Д. А. ЛЮБИМОВА, С. В. ПОНОМАРЕВ, А. Г. ДИВИН

ИЗМЕРЕНИЕ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ТЕПЛОИЗОЛЯЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ МЕТОДОМ РЕГУЛЯРНОГО РЕЖИМА ТРЕТЬЕГО РОДА



Тамбов Издательство ФГБОУ ВПО «ТГТУ» 2014

Министерство образования и науки Российской Федерации

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Тамбовский государственный технический университет»

Д. А. Любимова, С. В. Пономарев, А. Г. Дивин

ИЗМЕРЕНИЕ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ТЕПЛОИЗОЛЯЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ МЕТОДОМ РЕГУЛЯРНОГО РЕЖИМА ТРЕТЬЕГО РОДА

Рекомендовано Научно-техническим советом университета в качестве монографии под научной редакцией доктора технических наук, профессора С. В. Пономарева



Тамбов Издательство ФГБОУ ВПО «ТГТУ» 2014

Рецензенты:

Доктор технических наук, профессор ФГБОУ ВПО «ТГТУ» В. Н. Чернышов

Кандидат технических наук, ведущий математик ОАО «Тамбовский научно-исследовательский институт радиотехники «Эфир» С. Н. Мочалин

Любимова, Д. А.

Л93 Измерение теплофизических свойств теплоизоляционных материалов методом регулярного режима третьего рода : монография / Д. А. Любимова, С. В. Пономарев, А. Г. Дивин ; под науч. ред. С. В. Пономарева. – Тамбов : Изд-во ФГБОУ ВПО «ТГТУ», 2014. – 80 с. – 100 экз.

ISBN 978-5-8265-1367-5.

Приведена классификация методов регулярного режима третьего рода для измерения теплофизических свойств материалов, описаны измерительные устройства, реализующие данные методы. Разработана методика повышения точности результатов измерения теплофизических свойств материалов, базирующаяся на методе регулярного режима третьего рода. Эта методика обеспечивает проведение измерений при оптимальных режимных параметрах эксперимента. Изложены теоретические и практические основы данного метода.

Предназначена для научных работников, инженеров, студентов и аспирантов, чья сфера деятельности связана с проектированием, разработкой и использованием методов и средств измерений теплофизических свойств веществ.

> УДК 53.083 ББК Ж372-306.3

© Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Тамбовский государственный технический университет» (ФГБОУ ВПО «ТГТУ»), 2014

ISBN 978-5-8265-1367-5

ВВЕДЕНИЕ

Измерение теплофизических свойств (ТФС) теплоизоляционных материалов является необходимым условием успешного проектирования новых производственных процессов, а также разработки и внедрения новых материалов. Точное измерение и контроль ТФС особенно важны в сферах строительства и энергосбережения, так как теплофизические свойства – основной показатель качества теплоизоляционных материалов.

Перспективным направлением в области измерения ТФС является использование методов регулярного режима третьего рода (метод периодического нагрева, метод температурных волн) [1-3]. В данной работе предложена классификация существующих способов реализации метода периодического нагрева, а также рассмотрены отечественные и зарубежные средства измерения ТФХ, отмечены их достоинства и недостатки.

В монографии предлагается метод повышения точности измерения, который позволит разрабатываемому средству измерения конкурировать с лучшими образцами теплофизических приборов как в России, так и за рубежом.

В основу принципа действия разработанного прибора положен метод регулярного режима третьего рода, основанный на создании гармонических колебаний температуры в исследуемом образце. Важным преимуществом гармонических тепловых воздействий является возможность изменять в широком диапазоне частоту колебаний, что существенно расширяет способы выбора оптимальных режимных параметров эксперимента, а также позволяет снизить возмущающее влияние теплообмена боковых поверхностей образца с окружающей средой. В ходе эксперимента удается достаточно просто регистрировать фазовый сдвиг температурных волн во времени, что также создает преимущество, так как главной измеряемой величиной становится время, на сегодняшний день являющееся одной из наиболее точно измеряемых физических величин. Монография включает в себя четыре главы.

В первой главе приведен обзор публикаций, посвященных истории развития методов регулярного режима третьего рода (начиная с публикации Ангстрема и до последнего десятилетия). Приведена классификация методов периодического нагрева:

1) по способу задания температурного воздействия на образец;

2) по виду изотерм температурных колебаний;

3) по виду математической модели процесса теплопереноса в образце.

Рассмотрены варианты конструкций измерительных устройств для осуществления методов периодического нагрева:

1) установки с лазерным нагревом;

2) установки с электронным возбуждением температурной волны;

3) установки с термоэлектрическими элементами Пельтье.

Вторая глава посвящена теоретическим основам разрабатываемого метода периодического нагрева, в том числе обсуждены:

1) математическое описание гармонических колебаний температуры в полуограниченном образце;

2) основные характеристики температурного поля в полуограниченном образце в режиме установившихся колебаний;

 типовые формулы для вычисления коэффициента температуропроводности как по отношению амплитуд, так и по сдвигу фаз гармонических колебаний в двух точках образца.

В заключительном параграфе второй главы рассмотрены рекомендации по разработке методики введения поправок на систематические погрешности измерения.

В третьей главе приведено теоретическое обоснование предложенных метода и устройства, обеспечивающих осуществление измерений искомых теплофизических свойств при оптимальных режимных параметрах процесса проведения эксперимента и рациональном основном конструкционном размере образца, в том числе рассмотрены:

1) решение задачи оптимизации предложенного метода и разработанного измерительного устройства;

2) анализ источников погрешностей измерения коэффициента температуропроводности с применением разработанных метода и устройства.

В четвертой главе обсуждены:

1) физическая модель измерительного устройства;

2) схема измерительной установки;

3) методика выполнения измерений;

4) результаты экспериментальной оценки погрешностей измерений на эталонных образцах с хорошо известными теплофизическими свойствами;

5) результаты измерения коэффициента температуропроводности новых материалов: «нанографит», «дестам».

В монографии изложены следующие новые аспекты:

 разработана модель погрешностей измерения коэффициента температуропроводности материалов методом регулярного режима третьего рода [3];

разработана методика измерения коэффициента температуропроводности материалов, отличающаяся тем, что путем изменения периода τ_0 гармонических колебаний элемента Пельтье подбирают такой режим ра-

боты измерительного устройства, при котором величина $\psi = \frac{\tau_3(x_2, x_1)}{\tau_0}$

отличается не более чем на малую величину $\varepsilon = 0,002...0,005$ от заданного значения ψ_3 из диапазона (0,14...0,18);

 разработано программно-алгоритмическое обеспечение измерительной установки, реализующее указанную методику.

Результаты исследования были выполнены при поддержке Министерства образования и науки РФ в рамках базовой части государственного задания № 539.

1. ОБЗОР МЕТОДОВ РЕГУЛЯРНОГО РЕЖИМА ТРЕТЬЕГО РОДА (ПЕРИОДИЧЕСКОГО НАГРЕВА) ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК МАТЕРИАЛОВ

Изначально метод регулярного режима третьего носил название метода Ангстрема [4] и использовался для определения коэффициента температуропроводности металлов путем измерения временной задержки тепловых колебаний, распространяющихся вдоль металлического стержня между двумя выбранными точками. Идея методики Ангстрема лежит в основе большинства методов температурных волн.

В дальнейшем проблемой исследования теплофизических свойств материалов методом регулярного режима третьего рода занимались многие ученые. Со времени опубликования работы Л. П. Филиппова «Измерения теплофизических свойств веществ методом периодического нагрева» [5] метод получил дальнейшее развитие. Если ранее этот метод использовался в основном для измерения комплекса ТФС газов и жидкостей в широком диапазоне состояний, то в настоящее время он превратился в общефизический метод исследования широкого класса явлений, проявляющих себя, прежде всего, в особенностях поведения тепловых свойств веществ [6].

Метод регулярного режима третьего рода стал шире использоваться для исследования теплофизических свойств твердых тел, он является одним из немногих способов изучения свойств тонких пленок толщиной в сотни ангстрем. На основе метода периодического нагрева создаются тепловые сканирующие микроскопы, на его базе возникла новая область теплофизики – тепловая спектроскопия. Возможность варьирования глубины проникновения температурной волны в глубь вещества реализуется в дефектоскопии и работах по определению профиля теплопроводности поверхностных слоев исследуемых материалов [7].

Несомненный интерес представляют исследования, в которых температурные волны создаются в потоках жидкости и в проницаемых средах (горных породах) при фильтрации жидкой фазы. Одной их уникальных возможностей метода является возможность регистрации нелинейных эффектов по появлению дополнительных гармоник в спектре колебаний температур.

Кравчун С. Н. и Липаев А. А. [6 – 11, 14, 20] проследили различные направления применения метода периодического нагрева по литературным источникам, а также представили результаты своих многолетних исследований, расширяющих возможности метода.

Так, метод может быть применен к различным объектам исследования, отличающимся по размерам, фазовому состоянию и видам теплопереноса. В зависимости от формы исследуемых тел, а также вида изотермических поверхностей можно выделить следующие основные разновидности методов периодического нагрева:

 для тонкого полуограниченного неизолированного стержня, в котором температурные волны распространяются вдоль оси (продольные или осевые температурные волны);

 для полуограниченного пространства, в котором распространяются плоские волны (частный случай предыдущего при коэффициенте теплоотдачи с боковых поверхностей α = 0);

 для неограниченных пластин, в которых распространяются плоские температурные волны (частный предельный случай образцовстержней);

 для цилиндров, в которых температурные волны распространяются вдоль радиусов (радиальные или цилиндрические температурные волны);

 для системы контактирующих тел, являющейся комбинацией из предыдущих. При этом в систему входят как исследуемые тела, так и эталоны (сравнительные методы измерения или методы стыка с эталоном).

Также интерес представляют публикации, в которых температурные волны создаются в подвижной среде. В работах [7–9] температурные волны задавались в капиллярно-пористых образцах (горных породах) при фильтрации через них жидкостей вдоль и против направления распространения температурной волны. В [10, 11] температурные волны зондировали жидкость, обтекающую проволоку, нагреваемую переменным током и расположенную вдоль вектора скорости, т.е. распространялись перпендикулярно потоку жидкости. При этом С. Н. Кравчуном был зарегистрирован поразительный эффект. При постепенном увеличении скорости потока, вопреки ожидаемому, амплитуда колебаний температуры не на много, но отчетливо возрастает, и только при дальнейшем увеличении скорости уменьшается. В целом, вопрос о распространении температурных волн в потоках разработан явно недостаточно.

Длина затухания температурной волны, характеризующая глубину проникновения периодического теплового возмущения в вещество, на частоте 40 Гц составляет величину ~10...30 мкм для подавляющего большинства жидкостей в широком диапазоне их состояний. Даже в случае частоты 1 Гц она имеет значение, порядка 100 мкм. Таким образом, методом периодического нагрева на звуковых и ультразвуковых частотах исследуется тонкий слой вещества, прилегающий к нагревателю. Именно этот факт определяет несколько важных особенностей метода периодического нагрева. 1. Для исследований требуется малое количество вещества. Теоретический предел составляет величину менее 1 мм³ [6].

С одной стороны, это позволяет изучать вещества, синтезируемые в малых количествах, с другой – уменьшает размеры ячейки и, следовательно, резко сокращает время, необходимое для исследований в широком диапазоне температур, так как уменьшается время установления температурного режима. В качестве примера можно указать на работу Л. А. Лаушкиной [12], в которой на линии насыщения в ячейке с объемом исследуемой жидкости менее 1 см³ было исследовано 13 изомеров н-алканов и 7 изомеров сложных эфиров, имевшихся в ограниченном количестве (2...5 см³).

Малый объем ячейки с веществом особенно важен для исследований при высоких давлениях. Метод периодического нагрева оказался уникальным для измерений теплоемкости жидкостей в этой области. Классическая калориметрия столкнулась здесь с практически непреодолимыми препятствиями. Так, попытки создания адиабатического калориметра высокого давления приводят к необходимости увеличения толщины стенок контейнера и, следовательно, его собственной теплоемкости, что приводит к большим погрешностям измерения [6].

