} - C_a \right), \quad (2.73)$$

где  $c$  – удельная теплоемкость образца, Дж/(кг·К).

При малых перепадах температуры на тепломере можно перейти к измерению времени запаздывания температуры на тепломере, учитывая что

$$\tau_T = \frac{\Delta T_T}{b}, \quad (2.74)$$

где  $\tau_T$  – время запаздывания температуры на тепломере, с.

Тогда рабочая расчетная формула примет вид

$$c = \frac{K_T}{m_0} (\tau_T - \tau_T^0), \quad (2.75)$$

где  $\tau_T^0$  – время запаздывания температуры на тепломере в экспериментах с пустой ампулой, с.

Параметр  $\tau_T^0$  является «постоянной» измерителя, зависящая от температуры и определяемая в градуировочном эксперименте с постоянной скоростью нагрева. Автоматизация управления ходом эксперимента и обработки данных позволит применить расчетную формулу, позволяющую определять теплоемкость в широком интервале скоростей нагрева:

$$c = \frac{1}{m_0} (K_T \Delta T_T / b - C_a),$$

где скорость нагрева определяется как производная температуры по времени:

$$b = dT/d\tau.$$

### 2.3. ОСНОВНЫЕ РАСЧЕТНЫЕ СООТНОШЕНИЯ МЕТОДА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАВИСИМОСТИ ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ МАТЕРИАЛОВ ОТ ТЕМПЕРАТУРЫ

Для определения зависимости теплопроводности полимерных материалов от температуры целесообразно использовать метод динамического  $\lambda$ -калориметра, теоретическое обоснование которого изложено в [19].

Тепловая схема системы включает в себя основание 1 (рис. 2.9), в котором установлены электронагреватель 8, обеспечивающий подвод интегрального теплового потока  $Q(\tau)$  к пластине-тепломеру 2, пластине контактной 3, испытуемому образцу 4 и стержню 5. Стержень 5 и пластина контактная 3 изготовлены из меди, обладающей высокой теплопроводностью, поэтому перепады температур на них незначительны. Охранный колпак 6 с встроенным в него электронагревателем 9 входит в состав адиабатической системы. Эта система обеспечивает автоматическое поддержание нулевой разности температур (измеряемой термопарами 12, 15) между медным стержнем 5 и охранным колпаком 6.

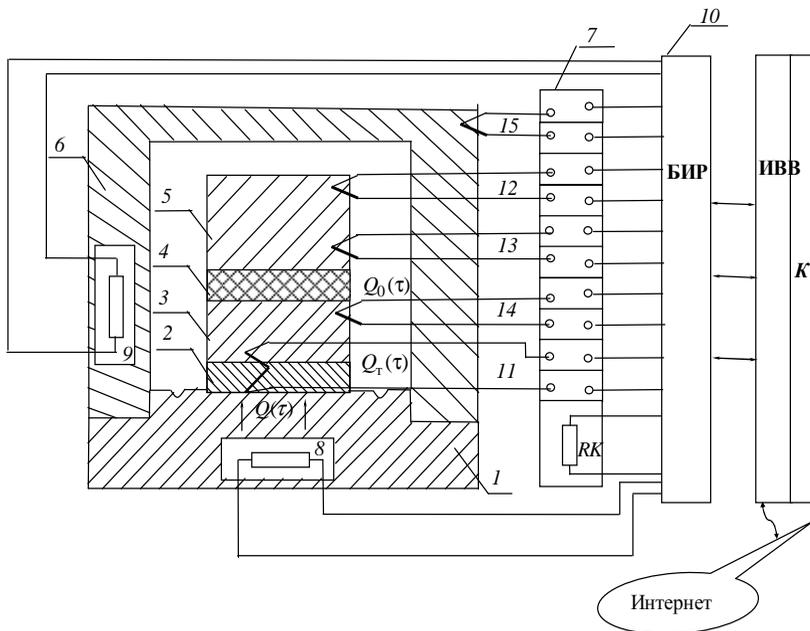


Рис. 2.9. Упрощенная схема компьютеризированной системы ИТ-λ-400А

За счет высокой теплопроводности меди, из которой изготовлены пластина контактная 3 и стержень 5, установленные в них термопары 14 и 13 обеспечивают измерение (с достаточной для практических потребностей точностью) температур соответственно на нижней и на верхней поверхностях образца 4, а при дифференциальном включении этих термопар 13 и 14 их суммарный сигнал пропорционален перепаду температур на образце:

$$E_{13-14} = A(T) \Delta T_0,$$

где  $\Delta T_0$  – перепад температур на образце 4;  $A(T)$  – чувствительность используемой термопары, зависящая от температуры  $T$ .

Один спай дифференциальной термопары 11 установлен в нижней части пластины 2, а второй спай – в нижней части медной пластины 3. Суммарный сигнал дифференциальной термопары 11 пропорционален

$$E_{11} = A(T) \Delta T_T$$

перепаду  $\Delta T_T$  температур на пластине-тепломере 2.

Свободные концы всех термопар 11 – 15 выведены на специальную колодку 7. Для автоматического введения поправок на изменение температуры свободных концов термопар 11 – 15 на колодке 7 установлен термометр сопротивления  $RK$ , измеряющий температуру этой колодки. Терморезистор  $RK$  в приборе ИТ-λ-400 является элементом мостовой схемы потенциометра (используемого для измерения сигналов термопар 11 – 15), за счет чего обеспечивается автоматическое введение поправки на температуру свободных концов термопар.

Блок измерения и регулирования 10 (БИР), предназначенный для измерения сигналов термопар 11 – 15 и для управления напряжениями питания электронагревателей 8, 9, обеспечивает как ввод измерительной информации в компьютер  $K$  через интерфейс ввода-вывода (ИВВ), так и управление ходом эксперимента. При необходимости управление процессом эксперимента может осуществляться в режиме удаленного доступа через Интернет.

Интегральный (суммарный) тепловой поток  $Q_i(\tau)$ , проходящий через среднее сечение пластины-тепломера 2, частично поглощается ею и далее идет на разогрев пластины контактной 3, образца 4 и стержня 5. Размеры системы выбраны таким образом, чтобы количества тепла, аккумулируемые образцом 4 и пластиной 2, были в 5 – 10 раз меньше количества тепла, поглощаемого медным стержнем 5. В этом случае распределения температуры в образце 4 и в пластине 2 оказываются близкими к линейным (стационарным), все детали (элементы) системы разогреваются с близкими скоростями, а для интегральных тепловых потоков  $Q_o(\tau)$  и  $Q_i(\tau)$  для любого уровня температуры справедливы формулы:

$$Q_o(\tau) = \frac{\Delta T_o S}{p} = \left( \frac{1}{2} C_o + C_c \right) b; \quad (2.76)$$

$$Q_i(\tau) = K_T^* \Delta T_T = \left( \frac{1}{2} C_T + C_{\Pi} + C_o + C_c \right) b, \quad (2.77)$$

где  $Q_o(\tau)$  – интегральный тепловой поток, проходящий через образец 4 и поглощаемый стержнем 5, Вт;  $\Delta T_o$  – перепад температуры на образце 4, К, измеряемый термопарами 13 и 14;  $p$  – тепловое сопротивление,  $\text{м}^2\text{К/Вт}$ , между пластиной контактной 3 и стержнем 5;  $C_T$ ,  $C_{\Pi}$ ,  $C_o$ ,  $C_c$  – полные теплоемкости, Дж/К, пластины-тепломера 2, пластины контактной 3, образца 4 и стержня 5;  $S$  – площадь поперечного сечения образца 4,  $\text{м}^2$ ;  $\Delta T_T$  – перепад температуры, К, на пластине-тепломере 2,

измеряемый дифференциальной термопарой 11;  $K_T^*$  – коэффициент пропорциональности, характеризующий эффективную проводимость пластины-тепломера 2, Вт/К;  $b$  – скорость разогрева измерительной ячейки, К/с.

Тепловое сопротивление  $p$  между контактной пластиной 3 и стержнем 5 определяется по формуле

$$p = p_0 + p_k, \quad (2.78)$$

где  $p_0$  – тепловое сопротивление образца 4,  $\text{м}^2 \cdot \text{К} / \text{Вт}$ ;  $p_k$  – поправка, учитывающая тепловые сопротивления контактов образца 4 с пластиной 3 и стержнем 5, а также неидентичность и тепловые сопротивления заделки термопар 13 и 14,  $\text{м}^2 \cdot \text{К} / \text{Вт}$ .

Тепловое сопротивление  $p_0$  образца определяется соотношением

$$p_0 = \frac{h}{\lambda}, \quad (2.79)$$

где  $h$  – толщина образца, м;  $\lambda$  – теплопроводность образца,  $\text{Вт} / (\text{м} \cdot \text{К})$ .

На основании формул (2.76) – (2.79) были получены [19] рабочие расчетные формулы для вычисления теплового сопротивления образца и его теплопроводности:

$$p_0 = \frac{\Delta T_0 S (1 + \sigma_c)}{\Delta T_T K_T} - p_k; \quad (2.80)$$

$$\lambda = \frac{h}{p_0}, \quad (2.81)$$

где  $\Delta T_0$  – перепад температуры (на образце 4), измеряемый термопарами 13 и 14;  $\Delta T_T$  – перепад температуры (на пластине-тепломере 2), измеряемый дифференциальной термопарой 11;  $S$  – площадь поперечного сечения образца 4;  $K_T = K_T^* \frac{C_c}{\left( \frac{1}{2} C_T + C_n + C_c \right)}$  – скорректированное значение

тепловой проводимости пластины-тепломера 2;  $\sigma_c = \frac{C_0}{2(C_0 + C_c)}$  – поправка, учитывающая ориентировочное значение полной теплоемкости  $C_0$  образца;  $C_T, C_n, C_0, C_c$  – полные теплоемкости, Дж/К, пластины-тепломера 2, пластины контактной 3, образца 4 и стержня 5, причем

$$C_o = c_o(T)m_o;$$

$$C_c = c_m(T)m_c,$$

где  $c_m(T)$ ,  $c_o(T)$  – удельная теплоемкость меди и ориентировочное значение удельной теплоемкости образца, Дж/(кг·К), зависящие от температуры  $T$ , К;  $m_o$ ,  $m_c$  – массы образца 4 и стержня 5, кг.

Параметры  $K_T = K_T(T)$  и  $p_k = p_k(T)$ , входящие в (2.80), (2.81), не зависят от свойств образца и являются «постоянными» характеристиками измерителя теплопроводности ИТ-λ-400.

Определение  $K_T = K_T(T)$  и  $p_k = p_k(T)$  проводят в специально организованных градуировочных экспериментах с образцовыми мерами из кварцевого стекла и меди, входящими в комплект поставки серийного прибора ИТ-λ-400.

Если в ходе предварительных градуировочных экспериментов определены зависимости  $K_T = K_T(T)$  и  $p_k = p_k(T)$ , то для вычисления искомой теплопроводности по формулам (2.80), (2.81) необходимо на различных уровнях температуры  $T_i$  ( $i = 1, 2, \dots, n$ ) измерить значения перепадов температуры:

- на тепломере

$$\Delta T_{Ti} = \Delta T_T(T_i);$$

- на образце

$$\Delta T_{oi} = \Delta T_o(T_i).$$

Подставив соответствующие каждому уровню температуры  $T_i$  значения величины  $K_{Ti} = K_T(T_i)$ ,  $p_{ki} = p_k(T_i)$ ,  $\Delta T_{Ti} = \Delta T_T(T_i)$ ,  $\Delta T_{oi} = \Delta T_o(T_i)$  в формулы (2.80) и (2.81), получают множество значений  $\lambda_i$ , соответствующих температурам  $T_i$  ( $i = 1, 2, \dots, n$ ). Искомую зависимость  $\lambda = \lambda(T)$  теплопроводности от температуры представляют в виде таблицы пар значений

$$(\lambda_i, T_i), i = 1, 2, 3, \dots, n,$$

по которым легко может быть построен график или получена аналитическая зависимость, например в виде полинома первого или второго порядка:

$$\lambda = \beta_0 + \beta_1 T;$$

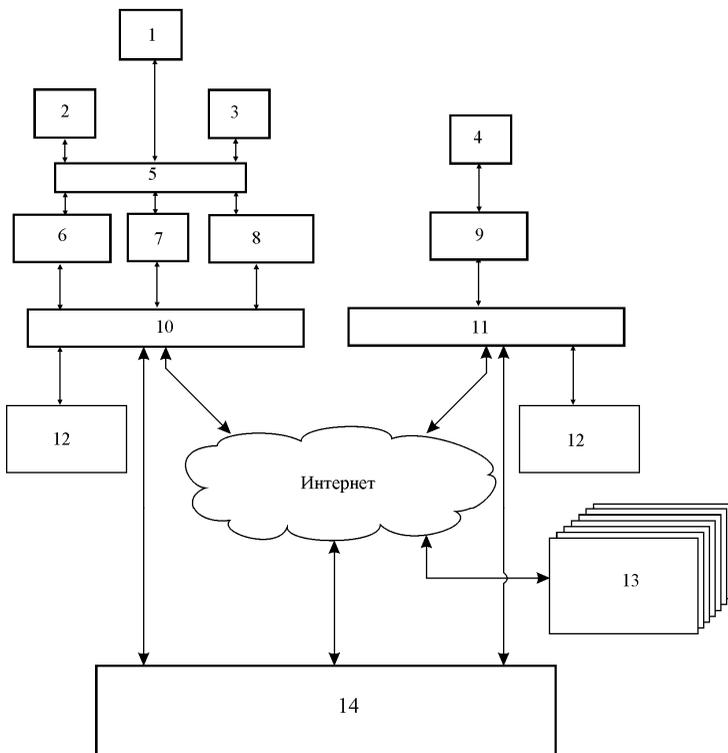
$$\lambda = \beta_0 + \beta_1 T + \beta_2 T^2.$$

### 3. АППАРАТНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ИНФОРМАЦИОННО-ИЗМЕРИТЕЛЬНОЙ СИСТЕМЫ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАВИСИМОСТИ ТФХ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ ОТ СКОРОСТИ СДВИГА И ТЕМПЕРАТУРЫ

---

В состав информационно-измерительной системы входят следующие измерительные приборы и установки (рис. 3.1): 1 – автоматизированная измерительная установка, позволяющая определять зависимость теплофизических и реологических характеристик растворов и расплавов полимерных материалов от скорости сдвига; 2 – модернизированный измерительный прибор, предназначенный для автоматизированного определения зависимости удельной теплоемкости полимерных материалов в твердой и жидкой фазах в диапазоне температур от  $-100$  до  $+400$  °С; 3 – модернизированный измерительный прибор, предназначенный для автоматизированного определения зависимости теплопроводности полимерных материалов в твердой и жидкой фазах в диапазоне температур от  $-100$  до  $+400$  °С; 4 – модернизированный дифференциальный сканирующий калориметр фирмы Perkin-Elmer, предназначенный для определения мощности поглощения и выделения тепловой энергии материалами при их нагреве или охлаждении с постоянной скоростью, а также энтальпии плавления, степени кристалличности и других характеристик полимерных материалов; 5 – измерительно-управляющая подсистема; 6, 7, 8, 9 – многофункциональные платы сбора данных; 10 – персональный компьютер, выполняющий функции сервера, расположенный на кафедре «Управление качеством и сертификация» ФГБОУ ВПО «ТГТУ»; 11 – персональный компьютер, выполняющий функции сервера, территориально расположенный в НОЦ «Твердофазные технологии» ТГТУ – ИСМАН РАН; 12 – операторы измерительных установок и приборов; 13 – пользователи информационно-измерительной системы; 14 – подсистема расчета оптимальных режимов процессов переработки полимерных материалов.

Управление ходом эксперимента и обработки экспериментальных данных осуществляется при помощи программ, созданных в графической среде LabVIEW 9.0 фирмы National Instruments. Использование технологий National Instruments (технологии виртуальных приборов) позволяет не только модернизировать приборы, но и улучшить их эксплуатационные и метрологические характеристики. Кроме этого, современные информационные технологии позволяют использовать измерительное и управляющее оборудование измерительной системы в режиме удаленного доступа по каналам сети Интернет.



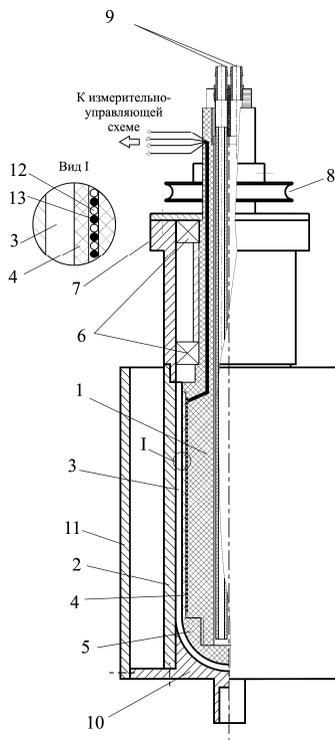
**Рис. 3.1. Структурная схема информационно-измерительной системы**

### 3.1. АППАРАТНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ АВТОМАТИЗИРОВАННОЙ ИЗМЕРИТЕЛЬНОЙ УСТАНОВКИ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАВИСИМОСТИ ТФХ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ ОТ СКОРОСТИ СДВИГА

#### 3.1.1. Конструкция измерительного устройства для определения зависимости ТФХ жидких полимерных материалов от скорости сдвига

Конструкция измерительного устройства для определения ТФХ неньютоновских жидкостей при сдвиговом течении показана схематически на рис. 3.2. Данное устройство изготовлено по схеме ротационного вискозиметра Куэтта с коаксиальными цилиндрами и кроме измерения реологических характеристик жидких материалов позволяет определять зависимость теплопроводности и температуропроводности от скорости сдвига [99, 100].

Внутренний цилиндр измерительного устройства (рис. 3.2) состоит из корпуса *1*, полусферического наконечника *5* и защитной гильзы *4*. Корпус изготовлен из капролона и установлен при помощи подшипников *6* в стальной трубке *7*, которая, в свою очередь, крепится к наружному цилиндру *2*. Такая конструкция позволяет внешнему и внутреннему цилиндрам свободно вращаться относительно друг друга. Рабочая часть внешней поверхности внутреннего цилиндра имеет проточку глубиной 0,2 мм и длиной  $l = 120$  мм, в которой виток к витку бифилярно уложены обмотки нагревателя *12* и термопреобразователя сопротивления *13* соответственно из константановой и медной проволочек диаметром 0,12 мм. Сопrotивление нагревателя при 20 °С равно 505 Ом, а термопреобразователя 18,8 Ом. В зазоре между цилиндрами находится исследуемая жидкость *3*. Высота внутреннего цилиндра составляет 260 мм. Зазор между обмотками *12*, *13* и гильзой *4* заполнен высокотеплопроводной пастой КПП-8. Выводы от термопреобразователя и нагревателя проложены в специальном канале на внешней поверхности цилиндра, герметизированы эпоксидной смолой и подключены к разъему.



**Рис. 3.2. Конструкция измерительного устройства:**

- 1* – корпус внутреннего цилиндра;
- 2* – наружный цилиндр; *3* – исследуемая жидкость; *4* – защитная гильза;
- 5* – наконечник; *6* – подшипники;
- 7* – трубка; *8* – шкив; *9* – штуцеры;
- 10* – основание; *11* – оболочка водяной рубашки; *12* – обмотки нагревателя и термопреобразователя сопротивления

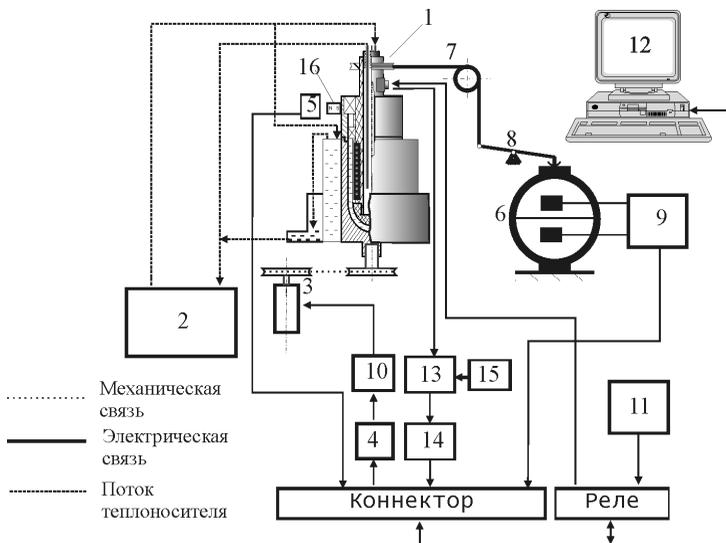
Наружный цилиндр 2 внутренним диаметром 53 мм и толщиной 4 мм изготовлен из бронзы и имеет основание 10, предназначенное для крепления измерительного устройства на валу электропривода. Основание 10 имеет полусферическое углубление, которое необходимо для плавного перехода от цилиндрической формы зазора между цилиндрами к полусферической. К боковой поверхности основания 10 прикреплена цилиндрическая оболочка 11 из нержавеющей стали, образующая водяную рубашку. Через штуцеры 9 (рис. 3.2) в полость корпуса внутреннего цилиндра подводится теплоноситель из термостата, что обеспечивает задание на стенках полости граничных условий первого рода. Диаметр рабочей части полностью собранного внутреннего цилиндра составляет 51 мм, а внутренний диаметр наружного цилиндра равен 54 мм. Таким образом, зазор между цилиндрами составляет 1,5 мм. В процессе эксперимента происходит вращение наружного цилиндра при неподвижном внутреннем цилиндре. Это приводит к сдвиговому течению исследуемой жидкости в зазоре 3.