2. Одним из серьезных недостатков классических стационарных методов измерения теплопроводности жидкостей, полупрозрачных для инфракрасного излучения, является искажение измеряемой величины радиационным переносом. Метод периодического нагрева в широком диапазоне температур на звуковых частотах обеспечивает измерение молекулярной теплопроводности [10, 11, 14]. Незначительность вклада радиационного переноса обусловлена малостью длины затухания температурной волны [21]. Данные о молекулярной теплопроводности жидкостей требуются, как известно для анализа, обобщений, выявления существенных закономерностей.

3. Малая длина затухания температурной волны определяет и третье важное свойство – незначительное влияние конвективного движения жидкости на результаты измерения теплопроводности зондовым вариантом метода периодического нагрева. Малость влияния конвекции согласуется с представлением о наличии вблизи поверхности зонда температурного пограничного слоя, толщина которого до определенных скоростей потока оказывается больше длины затухания температурной волны, зондирующей жидкость, и в пределах которого температурное поле, создаваемое зондом, практически не возмущено потоком [11].

С метрологической точки зрения можно констатировать, что метод периодического нагрева является эффективным средством получения надежных, не искаженных радиационным и конвективным (при исследовании жидкостей и газов) переносом, данных по теплопроводности веществ в широком диапазоне температур и давлений, при этом погрешность составляет ~1...3%, что соответствует лучшим методам измерения теплопроводности. Данные измерений теплоемкости единицы объема с погрешностью – 2...5% сильно уступают специальным методам в условиях, близких к нормальным. Однако в состояниях с высокими термодинамическими параметрами при исследовании тонких пленок (или других особых условиях) метод периодического нагрева является одним из уникальных.

1.1. КЛАССИФИКАЦИЯ МЕТОДОВ РЕГУЛЯРНОГО РЕЖИМА ТРЕТЬЕГО РОДА

Методы регулярного режима третьего рода могут быть применены к различным объектам исследования, отличающимся по размерам, фазовому состоянию и видам теплопереноса. Исходя из этого, вопросы реализации методов периодического нагрева можно классифицировать по следующим признакам, обозначенным на рис. 1.1.



Рис. 1.1. Классификация методов периодического нагрева [20 – 26]

1.1.1. Классификация по способу задания температурной волны

При использовании электронного потока для создания температурной волны источник электронов и исследуемый образец объединяют в единую систему, которая образует вакуумный диод [16]. Достоинство данного способа заключается в простоте его реализации с возможностью управления электронным потоком, а значит и средней температурой образца. Однако у данного способа создания температурных волн есть существенный недостаток – образец должен являться электропроводящим материалом, поэтому данный подход можно использовать только для исследования свойств проводников [16]. Кроме того, при высоких температурах происходит сублимация образца из-за необходимости работы в вакууме.

В случае создания температурных волн электромагнитным излучением (радиационный нагрев) электрические свойства исследуемого материала не имеют решающего значения [16], а сублимации образца можно избежать за счет заполнения рабочей среды благородным газом. Достоинством данного метода является возможность использования термопар для надежной регистрации температурных возмущений, что является необходимым условием при расчете ТФС.

Пример фототермического метода генерации температурной волны продемонстрирован в работе [16]. В данном случае образец периодически нагревают при помощи светового излучения с модуляцией интенсивности светового потока, причем излучение частично абсорбируется окружающей средой. Недостатком данного метода является необходимость использования нескольких фотоприемников излучения для регистрации температуры и фазы температурной волны (ввиду непостоянства их чувствительности в различных спектральных интервалах измерений) при измерениях ТФС в широком интервале температур. Это создает значительные сложности при измерениях в диапазоне низких и средних температур, где для регистрации теплового потока, особенно при высоких частотах модуляции, могут использоваться только охлаждаемые фоторезистивные приемники.

В случае термоэлектрического метода зачастую применяют элемент Пельтье [17 – 19], что является эффективным способом задания периодического температурного воздействия на образец. Термоэлектрический материал, из которого изготавливается элемент Пельтье – сплав из висмута, теллура, селена и сурьмы, имеющий в своем составе необходимые примеси, позволяющие создать слиток с ориентированной поликристаллической решеткой с высокоанизотропными термоэлектрическими свойствами. Металлизированные квадратные керамические пластины обеспечивают максимальную электрическую изоляцию и теплопроводность. Диапазон рабочих температур устройства от -150 до +80 °C [17]. Данный метод очень удобен для исследования ТФС образцов малого объема: твердых и сыпучих материалов, возможно его применение для измерения ТФС жидкостей. Достоинством элемента Пельтье являются его простота конструкции и компактность, экологичность (рабочую среду устройства не требуется заполнять жидкостью или газом), а также его бесшумность. При изменении полярности тока, протекающего через элемент Пельтье, возможно как охлаждение, так и нагревание образца. Это дает возможность термостатирования при температуре как выше, так и ниже температуры окружающей среды.

Основным недостатком элемента Пельтье является высокая потребляемая мощность для достижения заметной разности температур. Для увеличения разности температур рекомендуется использовать радиатор и вентилятор для охлаждения нагревающейся стороны элемента Пельтье.

Применение лазерного излучения в методе температурных волн (особенно в диапазоне низких и средних температур) для регистрации температурных колебаний в исследуемом образце также является эффективным. При создании температурной волны с помощью лазерного излучения возможно применение как термопар, так и фотоэлектрических датчиков [15]. Один из основных недостатков применения лазера – нестабильность выходной мощности при создании излучения, мощность которого изменяется по периодическому закону. Это может отрицательно сказываться на точности измерения ТФС. Создание систем непрерывного лазерного излучения, обеспечивающих наибольшую стабильность выходной мощности, усложняет конструкцию средства измерения за счет использования механических модуляторов (прерывателей) [15]. Недостатком данного метода является необходимость использования дополнительного нагревателя для управления средней температурой образца [15].

1.1.2. Классификация по виду изотерм температурных колебаний

В зависимости от формы исследуемых тел и вида изотерм температурных колебаний можно выделить следующие основные разновидности методов периодического нагрева [20]:

 методы плоских температурных волн, распространяющихся в полуограниченной и неограниченной пластине при периодическом нагреве одной из ее сторон;

 методы продольных или осевых температурных волн для тонкого полуограниченного неизолированного стержня, в котором температурные волны распространяются вдоль оси. При этом, в отличие от плоских температурных волн, появляется боковой теплообмен, в чем и заключается специфика данного метода; – методы радиальных или цилиндрических температурных волн для цилиндров, в которых температурные волны распространяются вдоль радиусов. Методы цилиндрических температурных волн удобны для исследований при высоких давлениях и температурах [21]. Основным их достоинством является незначительность теплопотерь, что имеет решающее значение для экспериментов под давлением.

1.1.3. Классификация по виду математической модели

Методы периодического нагрева могут использоваться в линейном и нелинейном тепловом режиме. Их можно разделить на зондовые и незондовые [20].

В зондовых методах нагреватель одновременно выполняет функцию датчика температуры. К ним примыкают методы, в которых эти функции осуществляются разными устройствами, но нагрев и измерения температуры производятся на одной поверхности. В обоих случаях для определения тепловых свойств используются одни и те же формулы. В незондовых методах нагреватель и датчик температуры пространственно разделены [20].

1.2. ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА ДЛЯ ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ МЕТОДОВ РЕГУЛЯРНОГО РЕЖИМА ТРЕТЬЕГО РОДА

Среди существующих в настоящее время и описанных в литературе способов и средств измерения ТФС методами температурных волн можно выделить указанные далее примеры.

Так, в статье А. Д. Ивлиева [22] рассматриваются измерительные установки, реализующие метод температурных волн (метод регулярного режима третьего рода) с помощью лазерного излучения и электронного потока.

1.2.1. Установка с лазерным излучением

В работе [22] рассмотрена конструкция установки, использующей лазер для возбуждения температурной волны в плоскопараллельном образце. Работа установки происходит следующим образом. Лазер типа ЛГН-701 создает непрерывное излучение на длине волны 10,6 мкм мощностью 50...100 Вт. Эффективный диаметр теплового потока составляет 7...8 мм. При помощи модулятора, который представляет собой вращающийся диск с двумя отверстиями, излучение превращается в поток импульсов, длительность которых равна паузе между ними. Скорость вращения диска, а значит и частота импульсов, изменяются с помощью системы регулирования и стабилизации частоты вращения в диапазоне 5...80 Гц. Импульсы излучения через вакуумный оптический ввод попа-

дают в вакуумную камеру и воздействуют на первую плоскую поверхность образца. Вакуумная камера снабжена системой вакуумных насосов и подачи благородного газа, а также нагревателем, который представляет собой электрическую печь сопротивления. Несмотря на то, что на образец воздействует тепловой поток, изменяющийся во времени скачкообразно, полезная информация заключается в гармонической температурной волне (первой гармонике модулирующей функции). Остальные гармоники в рамках линейного приближения распространяются независимо, и в дальнейшем отфильтровываются в процессе обработки полезного сигнала.

Температурные колебания в центральной области второй поверхности образца при помощи фотодатчика или термопары превращаются в электрический сигнал, который затем поступает в устройство обработки сигнала и расчета искомых ТФС.

Работа модулятора жестко связана с функционированием генератора опорного напряжения, который может создавать либо синусоидальный электрический сигнал с частотой первой гармоники температурной волны, либо импульсный сигнал, следующий один раз за период. Опорное напряжение несет информацию о фазе теплового потока, воздействующего на первую поверхность образца.

Устройство обработки сигнала и расчета теплофизических свойств представляет собой персональную ЭВМ, которая производит расчет амплитуды и фазы полезного сигнала в соответствии с квазиоптимальными алгоритмами. Эти алгоритмы, представляющие собой преобразование Фурье, позволяют определить параметры сигналов в условиях действия значительных помех. Затем в ЭВМ происходит расчет теплофизических свойств образца. На данной установке производится измерение коэффициента температуропроводности и удельной теплоемкости. Измерения абсолютной теплоемкости не выполняются из-за большой погрешности, с которой может быть оценена величина теплового потока, поглощенного образцом [22]. Установка обеспечивает измерение теплофизических свойств твердых, не прозрачных для излучения лазера веществ в диапазоне температуро от 300 до 2300 К. Температуропроводность измеряется с общей погрешностью 2%, а относительная теплоемкость – 3,2%.

1.2.2. Установка с электронным возбуждением температурной волны

В работе [22] рассмотрена установка с электронным возбуждением температурной волны. Электронный нагрев представляет большой интерес из-за возможности сравнительно простого управления величиной электронного потока, воздействующего на образец. В этой установке используется модуляция электронного потока двумя сигналами. При этом, во-первых, мощность электронного потока непрерывно возрастает, благодаря чему плавно повышается средняя температура образца. Во-вторых, мощность модулируется по синусоидальному закону, благодаря чему в образце возбуждается гармоническая температурная волна. Такой тепловой поток позволяет организовать измерения в режиме субсекундного нагрева [22], что в условиях электронного нагрева, осуществляемого в вакууме, существенно. Действительно, как уже отмечалось, измерения в вакууме при высоких температурах сопровождаются сублимацией образца. Скорость сублимации невелика, поэтому, если измерение провести быстро, то масса и геометрические размеры образца останутся практически без изменения [22]. По мнению авторов [15], таким методом можно измерить свойства образца при его плавлении и даже в жидкой фазе. В данной установке применяется фотоэлектрический датчик полезного сигнала и персональная ЭВМ для обработки сигнала.

Скорость монотонного нарастания температуры в установке может изменяться от 0 до 100 К/с, а частота температурной волны может изменяться от 4 до 400 Гц. Измерения можно проводить в обычном (квазистатическом) и динамическом режимах. Толщины электропроводящих образцов составляют величины от десятых долей до примерно 1,5 мм. Рабочий диапазон температур составляет от 700 К до температуры плавления образца. Среднеквадратическая погрешность измерения температуропроводности примерно 2...3%.