Полусферическая форма наконечника 5 внутреннего цилиндра позволяет уменьшить влияние нормальных напряжений, возникающих в сдвиговом потоке неньютоновской исследуемой жидкости, что предотвращает ее «наползание» на внутренний цилиндр и попадание в подшипники 6.

Шкив 8 предназначен для крепления троса, который удерживает внутренний цилиндр от вращения. Измерение силы натяжения этого троса позволяет определить вращающий момент, действующий на внутренний цилиндр, и рассчитать механическое касательное напряжение, возникающее в слое исследуемой жидкости за счет сдвигового течения.

Измерительное устройство 1 (рис. 3.3) работает под управлением персонального компьютера 12, оснащенного платой сбора данных (ПСД). Привод внешнего цилиндра – это электродвигатель постоянного тока 3 с редуктором. Изменение угловой скорости вращения цилиндра осуществляется за счет изменения напряжения на якорной обмотке электродвигателя, подводимого через выпрямитель 10, усилитель мощности 4 и коннектор с аналогового выхода цифроаналогового преобразователя ПСД.

На внешнем цилиндре измерительного устройства укреплен постоянный магнит 16, что позволяет контролировать частоту вращения цилиндра с помощью датчика Холла 5, выходной сигнал которого поступает на дискретный вход ПСД.



**Рис. 3.3. Функциональная схема измерительной установки:**

- 1 – измерительное устройство; 2 – жидкостный термостат;  
 3 – электродвигатель постоянного тока; 4 – усилитель мощности У-13Н;  
 5 – магнитоуправляемый интегральный датчик скорости  
 (датчик Холла К1116КП2); 6 – виброчастотный преобразователь силы;  
 7 – трос; 8 – рычажная система; 9 – усилитель; 10 – выпрямитель;  
 11 – блок питания Б5-48; 12 – персональный компьютер;  
 13 – мостовая измерительная схема; 14 – усилитель;  
 15 – магазин сопротивлений; 16 – постоянный магнит

Теплофизические характеристики исследуемой жидкости определяются по температурному отклику на тепло, выделяемое в нагревателе внутреннего цилиндра и/или слое исследуемой жидкости за счет диссипации механической энергии сил «вязкого трения». Напряжение на электрический нагреватель поступает от блока питания 11 (через контакты реле), программно управляемого при помощи персонального компьютера и платы сбора данных. Среднеинтегральная температура  $T^*$  в слое нагревателя измерительного устройства регистрируется с помощью медного термометра сопротивления, включенного в измерительный мост 13. Сигнал разбаланса мостовой схемы поступает через усилитель 14 SCM7B30 (коэффициент передачи 1000, производство фирмы DATAFORTH) на аналоговый вход платы сбора данных. Для уравнивания мостовой схемы при различных температурах внутреннего цилиндра служит магазин сопротивлений 15 (MCP-60M), включенный в одно из плеч моста.

Жидкостный термостат 2 типа VT-14-02 используется для задания температурного режима. Для этого теплоноситель из ванны термостата прокачивается через полость во внутреннем цилиндре и водяную рубашку наружного цилиндра. Если необходим нагрев исследуемой жидкости до температур более 80 °С, то в качестве теплоносителя можно использовать охлаждающую жидкость ОЖ 40 (ТОСОЛ А-40), ГОСТ 28084–89 (до 100 °С) или синтетическое масло ПМС 20, ГОСТ 13032–77 (до 150 °С).

Используемая в установке ПСД типа PCI-6221 (производство National Instruments) имеет частоту дискретизации 250 кГц, 8 дифференциальных каналов 16-разрядного АЦП, 16 каналов дискретного входа-выхода, 2 канала ЦАП. Относительная погрешность измерения напряжения с помощью такой платы составляет не более 0,1%.

На рисунке 3.4 показана принципиальная электрическая схема системы контроля и управления измерительной установкой.

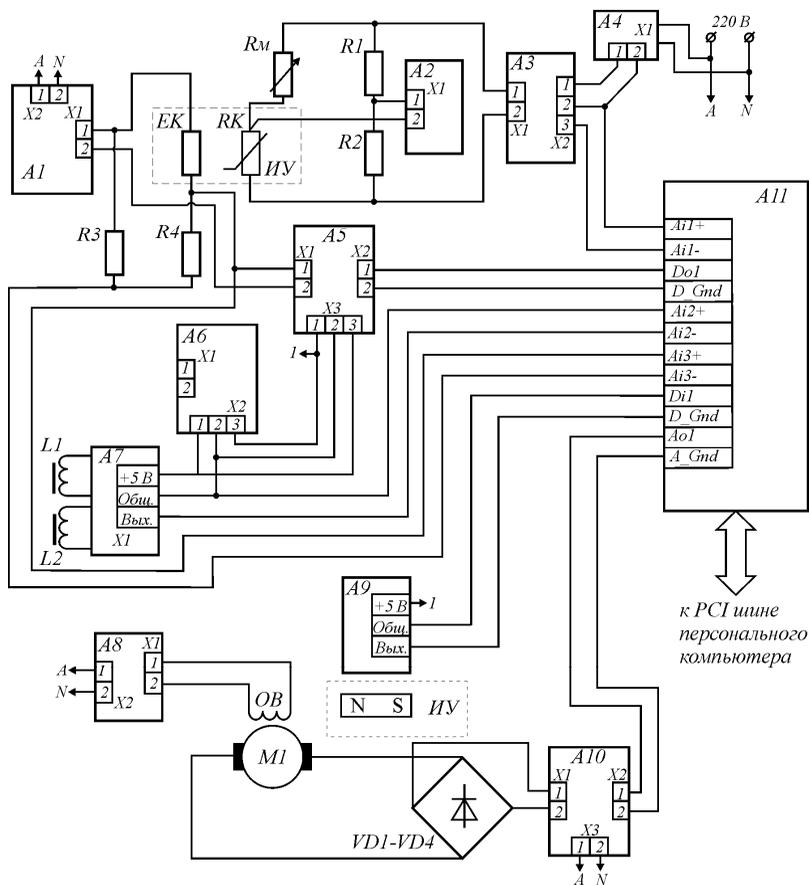
Термопреобразователь сопротивления  $RK$ , расположенный во внутреннем цилиндре измерительного устройства (ИУ) включен в измерительный мост по трехпроводной схеме. В смежное с  $RK$  плечо моста включен магазин сопротивления  $R_m$ , предназначенный для уравновешивания моста при различных температурах измерительного устройства до начала активной стадии эксперимента. Резисторы  $R_1$  и  $R_2$  представляют собой бифилярно намотанные катушки из манганиновой проволоки, которые образуют третье и четвертое плечи моста. Измерительный мост питается постоянным напряжением  $U_{пит} = 0,5$  В от блока питания  $A2$  типа Б5-48.

Функция преобразования сопротивления  $RK$  в напряжение  $U_{вых}$  измерительной диагонали мостовой схемы имеет вид:

$$U_{вых} = \left( \frac{RK}{RK + R_2} - \frac{R_m}{R_m + R_1} \right) U_{пит}.$$

Значения сопротивлений катушек из манганиновой проволоки  $R_1 = 185$  Ом,  $R_2 = 220$  Ом,  $R_3 = 21,4$  Ом.

Напряжение моста усиливается в 1000 раз усилителем  $A3$  типа DATAFORTH, поступает на аналоговый вход платы сбора данных  $A4$  типа PCI-6221 фирмы NATIONAL INSTRUMENTS и затем обрабатывается в процессоре персонального компьютера в соответствии с алгоритмом, реализованным в среде графического программирования LabVIEW 9.0. Канал измерения напряжения, как и другие аналоговые каналы ПСД, сконфигурирован по дифференциальной схеме.



**Рис. 3.4.** Принципиальная электрическая схема измерительной установки

Нагреватель *EK* измерительного устройства имеет сопротивление 505 Ом и подключен к регулируемому блоку питания *A1* через замыкающий контакт реле *A5*, управляемого сигналом дискретного выхода платы сбора данных. К клеммам блока питания подключен делитель напряжения на резисторах *R3* и *R4*, с которого напряжение, ослабленное в 10 раз поступает, на аналоговый вход *Ai2* платы сбора данных. Усилитель *A7* охвачен положительной обратной связью благодаря тому, что катушка индуктивности *L1* является первичным преобразователем колебаний ферромагнитной струны, поддерживаемых электромагнитом *L2*. Струна закреплена в упругом элементе (УЭ), и значение механического напряжения в ней зависит от величины упругой дефор-

магии этого элемента, а также от значения силы, вызывающей данную деформацию, пропорциональную крутящему моменту внутреннего цилиндра за счет вязкого трения в слое исследуемой жидкости. Выходное переменное напряжение усилителя, частота которого равна частоте колебаний струны, поступает на аналоговый вход ПСД и далее в процессор ПК, где осуществляется определение частоты входного сигнала, силы, расчет крутящего момента и определение касательного напряжения в слое жидкости. Усилитель *A7* запитывается напряжением 5 В от блока питания *A6*.

Датчик *A9* является интегральным и предназначен для измерения угловой скорости вращения наружного цилиндра. Основой датчика является элемент Холла, преобразующий напряженность магнитного поля в электрическое напряжение. Выходной сигнал датчика является дискретным. Он равен 5 В, когда магнитная индукция через элемент Холла превышает некоторое пороговое значение. В противном случае выходной сигнал равен нулю. Источником магнитного поля является постоянный магнит, укрепленный на поверхности наружного цилиндра. Таким образом, при вращении наружного цилиндра возникает импульсный выходной сигнал датчика. Период сигнала датчика равен периоду вращения наружного цилиндра, что позволяет легко рассчитать угловую скорость вращения и скорость сдвига.

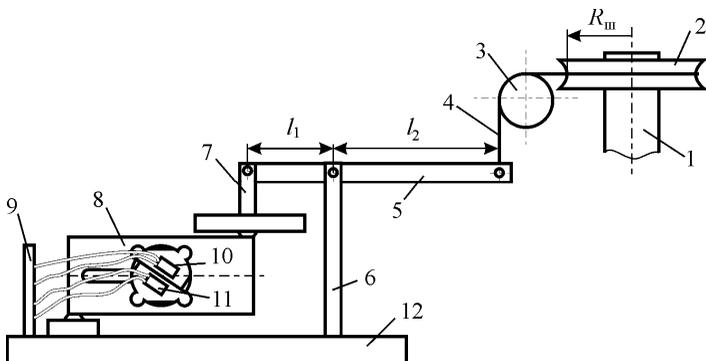
### **3.1.2. Измерение касательного напряжения в слое исследуемой жидкости**

Схема измерения касательного напряжения в слое исследуемой жидкости показана на рис. 3.5. За счет «вязкого» трения в слое жидкости при сдвиговом течении возникает вращающий момент, передаваемый внутреннему цилиндру *1* измерительного устройства. Этот момент уравновешивается другим моментом, который равен произведению силы натяжения троса *4* на радиус шкива *2*. Силовое воздействие через рейку *5*, укрепленную на стойке *6*, и стержень *7* передается на параллелограммный упругий элемент *8* виброчастотного преобразователя силы производства фирмы «ТВЕС».

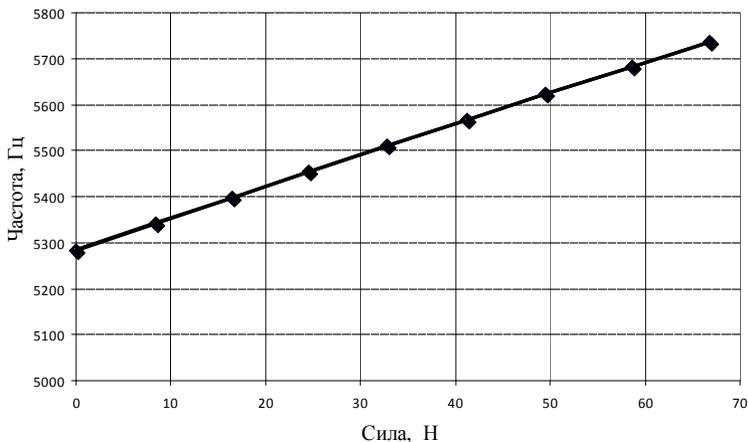
Рейка и стойка образуют рычажную систему с длинами рычагов  $l_1$  и  $l_2$ .

Электромагнит *11* и катушка индуктивности *10*, расположенные по разные стороны резонатора, подключены к усилителю *9*. Информативным параметром является частота тока в катушке электромагнита, равная частоте колебаний ферромагнитного резонатора виброчастотного преобразователя.

Статическая характеристика датчика силы, найденная экспериментально, показана на рис. 3.6.



**Рис. 3.5.** Схема измерения касательного напряжения в слое исследуемой жидкости



**Рис. 3.6.** Статическая характеристика вибросигнального преобразователя силы

Статическая характеристика преобразователя подобного типа нелинейная и в соответствии с [118] определяется выражением

$$f = f_0 \sqrt{1 + AF},$$

где  $A$  – коэффициент, зависящий от модуля упругости и геометрических размеров резонатора;  $F$  – значение действующей силы,  $f_0$  – значение частоты выходного сигнала при  $F = 0$ . Однако при небольшом изменении действующей силы зависимость частоты выходного сигнала

можно считать линейной. В этом случае значение силы возможно определить методом кусочно-линейной интерполяции, т.е.

$$F = F_i + \frac{F_{i+1} - F_i}{f_{i+1} - f_i} (f - f_i).$$

Ввиду того, что модуль упругости и размеры упругого элемента зависят от температуры, то и частота колебаний струны зависит от температуры. Для повышения точности необходимо либо вводить поправку на температуру окружающей среды, определяемую из специально организованного эксперимента по определению зависимости информативного параметра вибросчетного преобразователя силы от температуры, либо производить коррекцию значения  $f_0$  перед началом измерения значений силы (обнулять).

Момент силы  $F$ , уравнивающий крутящий момент за счет сил вязкого трения исследуемой жидкости, определяется из выражения

$$M = F \frac{l_1}{l_2} \frac{R_m^2}{R_5}.$$

## 3.2. АППАРАТНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ АВТОМАТИЗИРОВАННОЙ ИЗМЕРИТЕЛЬНОЙ УСТАНОВКИ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАВИСИМОСТИ ТФХ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ ОТ ТЕМПЕРАТУРЫ

### 3.2.1. Автоматизированная измерительная установка для определения зависимости ТФХ полимерных материалов от температуры

На рисунке 3.7 представлена функциональная схема модернизированного прибора ИТ-с-400, предназначенного для измерения удельной теплоемкости твердых, сыпучих материалов и жидкостей. Принцип измерения основан на применении метода монотонного разогрева образца в адиабатическом режиме. Тепловой поток от нагревателя 5 проходит через тепломер 2 в ампулу с образцом 1. Адиабатическая оболочка 3 с нагревателем 4 служит для предотвращения теплообмена образца 1 с окружающей средой. В процессе разогрева образца регистрируются температуры на нижней и верхней поверхностях тепломера 2 при помощи термоэлектрических преобразователей 7 и 9, имеющих номинальную статическую характеристику (НСХ) ХА(К). В ходе эксперимента обеспечивается линейный рост температуры на нижней

поверхности тепломера за счет регулирования электрической мощности, подаваемой на нагреватель 5. Температуры адиабатической оболочки и ампулы с образцом, измеряемые соответственно при помощи термопреобразователей 6 и 8 (также с НСХ ХА(К)), поддерживаются одинаковыми за счет управления мощностью электрического нагревателя 4. Удельная теплоемкость образца определяется косвенно, по измеренному времени запаздывания температуры на верхней поверхности тепломера от температуры на его нижней поверхности, а также по известной массе образца и константам прибора [120]. Регулирование температур, регистрация и обработка экспериментальных данных осуществляются с использованием персонального компьютера 15, оснащенного многофункциональной платой сбора ПСД данных типа PCI-6251 фирмы NATIONAL INSTRUMENTS. Термоэлектрические преобразователи подключены к плате сбора данных 13 типа NI USB 9211A, в состав которой входят коннектор 12 и блок NI USB 9211 с усилителем, фильтром и 24-разрядным АЦП. Плата имеет компенсацию температуры холодных спаев термопары, а также позволяет проводить автокалибровку. Использование этой платы позволило существенно увеличить точность измерения температур, что в свою очередь благоприятно сказалось на точности измерения теплоемкости. Регулирование температуры адиабатической оболочки осуществляется согласно ПИД-закону регулирования, реализованного программно. Темп нагрева образца поддерживается постоянным за счет подачи линейно возрастающего напряжения на усилитель мощности 5 в соответствии с законом. Кроме того, имеется возможность регулирования темпа нагрева в соответствии с ПИД-законом регулирования.

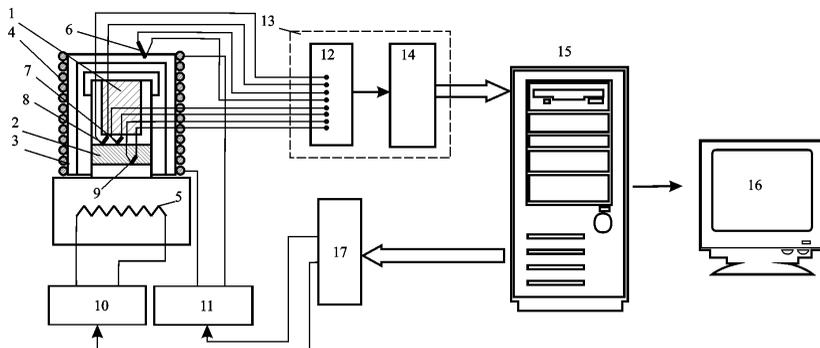
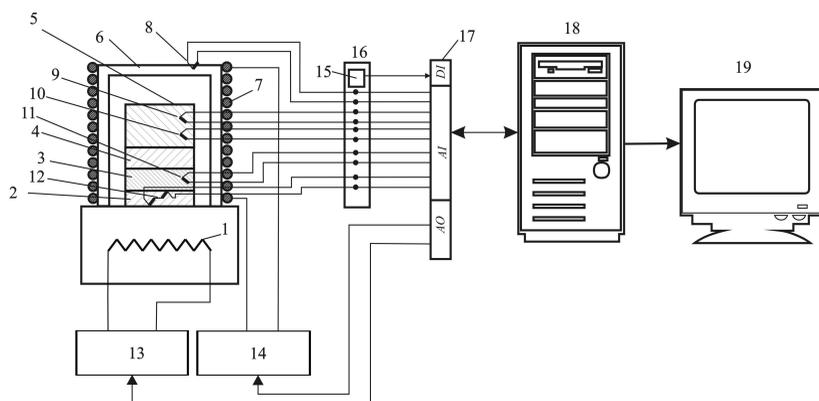


Рис. 3.7. Функциональная схема модернизированного прибора ИТ-с-400

Автоматизированная измерительная система для определения зависимости теплопроводности от температуры построена на базе модернизированного прибора ИТ-λ-400, который предназначен для измерения теплопроводности материалов методом монотонного разогрева (рис. 3.8). Измерительный блок прибора включает в себя нагреватель 1, тепловой поток от которого проходит через тепломер 2 и контактную пластину 3 в исследуемый образец 4 и далее в стержень 5. Охранный колпак 6 вместе с нагревателем 7 образуют адиабатическую оболочку, предназначенную для предотвращения теплообмена образца с внешней средой. Температура оболочки в процессе эксперимента поддерживается равной температуре стержня 5 за счет изменения мощности нагревателя в зависимости от разности термо-ЭДС преобразователей 8 и 9 (согласно ПИД-закону регулирования). Кроме этого, в эксперименте регистрируются температуры стержня 5, медной контактной пластины 3 и тепловой поток, измеряемые соответственно при помощи преобразователей 10, 11 и 12. Темп разогрева образца поддерживается постоянным и может регулироваться в пределах 0,02...0,1 К/с за счет управления мощностью нагревателя 1. Подключение и согласование измерительных преобразователей и усилителей мощности с персональным компьютером выполнены так же, как и в случае прибора ИТ-с-400.

Дифференциальный сканирующий калориметр является высокочувствительным теплотифизическим прибором, который позволяет определять зависимости мощности поглощения (выделения) тепловой энергии или теплоемкости образца исследуемого вещества от температуры, а также удельную теплоту плавления, кристаллизации и др.

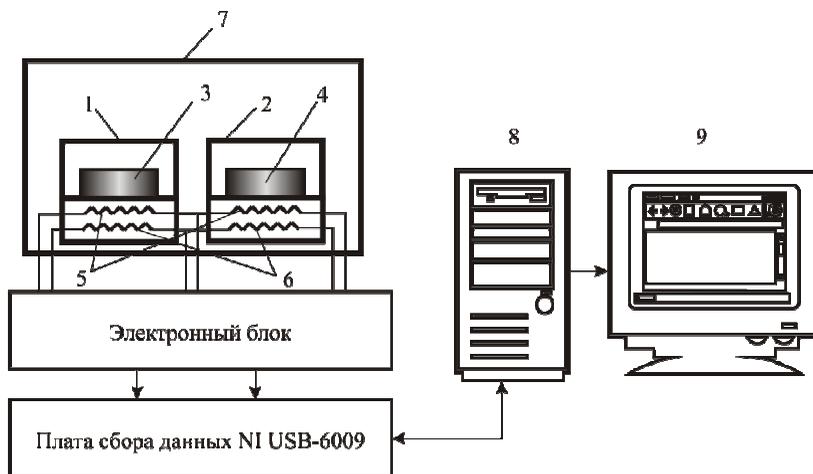


**Рис. 3.8. Функциональная схема модернизированного прибора ИТ-λ-400**

Модернизация дифференциального сканирующего калориметра DSC-2 фирмы Perkin-Elmer была проведена с целью автоматизации эксперимента, обработки экспериментальных данных, уменьшения погрешности измерения. Структурная схема модернизированного прибора показана на рис. 3.9.