Метод температурных волн можно применять и в том случае, когда источником полезной информации является поверхность образца, подвергаемая действию модулированного теплового потока, возбуждающего температурную волну [22]. В данных установках необходимо принять меры к тому, чтобы отраженный от поверхности образца мощный сигнал, возбуждающий температурную волну, не воздействовал на датчик полезного сигнала. Подобная проблема сравнительно легко решается в установках с лазерами [22].

1.2.3. Установка для определения коэффициента температуропроводности и теплопроводности

В книге А. А. Кислицина [23] представлена схема установки (рис. 1.2) для определения теплопроводности и температуропроводности методом температурных волн. Исследуемое тело *ИТ* помещается между двумя эталонными телами *ЭТ*, теплофизические свойства которых заранее известны. Между первым эталонным телом и исследуемым образцом размещают плоский нагреватель, толщина которого в несколько раз меньше толщины исследуемого тела.



Рис. 1.2. Установка для определения теплопроводности и коэффициента температуропроводности методом температурных волн [23]

Генератор низкой частоты $\Gamma H Y$ периодически подает напряжение на нагреватель от блока питания $E\Pi$ через реле. Во втором эталонном теле расположены два спая термопары. От них напряжение подается на предварительный усилитель напряжения ΠYH , а затем регистрируется автоматическим регистрирующим устройством APY, в качестве которого может использоваться персональный компьютер. Нагреватель периодически нагревает исследуемое тело, а также первое эталонное тело. Температурная волна проходит через исследуемое тело и достигает второго эталонного тела, вследствие чего температура первого спая термопары изменяется сначала сложным нерегулярным образом (первая стадия эксперимента), а затем, с выходом на регулярный режим, по гармоническому закону (вторая стадия).

Расчет коэффициента температуропроводности и теплопроводности производят на второй стадии эксперимента. Фазовый сдвиг определяют по разности времени между максимумом температуры и соответствующим максимумом теплового потока, определяемого по включениям и выключениям нагревателя. Температуру определяют по амплитуде синусоиды, а тепловой поток рассчитывают исходя из мощности нагревателя. Частота температурных колебаний непосредственно задается генератором низкой частоты ГНЧ. Погрешность измерений, обусловленная в основном неточностью определения сдвига фаз, составляет около 5%.

1.2.4. Экспериментальный метод определения теплопроводности

В работе [17] описано применение экспериментального метода измерения теплопроводности для материалов с низкой теплопроводностью и пищевых продуктов стран тропического климата. В основу изложенного метода были положены эффект Пельтье и его применения для реализации термоэлектрического способа нагрева. Площадь поверхности теплообмена вышеуказанного устройства составила 3,96×3,96 см². Экспериментальная установка была откалибрована с использованием стандартных материалов с известной теплопроводностью: органическое стекло и бакелит (фенолоформальдегидная смола).

Устройство для проведения эксперимента показано на рис. 1.3. Термоэлектрическое устройство – элемент Пельтье марки MELCOR модели СР 1.4-127-045L [17]. Термоэлектрический материал – сплав из висмута, теллура, селена и сурьмы, имеющий в своем составе необходимые примеси, позволяющие создать слиток с ориентированной поликристаллической решеткой с высокими анизотропными термоэлектрическими свойствами.

Перед началом эксперимента поверхности термоэлемента были очищены и обезжирены. Затем для минимизации контактного сопротивления на поверхности термобатареи нанесли тонкую пленку (примерно 0,025 мм толщиной) термопасты. Холодную поверхность элемента Пельтье расположили над теплообменником с ребристой поверхностью. В целях обеспечения теплопередачи вентилятор расположили под теплообменником. Для обеспечения одномерности теплового потока образец по периметру изолировали с помощью блока элементов, изготовленных из материала с низкой теплопроводностью. Три тонких термопары (J типа) поместили с обеих сторон образца и на холодной поверхности термобатареи для измерения температур, обозначенных T_0 , T_1 и T_2 на рис. 1.3. Температуру и величину тока, подаваемого на элемент Пельтье, зарегистрировали с помощью платы сбора данных.

Предложенный метод для определения теплопроводности твердых материалов, основой которого является эффект Пельтье, дал положительные результаты для всех стандартных образцов [17]. Это говорит о том, что термоэлектрическое охлаждение и нагрев – очень надежный, дешевый и эффективный метод для определения теплофизических свойств образцов малого объема. Общее время испытания близко к тому времени, которое используется при обработке сырья в пищевой промышленности в большинстве процессов.



Рис. 1.3. Устройство для проведения эксперимента:

1 – изоляция; *2* – образец; *3* – термоэлектрический модуль; *4* – теплообменник с ребристой поверхностью; *5* – вентилятор

1.2.5. Способ измерения коэффициента температуропроводности методом регулярного режима третьего рода

Приведенный выше способ близок к разрабатываемому, но наиболее близким техническим решением (прототипом) является способ измерения коэффициента температуропроводности методом регулярного режима третьего рода [1], заключающийся в том, что в исследуемом плоском образце размещают в сечениях с координатами $x = x_1$ и $x = x_2$ два датчика температуры, выполненные в виде термопар или термометров сопротивления. Образец, покрытый сверху теплоизоляцией, помещают на поверхность элемента Пельтье, с помощью которого в процессе эксперимента на рабочую поверхность исследуемого образца подают периодическое температурное воздействие. На протяжении всей активной стадии эксперимента регистрируют температуры $T(x_1, \tau)$ и $T(x_2, \tau)$ в точках с координатами $x = x_1$ и $x = x_2$. После того, как установится регулярный режим третьего рода, измеряют расстояние $(x_2 - x_1)$ и после обработки экспериментальных данных определяют амплитуды $\vartheta_m(x_1)$ и $\vartheta_m(x_2)$ гармонических колебаний в точках с координатами $x = x_1, x = x_2$ и величину времени запаздывания $\overline{\tau}_2(x_2, x_1)$ гармонических колебаний в точке $x = x_2$ по сравнению с точкой $x = x_1$. Искомый коэффициент температуропроводности *а* вычисляют по формуле $a = (x_2 - x_1)^2 \tau_0 / 4\pi [\overline{\tau}_3(x_2, x_1)]^2$, где τ_0 – период гармонических колебаний. Недостатком данного способа является невысокая точность измерения коэффициента температуропроводности исследуемого материала.

1.2.6. Фототермический метод определения теплофизических свойств

В работе [16] представлена методика измерений, используемая для исследования теплофизических свойств прозрачных монокристаллов. Основная идея заключается в использовании криостата для регулирования средней температуры в образцах и в то же время для создания тепловых волн внутри образцов. Периодические температурные колебания в образце были зафиксированы оптически с помощью «эффекта миража» (эффект фототермического отклонения). Предложенный метод был использован для определения коэффициента температуропроводности монокристаллов алюмоиттриевого граната в температурном диапазоне от 20 до 200 °C.

Одна поверхность образца благодаря использованию силиконовой пасты находилась в тесном тепловом контакте с медной пластиной, криостатная камера была разрежена до давления всего в несколько Па. Это обеспечило хорошую тепловую изоляцию всех стенок образца, кроме той, что находилась в контакте с медной пластиной, температуру которой устанавливали при помощи температурного регулятора. При помощи медной пластины одна из поверхностей образца с постоянной частотой периодически нагревалась и охлаждалась. Температура системы измерялась посредством двух термопар, расположенных на верхней части образца и на медной пластине, что также позволило регулировать действительную температуру образца.

Температурные колебания, распространяющиеся в образце, фиксировались лучом лазера, отклонение луча регистрировали при помощи позиционного датчика, и затем амплитуда и фаза по отношению к частоте модуляции, обеспеченной регулятором температуры, были измерены при помощи синхронного усилителя. Амплитуда и фаза были определены как функции расстояния зондирующего луча от нагретой поверхности образца (рис. 1.4). Результаты эксперимента были зарегистрированы на персональном компьютере.



Рис. 1.4. Фототермический метод определения теплофизических свойств *l* – вакуум; *2* – термопары; *3* – образец; *4* – медная пластина; *5* – нагреватель; *6* – зондирующий луч

2. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ РАЗРАБОТАННОГО МЕТОДА РЕГУЛЯРНОГО РЕЖИМА ТРЕТЬЕГО РОДА

2.1. МАТЕМАТИЧЕСКОЕ ОПИСАНИЕ УСТАНОВИВШИХСЯ ГАРМОНИЧЕСКИХ КОЛЕБАНИЙ В ПОЛУОГРАНИЧЕННОМ ПЛОСКОМ ОБРАЗЦЕ

Рассмотрим полуограниченный образец из исследуемого материала в декартовой системе координат (см. рис. 2.1) [1].

Пусть плоская поверхность этого образца при x = 0 подвергается тепловому воздействию так, что температура этой поверхности совершает установившиеся во времени гармонические колебания

$$T(0,\tau) = \overline{T} + \vartheta_{\max} \cos(\omega\tau) , \qquad (2.1)$$



Рис. 2.1. Плоские температурные волны в полуограниченном пространстве в декартовой системе координат

где \overline{T} – средняя температура, вблизи которой происходят гармонические колебания температуры поверхности при x = 0; $\vartheta_{\text{max}} = \left| T(0, \tau) - \overline{T} \right|_{\text{max}}$ амплитуда колебаний, представляющая собой максимальную (по абсолютной величине) разность между изменяющейся во времени температурой поверхности $T(0, \tau)$ и средней температурой \overline{T} полубесконечного образца; $\omega = \frac{2\pi}{\tau_0} -$ угловая частота гармонических колебаний, рад/с; τ_0 – период гармонических колебаний, с; т – время, с.

Если ввести величину $\vartheta(x,\tau) = T(x,\tau) - \overline{T}$, представляющую собой отклонение температуры $T(x, \tau)$ в точке с координатой x в момент времени τ от средней температуры \overline{T} , то формула (2.1) примет вид

$$\vartheta(0,\tau) = \vartheta_{\max} \cos\left(\frac{2\pi}{\tau_0}\tau\right).$$
 (2.1a)

По истечении некоторого промежутка времени, определяемого значением критерия Фурье Fo = $\frac{a\tau}{r^2} \ge 0.5$, влияние начального распределения температуры в теле перестает проявляться [24 – 26]. Тогда температура в более глубоких слоях исследуемого полуограниченного образца (при x > 0) также (после наступления установившегося режима работы) начинает изменяться по закону гармонических колебаний около среднего значения температуры $\overline{T} = \text{const}$ (что соответствует $\overline{9} = 0$) с той же частотой ω , но с уменьшенной амплитудой $\vartheta_m = \vartheta_m(x)$ и с определенным сдвигом по фазе (см. рис. 2.2).

Величина сдвига по фазе $\phi = 2\pi \frac{\tau_3(x)}{\tau_0}$, вычисляемая по эксперимен-

тально измеренному времени запаздывания $\tau_3(x)$, и отношение амплитуд $\frac{\Theta_m(x)}{\Theta_{\max}}$ таких гармонических колебаний определяются:

- расстоянием от обогреваемой (по закону (2.1а) гармонических колебаний) поверхности образца до точки x, в которой осуществляется измерение температуры;

– частотой $\omega = \frac{2\pi}{\tau_{o}}$ задаваемых гармонических колебаний поверх-

ности образца;

коэффициентом температуропроводности а материала образца.



Рис. 2.2. Гармонические колебания температуры θ (*x*, τ) в полуограниченном образце на его поверхности при *x* = 0 и на расстоянии *x* от этой поверхности

С увеличением расстояния *x* сдвиг фаз возрастает, а с увеличением коэффициента температуропроводности – уменьшается. Отношение амплитуд гармонических колебаний $\frac{\vartheta_m(x)}{\vartheta_{max}}$ уменьшается с увеличением

расстояния x и возрастает с увеличением коэффициента температуропроводности *a*.