Основой калориметра являются две ячейки – платиновые держатели 1 и 2, в которые помещены ампула с образцом 3 и пустая ампула 4. Каждый держатель имеет нагреватель 5 и термопреобразователь сопротивления 6, изготовленные из платиновой проволоки. Держатели 1 и 2 находятся в термостатируемом блоке 7. Электронный блок служит для подведения электрической мощности к нагревателям и регулирования нулевой разности температур держателей.

Скорость нагрева задается органом управления на электронном блоке прибора и в процессе эксперимента поддерживается постоянной. При возникновении фазовых переходов и структурных превращений в образце, сопровождаемых поглощением или выделением тепловой энергии, изменяется мощность, подводимая к нагревателю держателя образца. В качестве материала образца могут быть как твердое и сыпучее вещество, так и жидкость. Масса образца может составлять несколько миллиграмм, что позволяет использовать высокие скорости нагрева или охлаждения.



**Рис. 3.9. Функциональная схема модернизированного дифференциального сканирующего калориметра**

Измерительная информация в виде напряжения в диапазоне от 0 до 10 В, пропорционального мощности, подводимой к нагревателю образца, а также напряжения, являющегося функцией программной температуры держателей, поступает на плату сбора данных NI USB-6009 фирмы NATIONAL INSTRUMENTS. Плата имеет 14-битный аналого-цифровой преобразователь с частотой дискретизации 45 кГц, что позволяет с достаточной точностью и скоростью производить измерения. Применение технологии виртуальных приборов позволило использовать максимально возможную чувствительность измерительного канала DSC-2, автоматически учитывать положение базовой линии. Базовой линией в данном случае является зависимость мощности поглощения тепловой энергии ампулой  $l$  (см. рис. 3.9) от температуры при отсутствии в ней образца.

### 3.3. СТРУКТУРА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ АВТОМАТИЗИРОВАННЫХ ИЗМЕРИТЕЛЬНЫХ УСТАНОВОК

#### 3.3.1. Программное обеспечение автоматизированной измерительной установки для экспериментального определения ТФХ жидких полимерных материалов

Программное обеспечение автоматизированной экспериментальной установки имеет модульную структуру (рис. 3.10) и разработано в среде графического программирования LabVIEW 9.0. Достоинствами данной среды являются возможность быстрого создания кодов программ, наличие богатой библиотеки функций математической обработки информации, наличие драйверов аппаратных средств сбора данных, наглядность кода и возможность создания приложений, обеспечивающих работу измерительной установки в режиме удаленного доступа (по каналам сети Интернет).

Панель управления включает область ввода исходных данных, которые включают в себя:

- наименование исследуемой жидкости;
- фамилию, имя и отчество исследователя (оператора, производящего измерения);
- дату проведения эксперимента;
- номер образца;
- номер опыта с данным образцом.

Кроме этого, имеются органы управления, позволяющие выбрать следующие действия:

- проведение подготовительного этапа эксперимента. В этом режиме оператор наблюдает за изменением температуры в слое нагревателя и контролирует значение индикатора скорости изменения температуры;

- вызов модуля для определения реологических характеристик неньютоновских жидкостей. По результатам эксперимента, проведенного с использованием данного модуля, строится кривая течения жидкости (зависимость касательного напряжения от скорости сдвига);
- вызов модуля для определения теплофизических характеристик исследуемой неньютоновской жидкости.

На рисунке 3.11 показана лицевая панель главного модуля программы, в котором пользователю предоставляется возможность выбора дальнейших действий.

На рисунке 3.12 показана лицевая панель виртуального прибора, реализующего управление ходом эксперимента по определению реологических характеристик неньютоновских жидкостей. Виртуальный прибор включает в себя два графических индикатора, отображающих изменение во времени среднеинтегральной температуры слоя нагревателя измерительного устройства, а также частоты сигнала виброчастотного преобразователя, являющейся функцией вращающего момента, действующего на внутренний цилиндр за счет сил вязкого трения в сдвиговом потоке исследуемой жидкости при вращении наружного цилиндра.



Рис. 3.10. Структура программного обеспечения автоматизированной экспериментальной установки

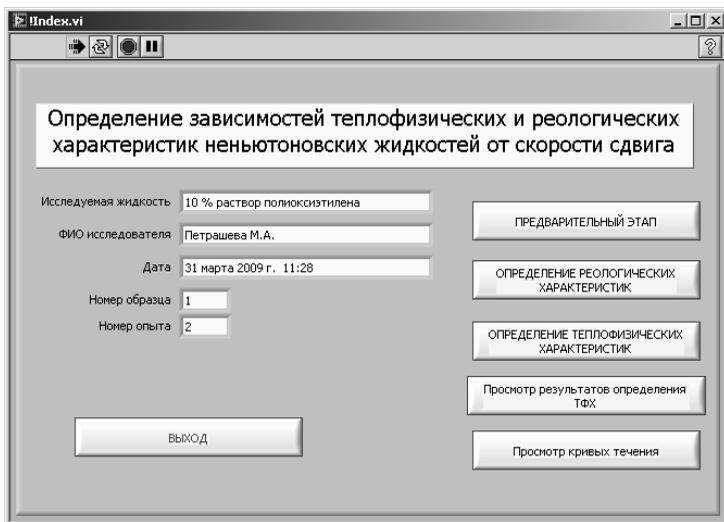


Рис. 3.11. Лицевая панель главного модуля программного обеспечения

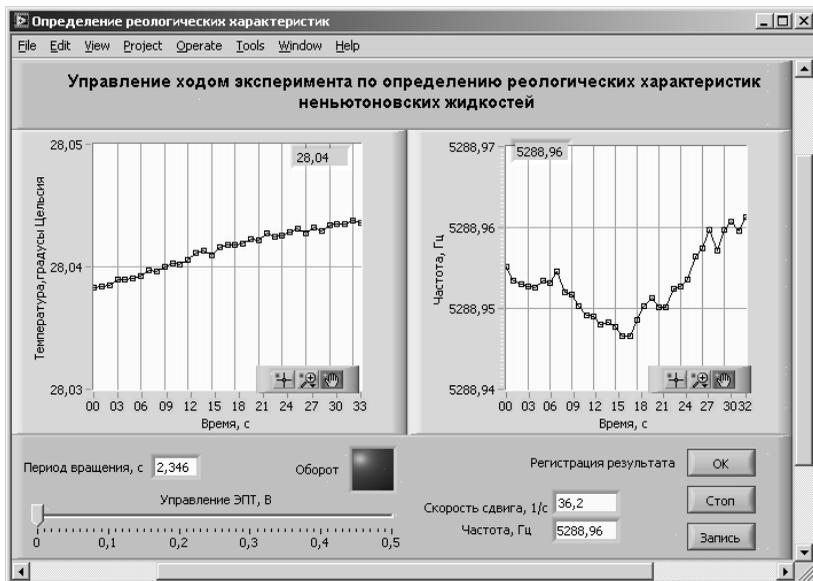


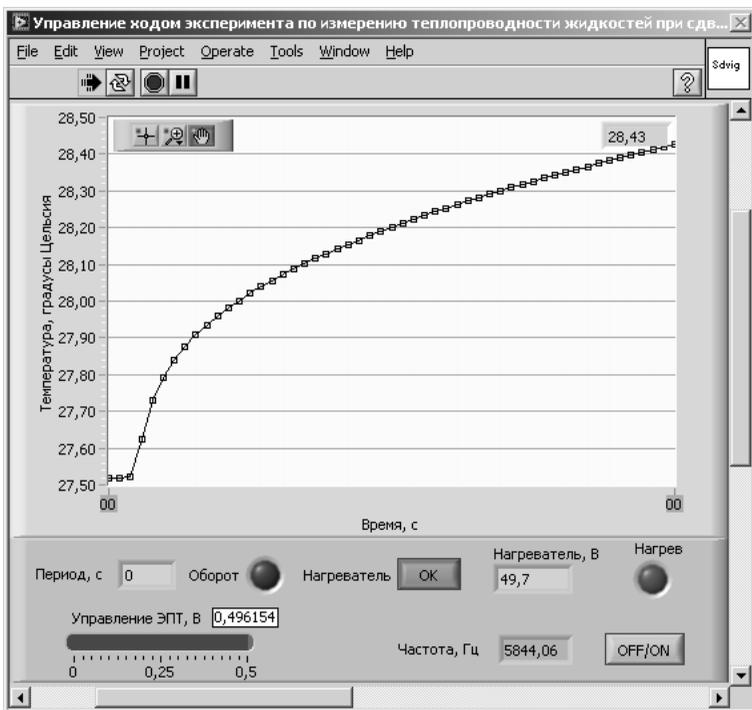
Рис. 3.12. Лицевая панель виртуального прибора, реализующего управление ходом эксперимента по определению реологических характеристик неньютоновских жидкостей

Индикатор «Период вращения» отображает время полного оборота наружного цилиндра, которое определяется программно, средствами LabVIEW по сигналам датчика Холла. Время периода вращения необходимо знать для расчета скорости сдвига в потоке исследуемой жидкости. Сигнал датчика Холла является дискретным и возникает в тот момент, когда в непосредственной близости от него оказывается постоянный магнит, закрепленный на поверхности вращающегося наружного цилиндра. В этот момент на лицевой панели загорается индикатор «Оборот», который служит для визуального контроля работоспособности канала измерения.

Орган управления «Управление ЭПТ» служит для задания напряжения на аналоговом выходе платы сбора данных, задающего скорость вращения наружного цилиндра, а значит, и скорость сдвига в потоке исследуемой жидкости. Значение скорости сдвига отображается в соответствующем индикаторе. Кроме этого в индикаторе «Частота» показывается значение частоты выходного сигнала вибродатчика преобразователя.

Кнопка «Регистрация результата» необходима для записи в массив значений скорости сдвига и вращающего момента, который затем используется для численного расчета коэффициента консистенции и индекса течения исследуемой жидкости. Кнопка «Запись» служит для регистрации полученных результатов в файле. Кнопка «Стоп» позволяет остановить эксперимент и выйти в главный модуль программы.

На рисунке 3.13 показана лицевая панель управления виртуального прибора для управления ходом эксперимента по определению теплофизических характеристик неньютоновских жидкостей при сдвиговом течении. Панель включает в себя графический индикатор для наблюдения за среднеинтегральной температурой нагревателя измерительного устройства, кнопку «Нагреватель» для подачи напряжения питания на нагреватель, измерительный и световой индикаторы значения напряжения питания нагревателя и его состояния соответственно, индикаторы «Оборот» вращения наружного цилиндра и значения периода этого вращения. Кроме этого, на лицевой панели отображается значение частоты выходного сигнала вибродатчика преобразователя силы и размещен ползунковый орган управления скоростью вращения электропривода постоянного тока. Кнопка «Стоп» служит для прекращения активной стадии эксперимента, после нажатия которой оператору предлагается записать экспериментальные данные (массивы среднеинтегральной температуры, времени, частоты выходного сигнала вибродатчика) в файл и далее осуществляется выход в главный модуль программы.



**Рис. 3.13. Лицевая панель виртуального прибора, реализующего управление ходом эксперимента по определению ТФХ неньютоновских жидкостей при сдвиговом течении**

На рисунке 3.14 показана лицевая панель управления виртуального прибора, предназначенного для определения индекса течения и коэффициента консистенции неньютоновских жидкостей по результатам экспериментального определения зависимости касательного напряжения в слое исследуемой жидкости от скорости сдвига. Для этого в виртуальном приборе организована средствами LabVIEW численная аппроксимация экспериментальной зависимости функцией  $\sigma = m\dot{\gamma}^n$ . Метод нелинейной аппроксимации основан на применении алгоритма Левенберга-Марквардта, который в свою очередь основан на методе наименьших квадратов. Алгоритм сочетает в себе метод наискорейшего спуска (т.е. минимизации вдоль градиента) и метод Ньютона (т.е. использование квадратичной модели для ускорения поиска минимума функции).



**Рис. 3.14.** Лицевая панель виртуального прибора, реализующего обработку экспериментальных данных на стадии определения реологических характеристик неньютоновских жидкостей при сдвиговом течении

Программное обеспечение автоматизированных измерительных установок для определения зависимости теплоемкости и теплопроводности материалов от температуры также имеет модульную структуру (рис. 3.15) и создано в лицензионной среде LabVIEW 9.0.

В главном модуле программы имеется возможность вызова следующих модулей:

- модуль градуировки по стандартным образцам. Для модернизированного прибора ИТ-с-400 стандартным образцом является обра-

зец из меди, с помощью которого определяется постоянная тепломера измерителя  $K_t$ , Вт/°С. Теплоемкость ампулы для образца определяется в градуировочном эксперименте с пустой ампулой. Для модернизированного прибора ИТ-λ-400 стандартными образцами являются образцы из кварца и меди, с помощью которых определяются коэффициенты тепломера и тепловое контактное сопротивление;

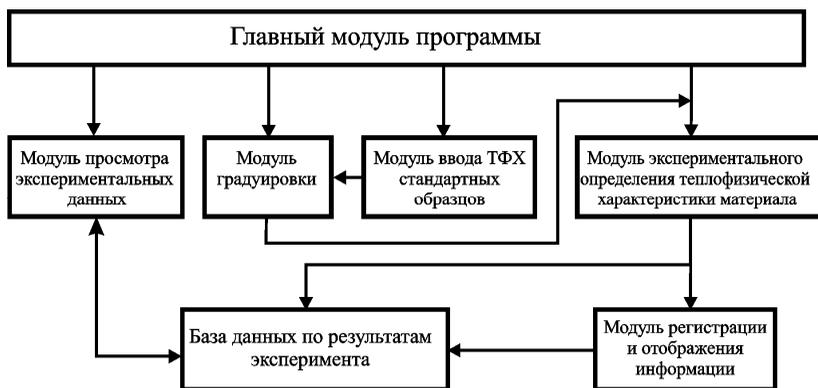
- модуль ввода теплофизических характеристик стандартных образцов, а именно значений теплоемкости и теплопроводности для образцов из кварца и меди при фиксированных значениях их температуры;

- модуль экспериментального определения теплопроводности и теплоемкости образцов в процессе их монотонного разогрева с заранее заданной скоростью;

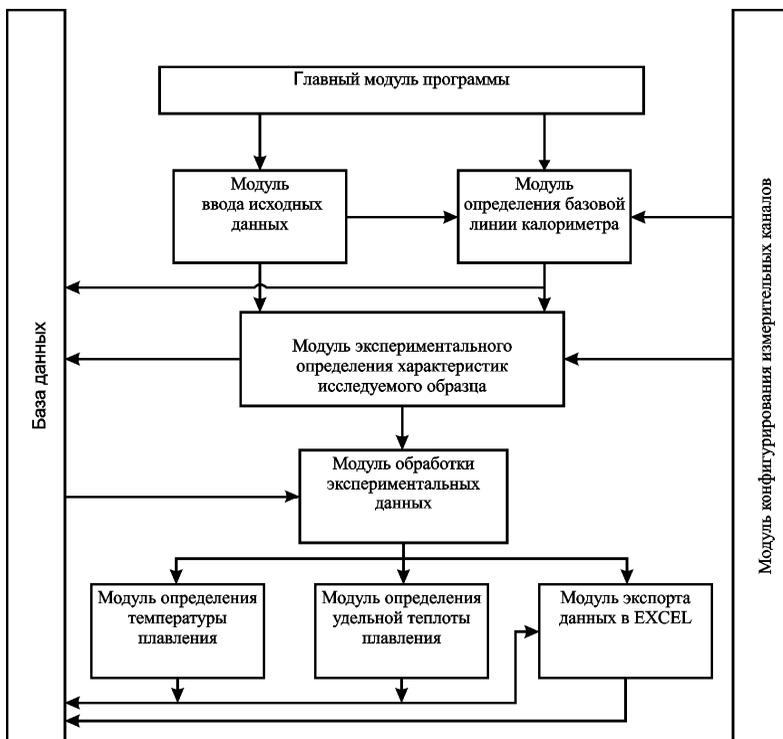
- модуль просмотра экспериментальных данных, в котором имеется возможность не только визуального представления измерительной информации, полученной в ходе эксперимента, но ее обработки, коррекции, распечатки, сохранения в заданный файл и т.д.

- другие вспомогательные модули, обеспечивающие работу измерительных каналов, систем регулирования адиабатического режима, заданной скорости нагрева образца, косвенного определения теплопроводности образца по результатам прямых измерений.

Структура модулей программного обеспечения для модернизированного дифференциального сканирующего калориметра показана на рис. 3.16.



**Рис. 3.15. Структурная схема программного обеспечения автоматизированных измерительных установок для определения зависимости теплопроводности и теплоемкости от температуры**



**Рис. 3.16.** Структурная схема программного обеспечения виртуального дифференциального сканирующего калориметра

В модуле ввода исходных данных требуется ввести информацию об исследуемом образце, его массе, скорости разогрева, фамилии оператора, дате проведения эксперимента. В модуле обработки экспериментальных данных выводятся на графический индикатор результаты эксперимента. Оператор может вывести на экран зависимости теплоемкости, мощности (или удельной мощности) поглощения (выделения) тепловой энергии образцом от времени или от температуры. Здесь же есть возможность вызвать модули для точного определения температуры плавления кристаллических материалов, рассчитать энергию (энтальпию) плавления, вывести результаты эксперимента в Microsoft Office Excel или просто сохранить в текстовый файл.

## 4. МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ИНФОРМАЦИОННО-ИЗМЕРИТЕЛЬНОЙ СИСТЕМЫ

---

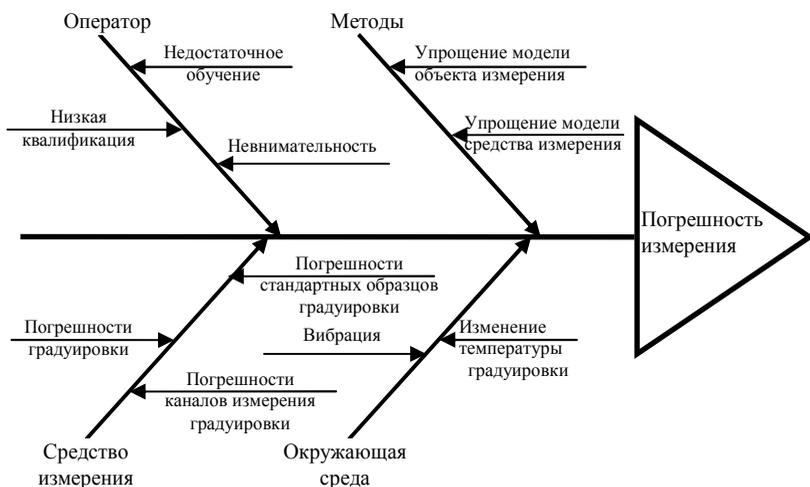
### 4.1. АНАЛИЗ ИСТОЧНИКОВ ПОГРЕШНОСТЕЙ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ ВТОРЫХ ДИАГОНАЛЬНЫХ КОМПОНЕНТОВ ТЕНЗОРОВ ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ И ТЕМПЕРАТУРОПРОВОДНОСТИ ЖИДКИХ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ ПРИ СДВИГОВОМ ТЕЧЕНИИ

Для того чтобы сконструировать измерительное устройство в соответствии с разработанной математической моделью и определить вторые диагональные компоненты тензоров теплопроводности и температуропроводности исследуемой жидкости с минимальными погрешностями, необходимо знать источники возможных отклонений результатов измерений от действительных значений теплофизических характеристик. Это позволит спроектировать измерительное устройство и разработать методику выполнения измерений (МВИ) с учетом выявленных источников погрешностей, что в итоге обеспечит требуемое качество измерений.

Источники погрешностей удобно выявлять и устанавливать при помощи стандартного инструмента управления качеством – диаграммы «причина–следствие». Этот подход рекомендован в 2000 г. руководством «Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях», подготовленным Европейским обществом по аналитической химии (ЕВРАХИМ) и обществом (СИТАК) по сотрудничеству в области прослеживаемости измерений в аналитической химии. Использование диаграммы «причина – следствие» помогает избежать дублирования при рассмотрении источников погрешностей и позволяет сгруппировать составляющие погрешности, суммарный эффект которых можно оценить непосредственно. Как правило, источниками погрешности являются причины, представленные на рис. 4.1.

Погрешность метода включает в себя составляющие, возникающие в основном из-за неадекватности принятой математической модели температурного поля в слоях измерительного устройства вследствие принятых допущений и упрощений.

Инструментальная погрешность, как правило, является наиболее значимой из всех составляющих погрешности. Она определяется несовершенством средства измерения, а также погрешностями, возникающими при градуировке и калибровке.



**Рис. 4.1. Диаграмма «причина–следствие» для погрешности измерения теплофизических характеристик жидких полимерных материалов при сдвиговом течении**

Погрешность оператора зависит от особенностей лица, производящего измерение. С увеличением степени автоматизации измерительных процедур эта составляющая становится пренебрежимо малой.

Изменение условий окружающей среды также может давать значительный вклад в общую погрешность измерения. Как правило, влияющими величинами являются такие свойства окружающей среды, как температура, влажность, характеристики внешних магнитных полей и др.