Такой режим установившихся во времени гармонических колебаний называют регулярным режимом третьего рода [24 – 29].

2.2. ОСНОВНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ТЕМПЕРАТУРНОГО ПОЛЯ В ПОЛУОГРАНИЧЕННОМ ОБРАЗЦЕ В РЕЖИМЕ УСТАНОВИВШИХСЯ ГАРМОНИЧЕСКИХ КОЛЕБАНИЙ

Температурное поле $T(x, \tau)$ в полуограниченном образце (в точке с координатой x в момент времени τ) описывается краевой задачей теплопроводности:

$$\frac{\partial T(x,\tau)}{\partial \tau} = a \frac{\partial^2 T(x,\tau)}{\partial x^2}, \ \tau > 0, \ 0 < x < \infty;$$
(2.2)

$$T(x,0) = T_{\rm H} = \text{const};$$
 (2.3)

$$T(0,\tau) = \overline{T} + \vartheta_{\max} \cos(\omega\tau) ; \qquad (2.4)$$

21

$$T(\infty, \tau) = \overline{T} = \text{const}$$
, (2.5)

где $T_{\rm H}$ – начальное распределение температур в исследуемом образце; \overline{T} – среднее значение температуры образца после достижения режима, установившегося во времени гармонических колебаний с угловой частотой $\omega = \frac{2\pi}{\tau_0}$; $\vartheta_{\rm max}$ – амплитуда гармонических колебаний при x = 0; τ_0 – период гармонических колебаний.

Если перенести начало температурной шкалы в точку \overline{T} , то вместо температуры $T(x, \tau)$ следует ввести новую физическую величину

$$\vartheta(x,\tau) = T(x,\tau) - \overline{T}$$
,

представляющую собой отклонение температуры $T(x, \tau)$ от средней температуры \overline{T} исследуемого образца. Тогда краевая задача теплопроводности (2.2) – (2.5) примет вид:

$$\frac{\partial \vartheta(x,\tau)}{\partial \tau} = a \frac{\partial^2 \vartheta(x,\tau)}{\partial x^2}, \ \tau > 0, \ 0 < x < \infty;$$
(2.2 a)

$$\vartheta(x,0) = T_{\rm H} - \overline{T} = \text{const}; \qquad (2.3a)$$

$$\vartheta(0, \tau) = \vartheta_{\max} \cos(\omega \tau);$$
 (2.4a)

$$\vartheta(\infty, \tau) = 0. \tag{2.5a}$$

По истечении достаточно большого промежутка времени (Fo > 0,5), влияние начального распределения температуры (2.3a) в образце перестает проявляться. При этом начальное условие (2.3a) можно будет считать имеющим вид

$$\vartheta(x,0) = 0. \tag{2.3b}$$

Процедура получения математического решения краевой задачи (2.2a), (2.3b), (2.4a), (2.5a) подробно рассмотрена в [25]. Это решение имеет вид

$$\vartheta(x,\tau) = \vartheta_m(x)\cos\left(\omega\tau - \sqrt{\frac{\pi}{a\tau_0}}x\right) =$$

= $\vartheta_{\max}\exp\left[-\sqrt{\frac{\pi}{a\tau_0}}x\right]\cos\left(\omega\tau - \sqrt{\frac{\pi}{a\tau_0}}x\right),$ (2.6)

где $\vartheta_m(x) = \vartheta_{\max} \exp\left[-\sqrt{\frac{\pi}{a\tau_0}}x\right] - \phi$ ункция, определяющая зависимость

амплитуд $\vartheta_m(x)$ гармонических колебаний от пространственной координаты *x*; $\vartheta_{max} = \vartheta_m(0) -$ амплитуда (максимальная) гармонических колебаний на поверхности образца при *x* = 0.

Примеры распределений температуры по безразмерной координате $\bar{x} = \sqrt{\frac{\pi}{a\tau_0}} x$ для различных моментов времени $\tau = 0$, $\tau = \tau_0/4$ и $\tau = \tau_0/2$,

рассчитанных по формуле (2.6), приведены на рис. 2.1.

Анализ решения (2.6) позволяет сформулировать следующие особенности установившегося гармонического температурного поля в исследуемом образце [25]:

– в любой момент времени распределение температуры в массиве образца получается в виде волны, амплитуда которой уменьшается (затухает) с глубиной (см. рис. 2.1); уменьшение амплитуды температурной волны с увеличением глубины определяется зависимостью

$$\vartheta_m(x) = \vartheta_{\max} \exp\left[-\sqrt{\frac{\pi}{a\tau_0}}x\right],$$
(2.6a)

причем, при $x \to \infty$ амплитуда $\vartheta_m(x)$ стремится к нулю (см. рис. 2.1);

— в каждый последующий момент времени распределение температуры в массиве исследуемого образца выражается новой волнистой линией, которая оказывается сдвинутой в глубину массива (см. рис. 2.1) по направлению пространственной координаты x; с учетом такого смещения температурные волны можно рассматривать движущимися от места их возбуждения на поверхности (при x = 0) в глубину x массива исследуемого образца.

Скорость распространения температурной волны можно вычислить путем деления длины волны на полный период τ_0 гармонических колебаний температуры.

Длина волны $\lambda_{\text{волн}}$, в свою очередь, может быть найдена как величина расстояния *х* между двумя последовательными максимумами функции (2.6) при $\tau = 0$ и $\tau = \tau_0$.

Принимая во внимание, что множитель (2.6а), входящий в решение (2.6), монотонно убывает при увеличении координаты *x*, расстояние между двумя последовательными максимумами функции (2.6) определяется условием

$$\cos\left(\omega\tau - \sqrt{\frac{\pi}{a\tau_0}}x\right) = 1.$$
 (2.6b)

Учитывая, что $\omega = \frac{2\pi}{\tau_0}$, последнее тригонометрическое уравнение

может быть представлено в виде

$$\frac{2\pi}{\tau_0}\tau - \sqrt{\frac{\pi}{a\tau_0}}x = 0, \qquad (2.6c)$$

откуда следует, что в момент времени $\tau = 0$ максимум функции (2.6) достигается при x = 0, а в момент времени $\tau = \tau_0$ – соответственно $x = \frac{2\pi}{\sqrt{\frac{\pi}{a\tau_0}}} = 2\sqrt{\pi a \tau_0}$.

Таким образом, длина волны равна

$$\lambda_{\text{волн}} = 2\sqrt{\pi a \tau_0} . \tag{2.7}$$

Скорость $c_{\text{волн}}$ распространения температурной волны определяется как отношение длины волны $\lambda_{\text{волн}}$ к периоду τ_0 гармонических колебаний, т.е.

$$c_{\rm BOJH} = \frac{\lambda_{\rm BOJH}}{\tau_0} = 2\sqrt{\frac{\pi a}{\tau_0}} . \tag{2.8}$$

Благодаря тому, что множитель (2.6а), входящий в решение (2.6), не зависит от времени τ и довольно быстро стремится к нулю при возрастании *x*, возбужденная на поверхности образца температурная волна сравнительно быстро затухает в глубине массива исследуемого образца.

Глубину заметного проникновения температурной волны вовнутрь образца можно вычислить на основании (2.6), рассматривая только максимальные отклонения температуры, соответствующие выполнению условия (2.6b). С учетом условия (2.6b) из (2.6) получаем выражение (2.6a), которое можно переписать в виде

$$\frac{\vartheta_m(x)}{\vartheta_{\max}} = \exp\left[-\sqrt{\frac{\pi}{a\tau_0}}x\right].$$
(2.6d)

Глубину проникновения x_{np} температурной волны принято вычислять исходя из условия, что амплитуда $\vartheta_m(x)$ при $x = x_{np}$ должна быть равна 0,01 максимальной амплитуды ϑ_{max} на поверхности образца при x = 0. Тогда на основании (2.6d) получаем уравнение

$$\exp\left[-\sqrt{\frac{\pi}{a\tau_0}}x_{\rm np}\right] = 0.01 \; ,$$

откуда следует

$$-\sqrt{\frac{\pi}{a\tau_0}}x_{np} = \ln 0,01;$$
$$\sqrt{\frac{\pi}{a\tau_0}}x_{np} = \ln 100;$$
$$x_{np} = \frac{\ln 100}{\sqrt{\frac{\pi}{a\tau_0}}} = \frac{\ln 100}{\sqrt{\pi}}\sqrt{a\tau_0}$$

или

$$x_{\rm np} \approx 2.6 \sqrt{a\tau_0} \ . \tag{2.9}$$

Из последнего соотношения следует следующее:

- толщина слоя x_{пр} заметных колебаний температуры внутри об-

разца будет тем больше, чем продолжительней период τ_0 колебаний температуры на поверхности;

– температурные волны большой частоты $\omega = \frac{2\pi}{\tau_0}$ способны прони-

кать в образец лишь на небольшую глубину x_{np} ;

 толщина слоя x_{пр} заметных колебаний температуры внутри образца будет тем значительнее, чем больше коэффициент температуропроводности *а* материала образца.

2.3. ВЫЧИСЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТА ТЕМПЕРАТУРОПРОВОДНОСТИ ПО ОТНОШЕНИЮ АМПЛИТУД ГАРМОНИЧЕСКИХ КОЛЕБАНИЙ, ИЗМЕРЕННЫХ В ДВУХ ТОЧКАХ ОБРАЗЦА

Если в процессе эксперимента осуществить измерение амплитуд ϑ_{\max} и $\vartheta_m(x)$ на поверхности образца (при x = 0) и на некоторой глубине x_1 внутри образца, то на основании соотношения (2.6d) получаем

$$\exp\left[-\sqrt{\frac{\pi}{a\tau_0}}x_1\right] = \frac{\vartheta_m(x_1)}{\vartheta_{max}};$$

$$-\sqrt{\frac{\pi}{a\tau_0}}x_1 = \ln\frac{\vartheta_m(x_1)}{\vartheta_{max}};$$

$$\sqrt{\frac{\pi}{a\tau_0}}x_1 = \ln\frac{\vartheta_{max}}{\vartheta_m(x_1)};$$

$$\frac{\pi x_1^2}{a\tau_0} = \left[\ln\frac{\vartheta_{max}}{\vartheta_m(x_1)}\right]^2;$$

$$a = \frac{\pi x_1^2}{\tau_0 \left[\ln\frac{\vartheta_{max}}{\vartheta_m(x_1)}\right]^2}.$$
(2.10)

Для того чтобы вычислить коэффициент температуропроводности *а* по формуле (2.10), необходимо в ходе эксперимента измерить:

– амплитуды $\vartheta_{\max} = \vartheta_m(0)$ и $\vartheta_m(x_1)$ при x = 0 и $x = x_1$;

- период τ₀ гармонических колебаний температур;

– расстояние x_1 , между двумя датчиками температуры, измеряющими амплитуду температуры $\vartheta_m(0)$ на поверхности при x = 0 и амплитуду температуры $\vartheta_m(x_1)$ в точке $x = x_1$.

Если в ходе эксперимента измеряют амплитуды $\vartheta_m(x_1)$ и $\vartheta_m(x_2)$ на расстояниях x_1 и x_2 от поверхности образца, то на основании (2.6d) получаем

$$\frac{\vartheta_m(x_1)}{\vartheta_m(x_2)} = \frac{\exp\left[-\sqrt{\frac{\pi}{a\tau_0}}x_1\right]}{\exp\left[-\sqrt{\frac{\pi}{a\tau_0}}x_2\right]}.$$

Если потребовать что $x_2 > x_1$, то получаем соотношение

$$\frac{\vartheta_m(x_1)}{\vartheta_m(x_2)} = \exp\left[\sqrt{\frac{\pi}{a\tau_0}} \left(x_2 - x_1\right)\right],$$

26

откуда следует формула для вычисления коэффициента температуропроводности

$$a = \frac{\pi (x_2 - x_1)^2}{\tau_0 \left[\ln \frac{\vartheta_m(x_1)}{\vartheta_m(x_2)} \right]^2}.$$
 (2.10a)

Формула (2.10а) по своей форме практически не отличается от формулы (2.10).