Рассмотрим для примера источники погрешности, возникающие при определении зависимости теплофизических характеристик жидких полимерных материалов от скорости сдвига.

Для оценки погрешности измерения теплофизических характеристик неньютоновских жидкостей с использованием разработанного измерительного устройства необходима модель погрешности измерения.

Построение всеобъемлющей модели погрешности измерения, учитывающей все ее составляющие, невозможно ввиду ее сложности, и нецелесообразно. Поэтому ограничим эту модель только инструментальными и методическими погрешностями, которые вносят наибольший вклад в погрешность измерения теплофизических характеристик неньютоновской жидкости в условиях сдвигового течения при помощи разработанной измерительной установки.

Модель инструментальной погрешности удобно представить в виде схемы, состоящей из соединенных между собой измерительных блоков, каждый из которых имеет свой коэффициент преобразования (или свою функцию преобразования) [105]. В нашем случае преобразование исследуемых величин объекта измерения осуществляется только в одном направлении – от датчиков к вычислительному блоку, поэтому все каналы измерения соответствуют каналам измерения прибора прямого действия. Как известно, погрешность измерения таким прибором обусловлена погрешностями, вносимыми каждым преобразователем.

Рассматриваемая измерительная установка включает в себя четыре канала измерения (рис. 4.2). Первый канал предназначен для определения среднеинтегральной температуры нагревателя измерительного устройства. Второй служит для измерения крутящего момента внутреннего цилиндра, передаваемого ему от вращающегося наружного цилиндра за счет сил «вязкого трения» исследуемой жидкости. Третий необходим для определения угловой скорости вращения наружного цилиндра. Четвертый позволяет измерить напряжение питания нагревателя внутреннего цилиндра измерительного устройства.

Измеряемые величины позволяют косвенно рассчитать теплофизические характеристики исследуемой жидкости, касательное напряжение в слое жидкости при ее течении в зазоре между коаксиальными цилиндрами и среднюю скорость сдвига в данном слое.

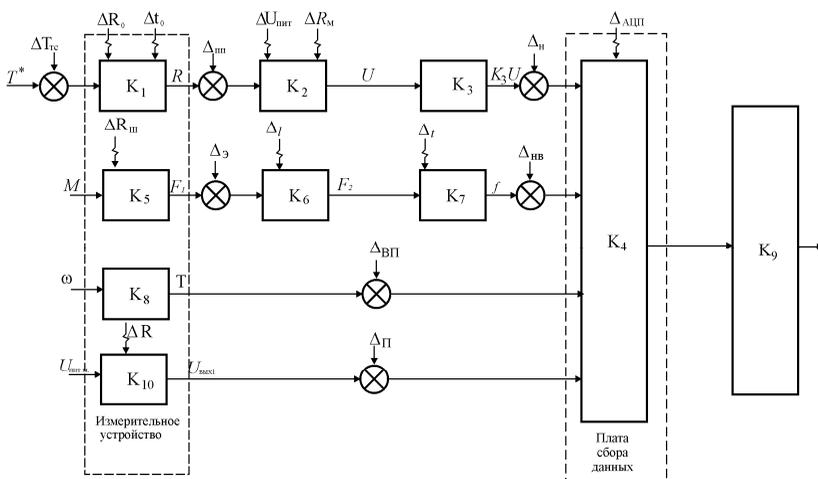


Рис. 4.2. Модель погрешности измерения теплопроводности

На рисунке 4.2 введены следующие обозначения:  $\Delta T_{\text{тс}}$  – погрешность термостатирования;  $\Delta R_0$  – погрешность измерения сопротивления  $R_0$  термопреобразователя при температуре  $T_0$ ;  $\Delta T_0$  – погрешность измерения температуры  $T_0$ ;  $\Delta_{\text{пт}}$  – погрешность, вносимая изменением сопротивления подсодинительных проводов при изменении температуры окружающей среды;  $\Delta U_{\text{пт}}$  – погрешность, вызванная нестабильностью напряжения питания мостовой измерительной схемы;  $\Delta R_{\text{м}}$  – погрешность измерения сопротивлений мостовой измерительной схемы;  $\Delta_{\text{н}}$  – погрешность из-за наводок от внешних магнитных полей;  $\Delta_{\text{АЦП}}$  – погрешность квантования АЦП платы сбора данных;  $\Delta R$  – погрешность измерения радиуса шкива измерительного устройства;  $\Delta_3$  – погрешность, вызванная наличием эксцентриситета коаксиальных цилиндров измерительного устройства;  $\Delta_l$  – погрешность измерения длин рычага;  $\Delta_t$  – погрешность из-за влияния температуры окружающей среды на выходной сигнал вибросигнального преобразователя;  $\Delta_{\text{нв}}$  – погрешность из-за влияния наводок на выходной сигнал вибросигнального преобразователя;  $\Delta_{\text{вп}}$  – погрешность измерения времени периода вращения наружного цилиндра средствами LabVIEW;  $\Delta R$  – погрешность измерения сопротивлений делителя напряжения питания нагревателя измерительного устройства;  $\Delta_{\text{н}}$  – погрешность измерения напряжения питания нагревателя, вызванная наводками;  $K_1$  – чувствительность термопреобразователя сопротивления;  $K_2$  – чувствительность мостовой измерительной схемы;  $K_3$  – коэффициент передачи усилителя;  $K_4$  – коэффициент передачи АЦП платы сбора данных;  $K_5$  – коэффициент передачи преобразователя крутящего момента;  $K_6$  – коэффициент передачи рычажной системы;  $K_7$  – чувствительность вибросигнального преобразователя;  $K_8$  – коэффициент передачи преобразователя угловой скорости вращения наружного цилиндра.

Представленная модель позволяет получить расчетные зависимости для абсолютных и относительных погрешностей измерения среднеинтегральной температуры, скорости сдвига, вращающего момента и напряжения питания нагревателя измерительного устройства, которые представлены в табл. 4.1.

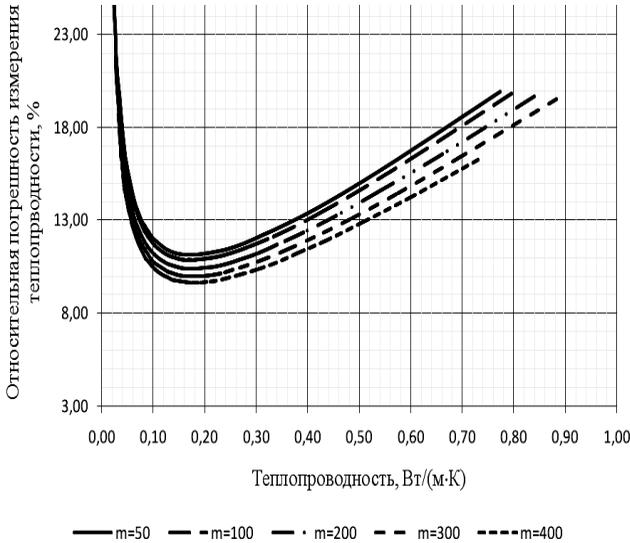
Представленные расчетные зависимости позволяют получить погрешности косвенного измерения теплопроводности и температуропроводности жидких полимерных материалов при сдвиговом течении.

Так, например, для метода № 2 измерения теплопроводности по результатам экспериментальных данных на первом этапе для случаев, когда исследуемые жидкости имеют различные значения коэффициента консистенции, результирующая погрешность зависит от измеренного значения теплопроводности согласно зависимостям, показанным на рис. 4.3.

### 4.1. Погрешности каналов измерений

Наименование измеряемой величины	Средняя квадратическая относительная погрешность	
	Формула	Значение
Среднеинтегральная температура	$\delta_{T^{*}} = \sqrt{\frac{\Delta_2^2 + \Delta_{K_3}^2 + \Delta_{\text{АПЦ}}^2}{\left[ kT \left( U_{\text{пит}} \frac{R_M R_0 \alpha}{(R + R_M)^2} \right) \right]^2} + \frac{\Delta K_2}{\left[ U_{\text{пит}} T \frac{R_M R_0 \alpha}{(R + R_M)^2} \right]^2} + \left[ \frac{\Delta K_1}{R_0 T \alpha} \right]^2 + \left[ \frac{\Delta_1}{R_0 T \alpha} \right]^2 + \frac{\Delta T_{\text{TC}}^2}{T^2}}$	4...7%
Вращающий момент	$\delta_M(M) = \sqrt{\left( \frac{\Delta t R_{\text{ш}1} I_1}{M k_t \cdot 0,5 A f_0 I_2} \right)^2 + \left( \frac{\Delta F_2 R_{\text{ш}1} I_1}{M I_2} \right)^2 + \left( \frac{\Delta F_1}{M} \right)^2 + \left( \frac{\Delta_3 R_{\text{ш}}}{M} \right)^2}$	0...1,8%
Угловая скорость вращения	$\delta_{\omega} = 2,4 \cdot 10^{-5} \omega \cdot 100\%$	0...0,03%
Напряжение питания нагревателя	$\delta_{U_{\text{пит.н}}} = \sqrt{0,3 \cdot \left( \left[ 0,05 + 0,02 \cdot \left( \frac{U_{\text{к}}}{U_{\text{пит.н}}} - 1 \right) \right]^2 + \left( \frac{(R_3 + R_4) \Delta_{\text{АПЦ}} \cdot 100\%}{R_4 U_{\text{пит.н}}} \right)^2 + \left( \frac{\Delta_{\text{н}}}{U_{\text{пит.н}}} \cdot 100\% \right)^2}$	±0,04%

Наименование измеряемой величины	Средняя квадратическая абсолютная погрешность	
	Формула	Максимальное значение
Среднеинтегральная температура	$\Delta_{T^s} = \sqrt{\frac{\Delta_2^2 + \Delta_{K_3}^2 + \Delta_{\text{АПЦ}}^2}{\left[ k \left( U_{\text{пит}} \frac{R_M R_0 \alpha}{(R + R_M)^2} \right) \right]^2} + \left[ \frac{\Delta K_2}{U_{\text{пит}} \frac{R_M R_0 \alpha}{(R + R_M)^2}} \right]^2 + \left[ \frac{\Delta K_1}{R_0 \alpha} \right]^2 + \left[ \frac{\Delta_1}{R_0 \alpha} \right]^2 + \Delta T_{\text{тс}}^2}$	0,07 °C
Вращающий момент	$\delta_M (M) = \sqrt{\left[ \frac{\Delta R_{\text{ш}} l_1}{k_i \cdot 0,5 A f_0 l_2} \right]^2 + \left[ \frac{M l_1}{1 + A R_{\text{ш}} l_2} \right]^2 + \left( \frac{\Delta F_2 R_{\text{ш}} l_1}{l_2} \right)^2 + (\Delta F_1)^2 + (\Delta_3 R_{\text{ш}})^2}$	0,054 Н·м
Угловая скорость вращения	$\Delta_{\omega} = 2,4 \cdot 10^{-5} \omega^2$	±0,004 rad/s
Напряжение питания нагревателя	$\Delta U_{\text{пит.н}} = \sqrt{\left[ 0,3 \cdot \frac{U_{\text{пит.н}} \left[ 0,05 + 0,02 \cdot \left( \frac{U_{\text{к}}}{U_{\text{пит.н}}} - 1 \right) \right]}{100\%} \right]^2 + \left[ \frac{(R_3 + R_4) \Delta_{\text{АПЦ}}}{R_4 K_{10}} \right]^2 + \Delta_I^2}$	±0,02 В



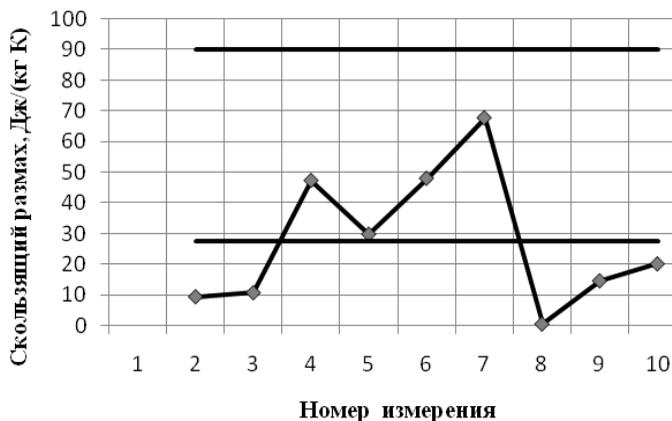
**Рис. 4.3. Зависимость погрешности косвенного измерения теплопроводности исследуемой жидкости от значения теплопроводности при различных значениях коэффициента консистенции  $m$ , Па·с<sup>n</sup>**

#### 4.2. ПОГРЕШНОСТИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАВИСИМОСТИ ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ И ТЕПЛОЕМКОСТИ ЖИДКИХ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ ОТ ТЕМПЕРАТУРЫ

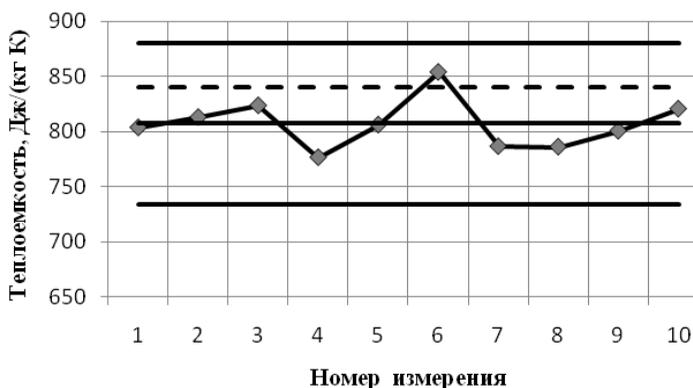
Погрешности измерения теплопроводности и теплоемкости с использованием модернизированных приборов ИТ-с-400, ИТ-λ-400 определялись по результатам калибровочных экспериментов со стандартным образцом из кварцевого стекла.

Для наглядного отображения результатов измерения и сравнения их со стандартным значением удельной теплоемкости кварцевого оптического стекла  $c = 840 \frac{\text{Дж}}{\text{кг} \cdot \text{К}}$  при 100 °С были построены контрольные карты скользящих размахов  $MR$  (рис. 4.4, а) и индивидуальных значений  $X$  (рис. 4.4, б) в соответствии с ГОСТ Р 50779.

Анализ контрольных карт показывает, что процесс стабилен по разбросу и положению среднего. Максимальная относительная погрешность измерения удельной теплоемкости стандартного образца составила  $\delta = \pm 7,5\%$ , а средняя относительная погрешность за десять измерений  $\delta_{\text{ср}} = \pm 4\%$ .



a)



b)

**Рис. 4.4. Контрольные карты для измерения теплоемкости стандартного образца из кварцевого стекла:**

*a* – карта скользящих размахов (*MR*); *b* – карта индивидуальных значений (*X*)

Аналогичным образом были определены погрешности измерения теплопроводности, которые не превысили 5% (без учета погрешности стандартных образцов).

## 5. РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Разработанная автоматизированная измерительная установка для определения зависимости теплофизических характеристик жидких полимерных материалов от скорости сдвига применялась для исследования теплофизических свойств синтетического каучука «Структурол», раствора полиоксиэтилена, различных суспензий и др.

Синтетический каучук «Структурол» представляет собой при температуре 25 °С высоковязкую жидкость темно-коричневого цвета. На подготовительной стадии эксперимента при заполнении исследуемой жидкостью только полусферического углубления измерительного устройства были получены зависимости  $M^*(\dot{\gamma})$ , представленные на рис. 5.1. Эти зависимости имеют почти линейный характер вследствие небольшого количества исследуемого материала, поэтому они были аппроксимированы следующими функциями:

$$M^* = 1,176 \cdot 10^{-3} \cdot \dot{\gamma} \text{ при температуре } 30 \text{ }^\circ\text{C};$$

$$M^* = 0,42 \cdot 10^{-3} \cdot \dot{\gamma} \text{ при температуре } 40 \text{ }^\circ\text{C};$$

$$M^* = 0,29 \cdot 10^{-3} \cdot \dot{\gamma} \text{ при температуре } 50 \text{ }^\circ\text{C}.$$

В ходе основной стадии эксперимента были получены кривые течения, скорректированные по результатам эксперимента подготовительной стадии и представленные на рис. 5.2.

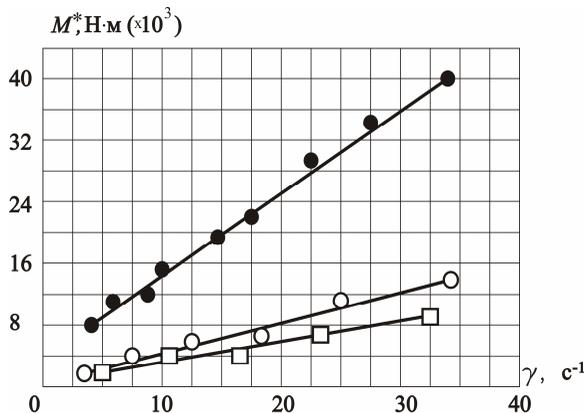
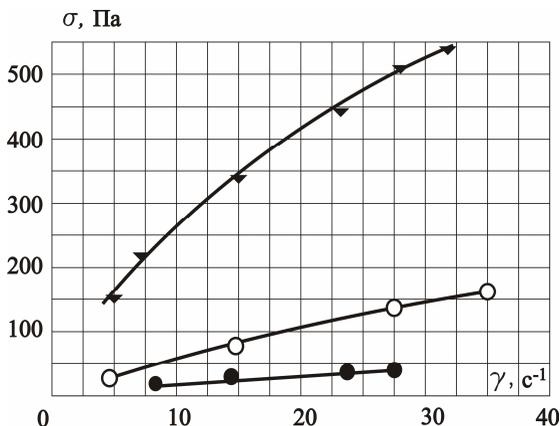


Рис. 5.1. Зависимость вращающего момента, действующего на полусферический наконечник внутреннего цилиндра измерительного устройства от скорости сдвига при температурах:

-●- – 30 °C, -○- – 40 °C, -□- – 50 °C



**Рис. 5.2.** Кривые течения каучука «Структурол» при температурах:  
 -▼-- 30 °С, -О-- 40 °С, -●-- 50 °С

В ходе нелинейной аппроксимации кривых течения функцией  $\sigma = m \cdot \dot{\gamma}^n$  были получены следующие (см. табл. 5.1) значения показателя консистенции  $m$  и индекса течения  $n$ .

В ходе основной стадии эксперимента на его втором этапе были определены значения коэффициента теплопроводности синтетического каучука при различных скоростях сдвига, представленные в табл. 5.2.

В этой таблице и далее  $U$  – напряжение питания, подаваемое на нагреватель внутреннего цилиндра.

Анализ экспериментальных данных показывает, что при низких скоростях сдвига наблюдается некоторое уменьшение теплопроводности, которое может быть объяснено ориентированием макромолекул вдоль направления течения. При больших скоростях сдвига могут нарушаться устойчивость течения, появляться вторичные течения в слое исследуемого материала, изменяться структура самого материала, что вызывает кажущееся увеличение теплопроводности и уменьшение вязкости жидкости.

**Таблица 5.1**

Температура, °С	30	40	50
Показатель консистенции $m$ , Па·с <sup><math>n</math></sup>	20	11	4,3
Индекс течения $n$	0,9	0,93	0,95

## 5.2. Синтетический каучук «Структурол», $t = 30\text{ }^{\circ}\text{C}$ , $m = 20$ , $n = 0,9$

№ п/п	$U$ , В	$T^*$ , $^{\circ}\text{C}$	$\lambda$ , Вт/(м $\cdot^{\circ}\text{C}$ )	№п/п	$U$ , В	$T^*$ , $^{\circ}\text{C}$	$\lambda$ , Вт/(м $\cdot^{\circ}\text{C}$ )
$\gamma = 0\text{ c}^{-1}$				$\gamma = 16\text{ c}^{-1}$			
1	83,2	2,8	0,284	1	83,2	2,61	0,333
2	83,0	2,81	0,282	2	83,2	2,60	0,336
3	83,7	2,79	0,286	3	83,2	2,7	0,308
$\bar{\lambda}$ , Вт/(м $\cdot^{\circ}\text{C}$ )	0,284			$\bar{\lambda}$ , Вт/(м $\cdot^{\circ}\text{C}$ )	0,326		
$\gamma = 4,5\text{ c}^{-1}$				$\gamma = 30\text{ c}^{-1}$			
1	83,2	2,82	0,279	1	83,2	2,6	0,330
2	83,2	2,82	0,279	2	83,2	2,55	0,335
3	83,1	2,85	0,273	3	83,2	2,56	0,336
$\bar{\lambda}$ , Вт/(м $\cdot^{\circ}\text{C}$ )	0,277			$\bar{\lambda}$ , Вт/(м $\cdot^{\circ}\text{C}$ )	0,337		
$\gamma = 10\text{ c}^{-1}$				$\gamma = 35\text{ c}^{-1}$			
1	83,1	2,85	0,273	1	83,2	2,55	0,352
2	83,1	2,91	0,261	2	83,2	2,51	0,366
3	83,1	2,9	0,263	3	83,2	2,48	0,378
$\bar{\lambda}$ , Вт/(м $\cdot^{\circ}\text{C}$ )	0,266			$\bar{\lambda}$ , Вт/(м $\cdot^{\circ}\text{C}$ )	0,365		

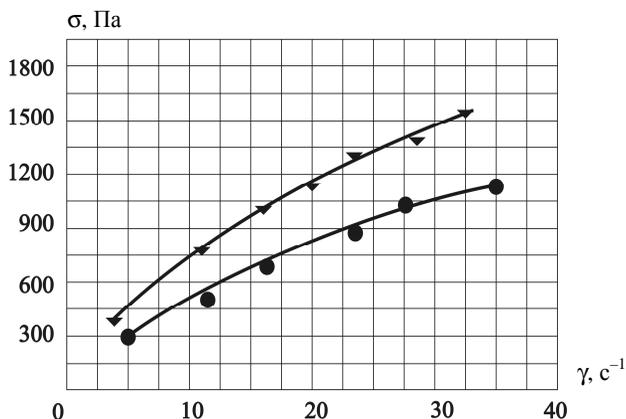
Были также проведены экспериментальные исследования зависимости теплопроводности смеси синтетического каучука «Структурол» с наноструктурными углеродными элементами (нанотрубками и нановолокнами). Углеродные нанотрубки и нановолокна были получены в ООО «НаноТехЦентр» (г. Тамбов) методом каталитического пиролиза, визуально представляют собой мелкодисперсный порошок черного цвета и известны под торговой маркой «Таунит» (табл. 5.3).