Во многих случаях оказывается проще измерить две амплитуды гармонических колебаний на расстояниях x_1 и x_2 от поверхности образца, чем измерять непосредственно амплитуду колебаний температуры самой поверхности образца. В этом случае формула (2.10а) оказывается удобнее, чем формула (2.10).

Расчетная формула (2.10а) имеет еще одно достоинство по сравнению с формулой (2.10).

Если для возбуждения гармонических колебаний температуры в исследуемом образце применяют периодические колебания типа «меандр» или в виде последовательности прямоугольных импульсов, то при обработке исходных данных эти периодические колебания температуры поверхности образца (в виде прямоугольных импульсов) приходится раскладывать в ряд Фурье и расчетным путем находить амплитуду ϑ_1 первой гармоники, которую затем приходится подставлять в качестве ϑ_{max} в формулу (2.10).

Если же вместо амплитуд колебаний температуры на поверхности при x = 0 и внутри образца при x > 0 осуществить измерение амплитуд колебаний температуры в двух точках при $x = x_1$ и $x = x_2$, то в силу сильных фильтрующих свойств процесса теплопроводности в исследуемом образце, вторая, третья и все последующие гармоники (члены ряда Фу-

рье), соответствующие все более высоким частотам $\omega_2 = \frac{2\pi}{\tau_{02}}$, $\omega_3 = \frac{2\pi}{\tau_{03}}$ и

т.д., будут иметь глубину проникновения $x_{np2} = 2,6\sqrt{a\tau_{02}}$, $x_{np3} = 2,6\sqrt{a\tau_{03}}$ меньшую, чем глубина проникновения первой гармоники $x_{np} = 2,6\sqrt{a\tau_{0}}$.

При правильном выборе координат $x = x_1$ и $x = x_2$ установки датчиков температуры, измеренные в этих точках $x = x_1$ и $x = x_2$ колебания температуры не будут содержать ни одной высшей гармоники, т.е. будут описываться первым членом ряда Фурье, получающегося при разложении периодических колебаний прямоугольной формы, воздействующих на внешнюю поверхность образца. Таким образом, основным достоинством расчетной формулы (2.10а) является то, что при правильном выборе числовых значений координат $x = x_1$ и $x = x_2$ отпадает необходимость разложения в ряд Фурье периодического возбуждающего воздействия на поверхность образца, что существенно упрощает обработку экспериментальных данных.

2.4. ВЫЧИСЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТА ТЕМПЕРАТУРОПРОВОДНОСТИ ПО ВЕЛИЧИНЕ СДВИГА ФАЗ ГАРМОНИЧЕСКИХ КОЛЕБАНИЙ В ДВУХ ТОЧКАХ ОБРАЗЦА

Если в процессе эксперимента зарегистрировать возбуждающие гармонические колебания

$$\vartheta(0,\tau) = \vartheta_{\max} \cos(\omega \tau)$$

на поверхность образца при x = 0 и гармонические колебания (2.6)

$$\vartheta(x_1, \tau) = \vartheta_{\max} \exp\left[-\sqrt{\frac{\pi}{a\tau_0}}x_1\right] \cos\left(\omega\tau - \sqrt{\frac{\pi}{a\tau_0}}x_1\right),$$

происходящие на глубине $x = x_1$ от поверхности образца, то сдвиг по фазе φ между этими двумя гармоническими колебаниями (см. рис. 2.2) может быть вычислен по формуле

$$\varphi = 2\pi \frac{\tau_3(x_1)}{\tau_0}, \qquad (2.11)$$

где τ_0 – период гармонических колебаний; $\tau_3(x)$ – запаздывание во времени гармонических колебаний на глубине $x = x_1$ по сравнению с гармоническими колебаниями на поверхности образца при x = 0.

Из формулы (2.6) следует, что сдвиг по фазе ф равен

$$\varphi = \sqrt{\frac{\pi}{a\tau_0}} x_1 \, ,$$

откуда получаются расчетные соотношения для вычисления коэффициента температуропроводности

$$a = \frac{\pi}{\tau_0} \frac{x_1^2}{\varphi^2} \,. \tag{2.12}$$

Сравнивая (2.12) с (2.10), получаем

$$\phi^2 = \left[\ln \left(\frac{\vartheta_{\max}}{\vartheta_m(x_1)} \right) \right]^2$$
или $\phi = \ln \left(\frac{\vartheta_{\max}}{\vartheta_m(x_1)} \right),$

т.е. сдвиг по фазе гармонических колебаний температуры между точками с координатами x = 0 и $x = x_1$ однозначно связан с отношением амплитуд гармонических колебаний, измеренных в этих же точках.

Достоинством измерения сдвига фаз является то, что при подстановке соотношения (2.11) в (2.12) получается соотношение

$$a = \frac{\pi}{\tau_0 \left[2\pi \frac{\tau_3(x_1)}{\tau_0}\right]^2} x_1^2 = \frac{x_1^2 \tau_0}{4\pi \left[\tau_3(x_1)\right]^2},$$
 (2.12a)

из которого следует, что для вычисления коэффициента температуропроводности *a* достаточно измерить линейный размер x_1 , период колебаний τ_0 и временное запаздывание τ_3 . Как известно, в настоящее время наиболее точно могут быть измерены именно линейные размеры и время. Поэтому формула (2.12), представленная в виде (2.12а), предоставляет возможность осуществления достаточно точного вычисления коэффициента температуропроводности по непосредственно измеренным физическим величинам x_1 , τ_0 и τ_3 . Если в ходе эксперимента осуществить измерение температуры в двух точках, то в точке $x = x_1$ температура будет изменяться по закону

$$\vartheta(x_1, \tau) = \vartheta_{\max} \exp\left[-\sqrt{\frac{\pi}{a\tau_0}}x_1\right] \cos\left(\omega\tau - \sqrt{\frac{\pi}{a\tau_0}}x_1\right),$$

а в точке $x = x_2$, соответственно, по закону

$$\vartheta(x_2,\tau) = \vartheta_{\max} \exp\left[-\sqrt{\frac{\pi}{a\tau_0}}x_2\right] \cos\left(\omega\tau - \sqrt{\frac{\pi}{a\tau_0}}x_2\right).$$

Сравнивая два последних соотношения, получаем, что сдвиг по фазе между гармоническими колебаниями температуры в точках $x = x_1$ и $x = x_2$ равен

$$\varphi = -\sqrt{\frac{\pi}{a\tau_0}}x_1 - \left(-\sqrt{\frac{\pi}{a\tau_0}}x_2\right) = \sqrt{\frac{\pi}{a\tau_0}}(x_2 - x_1),$$

откуда следует расчетная формула

$$a = \frac{\pi (x_2 - x_1)^2}{\tau_0 \phi^2}.$$
 (2.12b)

Принимая во внимание (2.11), получаем, что сдвиг по фазе в точке $x = x_1$ по отношению к гармоническим колебаниям температуры поверхности при x = 0 равен

$$\varphi\Big|_{x=x_1}=2\pi\frac{\tau_3(x_1)}{\tau_0}\,,$$

а, соответственно, в точке $x = x_2$

$$\varphi \Big|_{x=x_2} = 2\pi \frac{\tau_3(x_2)}{\tau_0}.$$

Тогда сдвиг по фазе между гармоническими колебаниями в точках с координатами $x = x_1$ и $x = x_2$ будет равен

$$\phi\Big|_{x_2, x_1} = 2\pi \frac{\tau_3(x_2) - \tau_3(x_1)}{\tau_0} = 2\pi \frac{\overline{\tau}_3(x_2, x_1)}{\tau_0},$$

где $\overline{\tau}_3(x_2, x_1) = \tau_3(x_2) - \tau_3(x_1)$ – время запаздывания гармонических колебаний в точке $x = x_2$ по сравнению с гармоническими колебаниями в точке $x = x_1$.

Подставив последнее соотношение в формулу (2.12b), получаем

$$a = \frac{(x_2 - x_1)^2 \tau_0}{4\pi [\bar{\tau}_3(x_2, x_1)]^2} .$$
 (2.12c)

Последнее расчетное соотношение показывает, что измерение коэффициента температуропроводности *a* в рассматриваемом случае сводится к измерению разности двух геометрических размеров $(x_2 - x_1)$, периода τ_0 гармонических колебаний и времени запаздывания $\overline{\tau}_3(x_2, x_1) = = \tau_3(x_2) - \tau_3(x_1)$.

2.5. ОСНОВЫ МЕТОДИКИ ВВЕДЕНИЯ ПОПРАВОК НА СИСТЕМАТИЧЕСКИЕ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЯ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ВЕЩЕСТВ

При проектировании и модернизации теплофизических методов, приборов и средств измерений рекомендуется использовать так называемые инструменты и методы менеджмента качества [30 – 33]. В статье [33] рассмотрено применение одного из таких инструментов (а именно, методология решения проблем) для улучшения метрологических характеристик разрабатываемых теплофизических методов и измерительных устройств. Одним из необходимых этапов улучшения метрологических характеристик проектируемых методов и устройств является разработка методики введения поправок на систематические погрешности измерения искомых теплофизических свойств (ТФС) [33].

В соответствии с рекомендациями по Межгосударственной стандартизации РМГ 29–99 [34] поправка – это значение величины, вводимое в неисправленный результат измерения с целью исключения (или хотя бы уменьшения) составляющей систематической погрешности.

2.5.1. Формы математических зависимостей, используемых при введении поправок

В настоящее время для введения поправок на систематические погрешности измерений используются следующие варианты математических зависимостей [1, 35 – 37]:

первая форма введения поправок [34, 35]

$$\varphi_{\rm ucn} = \varphi_{\rm u_{3M}} + \Delta(\varphi_{\rm u_{3M}}), \qquad (2.13)$$

где $\phi_{\text{изм}}$, $\phi_{\text{исп}}$ – неисправленный результат измерения и исправленное (после введения поправки) значение физической величины; $\Delta(\phi_{\text{изм}})$ – аддитивная поправка (численно равная взятой с обратным знаком величине систематической погрешности при конкретном значении неисправленного измеренного значения $\phi_{\text{изм}}$);

вторая форма введения поправок

$$\varphi_{\rm исп} = \varphi_{\rm изм} \, m(\varphi_{\rm изм}), \tag{2.14}$$

где $m(\phi_{\text{изм}})$ – поправочная функция, после умножения на которую неисправленное измеренное значение $\phi_{\text{изм}}$ физической величины преобразуется в исправленное значение $\phi_{\text{исп}}$;

- третья форма введения поправок [36, 37]

$$\varphi_{\text{исп}} = f(\varphi_{\text{изм}}, \alpha_0, \alpha_1, \alpha_2, \alpha_3, \ldots),$$
 (2.15)

где $f(\phi_{изм})$ – функция, зависящая от неисправленного измеренного значения физической величины $\phi_{изм}$ и параметров α_0 , α_1 , α_2 , α_3 , ..., часто задаваемая в виде полинома

$$\varphi_{_{\rm HCII}} = \alpha_0 + \alpha_1 \varphi_{_{\rm H3M}} + \alpha_2 (\varphi_{_{\rm H3M}})^2 + \alpha_3 (\varphi_{_{\rm H3M}})^3 + \dots, \qquad (2.15a)$$

позволяющего вычислить исправленное значение физической величины $\phi_{исп}$ по измеренному значению $\phi_{изм}$. Следует отметить, что все три формулы (2.13) - (2.15) для введения поправок на систематические погрешности легко могут быть преобразованы одна в другую, например, после выноса за скобку величины $\varphi_{\rm изм}$ в формуле (2.13), получаем

$$\varphi_{\mu_{\rm CII}} = \varphi_{\mu_{\rm SM}} \left(1 + \frac{\Delta(\phi_{\mu_{\rm SM}})}{\phi_{\mu_{\rm SM}}} \right), \qquad (2.13a)$$

откуда видно, что стоящее в формуле (2.13а) выражение в скобках совпадает с функцией $m(\varphi_{\rm H3M}) = 1 + \frac{\Delta(\varphi_{\rm H3M})}{\varphi_{\rm H3M}}$, использованной в правой части

формулы (2.14). Причем формула (2.15) представляет собой наиболее общую запись математических зависимостей для введения поправок. Именно такие зависимости (2.15), (2.15а) наиболее широко применяются при проектировании и разработке теплофизических методов и средств измерения в ФГБОУ ВПО «Тамбовский государственный технический университет».