**5.3. Синтетический каучук с добавками из наноструктурных элементов,  $t = 30\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $m = 130$ ,  $n = 0,7$**

№ п/п	$U$ , В	$T^*$ , $^{\circ}\text{C}$	$\lambda$ , Вт/(м $\cdot^{\circ}\text{C}$ )	№ п/п	$U$ , В	$T^*$ , $^{\circ}\text{C}$	$\lambda$ , Вт/(м $\cdot^{\circ}\text{C}$ )
$\gamma = 0\text{ c}^{-1}$				$\gamma = 16\text{ c}^{-1}$			
1	83,1	2,66	0,319	1	83,1	2,34	0,440
2	83,1	2,67	0,316	2	83,1	2,26	0,486
3	83,1	2,63	0,327	3	83,1	2,3	0,462
$\bar{\lambda}$ , Вт/(м $\cdot^{\circ}\text{C}$ )	0,321			$\bar{\lambda}$ , Вт/(м $\cdot^{\circ}\text{C}$ )	0,463		
$\gamma = 4,6\text{ c}^{-1}$				$\gamma = 20\text{ c}^{-1}$			
1	83,1	2,46	0,386	1	83,1	2,34	0,440
2	83,1	2,54	0,356	2	83,1	2,24	0,500
3	83,1	2,51	0,366	3	83,1	2,25	0,492
$\bar{\lambda}$ , Вт/(м $\cdot^{\circ}\text{C}$ )	0,369			$\bar{\lambda}$ , Вт/(м $\cdot^{\circ}\text{C}$ )	0,477		
$\gamma = 10\text{ c}^{-1}$				$\gamma = 22\text{ c}^{-1}$			
1	83,1	2,46	0,386	1	83,1	2,18	0,542
2	83,1	2,56	0,350	2	83,1	2,2	0,527
3	83,1	2,55	0,352	3	83,1	2,22	0,512
$\bar{\lambda}$ , Вт/(м $\cdot^{\circ}\text{C}$ )	0,362			$\bar{\lambda}$ , Вт/(м $\cdot^{\circ}\text{C}$ )	0,527		

Была приготовлена суспензия, содержащая 0,2 г/мл нанозлементов в синтетическом каучуке. Кривые течения полученного материала имеют вид в соответствии с рис. 5.3.

Из рисунка 5.3 видно, что добавки из наноструктурных элементов существенно увеличивают касательное напряжение в слое при сдвиговом течении, а, следовательно, и коэффициент консистенции. При этом повышаются и неньютоновские свойства материала – индекс течения гораздо сильнее отличается от единицы.



**Рис. 5.3.** Кривые течения синтетического каучука «Структурол» с добавками из наноструктурных элементов при температурах: -  $\blacktriangledown$  - - 30 °C; -  $\bullet$  - - 40 °C

Анализ экспериментальных данных показывает, что с увеличением скорости сдвига теплопроводность суспензии возрастает. Это может быть объяснено тем, что на частички углеродных нанозлементов, находящиеся в сдвиговом потоке, действуют силы, которые вызывают их вращение и появление вторичных течений жидкости. Таким образом, появляется конвективная составляющая теплообмена, вызывающая увеличение кажущейся<sup>1</sup> теплопроводности материала в направлении, перпендикулярном скорости сдвига.

Полиоксизтилен (ПОЭ) – это мягкий, кристаллический, линейный термопласт белого цвета с температурой плавления около 70 °C. Его получают каталитической полимеризацией этиленоксида  $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}$ . Применяется как связующее для таблеток, кремов, свечей, а также участвует как компонент при формовании изделий из керамики, в порошковой металлургии, водорастворимых пленок. Отмечается разрушение молекулярных цепей при высоких скоростях сдвига.

Для 10%-ного раствора ПОЭ в воде были получены кривые течения, показанные на рис. 5.4. Анализ кривых течения позволяет сделать вывод, что данный раствор обладает существенными неньютоновскими свойствами, а кривые течения можно аппроксимировать степенным уравнением  $\sigma = m \dot{\gamma}^n$ . Значения  $m$  и  $n$  для раствора ПОЭ температурой 30, 40, 50 и 60 °C приведены в табл. 5.4.

<sup>1</sup> Термин «кажущаяся теплопроводность» в данном случае использован по аналогии с понятием «кажущаяся вязкость», применяющимся в реологии [8].

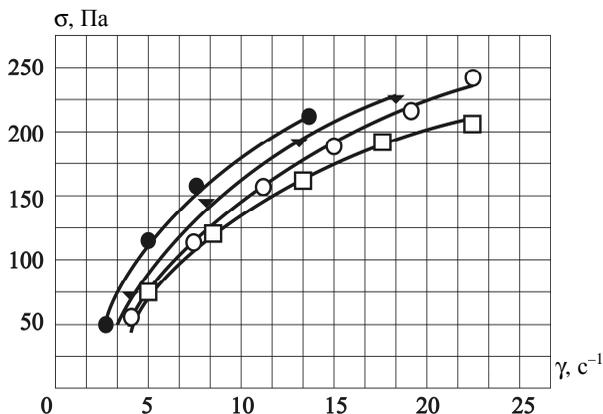


Рис. 5.4. Кривые течения 10%-ного раствора ПОЭ в воде при температурах: -●- – 30 °С; -▼- – 40 °С; -○- – 50 °С; -□- – 60 °С

Были проведены экспериментальные исследования зависимости теплопроводности 10%-ного водного раствора ПОЭ от скорости сдвига. Результаты экспериментов приведены в табл. 5.5 и 5.6.

Экспериментальные данные свидетельствуют о том, что при относительно низких температурах (30 °С) и при низких скоростях сдвига наблюдаются незначительное уменьшение теплопроводности и ее увеличение при повышении скорости сдвига. Уменьшение теплопроводности, на наш взгляд, вызвано ориентированием макромолекул вдоль течения, а ее повышение – разрушением молекулярных цепей и изменением структуры материала.

С использованием измерительного устройства были проведены также исследования по влиянию добавок наноструктурных элементов на зависимость реологических характеристик неотвержденной эпоксидной смолы (ТУ 2252-003-62417430-01) от скорости сдвига при различных температурах (см. табл. 5.7), где  $c_{нэ}$  – концентрация нанозлементов.

Таблица 5.4

Температура, °С	30	40	50	60
Показатель консистенции $m$ , Па·с <sup><i>n</i></sup>	44	32	26	20
Индекс течения $n$	0,58	0,65	0,73	0,78

**5.5. Водный раствор полиоксиэтилена 10%,  
t = 30 °C, m = 44, n = 0,58**

№ п/п	U, В	T*, °C	$\lambda$ , Вт/(м·°C)	№ п/п	U, В	T*, °C	$\lambda$ , Вт/(м·°C)
$\gamma = 0 \text{ c}^{-1}$				$\gamma = 15 \text{ c}^{-1}$			
1	78,0	1,93	0,527	1	78,2	1,97	0,495
2	78,1	1,98	0,488	2	78,2	1,95	0,511
3	78,1	2,00	0,474	3	78,2	1,99	0,481
$\bar{\lambda}$ , Вт/(м·°C)	0,496			$\bar{\lambda}$ , Вт/(м·°C)	0,496		
$\gamma = 5 \text{ c}^{-1}$				$\gamma = 20 \text{ c}^{-1}$			
1	78,05	2,07	0,431	1	78,0	1,98	0,488
2	78,02	2,0	0,474	2	77,9	1,95	0,511
3	79,0	2,05	0,472	3	77,9	1,94	0,518
$\bar{\lambda}$ , Вт/(м·°C)	0,459			$\bar{\lambda}$ , Вт/(м·°C)	0,506		
$\gamma = 10 \text{ c}^{-1}$				$\gamma = 25 \text{ c}^{-1}$			
1	78,2	1,92	0,535	1	78,2	1,9	0,553
2	78,2	1,92	0,535	2	77,8	1,85	0,603
3	78,2	1,94	0,518	3	77,8	1,84	0,614
$\bar{\lambda}$ , Вт/(м·°C)	0,529			$\bar{\lambda}$ , Вт/(м·°C)	0,590		

**5.6. Водный раствор полиоксиэтилена 10%,  
t = 40 °C, m = 32, n = 0,65**

№ п/п	U, В	T*, °C	$\lambda$ , Вт/(м·°C)	№ п/п	U, В	T*, °C	$\lambda$ , Вт/(м·°C)
$\gamma = 0 \text{ c}^{-1}$				$\gamma = 15 \text{ c}^{-1}$			
1	79,0	2,02	0,461	1	78,2	1,90	0,553
2	79,0	2,02	0,461	2	78,2	1,92	0,535
3	78,2	1,95	0,514	3	78,2	1,89	0,562
$\bar{\lambda}$ , Вт/(м·°C)	0,479			$\bar{\lambda}$ , Вт/(м·°C)	0,550		

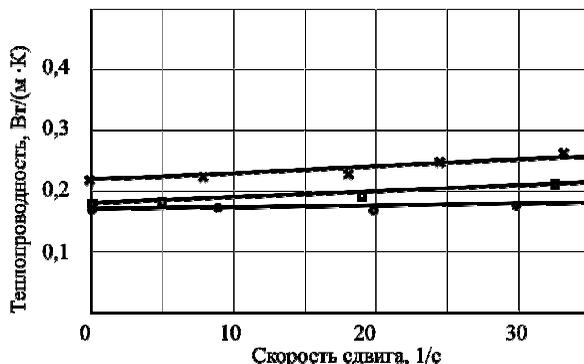
Продолжение табл. 5.6

№ п/п	$U, B$	$T^*, ^\circ C$	$\lambda, B\Gamma/(M \cdot ^\circ C)$	№ п/п	$U, B$	$T^*, ^\circ C$	$\lambda, B\Gamma/(M \cdot ^\circ C)$
$\gamma = 5 c^{-1}$				$\gamma = 20 c^{-1}$			
1	78,1	1,9	0,553	1	78,0	1,9	0,553
2	78,1	1,9	0,553	2	77,9	1,85	0,603
3	78,1	1,95	0,514	3	77,9	1,84	0,614
$\bar{\lambda}, B\Gamma/(M \cdot ^\circ C)$	0,540			$\bar{\lambda}, B\Gamma/(M \cdot ^\circ C)$	0,590		
$\gamma = 10 c^{-1}$				$\gamma = 25 c^{-1}$			
1	78,2	1,90	0,553	1	78,0	1,85	0,603
2	78,2	1,92	0,535	2	78,0	1,85	0,603
3	78,2	1,89	0,552	3	78,0	1,84	0,614
$\bar{\lambda}, B\Gamma/(M \cdot ^\circ C)$	0,547			$\bar{\lambda}, B\Gamma/(M \cdot ^\circ C)$	0,606		

### 5.7. Зависимость касательного напряжения $\sigma$ от скорости сдвига $\dot{\gamma}$ эпоксидной смолы

$c_{\text{НЭ}} = 0 \text{ г/мл}$				$c_{\text{НЭ}} = 0,12 \text{ г/мл}$			
$t = 30 ^\circ C$		$t = 40 ^\circ C$		$t = 30 ^\circ C$		$t = 40 ^\circ C$	
$\dot{\gamma}, c^{-1}$	$\sigma, \text{Па}$	$\dot{\gamma}, c^{-1}$	$\sigma, \text{Па}$	$\dot{\gamma}, c^{-1}$	$\sigma, \text{Па}$	$\dot{\gamma}, c^{-1}$	$\sigma, \text{Па}$
0	0	0	0	0	0	0	0
5,2	6,26	6,7	3,73	5,3	24,3	5,1	11,3
13	18,4	10	6,1	11	44,26	12,5	27,3
22,6	35,2	15,8	11,3	23,2	73	20,3	42,4
29,1	44,8	24,4	16,0	26,2	86	25,3	52,1
33,8	55	32,5	22,0	33,4	103	30,1	59,5

На рисунке 5.5 показаны зависимости теплопроводности от скорости сдвига для суспензии, приготовленной на основе трансформаторного масла и углеродного наноматериала (УНМ) «Таунит» при различных его концентрациях.



**Рис. 5.5.** Зависимость теплопроводности от скорости сдвига для суспензии, приготовленной из трансформаторного масла и наноуглеродного материала «Таунит» при концентрациях последнего:

○ – 0 г/мл; □ – 0,04 г/мл; × – 0,12 г/мл

Как видно из рис. 5.5, теплопроводность чистого масла с увеличением скорости сдвига остается практически постоянной, что говорит об отсутствии конвективного теплообмена в слое жидкости при вращении наружного цилиндра. С увеличением концентрации наблюдается рост теплопроводности суспензии как в неподвижном состоянии, так и при ее течении. При этом теплопроводность зависит также от скорости сдвига. Скорее всего, в этом случае определяется эффективная теплопроводность, так как при сдвиговом течении возможно появление вторичных течений, обусловленных вращением частичек твердого материала.

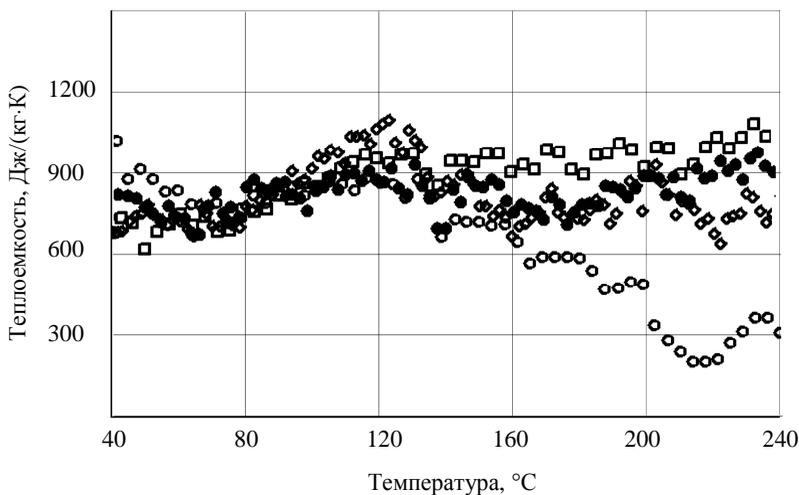
Обобщая вышеизложенное, можно сказать, что, несмотря на высокую теплопроводность отдельных углеродных нанотрубок, входящих в состав углеродного наноматериала «Таунит», теплопроводность суспензий и композитов, полученных с его помощью, повышается не столь значительно. Причинами этого могут быть неравномерное распределение хаотично ориентированных углеродных нанотрубок в полимерной матрице, неравномерное распределение материала в материале. Таким образом, задача создания методов распределения углеродных нанотрубок в полимерных материалах, обеспечивающего высокую теплопроводность получаемых композитов, в настоящее время остается актуальной.

Наличие углеродных нанотрубок в жидкости при ее сдвиговом течении вызывает более существенный рост теплопроводности, что может быть использовано при интенсификации процессов теплообмена в различных теплообменных аппаратах.

С помощью измерительной системы были проведены также исследования теплофизических характеристик – теплоемкости, теплопроводности и скорости поглощения тепла образцами модифицированных материалов в неподвижном состоянии.

Теплоемкость углеродного наноматериала «Таунит» определялась при скорости разогрева 0,1 К/с в интервале температур от 40 до 240 °С. В ходе экспериментального определения теплоемкости наблюдались тепловые эффекты (рис. 5.6), которые, очевидно, были вызваны фазовыми переходами компонентов материала. Тепловой эффект с поглощением тепла наблюдался при температурах 80...140 °С и в большей степени он был характерен для материала, содержащего наноуглеродные трубки, очищенные от катализатора. Такие трубки могут за счет капиллярного эффекта адсорбировать в себя влагу из воздуха, которая затем испарялась при разогреве, что и вызывало данный тепловой эффект.

Модернизированный прибор ИТ-с-400 в составе информационно-измерительной установки использовался для определения зависимости теплоемкости полиэтилена низкой плотности от температуры.



**Рис. 5.6. Зависимость теплоемкости углеродного наноструктурного материала «Таунит» от температуры:**

- – с добавлениями меди; ◇ – первый эксперимент для очищенного материала; □ – для неочищенного материала;
- – для очищенного материала после прогрева

При получении образцов для определения теплоемкости материала использовалась ручная литьевая машина с объемом загрузочной камеры  $V = 90 \text{ см}^3$ . В предварительно разогретую камеру до температуры  $150 \text{ }^\circ\text{C}$  загружался полимер, где он выдерживался при этой температуре в течение 10 минут (время прогрева термопласта), затем под действием механической силы через литниковый канал литьевой машины полимер выдавливался в форму диаметром  $D = 15 \text{ мм}$  и высотой  $h = 10 \text{ мм}$ , в которой охлаждался в течение 5 минут, затем образец извлекался из литьевой формы, замерялись его габаритные размеры с точностью до  $\pm 0,01 \text{ мм}$ . Образцы, имеющие отклонения по размерам или какие-либо дефекты, забраковывались.

Образцы изготавливали из полимера, полученного после переработки на валково-шнековом агрегате при различной частоте вращения шнека. Использовался различный материал (отходы ПЭНП, чистый ПЭНП и отходы ПЭНП + 0,5% Таунита).

На рисунке 5.7 показаны зависимости теплоемкости от температуры для образцов, полученных при вращении вала 13 об/мин и имеющих следующих обозначения:

M1 – получен из отходов ПЭНП с добавлением 0,5% Таунита при скорости вращения шнека 84 об/мин;

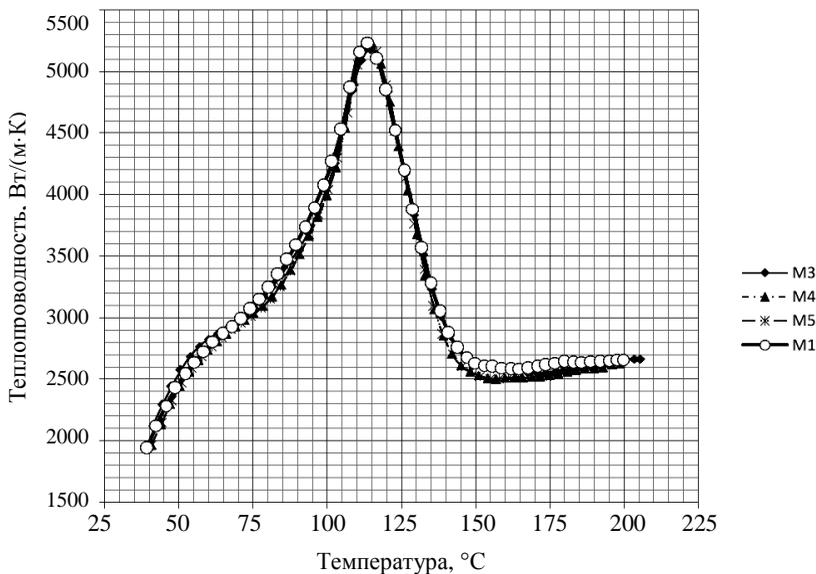
M3 – получен из отходов ПЭНП при скорости вращения шнека 28 об/мин;

M4 – получен из чистого ПЭНП при скорости вращения шнека 84 об/мин;

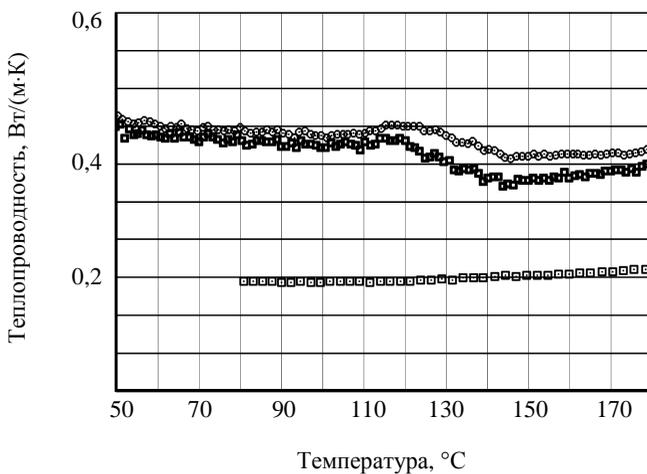
M5 – получен из чистого ПЭНП при скорости вращения шнека 28 об/мин.

Как показали эксперименты, режимы производства полиэтилена, а также количество добавляемого наноматериала «Таунит» не оказывают заметного влияния на зависимость теплоемкости материала от температуры.

С использованием автоматизированной измерительной системы для определения зависимости теплопроводности материалов от температуры были проведены исследования теплопроводности (рис. 5.8) насыпного слоя порошкового материала «Таунит», сверхвысокомолекулярного полиэтилена (СВМПЭ), содержащего добавки указанного материала, а также без них. Теплопроводность отдельных нанотрубок может достигать нескольких тысяч, однако, вопреки ожиданиям, теплопроводность полиэтилена СВМПЭ, содержащего материал «Таунит»,



**Рис. 5.7. Зависимость теплоемкости образцов ПЭНП от температуры**

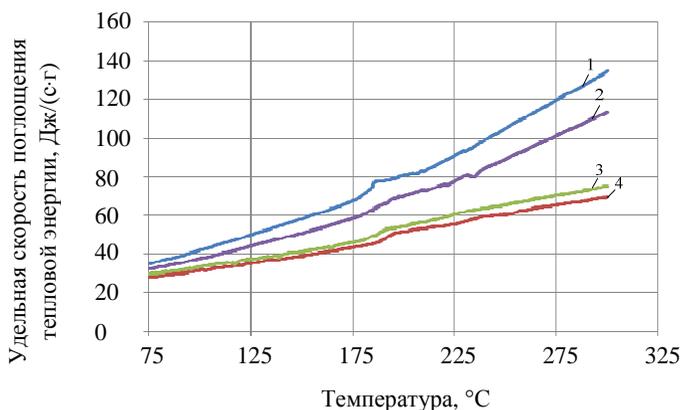


**Рис. 5.8. Зависимость теплопроводности от температуры для:**  
 □ – насыпного слоя материала «Таунит»; □ – полиэтилена СВМПЭ;  
 ○ – полиэтилена СВМПЭ с добавкой 1 мас. ч. материала «Таунит»

изменяется незначительно, а теплопроводность насыпного слоя материала находится в пределах 0,18...0,22 Вт/(м·К) при температурах 60...200 °С. Причиной этого может быть неравномерное распределение хаотично ориентированных углеродных нанотрубок в полимерной матрице. Таким образом, задача создания методов распределения углеродных нанотрубок в полимерных материалах, обеспечивающего высокую теплопроводность получаемых композитов, в настоящее время остается еще актуальной.

Особый интерес представляет зависимость мощности поглощения тепловой энергии от температуры для модифицированных полимерных материалов. Эта зависимость позволяет судить о чистоте вещества, степени его кристалличности, количестве тепла, необходимом для плавления материала. Для получения данных зависимостей целесообразно использовать модернизированный дифференциальный сканирующий калориметр. В частности, с его помощью была определена зависимость скорости поглощения тепловой энергии (мощности) для образца полисульфона.

Полисульфон – это гетероцепной аморфный полимер, содержащий в основной цепи повторяющиеся группы  $\text{SO}_2$ . Он обладает химической стойкостью ко многим веществам при нормальных и повышенных температурах: воде и водяному пару, растворам щелочей и многих кислот, топливам, маслам. Этот материал менее горюч, чем другие термопласты, стоек к радиации в широком диапазоне температур,



**Рис. 5.9.** Зависимость удельной скорости поглощения тепловой энергии от температуры образцами полисульфона, содержащими УНМ «Таунит»: 1 – 0,5%; 2 – 0,3%; 3 – 0,1%; 4 – 0%

характеризуется малой ползучестью, малой усадкой при формовании из расплава и низким водопоглощением, что обеспечивает высокую стабильность размеров изделий. Применяется в радиотехнике, авиационно-космической промышленности, электротехнике, мембранных технологиях, автомобилестроениях и других отраслях [122] как конструкционный материал для изготовления изделий, работающих длительное время в экстремальных условиях (при температурах от  $-100$  до  $+200$  °С).

На рисунке 5.9 показаны термограммы для образцов полисульфона. Из рисунка видно, что введение наноматериала «Таунит» существенно повышает удельную мощность поглощения тепловой энергии.

Это явление может быть объяснено изменением структуры полимерного материала при добавлении в него УНМ «Таунит».

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

---

Разработана математическая модель теплопереноса в измерительном устройстве для определения зависимости теплофизических характеристик полимерных материалов в жидкой фазе от скорости сдвига.

Разработан метод определения теплофизических характеристик жидких полимерных материалов при сдвиговом течении между двумя коаксиальными цилиндрами измерительного устройства, в котором наружный цилиндр имеет возможность вращаться с заданной угловой скоростью. Активная стадия измерения при этом проводится в два этапа. На первом этапе тепло к исследуемой жидкости подводится только за счет диссипации механической энергии вязкого трения в потоке, а на втором этапе (после достижения стационарного теплового режима) включается источник тепла во внутреннем цилиндре и регистрируется через равные интервалы времени температура в слое нагревателя;

Разработан двухэтапный метод определения теплофизических характеристик при сдвиговом течении жидких полимерных материалов, склонных к самопроизвольной полимеризации.

Разработано программное обеспечение измерительной установки по определению реологических характеристик и вторых диагональных компонентов тензоров теплопроводности и температуропроводности жидких неньютоновских материалов при их сдвиговом течении с использованием предложенного измерительного устройства.

Разработано алгоритмическое обеспечение автоматизированных измерительных установок для исследования зависимости теплоемкости и теплопроводности полимерных материалов от температуры, позволяющее дополнительно определять температуру деструкции полимеров, а также энтальпию плавления.

Изготовлены измерительное устройство и автоматизированная измерительная установка для определения зависимостей теплофизических и реологических характеристик исследуемой неньютоновской жидкости от скорости сдвига.

Разработано программное обеспечение для управления ходом эксперимента и обработки экспериментальных данных при определении зависимости теплофизических характеристик неньютоновских жидкостей от температуры и скорости сдвига.

Разработано программное обеспечение для определения температурного поля в сдвиговом потоке неньютоновской жидкости, учитывающее зависимость ее теплофизических характеристик от температуры и скорости сдвига.

Получены новые экспериментальные данные по определению зависимости от скорости сдвига теплопроводности жидких синтетических каучуков, в том числе каучука «Структурол», модифицированного с помощью углеродного наноматериала «Таунит».

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

---

1. Тадмор, З. Теоретические основы переработки полимеров / З. Тадмор, К. Гогос ; пер. с англ. – М. : Химия, 1984. – 632 с.
2. Бернхардт, Э. Переработка термопластичных материалов / Э. Бернхардт ; под ред. Г.М. Виноградова ; пер.с англ. – М. : Химия, 1965. – 442 с.
3. В.Н.А.А. van den Brule, P.J. Slikkerveer. Anisotropic Conduction of Heat Caused by Molecular Orientation in a Flowing Polymeric Liquid // *Rheologica Acta*. – 1990. – Vol. 29, N 3. – P. 175 – 181.
4. Keller, A. Unusual Orientation Phenomena in Polyethylene Interpreted in Terms of the Morphology / A. Keller // *J. Polym. Sci.* – 1955. – Vol. 15 (79) – P. 31 – 49.
5. Харитонов, В.В. Теплофизика полимеров и полимерных композиций / В.В. Харитонов. – Минск : Высшая школа, 1983. – 162 с.
6. Ориентационные явления в растворах и расплавах полимеров / под ред. А.Я. Малкина, С.П. Папкина. – М. : Химия, 1980. – 280 с.
7. Мак-Келви, Д.М. Переработка полимеров / Д.М. Мак-Келви ; пер. с англ. Д.М. Мак-Келви ; под ред. Г.В. Виноградова, С.И. Гдалина, А.И. Леонова, А.Я. Малкина. – М. : Химия, 1965. – 444 с.
8. Колодежнов, В.Н. Моделирование диссипативного разогрева для сдвиговых течений неньютоновских жидкостей в плоских каналах: анализ частных случаев : монография / В.Н. Колодежнов, А.В. Колтаков ; ГОУ ВПО «Воронежская государственная технологическая академия». – Воронеж : Изд-во ВГПУ, 2008. – 251 с.
9. Пономарев, С.В. Методы и устройства для измерения эффективных теплофизических характеристик потоков технологических жидкостей : учеб. пособие для вузов / С.В. Пономарев, С.В. Мищенко. – Тамбов : ТГТУ, 1997. – 248 с.
10. Shin, S. Thermal conductivity of suspensions in shear flow fields / S. Shin, S.-H. Lee // *International Journal of Heat and Mass Transfer*. – 2000. – N 43. – P. 4275 – 4284.
11. Li, S.X.Q. Shear rate dependent thermal conductivity measurement of two fruit juice concentrates / S.X.Q. Li, X.D. Chen, Z.D. Chen, P. Vandopadhyay // *Journal of Food Engineering*. – 2003. – N 57. – P. 217 – 224.
12. Tavman, I.H. An apparatus for measuring the thermal conductivity and viscosity of polymers under shearing strain / I.H. Tavman // *Measurement Science and Technology*. – 1997. – N 8. – P. 287 – 292.
13. Low-cost viscometer based on energy dissipation in viscous liquids / C. Hashimoto, G. Cristobal, A. Nicolas, P. Panizza, J. Rouch,

Н. Ushiki // Measurement Science and Technology. – 2001. – N 12. – P. 514 – 518.

14. Пономарев, С.В. Теоретические и практические аспекты теплофизических измерений : монография. В 2 кн. / С.В. Пономарев, С.В. Мищенко, А.Г. Дивин. – Тамбов : Изд-во Тамб. гос. техн. ун-та, 2006. – Кн. 1. – 204 с.

15. Пономарев, С.В. Теоретические и практические аспекты теплофизических измерений : монография. В 2 кн. / С.В. Пономарев, С.В. Мищенко, А.Г. Дивин. – Тамбов : Изд-во Тамб. гос. техн. ун-та, 2006. – Кн. 2. – 216 с.

16. Пономарев, С.В. Теоретические и практические основы теплофизических измерений : монография / С.В. Пономарев, С.В. Мищенко, А.Г. Дивин, В.А. Вертоградский, А.А. Чуриков. – М. : ФИЗМАТЛИТ, 2008. – 408 с.

17. Пономарев, С.В. Разработка и исследование методов и устройств для непрерывного измерения теплофизических свойств жидкостей : дис. ... канд. техн. наук / С.В. Пономарев. – М. : МИХМ, 1978. – 195 с.

18. Graetz, L. Veber die Wärmeleitfähigkeit von Flüssigkeiten / L. Graetz // Ann. der Physik und Chemie. – 1883. – Bd. XVIII. – S. 79 – 94.

19. Карслоу, Г. Теплопроводность твердых тел / Г. Карслоу, Д. Егер. – М. : Наука, 1964. – 487 с.

20. Nettleton, H.R. On a new method of determining thermal conductivity / H.R. Nettleton // Physical society Proceedings. – 1910. – Vol. 22. – P. 278 – 288.

21. Шумилов, П.П. Исследование передачи тепла при движении нефтей и других жидкостей и газов по трубам / П.П. Шумилов, В.С. Яблонский // Нефтяное хозяйство. – 1929. – Т. 16, № 5. – С. 683 – 705.

22. Nusselt, W. Die Abhängigkeit der Wärmeübergangszahl von Rohrlänge / W. Nusselt // Zeitschrift des Vereines Deutscher Ingenieure. – 1910. – Bd. 54. – N 28. – S. 1154 – 1158.

23. Варгафтик, Н.В. Критика данных по теплопроводности нефтепродуктов / Н.В. Варгафтик // Нефтяное хозяйство. – 1938. – № 9. – С. 33 – 38.

24. А. с. 463000 СССР. Способ измерения температуропроводности жидкости / В.В. Власов, М.В. Кулаков, С.В. Пономарев. Бюл. № 9. – 1975.

25. А. с. 495593 СССР. Способ определения температуропроводности жидкости / В.В. Власов, М.В. Кулаков, С.В. Пономарев и др. Бюл. № 46. – 1976.

26. А. с. 518694 СССР, МКИ G 01 N 11/00. Способ измерения вязкости жидкости / С.В. Пономарев, В.В. Власов, М.В. Кулаков, М.М. Мордасов. Бюл. № 23. – 1975.

27. А. с. 560172 СССР, МКИ G 01 N 25/18. Способ определения теплофизических свойств движущейся жидкости / С.В. Пономарев, В.В. Власов, М.В. Кулаков, А.В. Трофимов. Бюл. № 20. – 1977.

28. А. с. 678332 СССР, МКИ G 01 K 3/02. Устройство для измерения среднеинтегрального значения температуры среды / С.В. Пономарев, В.В. Власов, Ю.С. Шаталов, А.К. Паньков, А.В. Трофимов, Е.Н. Зотов, А.А. Чуриков, Н.П. Федоров. Бюл. № 29. – 1979.

29. А. с. 1223110 А СССР. Способ определения температуропроводности жидкости / С.В. Пономарев, Л.И. Епифанов, Э.А. Шуваев, Ю.В. Семейнинов. Бюл. № 13. – 1975.

30. Макаров, В.С. Удельная теплоемкость жидкой фракции свиного навоза / В.С. Макаров, В.П. Капустин, С.В. Пономарев // Механизация и электрификация социалистического сельского хозяйства. – 1977. – № 12. – С. 121–122.

31. Макаров, В.С. Измерения теплофизических свойств некоторых жидкостей методами ламинарного режима / В.С. Макаров, А.Я. Наумова, С.В. Пономарев // Автоматизация и комплексная механизация химико-технологических процессов. – Ярославль, 1978. – С. 84 – 87.

32. Метод контроля момента окончания реакции диазотирования / В.В. Власов, М.В. Кулаков, С.В. Пономарев, В.Д. Рязанцев // Автоматизация и комплексная механизация химико-технологических процессов. – Ярославль, 1978. – С. 73 – 75.

33. К вопросу о применении методов ламинарного режима для измерения теплофизических свойств жидкостей / В.В. Власов, М.В. Кулаков, С.В. Пономарев, С.В. Мищенко // VI Всесоюзная конференция по теплофизическим свойствам веществ, 27–28 ноября 1978. – Минск, 1978. – С. 79–80.

34. Устройство для измерения теплофизических характеристик твердых и жидких сред / И.Н. Акулинин, П.С. Беляев, С.В. Мищенко и др. // Промышленная теплотехника. – 1981. – Т. 3, № 1. – С. 38–39.

35. К вопросу о непрерывном измерении теплофизических свойств неньютоновских жидкостей методом ламинарного режима / В.В. Власов, Ю.С. Шаталов, С.В. Пономарев, С.В. Мищенко // Вторая конференция по дифференциальным уравнениям : резюме докладов и сообщений. – Русе (Болгария), 1981. – С. 23.

36. Пономарев, С.В. Алгоритм оптимального проектирования первичных преобразователей для измерения температуропроводности жидкости методом ламинарного режима / С.В. Пономарев, С.В. Мищенко, П.С. Беляев // Автоматизация и роботизация в химической промышленности. – Тамбов : ТИХМ, 1986. – С. 218–219.

37. Мищенко, С.В. Применение интегральных характеристик температуры для расчета теплофизических свойств жидких химикатов /

С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, П.С. Беляев // Синтез и исследование эффективности химикатов для полимерных материалов. – Тамбов : НИИХИМПОЛИМЕР, 1986. – С. 157–158.

38. Методика вычисления теплофизических свойств жидкостей / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, А.А. Чуриков и др. // Методы спектрального анализа в народном хозяйстве. – Тамбов, 1987. – С. 111.

39. Мищенко, С.В. Автоматизированная система научных исследований теплофизических свойств готовых изделий, твердых образцов и жидкостей / С.В. Мищенко, А.А. Чуриков, С.В. Пономарев // Тезисы докл. Всесоюз. науч.-техн. конф. «Методы и средства теплофизических измерений». – М., 1987. – Ч. 1. – С. 60–61.

40. Пономарев, С.В. Анализ источников систематических и случайных погрешностей при измерении теплофизических свойств жидкостей методами ламинарного режима / С.В. Пономарев // Новейшие исследования в области теплофизических свойств. – Тамбов, 1988. – С. 110.

41. Пономарев, С.В. Алгоритм расчета нестационарного процесса переноса тепла в ламинарном потоке жидкости при течении в трубе / С.В. Пономарев, А.В. Шаповалов // Новейшие исследования в области теплофизических свойств. – Тамбов, 1988. – С. 44.

42. Мищенко, С.В. Выбор оптимальных режимных параметров при измерении теплофизических свойств жидкостей методами ламинарного режима / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев // VIII Всесоюзная конференция по теплофизическим свойствам веществ. – Новосибирск, 1988. – Ч. 1. – С. 219.

43. Цедерберг, Н.В. Теплопроводность газов и жидкостей / Н.В. Цедерберг. – М. : Госэнергоиздат, 1963. – 468 с.

44. Годовский, Ю.К. Теплофизические методы исследования полимеров / Ю.К. Годовский. – М. : Химия, 1976.

45. Лыков, А.В. Теория теплопроводности / А.В. Лыков. – М. : Высшая школа, 1967. – 600 с.

46. Методы определения теплопроводности и температуропроводности / А.Г. Шашков, Е.М. Волохов, Т.Н. Абраменко, В.П. Козлов. – М. : Энергия, 1973. – 336 с.

47. Теплофизические измерения. Справочное пособие по методам расчета полей, характеристик теплопереноса и автоматизации измерений / В.В. Власов и др. – Тамбов, 1975. – 256 с.

48. Методы и устройства неразрушающего контроля теплофизических свойств материалов массивных тел / В.В. Власов, Ю.С. Шаталов, Е.Н. Зотов и др. // Измерительная техника. – 1980. – № 6. – С. 42–45.

49. Неразрушающий контроль зависящих от температуры коэффициентов тепло- и температуропроводности / В.В. Власов, Ю.С. Шаталов, А.А. Чуриков, Е.Н. Зотов // Промышленная теплотехника. – 1981. – Т. 3, № 3. – С. 43–52.

50. Ponomarev, S.V. Measurements of Thermophysical Properties by Laminar Methods / S.V. Ponomarev, S.V. Mishchenko, T.F. Irvine. Jr. – New York : Begell House, Inc, 2001. – 274 p.

51. А. с. 1376022 А1 СССР. Способ автоматического определения температуропроводности жидкости / С.В. Пономарев, С.В. Мищенко, П.С. Беляев, А.П. Фролов. Бюл. № 7. – 1988.

52. А. с. 1711054 А2 СССР. Способ определения температуропроводности жидкости / С.В. Пономарев, Б.И. Герасимов, В.Н. Перов. Бюл. № 5. – 1992.

53. А. с. 817562 СССР, МКИ G 01 N 25/18. Устройство для анализа движущейся жидкости / Т.Ф. Коваленко, Д.В. Беляев, С.Г. Андрианов, А.Д. Кузьмин. Бюл. № 12. – 1981.

54. А. с. 1495697 СССР, МКИ G 01 N 25/18. Способ измерения температуропроводности жидкости / Е.П. Пистун, Я.Т. Рогоцкий, И.С. Васильковский. Бюл. № 27. – 1989.

55. А. с. 1673940 СССР. Способ комплексного определения теплофизических свойств жидкости / С.В. Пономарев, В.Н. Перов. Бюл. № 32. – 1991.

56. А. с. 1681217 А1 СССР. Способ определения теплофизических характеристик жидкости / С.В. Пономарев, С.В. Мищенко, Б.И. Герасимов, В.М. Жилкин, Г.Ш. Каржауов. Бюл. № 36. – 1991.

57. А. с. 1827609 А1 СССР. Способ измерения теплопроводности жидкости / О.Ю. Сабсай, С.В. Пономарев, В.А. Вертоградский, В.Н. Кириллов, С.В. Мищенко. Бюл. № 26. – 1993.

58. А. с. 1820309 СССР. Измерения теплофизических свойств жидкости / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, А.Г. Дивин, А.А. Чуриков. Бюл. № 21. – 1993.

59. Cocci, A.A. Rate of strain effect on thermal conductivity of polymer liquid / A.A. Cocci, J.J. Picot // Polymer Engineering and Science. – 1973. – 13, 337 – 341.

60. Экспериментальное исследование комплекса теплофизических свойств жидкостей / Л.П. Филиппов, С.Н. Нефедов, С.Н. Кравчун, Е.А. Кольханова // ИФЖ. – 1980. – Т. 38, № 4. – С. 644 – 649.

61. Исследование анизотропии теплопроводности текучих систем при сдвиге / А.В. Лыков, Л.Н. Новиченок, Г.В. Гнилицкий, Л.Н. Хохленков // Теоретическая и инструментальная реология. – Минск : ИТМО, 1970. – Т. 1. – С. 77 – 86.

62. Лыков, А.В. Сдвиговая анизотропия теплопроводности текучих дисперсных систем / А.В. Лыков, Л.Н. Новиченок, З.П. Шульман // Тепло- и массоперенос. – Минск : Наука и техника, 1968. – Т. 10. – С. 228 – 233.

63. Shao Cong Dai Tanner. Anisotropic thermal conductivity in shared polypropylene / Shao Cong Dai // *I. Roger Rheologica Acta*. – 2006. – 45. – P. 228 – 238.

64. Anisotropic Thermal Diffusivity Measurements in Deforming Polymers and the Stress-Thermal Rule / D.C. Venerus, J.D. Shiber, H. Iddir, J. Guzman, A. Broerman // *International Journal of Thermophysic*. – 2001. – Vol. 22, N 4. – P. 1215 – 1220.

65. Washo, B.D. Heat Conduction in Linear Amorphous Polymers: Orientation Anisotropy / B.D. Washo, D. Hansen // *Journal of Applied Physics*. – 1969. – Vol. 40, N 6. – P. 2423 – 2427.

66. Хабахпашева, Е.М. О зависимости коэффициента теплопроводности неньютоновских жидкостей от скорости сдвига / Е.М. Хабахпашева, Ю.С. Чирков, Ю.В. Костылев // *ИФЖ*. – 1968. – Т. 14, № 5. – С. 918–919.