2.5.2. Процедура разработки методики введения поправок на систематические погрешности измерения теплофизических свойств

Из изложенного выше видно, что при разработке методики введения поправок одним из главных результатов является определение значений параметров α_0 , α_1 , α_2 , α_3 , ... расчетной зависимости (2.15). Рекомендуемый порядок разработки методики введения поправок на систематические погрешности измерения ТФС проиллюстрирован на рис. 2.3.

В соответствии с рекомендациями методологии решения проблем [30-33] после определения проблемы и планирования действий, направленных на улучшение метрологических характеристик, приступают к осуществлению запланированного усовершенствования, а именно [33]:

 – решают математическую задачу оптимизации разрабатываемого метода и измерительного устройства;

 выбирают оптимальные режимные параметры метода измерения и рациональные конструкционные размеры измерительного устройства;

разрабатывают сборочный чертеж и чертежи деталей измерительного устройства;

 изготавливают детали, приобретают необходимые комплектующие изделия, осуществляют сборку и отладку измерительного устройства;

 – разрабатывают и отлаживают базовый вариант программного обеспечения проектируемой системы; объединяют изготовленное измерительное устройство и разработанное программное обеспечение в единую информационно-измерительную систему (ИИС), выполняют отладку работы этой системы;

 с использованием созданной ИИС осуществляют экспериментальное измерение теплофизических свойств рабочих эталонов (образцов веществ и материалов) с известными свойствами (блок 1 на рис. 2.3);

 путем сравнения полученных результатов измерений с известными значениями ТФС рабочих эталонов оценивают вклад (блок 2) имеющихся систематических погрешностей в суммарные погрешности изменений ТФС эталонных образцов;

если вклад систематических погрешностей более 20...30% от значений суммарных погрешностей измерений, принимают решение о целесообразности разработки методики введения поправок на систематические погрешности измерений (блок 3 на рис. 2.3);

 приступают к планированию дальнейших действий (блок 4), а затем к выполнению последующей работы, основные этапы которой проиллюстрированы в виде блоков 5 – 11 на рис. 2.3.

Рассмотрим подробнее содержание и результаты работ, проиллюстрированные в виде блоков 5 – 11 поточной диаграммы, представленной на рис. 1.

При планировании работ по разработке методики введения поправок на систематические погрешности измерений (блок 4) должно быть достигнуто следующее:

1) сформулирован ясный план дальнейших действий;

2) идентифицированы потенциальные барьеры (препятствия) и предусмотрены необходимые предупреждающие действия [30 – 33];

 предусмотрено выделение и приобретение всех необходимых ресурсов для осуществления плана дальнейших действий, в том числе определены:

 наименования и количества требующихся рабочих эталонов (образцов веществ и материалов с известными значениями ТФС);

 потребности в обучении и тренинге на рабочих местах персонала, вовлеченного в выполнение запланированной работы и др.

После приобретения требующихся рабочих эталонов и обучения персонала (блок 5), в соответствии с рекомендацией блока 6 приступают к многократным измерениям ТФС с применением разработанного метода и измерительного устройства. На этом этапе работы желательно обеспечить осуществление от 5 до 10 повторных измерений ТФС с каждым используемым рабочим эталоном при полной перезакладке этих эталонов (образцов веществ) в измерительном устройстве ИИС.

После завершения намеченной программы экспериментальных измерений ТФС рабочих эталонов осуществляют работу (блок 7) с целью выявления возможных промахов [1, 35 – 37]. После отбрасывания выявленных



Рис. 2.3. Процедура разработки методики введения поправок на систематические погрешности измерения теплофизических свойств веществ промахов возможно появление необходимости в проведении дополнительных экспериментов. После формирования необходимого массива экспериментальных данных осуществляют (блок 7) построение графиков полученных зависимостей (2.15) и визуально оценивают характер этих зависимостей.

На следующем этапе (блок 8) с применением метода наименьших квадратов осуществляют вычисление параметров α₀, α₁, α₂, α₃, ... аппроксимирующих полиномов первой, второй или третьей степени:

при использовании двух рабочих эталонов

$$\varphi_{\rm ucn} = \alpha_0 + \alpha_1 \varphi_{\rm usm}, \qquad (2.15.1)$$

- при использовании трех рабочих эталонов

$$\varphi_{\mu c \pi} = \alpha_0 + \alpha_1 \varphi_{\mu 3 M} + \alpha_2 (\varphi_{\mu 3 M})^2, \qquad (2.15.2)$$

при использовании четырех рабочих эталонов

$$\varphi_{\text{HCH}} = \alpha_0 + \alpha_1 \varphi_{\text{H3M}} + \alpha_2 (\varphi_{\text{H3M}})^2 + \alpha_3 (\varphi_{\text{H3M}})^3. \quad (2.15.3)$$

Опыт практической работы по выполнению расчетов для оценивания значений суммарных погрешностей (блок 9) показал, что использование полиномов четвертой, пятой и более высоких степеней в большинстве случаев нецелесообразно по следующим причинам:

 при проведении экспериментов редко удается использовать более трех или четырех рабочих эталонов;

при использовании полиномов третьей и более высоких степеней получаемые в результате аппроксимации зависимости вида (2.15.3), (2.15а) имеют колебательный характер и вместо того, чтобы уменьшить суммарные погрешности измерений после введения поправок на систематические погрешности, в большинстве случаев приводят к обратным результатам (повышают суммарные погрешности в промежуточных точках диапазона измерения).

После выполнения расчетов для оценивания значений суммарных погрешностей измерений в соответствии с рекомендациями блока 10 принимают решение о том, какая из зависимостей (2.15.1), (2.15.2), (2.15.3) позволяет наиболее существенно уменьшить суммарные погрешности измерений и должна быть использована при практическом осуществлении разрабатываемой методики введения поправок на систематические погрешности измерения ТФС.

Определенная на предыдущем этапе лучшая из зависимостей (2.15.1), (2.15.2) или (2.15.3), обеспечивающая минимизацию суммарных
погрешностей измерений ТФС, в дальнейшем используется в качестве основы математического и алгоритмического обеспечения методики введения поправок на систематические погрешности. Эта математическая зависимость и основанный на ней алгоритм вычислений включается (блок 11) в состав программного обеспечения ИИС, применяемого как для управления ходом эксперимента, так и при обработке экспериментальных данных.

3. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ПРОЕКТИРОВАНИЯ МЕТОДА И УСТРОЙСТВА ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ТЕПЛОИЗОЛЯЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

3.1. ПОСТАНОВКА И РЕШЕНИЕ МАТЕМАТИЧЕСКИХ ЗАДАЧ МИНИМИЗАЦИИ ПОГРЕШНОСТЕЙ ИЗМЕРЕНИЙ

В последние десятилетия выполняется большое количество работ [1, 6, 15 - 23, 39 - 50], посвященных проектированию, разработке и практическому использованию методов и устройств для экспериментального измерения теплофизических свойств и характеристик массопереноса в твердых и жидких материалах. Однако, до последнего времени очень мало внимания уделялось применению математических методов оптимизации для решения задач, посвященных выбору режимных параметров методов и конструкционных размеров измерительных устройств, обеспечивающих минимизацию погрешностей экспериментального определения теплофизических свойств и характеристик массопереноса. В ФГБОУ ВПО «ТГТУ» в последнее время накоплен опыт решения таких задач оптимизации, изложенный в публикациях [1, 39, 40, 42, 45, 48-50]. Обобщая этот опыт, можно сформировать следующие рекомендации по постановке и решению математических задач минимизации погрешностей измерений при проектировании новых и модернизации имеющихся методов и средств измерений.

1. На основе имеющегося опыта осуществления измерений теплофизических свойств или характеристик массопереноса с применением конкретного метода и экспериментальной установки следует осуществить анализ источников погрешностей измерений и выявить возможные действия по снижению погрешности измерений. Примеры проведения таких анализов приведены в [1, 2, 42, 45, 50 – 52].

2. На основе понимания физических процессов и имеющейся математической модели полей температуры или массосодержания в исследуемом образце следует модернизировать расчетную формулу, ранее использовавшуюся для вычисления искомых теплофизических свойств и характеристик массопереноса. В частности, в монографии [54] вместо формулы

$$a = \frac{x^2}{2\tau_{\max}}$$

предложено использовать соотношение

$$a = \frac{x^2}{4z'\tau'},\tag{3.1}$$

где x – расстояние от плоского нагревателя до места измерения температуры; τ_{max} – момент времени (измеряемый с большой погрешностью), в который достигается минимальное значение температуры $T_{max} = T(x, \tau_{max});$ τ' – момент времени (вычисляемый точнее, чем τ_{max}), в который достигается значение температуры $T(x, \tau') - T_0 = \beta(T_{max} - T_0), \beta = \frac{T(r, \tau) - T_0}{T_{max} - T_0}$ – безразмерный параметр, задаваемый в диапазоне значений $0 < \beta < 1; T_0$ – начальное значение температуры образца; z' – корень уравнения

$$\sqrt{z} \cdot \exp(-z) = \frac{\rho}{\sqrt{2e}}$$
, зависящий от заданного значения параметра β .

 Для постановки и решения задачи минимизации погрешностей необходимо получить соотношения для вычисления погрешностей измерений, используемые в дальнейшем в качестве целевых функций (функционалов).

Примеры процессов вывода соотношений для вычисления погрешностей измерения рассмотрены в [1, 39, 42, 45, 50 – 52]. В частности, в [50] получены зависимости и для вычисления погрешностей измерений коэффициента температуропроводности и объемной теплоемкости, имеющие вид:

$$(\delta a)' = \sqrt{4(\delta x)^{2} + \left[\frac{\delta T_{\max}}{\sqrt{2e}\sqrt{z'(\beta)}\exp(-z'(\beta))\left(z'(\beta) - \frac{1}{2}\right)}\right]^{2} + \left[\frac{1}{z'(\beta)}\frac{dz'(\beta)}{d\beta}\beta\right]^{2}\left(1 + \frac{1}{\beta^{2}}\right)(\delta T_{\max})^{2}}, \qquad (3.2)$$

$$(\delta c \rho)' = \sqrt{(\delta Q_n)^2 + (\delta x)^2 + (\delta T_{\max})^2 \left[\frac{1}{\beta^2} + (1 + \beta^2) \left(\frac{dz'}{d\beta}\right)^2 \left(\frac{1}{4(z')^2} + 1\right)\right]}.$$
 (3.3)

4. Необходимо разработать алгоритм и программу для вычисления погрешностей измерений по полученным соотношениям и выполнения расчетов с целью выбора оптимальных режимных параметров рассматриваемого метода и конструкционного размера измерительного устройства. Примеры таких результатов работы приведены в [1, 40, 42, 50 – 52].

В частности, в [50] приведены результаты расчета линий равных уровней относительных погрешностей измерений методом плоского «мгновенного» источника теплоты (рис. 3.1).

Из приведенных на рис. 3.1 результатов следует, что минимальное значение погрешности δa имеет место при $\beta \approx 0,495...0,5$, x = 5,5 мм, а приемлемые результаты измерений получаются при $0,3 \le \beta \le 0,7$ и 4,5 мм $\le x \le 7$ мм. Минимальные значения погрешностей $\delta c\rho$ достигаются при $\beta = 1$ и x = 5,5 мм, а допустимые значения погрешности $\delta c\rho$ получаются при $0,9 \le \beta \le 1,5$ мм $\le x \le 6,5$ мм.

5. После получения теоретического решения задачи минимизации погрешностей следует разработать конструкции и изготовить измерительное устройство при рациональном значении основного конструкционного



Рис. 3.1. Линии равных уровней погрешностей измерения температуропроводности *а* и объемной теплоемкости *ср* (при использовании метода плоского «мгновенного» источника тепла) [50, 54]

размера. Примеры выполнения таких работ приведены в [1, 39-40, 42, 45, 50, 53-54].

6. После изготовления экспериментальной установки и подключения ее к компьютеру следует провести серию измерений на материалах с известными значениями теплофизических или массопереносных свойств и получить значения погрешности измерений [49, 52 – 54]. При выявлении существенных систематических погрешностей измерений следует рекомендовать разработку методики введения поправок в результаты измерений, пример которой приведен в статье [30].

7. После завершения работ по отладке разрабатываемого метода и измерительного устройства можно приступить к осуществлению экспериментов по исследованию теплофизических свойств и характеристик новых материалов.

Накопленный опыт свидетельствует о результативности и эффективности изложенных выше подходов и этапов выполнения работ по совершенствованию методов измерений и экспериментальных установок.

3.2. РЕШЕНИЕ ЗАДАЧИ О ВЫБОРЕ ОПТИМАЛЬНЫХ РЕЖИМНЫХ ПАРАМЕТРОВ МЕТОДА И КОНСТРУКЦИОННЫХ РАЗМЕРОВ ИЗМЕРИТЕЛЬНОГО УСТРОЙСТВА

Задача оптимизации режимных параметров метода и конструкционного размера устройства может быть сформулирована следующим образом: для значения коэффициента температуропроводности a, например, для середины диапазона исследуемого свойства $a_{\min} < a < a_{\max}$ найти такие значения периода τ_0 гармонических колебаний и геометрического размера x, чтобы погрешность определения коэффициента температуропроводности была минимальной.

Соотношение (2.6) является базовым для построения двух методов контроля теплофизических свойств материалов [1]:

 по отношению амплитуд гармонических колебаний, измеренных в двух точках образца;

 по величине сдвига фаз гармонических колебаний, измеренных в двух точках образца.

Использование второго метода предпочтительнее, поскольку для определения коэффициента температуропроводности достаточно измерять значения линейных размеров и времени, которые в настоящее время определяются с наибольшей точностью. Однако, как будет показано далее, погрешность измерения теплофизических свойств зависит от ряда других факторов и, прежде всего, от режимных параметров проведения эксперимента. Поэтому актуальной остается задача повышения точности за счет оптимизации измерительного эксперимента.

В данной работе рассматривается случай, когда коэффициент температуропроводности определяется из соотношения (2.12)

Проведем оценку погрешностей измерения температуропроводности по величине сдвига фаз гармонических колебаний между двумя поверхностями x = 0 и x = x образца. Основываясь на формуле (2.12), получим расчетное соотношение для вычисления среднеквадратичной оценки относительной погрешности б*а* измерения коэффициента температуропроводности.

Используя стандартную процедуру [1,38] вычисления погрешностей косвенных измерений, запишем

$$\frac{\Delta a}{a} = \sqrt{4 \cdot \left(\frac{\Delta x}{x}\right)^2 + \left(\frac{\Delta \tau_0}{\tau_0}\right)^2 + 4 \cdot \left(\frac{\Delta \tau_3}{\tau_3}\right)^2} = \sqrt{4(\delta x)^2 + (\delta \tau_0)^2 + 4(\delta \tau_3)^2} , (3.4)$$

где Δx , $\delta x = \frac{\Delta x}{x}$ – абсолютная и относительная погрешности измерения расстояния между двумя поверхностями с координатами x = 0 и x = x; $\Delta \tau_3$, $\delta \tau_3 = \frac{\Delta \tau_3}{\tau_3}$ – абсолютная и относительная погрешности определения

времени запаздывания τ_3 ; $\Delta \tau_0$, $\delta \tau_0 = \frac{\Delta \tau_0}{\tau_0}$ – абсолютная и относительная погрешности измерения периода τ_0 колебаний.

Обозначим $\psi = \frac{\tau_3}{\tau_0}$ – отношение времени запаздывания τ_3 гармонических колебаний в точке с координатой *x* к периоду τ_0 гармонических колебаний. Если принять, что $\Delta \tau_3 = \Delta \tau_0 = \Delta \tau$, то $\delta \tau_3 = \frac{\Delta \tau}{\tau_3}$ можно представить в виде

$$\delta \tau_{3} = \frac{\Delta \tau}{\tau_{3}} = \frac{\Delta \tau}{\tau_{0}} \frac{\tau_{0}}{\tau_{3}} = \frac{\Delta \tau}{\tau_{0}} \frac{1}{\psi} = \delta \tau_{0} \frac{1}{\psi}, \qquad (3.5)$$

где $\delta \tau_0 = \frac{\Delta \tau}{\tau_0}$, $\delta \tau_3 = \frac{\Delta \tau}{\tau_3}$ – относительные погрешности измерения периода гармонических колебаний τ_0 и времени запаздывания τ_3 .

Учитывая, что $\frac{\partial \vartheta(x,\tau)}{\partial \tau} \approx \frac{\Delta \vartheta}{\Delta \tau}$, получаем соотношение

$$\Delta \tau \equiv \Delta \tau (x) = \frac{\Delta \vartheta}{\frac{\partial \vartheta(x, \tau)}{\partial \tau}}, \qquad (3.6)$$

позволяющее вычислить абсолютную погрешность $\Delta \tau_3(x)$ определения времени запаздывания на глубине *x* образца по известному значению абсолютной погрешности $\Delta \vartheta$ измерения температуры $\vartheta(x, \tau)$.

Продифференцировав (2.6), получаем

$$\frac{\partial \Theta(x,\tau)}{\partial \tau} = (-\omega) \Theta_{\max} \exp\left(-\sqrt{\frac{\pi x^2}{a\tau_0}}\right) \sin\left(\omega\tau - \sqrt{\frac{\pi x^2}{a\tau_0}}\right).$$
(3.7)

Из (3.6) и (3.7) следует, что

$$\Delta \tau = \frac{\Delta \vartheta}{\left(-\frac{2 \cdot \pi}{\tau_0}\right) \vartheta_{\text{max}} \exp\left(-\sqrt{\frac{\pi x^2}{a \tau_0}}\right) \sin\left(\omega \tau - \sqrt{\frac{\pi x^2}{a \cdot \tau_0}}\right)},$$
 (3.6a)

где принято во внимание, что $\omega = 2\pi / \tau_0$.

С учетом того, что наиболее благоприятные условия для измерения значения τ_3 достигаются при $\sin\left(\omega\tau - \sqrt{\frac{\pi x^2}{a\tau_0}}\right) = 1$, из (3.6a) следует, что

$$\delta \tau_0 = \frac{\Delta \tau}{\tau_0} = \frac{\frac{\Delta \vartheta}{\vartheta_{\text{max}}}}{(-2\pi) \exp\left(-\sqrt{\frac{\pi x^2}{a\tau_0}}\right)} = \frac{\delta \vartheta_{\text{max}}}{(-2\pi) \exp\left(-\sqrt{\frac{\pi x^2}{a\tau_0}}\right)}, \quad (3.8)$$

где $\delta \vartheta_{max} = \frac{\Delta \vartheta_{max}}{\vartheta_{max}}$ – относительная погрешность измерения амплитуды

 ϑ_{\max} гармонических колебаний температуры на поверхности x = 0.

При x = 0 из уравнения (3.8) получим

$$\delta \tau_0 = \frac{\Delta \tau}{\tau_0} = \frac{\delta \vartheta_{\text{max}}}{(-2\pi)} \,. \tag{3.9}$$

При $x \neq 0$ на основании (3.8) с учетом выражения (3.5) получаем

$$\delta \tau_{3} = \frac{\delta 9_{\text{max}}}{(-2\pi)\psi \exp(-2\pi\psi)} \,. \tag{3.10}$$

В формуле (3.10) принято во внимание, что $\varphi = \sqrt{\frac{\pi x^2}{a\tau_0}}$, где φ – сдвиг по фазе между гармоническими колебаниями на поверхности x = 0 и в точке с координатой x, причем $\varphi = 2\pi \frac{\tau_3}{\tau_0} = 2\pi \psi$. С учетом изложенного,

получаем, что $\sqrt{\frac{\pi x^2}{a\tau_0}} = \phi = 2\pi\psi$.

Подставив (3.10) и (3.9) в (3.4), получаем

$$\delta a = \sqrt{4 \cdot (\delta x)^2 + \left(\frac{\delta \vartheta_{\max}}{2\pi}\right)^2 + 4 \cdot \left(\frac{\delta \vartheta_{\max}}{2\pi\psi} \exp(2\pi\psi)\right)^2}$$

или

$$\delta a = \sqrt{4 \cdot (\delta x)^2 + \left(\frac{\delta \vartheta_{\max}}{2\pi}\right)^2 \left(1 + \frac{4}{\psi^2} \left[\exp(2\pi\psi)\right]^2\right)}.$$
 (3.11)

Соотношение (3.11) показывает, что среднеквадратичная оценка погрешности δa измерения коэффициента температуропроводности *a* представляет собой функцию $\delta a = f(\delta x, \delta \vartheta_{max}, \psi)$, значения аргументов которой δx , $\delta \vartheta_{max}$, ψ определяются конструкцией измерительного устройства, условиями проведения эксперимента и свойствами исследуемого материала.

По полученным формулам были рассчитаны среднеквадратичные относительные погрешности (см. рис. 3.2) для различных значений x, ψ и выбраны оптимальные параметры, обеспечивающие наименьшую по-грешность измерения коэффициента температуропроводности исследуемого материала.

При выполнении расчетов были использованы следующие значения:

$$a = 1,2 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2/\text{c}, \quad x = 2...5 \text{ mm}, \quad \Delta x = 0,05 \text{ mm},$$

$$\Delta \vartheta = 0,1 \text{ °C}, \ \vartheta_{\text{max}} = 10 \text{ °C}, \ \tau_0 = 100...1000 \text{ c}.$$



(при *x* = 2...5 мм, τ_0 = 100...1000 с)

Из графика, изображенного на рис. 3.2, видно, что для разных значений x минимумы погрешностей δa приходятся на одно и то же значение параметра ψ .

Найдем значение величины ψ , при котором достигается минимальная погрешность δa измерения коэффициента температуропроводности. Для этого воспользуемся необходимым условием экстремума функции (3.11) в виде уравнения

$$\frac{\partial}{\partial \psi} (\delta a) = \frac{\partial}{\partial \psi} \sqrt{4 \cdot (\delta x)^2 + \left(\frac{\delta \vartheta_{\max}}{2\pi}\right)^2 + 4 \cdot \left(\frac{\delta \vartheta_{\max}}{2\pi\psi} \exp(2\pi\psi)\right)^2} = 0.$$

Принимая во внимание, что δx и $\delta \vartheta_{max}$ не зависят от переменной ψ , получаем, что производная $\frac{\partial}{\partial \psi}(\delta a)$ пропорциональна следующему выражению:

$$\frac{\partial}{\partial \psi} (\delta a) \sim \frac{\partial}{\partial \psi} \left[\frac{4\delta \vartheta_{\max}}{2\pi} \frac{\exp(2\pi\psi)}{\psi} \right] = \frac{4\delta \vartheta_{\max}}{2\pi} \left(\frac{\exp(2\pi\psi)}{\psi} \right)' =$$
$$= \frac{2\delta \vartheta_{\max}}{\pi} \frac{2\pi \exp(2\pi\psi)\psi - \exp(2\pi\psi)}{\psi^2} = 4\delta \vartheta_{\max} \frac{\exp(2\pi\psi)(2\pi\psi-1)}{\psi^2} = 0.$$
(3.12)

Из уравнения (3.12) следует, что минимальное значение относительной погрешности δa измерения коэффициента температуропроводности достигается при $(2\pi\psi - 1) = 0$, т.е. при $\psi = 1/(2\pi) = 0,159155 \approx 0,16$. Видно, что полученная оценка величины $\psi \approx 0,16$ полностью соответствует результатам численных расчетов, проиллюстрированных на рис. 3.2.