67. Чередниченко, Г.И. Физико-химические и теплофизические свойства смазочных материалов / Г.И. Чередниченко, Г.Б. Фройштегер, П.М. Ступак. – Л. : Химия, 1986. – 224 с.

68. Реологические и теплофизические свойства пластичных смазок / Г.Б. Фройштегер, К.К. Триласский, Ю.Л. Ищук, П.М. Ступак. – М. : Химия, 1980. – 175 с.

69. Шульман, З.П. Магнито-реологический эффект / З.П. Шульман, В.М. Кордонский. – Минск : Наука и техника, 1980. – 184 с.

70. Метод определения тепловых эффектов при сдвиговом течении полимерных систем / В.Ф. Поляков, А.Я. Малкин, Б.А. Арутюнов, В.А. Платонов, Н.В. Васильева, В.Г. Куличихин // *Высокомолекулярные соединения*. – 1976. – Т. XVIII, № 9. – С. 2134 – 2137.

71. Bellet, D. Détermination des propriétés thermophysiques de liquides non-Newtonian á l'aide d'une á cylindres coaxiaux / D. Bellet, M. Sengelin et C. Thirriot // *Int. J. Heat Mass Transfer*. – 1975. – 18. – 1177.

72. Shin, S. Thermal conductivity of suspensions in shear flow fields / S. Shin, S.-H. Lee // *International Journal of Heat and Mass Transfer*. – 2000. – N 43. – P. 4275 – 4284.

73. Wallace, D.J. Shear Dependence of Thermal Conductivity in Polyethylene Melts / D.J. Wallace // *Polym. Eng. Sci*. – 1985. – N 25. – P. 70 – 74.

74. Low-cost viscometer based on energy dissipation in viscous liquids / C. Hashimoto, G. Cristobal, A. Nicolas, P. Panizza, J. Rouch, H. Ushiki // *Measurement Science and Technology*. – 2001. – 12. – P. 514 – 518.

75. Lee, Dong-Lyeol. Shear Rate Dependet Thermal Conductivity Measurements of Non Newtonian Fluids / Lee Dong-Lyeol, Thomas F. Irvine // *Experimental Thermal and Fluid Science*. – 1997. – 15. – P. 16 – 24.

76. Picot, J.J. C. Shear induced Anisotropy in Thermal Conductivity of a Polyethylene Melt / J.J.C. Picot, G.I. Goobie, G.S. Mawhinney // *Polymer Engineer and Science*. – 1982. – Vol. 22, N 3. – P. 154 – 157.

77. Loulou, T. Etude experimentale de la conductivité thermique de fluids non-Newtoniens sous cisaillement application aux solutions de Carbopol / T. Loulou, H. Peerhossaini, J.P. Bardon // *Heat Mass Transfer*. – 1992. – Vol. 35, N 10. – P. 2557 – 2562.

78. Chaliche, M. Transfert de chaleur dans une configuration cone-plateau et mesure de la conductivité thermique en présence d'une vitesse de cisaillement / M. Chaliche, D. Delaunay et J.P. Bardon // *Int. J. Heat Mass Transfer*. – 1994. – Vol. 37, N 16, – P. 2381 – 2389.

79. Лаборатория учебного физического эксперимента физического факультета Томского государственного университета: портал [электронный ресурс]. – URL : [http://www.demophys.tsu.ru/Original/Teylor\\_rotors.html](http://www.demophys.tsu.ru/Original/Teylor_rotors.html) (дата обращения 23.07.2011).

80. Щукин, В.К. Теплообмен и гидродинамика внутренних потоков в полях массовых сил / В.К. Щукин. – М. : Машиностроение, 1970. – С. 332.

81. Snyder, H.A. Experiments on the stability of Couette motion with a radial thermal gradient / H.A. Snyder, S.K. Karlsson // *7-e Physics of Fluids*. – 1964. – Vol. 7, N 10. – P. 234

82. Nissan, A.H. The onset of Affereent modes of instability for flow Getween rotating Tylinders / A.H. Nissan, J.L. Nardacci, C.Y. Ho // *A. I. Ch. E. Jornal*. – 1963. – N 5. – P. 209.

83. Taylor, G.I. Stability of a viscous fluid containd n-ween tmo rotatig cylinders / G.I. Taylor // *Phil. Trans. of the Roy.S. (London), Sen. A*. – 1923. – Vol. 3. – P. 223.

84. Kays, W.M. Heat Transfer from a Rotating Cylinder with and without Cross Flow / W.M. Kays, I.S. Bjorklund // *Trans. ASME. Ser. C: J. Heat Transfer*. – 1958. – Vol. 80. – P. 70 – 78.

85. Bjorklund, I.S. Heat transfer concentric rotating cylinders / I.S. Bjorklund, W.M. Kays // *Trans. of the ASME*. – 1959. – Vol. 81. – P. 435 – 447.

86. Беккер, К.Н. Изучение неадиабатического течения в кольцевом канале с внутренним вращающимся цилиндром / К.Н. Беккер, Д.Ж. Кэй // *Теплопередача*. – 1962. – № 2. – С. 18 – 25.

87. Беккер, К.Н. Влияние радиального градиента температур на неустойчивость течения между двумя концентрическими цилиндрами, из которых внутренний вращается, а внешний неподвижен / К.Н. Беккер, Д.Ж. Кэй // *Теплопередача*. – 1962. – Т. 84, № 2. – С. 13 – 17.

88. Петухов, Б.С. Теплообмен и сопротивление при ламинарном течении жидкости в трубах / Б.С. Петухов. – М. : Энергия, 1967. – 411 с.

89. Теплофизические свойства полимеров : справочник / под ред. Ю.С. Липатова. – Киев : Наукова думка, 1977. – 244 с.

90. Малкин, А.Я. Реология в технологии полимеров (Основные закономерности течения полимеров) / А.Я. Малкин. – М. : Знание, 1985. – 32 с.

91. Теплофизические измерения и приборы : учебное пособие / Е.С. Платунов, И.В. Баранов, С.Е. Буравой, В.В. Курепин ; под ред. Е.С. Платунова. – СПб. : СПбГУНиПТ, 2010. – 738 с.

92. Торнер, Р.В. Теоретические основы переработки полимеров (механика процессов) / Р.В. Торнер. – М. : Химия, 1977. – 464 с.

93. Справочник по теплопроводности жидкостей и газов / Н.Б. Варгафтик, Л.П. Филиппов, А.А. Тарзиманов, Е.Е. Тоцкий. – М. : Энергоатомиздат, 1990. – 352 с.

94. Лойцянский, Л.Г. Механика жидкости и газа / Л.Г. Лойцянский. – М. : Наука, 1973. – 848 с.

95. Тихонов, А.Н. Дифференциальные уравнения / А.Н. Тихонов, А.Г. Васильева, А.Г. Свешников. – М. : Наука, 1985. – 232 с.

96. Руководство ЕВРАХИМ/СИТАК. Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях. Пер. с англ. – СПб. : ВНИИМ им. Д.И. Менделеева, 2002. – 149 с.

97. Гроссберг, А.Ю. Физика в мире полимеров / А.Ю. Гроссберг, А.Р. Хохлов. – М. : Наука, 1989. – 208 с.

98. Белкин, И.М. Ротационные приборы / И.М. Белкин, Г.В. Виноградов, А.И. Леонов. – М. : Машиностроение, 1968.

99. Автоматизированная измерительная установка для исследования зависимости теплопроводности и реологических характеристик неньютоновских жидкостей от скорости сдвига / А.Г. Дивин, С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, Г.В. Мозгова, А.Г. Ткачев // Приборы и техника эксперимента. – 2008. – № 3. – С. 163 – 172.

100. An 4. Automated Measurement Setup for Studying the Dependences of the Thermal Conductivity and Rheological Characteristics of Non-Newtonian Fluids on the Shear Rate / A.G. Divin, S.V. Mishchenko, S.V. Ponomarev, G.V. Mozgova, A.G. Tkachev // Instruments and Experimental Techniques. – 2008. – Vol. 51, N 3. – P. 480 – 488.

101. Современные физические методы исследования полимеров / под ред. Г.Л. Слонимского. – М. : Химия, 1982. – 256 с.

102. Fuilin, Gui. Theretical and Experimental Study Of The Falling Cylinder Viscosimeter / Fuilin Gui, F. Thomas, Jr. Irvine // Int. Jour Heat & Mass Transfer. – 1994. – 37 (Suppliment). – P. 41 – 50.

103. Капролон, капролоновые изделия: портал [электронный ресурс]. – URL : <http://www.kaprolon-spb.ru> (дата обращения 23.08.2011).

104. Mischenko, S.V. An Automated System for the Investigation of the Thermophysical Properties of Liquids in Shear Flow / S.V. Mischenko, S.V. Ponomarev, A.G. Divin // High Temperatures-High Pressures. – 1995. – Vol. 26, N 3. – P. 287 – 298.

105. Пронкин, Н.С. Основы метрологии: практикум по метрологии и измерениям : учеб. пособие для вузов / Н.С. Пронкин. – М. : Логос ; Университетская книга, 2007. – 392 с.

106. Щ300. Прибор комбинированный цифровой. Техническое описание и инструкция по эксплуатации 3.349.033 ТО. Альбом 1.

107. Крылова, Г.Д. Основы стандартизации, сертификации, метрологии : учебник для вузов / Г.Д. Крылова. – 2-е изд., перераб. и доп. – М. : ЮНИТИ ДАНА, 2000.

108. Сергеев, А.Г. Метрология, стандартизация, сертификация : учебное пособие для вузов / А.Г. Сергеев, М.В. Латышев, В.В. Терегеря. – 2-е изд., перераб. и доп. – М. : Логос, 2004. – 560 с.

109. Димов, Ю.В. Метрология, стандартизация и сертификация : учебник для вузов / Ю. В. Димов. – 2-е изд. – СПб. : Питер, 2004. – 432 с.

110. История метрологии, стандартизации, сертификации и управления качеством : учебное пособие / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, Е.С. Пономарева, Р.Н. Евлахин, Г.В. Мозгова. – Тамбов : Изд-во Тамб. гос. техн. ун-та, 2003. – 94 с.

111. Многофункциональные устройства сбора данных M-серии: портал [электронный ресурс]. URL : <http://digital.ni.com/worldwide/russia.ns1/web/all/6BFqF1F0190E887A86257A00360EB7#speed>.

112. Суранов А.Я. LabVIEW 8.20: Справочник по функциям / А.Я. Суранов. – М. : ДМК Пресс, 2007. – 536 с.

113. Евдокимов, Ю.К. LabVIEW для радиоинженера: от виртуальной модели до реального прибора. Практическое руководство для работы в программной среде LabVIEW / Ю.К. Евдокимов, В.Р. Линдваль, Г.И. Щербаков. – М. : ДМК Пресс, 2007. – 400 с.

114. LabVIEW: практикум по основам измерительных технологий : учебное пособие для вузов / В.К. Батоврин, А.С. Бессонов, В.В. Мошкин, В.Ф. Папуловский. – М. : ДМК Пресс, 2005. – 208 с.

115. РМГ29–99. Основные термины и определения. – Введ. 2001.01.01. – М. : Изд-во стандартов, 2003.

116. Пономарев, С.В. К вопросу о вычислении теплофизических свойств жидкости / С.В. Пономарев, А.Г. Дивин // Теплофизика релаксирующих систем. – Тамбов, 1990. – С. 65–66.

117. Методика введения поправки в результаты измерения теплофизических свойств / С.В. Пономарев, А.Г. Дивин, Р.В. Романов, А.В. Щербаков // I науч. конф. ТГТУ. – Тамбов : Изд-во ТГТУ, 1994. – С. 60–61.

118. Эткин, Л.Г. Виброчастотные датчики. Теория и практика / Л.Г. Эткин. – М. : Изд-во МГТУ им Н.Э. Баумана, 2004. – 408 с.
119. РМГ 62–2003. Обеспечение эффективности измерений при управлении технологическими процессами. Оценивание погрешности измерений при ограниченной исходной информации. – Введ. 2005.01.01. – М. : Изд-во стандартов, 2003.
120. Документация на измеритель ИТ-с-400.
121. Документация на измеритель ИТ-л-400.
122. Полисульфоны: портал [электронный ресурс]. – URL : <http://www.xumuk.ru/encyklopedia/2/3573.html> (дата обращения 23.08.2011).
123. Янков, В.И. Процессы переработки волокнообразующих полимеров (Методы расчета) / В.И. Янков, В.П. Первадчук, В.И. Боярченко. – М. : Химия, 1989. – 318 с.
124. Переработка каучуков и резиновых смесей / Е.Г. Вострокнутов, М.И. Новиков, В.И. Новиков, Н.В. Прозоровская. – М. : Химия, 1980. – 280 с.
125. Вострокнутов, Е.Г. Реологические основы переработки эластомеров / Е.Г. Вострокнутов, Г.В. Виноградов. – М. : Химия, 1988. – 227 с.
126. Демидович, Б.П. Основы вычислительной математики / Б.П. Демидович, И.А. Марон. – М. : Наука, 1970. – 664 с.
127. Метод идентификации коэффициентов температуропроводности и теплопроводности твердых материалов и жидкостей / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, А.Г. Дивин, А.Г. Моцеровский // Автоматизация и роботизация в химической промышленности : тез. докл. Всесоюз. науч. конф., 5 – 9 сентября 1988. – Тамбов, 1988. – С. 50.
128. Пономарев, С.В. Метод идентификации коэффициентов температуропроводности и теплопроводности жидкости / С.В. Пономарев, А.Г. Дивин, А.Б. Михайлов // Моделирование системы автоматизированного проектирования, автоматизированных систем научных исследований и гибких автоматизированных производств. – Тамбов, 1989. – С. 123.
129. Мищенко, С.В. Метод идентификации теплофизических свойств жидкости / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, А.Г. Дивин // Термодинамика и теплофизические свойства веществ : сб. науч. тр. – М. : МЭИ, 1989. – № 206. – С. 59 – 63.
130. Пономарев, С.В. К вопросу о вычислении теплофизических свойств жидкости / С.В. Пономарев, А.Г. Дивин // Теплофизика релаксирующих систем : краткие тезисы докладов к предстоящему Всесоюзному совещанию-семинару молодых ученых (X Всесоюзная теплофизическая школа). – Тамбов, 1990. – С. 65–66.

131. Пономарев, С.В. Методы ламинарного режима и средства измерения теплофизических свойств жидкостей / С.В. Пономарев, А.Г. Дивин // Теплофизика релаксирующих систем : краткие тезисы докладов к предстоящему Всесоюзному совещанию-семинару молодых ученых (X Всесоюзная теплофизическая школа). – Тамбов, 1990. – С. 71.

132. Пономарев, С.В. Математическая модель динамических процессов теплопереноса в ламинарном потоке жидкости при течении в плоском канале / С.В. Пономарев, А.Г. Дивин // Третья Всесоюзная конф. «Динамика процессов и аппаратов химической технологии» : тезисы докладов (8 – 12 октября 1990). – Воронеж, 1990. – С. 48–49.

133. Пономарев, С.В. Обзор методов и устройств для измерения теплофизических свойств жидкостей при ламинарном режиме течения / С.В. Пономарев, А.Г. Дивин. – М., 1990. – Деп. во ВИНТИ 26.07.90, № 4265-В90.

134. Мищенко, С.В. Метод, устройство и автоматизированная система научных исследований теплофизических свойств материалов / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, А.Г. Дивин. – М., 1992. – Деп. в Информприборе 17.07.92, № 5080.

135. Пономарев, С.В. Метод вычисления теплофизических свойств материалов / С.В. Пономарев, А.Г. Дивин, Б.Е. Харланов // Современные методы в теории краевых задач. – Воронеж : ВГУ, 1992. – С. 88.

136. Пономарев, С.В. Частотный метод определения теплофизических свойств жидкостей / С.В. Пономарев, А.Г. Дивин, Б.Е. Харланов // Современные методы в теории краевых задач. – Воронеж : ВГУ, 1992. – С. 89.

137. Мищенко, С.В. Экспериментальное исследование зависимости коэффициента теплопроводности полимерных материалов от скорости сдвига / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, А.Г. Дивин // Теплофизические проблемы промышленного производства. – Тамбов : ТИХМ, 1992. – С. 23–24.

138. А. с. 1820309 СССР. Способ измерения теплофизических свойств жидкости / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, А.Г. Дивин, А.А. Чуриков. Бюл. № 21. – 1993.

139. Пат. 2027172 РФ, МКИ G 01 N 25/18. Способ и устройство комплексного определения теплофизических характеристик материалов / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, Е.И. Глинкин и др. Бюл. № 2. – 1995.

140. Мищенко, С.В. Метод, устройство и автоматизированная система научных исследований теплофизических свойств жидкостей при сдвиговом течении / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, А.Г. Дивин // Приборы и системы управления. – 1992. – № 10. – С. 18–19.

141. Мищенко, С.В. Методика и автоматизированная аппаратура для исследования теплофизических свойств жидких ламинарно-текущих полимеров / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, А.Г. Дивин // Измерительная техника. – 1992. – № 11. – С. 37 – 39.

142. Мищенко, С.В. Методы и средства измерения теплофизических свойств жидкостей при ламинарном течении / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, А.Г. Дивин // Теплофизическая конференция СНГ : тезисы докладов. Махачкала, 24 – 28 июня 1992. – Махачкала, 1992. – С. 58.

143. Мищенко, С.В. Экспериментальное исследование зависимости теплопроводности полимерных материалов от скорости сдвига (на англ. яз.) / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, А.Г. Дивин // 13-я Европейская конференция по теплофизическим свойствам. – Лиссабон (Португалия), 1993. – С. 483.

144. Mischenko, S.V. Method and Automated Equipment for Investigation of the Thermophysical Properties of Liquid Laminar Polymer Flows / S.V. Mischenko, S.V. Ponomarev, A.G. Divin // Measurement Techniques. – 1993. – Vol. 35, N 11. – P. 1300 – 1304.

145. Мищенко, С.В. Методы ламинарного режима и устройства для измерения теплофизических свойств жидкости (на англ. яз.) / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, А.Г. Дивин // 13-я Европейская конференция по теплофизическим свойствам. – Лиссабон (Португалия), 1993. – С. 555–556.

146. Разработка автоматизированных систем научных исследований теплофизических свойств жидких, сыпучих и твердых материалов / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, А.Г. Дивин, С.В. Григорьева // I научная конференция ТГТУ. – Тамбов : Изд-во ТГТУ, 1994. – С. 5 – 7.

147. Методологические основы создания интегрированных систем научных исследований и проектирования технологических процессов тепло- и массообмена / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, А.Г. Дивин и др. // I научная конференция ТГТУ. – Тамбов : Изд-во ТГТУ, 1994. – С. 5 – 9.

148. Методика введения поправки в результаты измерения теплофизических свойств / С.В. Пономарев, А.Г. Дивин, Р.В. Романов, А.В. Щербаков // I научная конференция ТГТУ. – Тамбов : Изд-во ТГТУ, 1994. – С. 60–61.

149. Интегральные характеристики в методе определения коэффициента массопроводности твердого сферического образца / С.В. Пономарев, С.В. Мищенко, А.А. Чуриков, А.Г. Дивин // I научная конференция ТГТУ. – Тамбов : Изд-во ТГТУ, 1994. – С. 62–63.

150. Метод и устройство для измерения теплофизических свойств жидкостей / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, А.Г. Дивин, А.А. Чуриков // Измерительная техника. – 1994. – № 4. – С. 37 – 41.

151. Пономарев, С.В. Выбор оптимальных параметров алгоритма обработки экспериментальной информации при исследовании зависимости теплофизических свойств жидкостей от скорости сдвига /

С.В. Пономарев, А.Г. Дивин // Проблемы химии и химической технологии : тезисы докл. 2-й региональной науч.-техн. конф., 4 – 6 октября 1994. – Тамбов : Изд-во ТГТУ, 1994.

152. Мищенко, С.В. Методы ламинарного режима и устройства для измерения теплофизических свойств жидкостей / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, А.Г. Дивин // Проблемы химии и химической технологии : тезисы докл. 2-й региональной науч.-техн. конф., 4 – 6 октября 1994. – Тамбов : Изд-во ТГТУ, 1994.

153. Mischenko, S.V. An Automated System for the Investigation of the Thermophysical Properties of Liquids in Shear Flow / S.V. Mischenko // High Temperatures – High Pressures. – 1995. – Vol. 26, N 3. – P. 287 – 298.

154. Пономарев С.В. Выбор допустимых режимов экструзионного формирования полимерных материалов / С.В. Пономарев, А.Г. Дивин, С.В. Мищенко // II научная конференция ТГТУ. – Тамбов : Изд-во ТГТУ, 1995. – С. 105–106.

155. Mischenko, S.V. Laminar rate methods and devices of liquids thermophysical properties measurements / S.V. Mischenko, S.V. Ponomarev, A.G. Divin // Proceeding of the «Chisa-93». – Praga, 1993.

156. Mischenko, S.V. Application of Laminar Flow Methods and Devices for Liquids Thermophysical Properties Measurements / S.V. Mischenko, S.V. Ponomarev, A.G. Divin // The Fourth Asian Thermophysical Properties Conference. – Japan, Tokyo, September, 1995. – P. 425 – 428.

157. Мищенко, С.В. Метод, устройство и автоматизированная система для исследования зависимости теплофизических свойств жидкостей от скорости сдвига / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, А.Г. Дивин // Вестник ТГТУ. – 1995. – Т. 1, № 1, 2. – С. 38 – 52.

158. Mischenko, S.V. Laminar Flow Methods and Devices for Liquids Thermophysical Properties Measurements / S.V. Mischenko, S.V. Ponomarev, A.G. Divin // Вестник ТГТУ. – 1995. – Т. 1, № 3, 4. – С. 264 – 272.

159. Выбор оптимальных параметров процесса экструзионного формирования заготовок резиновых изделий / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, А.Г. Дивин и др. // Вестник ТГТУ. – 1995. – Т. 2, № 1, 2. – С. 68 – 72.

160. Математическая модель температурного поля ламинарного потока полимера и оптимизация режимного параметра технологического процесса экструзии / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, А.Г. Дивин и др. // Тепломассообмен–ММФ-96 : III Минский международный форум (20 – 24 мая 1996). Т. VI. Тепломассообмен в реологических системах. – Минск, 1996. – С. 13 – 17.

161. Mathematical Model of Polymer Laminar Flow Temperature Field and Optimization of Extrusion Technological Process Mode Parameter / S.V. Mischenko, S.V. Ponomarev, A.G. Divin, V.G. Geregina,

V.V. Mezhuev // Proceeding of the 2nd European Thermal-Science and 14th National Heat Transfer Conference. – Rome, Italy, 29 – 31 May, Pisa, 1996. – P. 1155 – 1157.

162. Пономарев, С.В. Устройство для измерения зависимости теплофизических характеристик расплавов полимеров от скорости сдвига / С.В. Пономарев, А.Г. Дивин, Р.В. Романов // III научная конференция ТГТУ : краткие тезисы докладов. – Тамбов : Изд-во ТГТУ, 1996. – С. 91–92.

163. Измерение теплофизических свойств твердых, сыпучих и жидких материалов / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, А.А. Чуриков, А.Г. Дивин // Реализация региональных научно-технических программ Центрально-Черноземного региона : сборник статей. – Воронеж, 1996. – С. 123 – 128.

164. Мищенко, С.В. Теоретические основы метода измерения теплофизических свойств технологических жидкостей / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, А.Г. Дивин // Труды молодых ученых и студентов ТГТУ. – Тамбов : Изд-во ТГТУ, 1997. – С. 113 – 119.

165. Method and Device for Technological Liquids Thermophysical Properties Measurement / S.V. Ponomarev, S.V. Grigorieva, S.V. Mischenko, V.V. Karpenko, A.G. Divin, Y.S. Mischenko, E.S. Ponomareva // TAIES'97: Proceedings of International Conference. June 10 – 13, 1997. – Beijing, China, 1997. – P. 659 – 662.

166. Method and Device for Measuring Liquid Thermophysical Properties / S.V. Ponomarev, S.V. Grigorieva, S.V. Mischenko, A.G. Divin, Y.S. Mischenko, E.S. Ponomareva // Abstracts of the Thirteenth Symposium on Thermophysical Properties. June 22 – 27, 1997. – Boulder, Colorado, USA, 1997. – P. 430.

167. Methods of measuring solid, Dry, Paste materials and liquids thermophysical properties / S.V. Ponomarev, S.V. Mischenko, S.V. Grigorieva, A.G. Divin, E.S. Mischenko, E.S. Ponomareva // Proceeding of the 4<sup>th</sup> World Conference on Experimental Heat Transfer, Fluid Mechanics and Thermodynamics. – Brussels, June 2 – 6, 1997.

168. Метод измерений и автоматизированное рабочее место исследователя теплофизический свойств жидкостей / С.В. Пономарев, С.В. Мищенко, С.В. Григорьева, А.Г. Дивин // Измерительная техника. – 1998. – № 6. – С. 35 – 43.

169. Пономарев, С.В. Метод и автоматизированное устройство для измерения теплофизических свойств жидкостей (на английском языке) : тезисы докладов / С.В. Пономарев, С.В. Мищенко, С.В. Григорьева // Вестник ТГТУ. – 1998. – Т. 4, № 2–3.

170. Application of Thermophysical methods and Devices For Measurement and Control of Technological Liquid Materials Properties /

S.V. Ponomarev, S.V. Mishchenko, A.G. Shashkov, S.V. Grigorieva, A.G. Divin, E.S. Ponomareva // Contributed papers IV International School-Seminar «Nonequilibrium Processes And Their Applications». – Minsk, Belarus, September 1 – 6, 1998. – С. 105–106.

171. Применение теплофизических методов и устройств для измерения и контроля свойств жидких технологических материалов / С.В. Пономарев, А.Г. Шашков, С.В. Григорьева, А.Г. Дивин // Тезисы докладов Третьей междунар. теплофизической школы «Новое в теплофизических свойствах», 19 – 22 октября 1998. – Тамбов, 1998. – С. 15–16.

172. Математическая модель метода и устройства для измерения теплофизических характеристик полимерных материалов при сдвиговом течении / С.В. Пономарев, А.Г. Дивин, Р.В. Романов, Д.В. Звягин // Междунар. теплофизическая школа «Новое в теплофизических свойствах», 19 – 22 октября 1998. – Тамбов, 1998. – С. 95 – 98.

173. Method of Measurement and a Computerized Workbench for a Researcher on the Thermal Properties of Liquids / S.V. Ponomarev, S.V. Mishchenko, S.V. Grigorieva, A.G. Divin // Measurement Techniques (Translated from Russian, Consultants Bureau). – New York, 1998. – P. 545 – 552.

174. Ponomarev, S.V. On the Calculations of the Relaxation Time of Viscous-Elastic Liquids / S.V. Ponomarev, S.V. Mishchenko, A.G. Divin // Nonequilibrium Processes and Their Applications: Contributed papers. – Minsk : АНК «ИТМО» им. А.В. Лыкова, 2000. – P. 142 – 144.

175. Ponomarev, S.V. Measurements of Thermophysical Properties by Laminar Flow Methods / S.V. Ponomarev, S.V. Mishchenko, T.F. Irvine. – New-York : Begell House Inc., 2001. – 278 p.

176. Автоматизированная измерительная установка для определения теплофизических характеристик расплавов полимерных материалов в условиях сдвигового течения / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, А.Г. Дивин, Г.В. Банникова // Теплофизические измерения в начале XXI века : тезисы докладов Четвертой международной теплофизической школы (24 – 28 сентября 2001). – Тамбов : Изд-во Тамб. гос. техн. ун-та, 2001. – Ч. 2. – С. 69–70.

177. Автоматизированный лабораторный практикум удаленного доступа для изучения методов и средств измерения тепловых величин / А.А. Поляков, Ю.М. Кузнецов, С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, О.С. Дмитриев, А.Г. Дивин // Индустрия образования : сборник статей. – М. : МГИУ, 2002. – Вып. 2. – С. 320 – 324.

178. Измерительное устройство для определения зависимости реологических и теплофизических характеристик жидких полимерных материалов от скорости сдвига / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, А.Г. Дивин, Г.В. Мозгова // Методы, средства и технологии получения

и обработки измерительной информации : труды международной научно-технической конференции (22 – 24 октября 2002). – Пенза : ИИЦ ПГУ, 2002. – С. 48 – 50.

179. Пономарев, С.В. Интернет-лаборатория для изучения методов и средств измерения тепловых величин / С.В. Пономарев, О.С. Дмитриев, А.Г. Дивин // Методы, средства и технологии получения и обработки измерительной информации : труды международной научно-технической конференции (22 – 24 октября 2002). – Пенза : ИИЦ ПГУ, 2002. – С. 96–97.

180. Автоматизированный лабораторный стенд, управляемый через Интернет / А.Г. Дивин, О.С. Дмитриев, С.В. Мищенко, С.В. Пономарев // Физика в системе инженерного образования России : тезисы докладов. – М. : Изд-во МГТУ – МАИ, 2002. – С. 104–105.

181. Использование автоматизированного лабораторного практикума при подготовке специалистов направления «Метрология, стандартизация, сертификация» / С.В. Пономарев, А.Г. Дивин, С.В. Мищенко, А.А. Чуриков, С.В. Ходилин // Метрология, стандартизация, сертификация и управление качеством продукции : программа, материалы школы-семинара молодых ученых. – Тамбов : Изд-во ТГТУ, 2003. – С. 67 – 69.

182. Математические методы и устройства для определения теплофизических свойств в ламинарных потоках жидкости / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, Т.Ф.Ир. Irvine, А.Г. Дивин ; под общ. ред. В.С. Балакирева // Математические методы в технике и технологиях : сб. трудов XV Междунар. науч. конф. – Тамбов : Изд-во ТГТУ, 2002. – Т. 7. – С. 34–35.

183. Автоматизированный лабораторный практикум удаленного доступа / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, А.Г. Дивин, О.С. Дмитриев, М.М. Фокин ; под общ. ред. В.С. Балакирева // Математические методы в технике и технологиях : сб. трудов XV Междунар. науч. конф. – Тамбов : Изд-во ТГТУ, 2002. – Т. 9. – С. 5 – 7.

184. Теплофизическая учебно-научная Интернет-лаборатория коллективного пользования / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, А.Г. Дивин, А.А. Чуриков, В.Г. Свиридов // Системы управления сферой образования : сборник статей. – М. : МГИУ, 2003. – С. 242 – 248.

185. Пономарев, С.В. Автоматизация теплофизических измерений и организация автоматизированного лабораторного практикума удаленного доступа на основе использования среды LabVIEW / С.В. Пономарев, А.Г. Дивин, А.А. Чуриков // Образовательные, научные и инженерные приложения в среде LabVIEW и технологии National Instruments : сборник трудов Междунар. научно-практ. конф. Москва, 14–15 ноября, 2003. – М. : Изд-во РУДН, 2003. – С. 53 – 56.

186. Применение новых информационных технологий в дистанционном инженерном образовании и научных исследованиях / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, А.Г. Дивин, А.А. Чуриков, Г.В. Мозгова // Научный сервис в сети Интернет : труды Всероссийской научной конференции (20 – 25 сентября 2004 г., г. Новороссийск). – М. : Изд-во МГУ, 2004. – С. 200.

187. Центр коллективного пользования на базе автоматизированной учебно-научной лаборатории теплофизического профиля с дистанционным доступом к лабораторному оборудованию / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, А.Г. Дивин, А.А. Чуриков, С.Н. Мочалин ; редкол. : В.И. Солдаткин (пред.) и др. // Образовательная среда сегодня и завтра : материалы Всерос. науч.-практ. конф. (Москва, 29.09 – 02.10.2004). – М. : Рособразование, 2004. – С. 125–126.

188. Измерительная установка для определения теплофизических и реологических характеристик полимерных материалов при сдвиговом течении / А.Г. Дивин, С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, Г.В. Мозгова // Теплофизические измерения при контроле и управлении качеством : материалы Пятой международной теплофизической школы. В 2 ч., Тамбов, 20 – 24 сент. 2004. – Тамбов : Изд-во Тамб. гос. техн. ун-та, 2004. – Ч. 1. – С. 199–200.

189. Метод и измерительное устройство для исследования теплофизических характеристик жидких полимерных материалов при сдвиговом течении / С.В. Мищенко, С.В. Пономарев, А.Г. Дивин, Г.В. Мозгова, С.В. Ходилин // Вестник ТГТУ. – 2005. – Т. 11, № 1А. – С. 14 – 22.

190. Mischenko, S.V. Centre of Shared Access Equipped by Heat Transfer Measuring Devices / S.V. Mischenko, S.V. Ponomarev, A.G. Divin // IV International conference «Problems of Industrial Heat Engineering». September 26 – 30, 2005. – Kyiv, Ukraine. – С. 300.

191. Методика проведения экспрессной градуировки вибродаточных датчиков электронных весов / С.В. Пономарев, А.Г. Дивин, А.Н. Жмаев, Е.В. Гуляева, Л.В. Портнова // Фундаментальные и прикладные исследования, инновационные технологии, профессиональное образование : сб. трудов XI науч. конф. ТГТУ. В 2 ч. – Тамбов, 2006. – Ч. 1. – С. 137 – 142.

192. Информационно-измерительная система для определения теплофизических характеристик полимерных материалов / А.Г. Дивин, С.В. Пономарев, Г.С. Баронин, А.М. Смолин, А.Г. Ткачев, Д.О. Завражин, Г.В. Мозгова // Теплофизика в энергосбережении и управлении качеством : материалы Шестой международной теплофизической школы. В 2 ч. 1 – 6 окт. 2007, г. Тамбов / ТГТУ. – Тамбов, 2007. – Ч. II. – С. 4 – 7.

193. Корицкий, Ю.В. Справочник по электротехническим материалам / под ред. Ю.В. Корицкого, В.В. Пасынкова, Б.М. Тареева. – Л. : Энергоатомиздат, 1988. – Т. 3 – С. 728.

194. Гилл, Ф. Практическая оптимизация / Ф. Гилл, У. Мюррей, М. Райт ; пер. с англ. – М. : Мир, 1985. – 509 с.

195. Daniel, I.O. Ikhu-Omoregbe. Thermal conductivity of South African sauces in a shear flow field / I.O. Daniel // International Journal of Food Science & Technology. – 2007. – Vol. 42, Issue 6. – P. 753 – 761.

196. Picot, J.J.C. Shear-Induced Anisotropy in Thermal Conductivity of a Polyethylene Melt / J.J.C. Picot, G.I. Goobie, G.S. Mawhinney // Polymer Engineering and Science. – 1982. – Vol. 22, N 3. – P. 154 – 157.

197. Broniarz-Press, L. Experimental Analysis of Thermal Conductivity of Carboxymethylcellulose Sodium Salt Aqueous Solutions in Coaxial Cylinder System. Proceedings of European Congress of Chemical Engineering (ECCE-6) / L. Broniarz-Press, K. Pralat, K.W. Pyc. – Copenhagen, 16 – 20 September, 2007.

198. Lubomira, Broniarz-Press. Thermal conductivity of Newtonian and non-Newtonian liquids / Lubomira Broniarz-Press, Karol Pralat // International Journal of Heat and Mass Transfer. – October, 2009. – Vol. 52, Issues 21–22. – P. 4701 – 4710.

199. Sehyun, Shin. Viscosity and conductivity measurements for dilute dispersions of rodlike paraffin particles in silicone oil / Sehyun Shin, Young-Nam Kim and Ji-Hyung Lee // International Journal of Heat and Mass Transfer. – 2002. – Vol. 29, Issue 2. – P. 203 – 211.

200. Pavithra, Prathiraja. A molecular simulation study of shear viscosity and thermal conductivity of liquid carbon disulphide / Pavithra Prathiraja, Peter J. Daivis, Ian K. Snook // Journal of Molecular Liquids. – 20 July, 2010. – Vol. 154, Issue 1. – P. 6 – 13.

201. Петрахин, В.А. Технология публикации приложений LabVIEW в Internet (WEB Publishing Tool) / В.А. Петрахин // ПИКАД. – 2004. – № 2. – С. 28 – 30.

202. Модернизация установки дифференциального термического анализа, разработанной для исследования равновесных условий гидратообразования / Д.Д. Филиппов, А.С. Шишкин, А.В. Мальшев, К.Н. Большев // Наука и образование. – 2006. – № 1. – С. 41 – 44.

203. Коптелов, И.А. Методические проблемы исследования кинетики термического разложения полимеров. I. Дифференциальный термический анализ / И.А. Коптелов, С.В. Карязов // Пластические массы. – 2008. – № 7. – С. 24 – 28.

204. Автоматизированный комплекс для исследования теплофизических свойств кристаллизирующихся полимеров / В.В. Постников, А.В. Каданцев, Е.Д. Колесников, М.Н. Левин // Измерительная техника. – 2006. – № 2. – С. 45–46.

## ОГЛАВЛЕНИЕ

---

<b>ВВЕДЕНИЕ</b> .....	3
<b>1. ОБЗОР МЕТОДОВ И СРЕДСТВ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАВИСИМОСТИ ТФХ ЖИДКИХ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ ОТ СКОРОСТИ СДВИГА И ТЕМПЕРАТУРЫ</b> .....	6
<b>1.1. МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАВИСИМОСТИ ТФХ ЖИДКОСТЕЙ ОТ СКОРОСТИ СДВИГА</b> .....	6
1.1.1. Классификация методов и средств измерения для определения ТФХ жидкостей при сдвиговом течении ....	6
1.1.2. Нестационарные методы определения теплофизических свойств жидкостей .....	11
1.1.3. Методы ламинарного режима .....	12
1.1.4. Методы, основанные на измерении теплофизических характеристик жидкостей после остановки течения ....	15
1.1.5. Методы определения теплофизических характеристик жидкостей при сдвиговом течении в зазоре между коаксиальными цилиндрами .....	17
1.1.6. Метод определения теплопроводности жидкостей при течении в зазоре между конусом и пластиной .....	32
1.1.7. Выводы .....	33
<b>1.2. МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЯ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАВИСИМОСТИ ТФХ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ ОТ ТЕМПЕРАТУРЫ</b> .....	34
1.2.1. Адиабатические калориметры .....	34
1.2.2. Дифференциальный термический анализ .....	36
1.2.3. Динамическая калориметрия .....	37
1.2.4. Основы измерения теплоемкости методом монотонного нагрева .....	41
1.2.5. Методы определения зависимости теплопроводности материалов от температуры .....	43

<b>2. МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАВИСИМОСТИ ТФХ ЖИДКИХ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ ОТ СКОРОСТИ СДВИГА И ТЕМПЕРАТУРЫ</b> .....	46
2.1. МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАВИСИМОСТИ ТФХ ЖИДКИХ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ ОТ СКОРОСТИ СДВИГА .....	46
2.1.1. Физическая модель и конструкция измерительного устройства для определения ТФХ жидких полимерных материалов при сдвиговом течении .....	46
2.1.2. Математическая модель температурного поля в слое исследуемой жидкости при сдвиговом течении в зазоре между коаксиальными цилиндрами измерительного устройства и постановка обратной задачи теплопроводности .....	50
2.1.3. Анализ уравнений движения, энергии и неразрывности и принятие упрощающих допущений .....	52
2.1.4. Определение профиля скорости жидкости со степенным реологическим законом при течении в зазоре между коаксиальными цилиндрами .....	55
2.1.5. Определение функции диссипативного источника тепла в слое исследуемой жидкости при течении в зазоре между коаксиальными цилиндрами измерительного устройства .....	57
2.1.6. Методы определения теплофизических характеристик неньютоновских жидких материалов при сдвиговом течении в зазоре между коаксиальными цилиндрами измерительного устройства .....	59
2.1.7. Метод № 1 для определения теплопроводности и температуропроводности жидких полимерных материалов при сдвиговом течении в зазоре между коаксиальными цилиндрами измерительного устройства .....	60
2.1.8. Метод № 2 для определения теплофизических характеристик неньютоновских жидкостей при сдвиговом течении .....	69

2.2. МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ ЗАВИСИМОСТИ ТЕПЛОЕМКОСТИ МАТЕРИАЛОВ ОТ ТЕМПЕРАТУРЫ .....	85
2.2.1. Метод и измерительная ячейка для широкотемпературных измерений .....	87
2.3. ОСНОВНЫЕ РАСЧЕТНЫЕ СООТНОШЕНИЯ МЕТОДА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАВИСИМОСТИ ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ МАТЕРИАЛОВ ОТ ТЕМПЕРАТУРЫ .....	90
<b>3. АППАРАТНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ИНФОРМАЦИОННО-ИЗМЕРИТЕЛЬНОЙ СИСТЕМЫ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАВИСИМОСТИ ТФХ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ ОТ СКОРОСТИ СДВИГА И ТЕМПЕРАТУРЫ .....</b>	<b>95</b>
3.1. АППАРАТНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ АВТОМАТИЗИРОВАННОЙ ИЗМЕРИТЕЛЬНОЙ УСТАНОВКИ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАВИСИМОСТИ ТФХ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ ОТ СКОРОСТИ СДВИГА .....	96
3.1.1. Конструкция измерительного устройства для определения зависимости ТФХ жидких полимерных материалов от скорости сдвига .....	96
3.1.2. Измерение касательного напряжения в слое исследуемой жидкости .....	102
3.2. АППАРАТНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ АВТОМАТИЗИРОВАННОЙ ИЗМЕРИТЕЛЬНОЙ УСТАНОВКИ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАВИСИМОСТИ ТФХ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ ОТ ТЕМПЕРАТУРЫ .....	104
3.2.1. Автоматизированная измерительная установка для определения зависимости ТФХ полимерных материалов от температуры .....	104
3.3. СТРУКТУРА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ АВТОМАТИЗИРОВАННЫХ ИЗМЕРИТЕЛЬНЫХ УСТАНОВОК ...	108
3.3.1. Программное обеспечение автоматизированной измерительной установки для экспериментального определения ТФХ жидких полимерных материалов .....	108

<b>4. МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ИНФОРМАЦИОННО-ИЗМЕРИТЕЛЬНОЙ СИСТЕМЫ</b> .....	116
4.1. АНАЛИЗ ИСТОЧНИКОВ ПОГРЕШНОСТЕЙ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ ВТОРЫХ ДИАГОНАЛЬНЫХ КОМПОНЕНТОВ ТЕНЗОРОВ ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ И ТЕМПЕРАТУРОПРОВОДНОСТИ ЖИДКИХ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ ПРИ СДВИГОВОМ ТЕЧЕНИИ .....	116
4.2. ПОГРЕШНОСТИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАВИСИМОСТИ ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ И ТЕПЛОЕМКОСТИ ЖИДКИХ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ ОТ ТЕМПЕРАТУРЫ	122
<b>5. РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ</b> .....	124
<b>ЗАКЛЮЧЕНИЕ</b> .....	138
<b>СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ</b> .....	139