Из рисунка 3.2 видно, что минимальные значения погрешностей δa измерения коэффициента температуропроводности a достигаются при постоянном значении $\psi \approx 0,16$, но при различных значениях периода τ_0 гармонических колебаний температуры. Из изложенного выше следует, что для выбора оптимального режимного параметра $\psi \approx 0,16$ процесса измерения, в ходе эксперимента необходимо контролировать величину параметра $\psi = \frac{\tau_3}{\tau_0}$ и, за счет изменения периода τ_0 гармонических колеба-

ний температуры поддерживать значение разности ($\psi - 0.5/\pi$) $\leq \varepsilon$, не превышающее наперед заданную малую величину $\varepsilon \approx (0.005...0,009)$.

3.3. АНАЛИЗ ИСТОЧНИКОВ ПОГРЕШНОСТЕЙ ИЗМЕРЕНИЯ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ С ПРИМЕНЕНИЕМ РАЗРАБОТАННОГО МЕТОДА ПЕРИОДИЧЕСКОГО НАГРЕВА

Для того чтобы сконструировать измерительное устройство в соответствии с разработанной математической моделью и определить теплофизические свойства исследуемого материала с минимальными погрешностями, необходимо знать источники возможных отклонений результатов измерений от действительных значений теплофизических свойств [1, 37, 54]. Это позволит спроектировать измерительное устройство и разработать методику выполнения измерений с учетом выявленных источников погрешностей, что в итоге обеспечит требуемое качество измерений.

Использование причинно-следственной диаграммы (рис. 3.3) помогает избежать дублирования при рассмотрении источников погрешностей и позволяет сгруппировать составляющие погрешности, суммарный эффект которых можно оценить непосредственно.





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

Инструментальная погрешность, как правило, является наиболее значимой из всех составляющих погрешности. Она определяется несовершенством средства измерения, влиянием мешающих величин на объект и средство измерения.

Погрешности оператора определяются ошибками в действиях человека, производящего измерения. С увеличением степени автоматизации измерительных процедур эта составляющая становится пренебрежимо малой.

Погрешность обработки результатов измерений возникает из-за нелинейности статических характеристик измерительных термоэлектрических преобразователей и невозможности идеально точно их аппроксимировать известными функциями.

Как правило, все погрешности измерений в зависимости от причины их появления можно разделить на методические (погрешности метода), инструментальные, субъективные (погрешности оператора), а также погрешности обработки результатов измерений.

3.3.1. Анализ источников погрешностей, связанных с ошибками при реализации метода регулярного режима третьего рода

При разработке математической модели температурного поля в измерительном устройстве были приняты следующие упрощения и допущения:

1. Температурное поле в исследуемом образце одномерное и зависит только от времени и координаты *x*.

2. В слое исследуемого материала отсутствуют внутренние источники (стоки) тепла.

3. Изменением теплофизических свойств исследуемого материала в процессе проведения измерений можно пренебречь.

4. Тепловое контактное сопротивление между слоями исследуемого материала, а также между исследуемым материалом, нагревателем и термопреобразователями пренебрежимо мало.

 Теплоемкостью термопреобразователя, помещенного в исследуемый образец, можно пренебречь.

Рассмотрим обоснованность принятых допущений и предупреждающие действия, которые были приняты при разработке измерительного устройства для снижения методических погрешностей, вызванных введением допущений и упрощений:

 для обеспечения одномерности температурного поля в исследуемом материале, как правило, используют плоские нагреватели (холодильники) в совокупности с применением охранных нагревателей или защитной теплоизоляции для уменьшения тепловых потоков в окружающую среду через боковые грани образца. В нашем случае использовался слой теплоизоляции из пенопласта марки «Европлэкс», имеющий теплопроводность 0,039 Вт/(м·К);

• источники (стоки) тепловой энергии в исследуемом материале при его нагревании или охлаждении возникают либо при протекании в нем химических реакций, либо при наличии структурных или фазовых превращений. Таким образом, чтобы предотвратить погрешности, вызванные данной причиной, необходимо предварительно исследовать материал на предмет отсутствия в нем указанных выше явлений в заданном диапазоне температур. Это можно сделать, например, при помощи дифференциально-сканирующего калориметра;

• третье допущение справедливо в том случае, если изменение температуры в слое исследуемого материала в ходе эксперимента незначительно. Для выполнения этого условия необходимо, чтобы величина теплового потока, исходящего от нагревателя и проходящего через слой исследуемого материала, также не должна быть значительной. При размахе колебаний температуры 5...10 °C изменение теплопроводности и температуропроводности для большинства полимеров по данным [56] не превышает 0,1%. В этом случае теплофизические свойства в ходе эксперимента можно считать постоянными;

• для уменьшения тепловых контактных сопротивлений следует тщательно подготавливать поверхности исследуемого образца, которые не должны иметь выпуклостей и вогнутостей, а также шероховатости, превышающей некоторого критического значения. По данным [57] шероховатость контактных поверхностей не должна превышать 2,5 мкм. Для уменьшения теплового контактного сопротивления рекомендовано применять теплопроводные смазки КПТ-8, а лучше смазки на основе однослойных углеродных нанотрубок, теплопроводность которых больше 2 Вт/(м·К). Для уменьшения слоя смазки в процессе измерения рекомендуется создавать прижимные усилия, не вызывающие деформации исследуемого образца;

• для снижения погрешности из-за влияния собственной теплоемкости термоэлектрических преобразователей следует выбирать датчики с минимально возможными габаритами и массой. Тогда теплоемкость преобразователя будет настолько низкой, что тепловой инерцией датчика можно пренебречь. В рассматриваемом измерительном устройстве используются датчики ОАО «Тесей» с диаметром защитной трубки 0,5 мм и длиной 50 мм. Постоянная времени такого преобразователя не превышает 0,2 с, что позволяет судить о том, что инерционные свойства датчика можно не учитывать.

3.3.2. Анализ источников погрешностей, обусловленных несовершенством измерительного оборудования

Модель погрешности, обусловленной несовершенством измерительного оборудования (инструментальной погрешности), удобно представить в виде схемы, состоящей из соединенных между собой измерительных блоков, каждый из которых имеет свой коэффициент передачи (или свою функцию преобразования) [55].

Измерительная установка включает в себя два канала измерения температуры и один канал измерения времени. Кроме этого, перед экспериментом определяется толщина слоя *h* исследуемого образца между рабочими спаями термоэлектрических преобразователей.

Таким образом, схема установки для измерения коэффициента температуропроводности имеет вид, показанный на рис. 3.4.

Измерительная ячейка с исследуемым образцом находится при окружающей температуре T_c . Температуры T_1 и T_2 в образце измеряются при помощи термоэлектрических преобразователей типа КТХА 01.02-0.002-к1-И-Т310-0,5-100 с коэффициентом передачи К1 и К2. Измерения происходят в дискретные моменты времени τ , определяемые программой управления. Рабочие спаи термопар находятся на расстоянии h друг от друга. Значения времени определяются при помощи стандартных функций среды программирования LabView. Выходные сигналы термопар поступают на аналоговые входы платы сбора данных NI USB 9162 (АЦП 24 бит), имеющие коэффициенты передачи К3 и К4. Плата имеет встроенную систему компенсации влияния температуры холодных спаев.

Значение *h* измеряется штангенциркулем ШЦ-1 с погрешностью $\Delta h = 0.05$ мм.



Рис. 3.4. Схема установки для измерения коэффициента температуропроводности

Как видно из формулы (2.12c) коэффициент температуропроводности исследуемого образца зависит от $h = x_2 - x_1$, периода температурных колебаний τ_0 и времени запаздывания $\tau_3(x_2, x_1) = \tau_3(x_2) - \tau_3(x_1)$ температурной волны в образце. Однако было бы неверно утверждать, что метрологические характеристики преобразователей температуры и аналоговых каналов платы сбора данных не оказывают влияния на точность определения искомого коэффициента.

Во-первых, проводники термоэлектрических преобразователей и защитная арматура имеют свою теплоемкость, что сказывается на инерционных свойствах термопары в целом. Однако, в силу небольших габаритов (диаметр защитной трубки 0,5 мм) и массы, значение постоянной времени термопары не превышает 0,2 с, что в сотни раз меньше ожидаемого значения периода температурных колебаний. Следовательно, влиянием тепловой инерции термопары на результат измерения коэффициента температуропроводности можно пренебречь.

Во-вторых, на измерительный сигнал всегда действуют помехи и наводки со стороны внешних электромагнитных полей, внутренние шумы, что приводит к искажению формы сигнала (рис. 3.5).

В этом случае погрешность измерения временных параметров сигналов определяется по зависимости

$$\Delta \tau = \frac{\Delta T}{\frac{\partial f(\tau)}{\partial \tau}},$$

где $f(\tau)$ – функция, описывающая температурные колебания.



Рис. 3.5. Влияние погрешностей измерения температуры на погрешность измерения временных параметров:

1 – сигнал на аналоговом входе платы сбора данных без шумов и наводок;
2 – тот же сигнал с верхней границей случайной и систематической погрешности;
3 – с нижней границей случайной систематической погрешности

Температурные колебания в заданных точках образца могут отличаться от гармонических, однако средства LabVeiw, а именно функция Extract Multiple Tone Information VI, позволяют разложить любой периодический сигнал в ряд Фурье, определить амплитуду, частоту и фазу каждой гармоники и, таким образом, определить разность фаз для первых гармоник температурных колебаний в заданных точках образца.

Таким образом, предел погрешности измерения времени запаздывания, обусловленной случайной погрешностью измерения температуры, с учетом рис. 3.5 будет иметь вид

$$\Delta \tau = \frac{\Delta \vartheta}{\frac{\partial [\vartheta_{max1} \{\cos(2\pi f \tau + \phi_1)\}]}{\partial \tau}} + \frac{\Delta \vartheta}{\frac{\partial [\vartheta_{max2} \{\cos(2\pi f \tau + \phi_2)\}]}{\partial \tau}},$$

или

$$\Delta \tau = \frac{\Delta \vartheta}{2\pi f} \left\{ \left[\vartheta_{\max 1} \sin(2\pi f \tau + \varphi_1) \right]^{-1} + \left[\vartheta_{\max 2} \sin(2\pi f \tau + \varphi_2) \right]^{-1} \right\},\$$

где $\Delta \vartheta = \Delta T$ – абсолютная погрешность измерения температуры; $\vartheta_{\max 1}, \vartheta_{\max 2}$ – амплитуды колебаний температуры в точках размещения рабочих спаев термопар; *f* – частота колебаний; φ_1, φ_2 – φ_3 ы колебаний.

Случайная погрешность, вносимая платой сбора данных, представляет собой погрешность квантования $\Delta_{AIIII} = \frac{U_{BX}}{2^n}$, где U_{BX} – диапазон входного напряжения на АЦП ($U_{BX} = 140 \text{ MB}$); n – разрядность АЦП (24 бит). Таким образом, $\Delta_{AIIII} = 8,3 \cdot 10^{-6} \text{ MB}$, коэффициент передачи термоэлектрического преобразователя типа КТХА К1 = К2 \cong 0,041 мВ/К, что равносильно

$$\Delta T = \frac{\Delta_{\text{AUII}}}{\text{K1}} = \frac{8,3 \cdot 10^{-6}}{0,041} \approx 2 \cdot 10^{-4} \text{ K}.$$

Проведенный анализ показал что, случайная погрешность измерения температуры обусловлена в основном погрешностью $\Delta_{\text{нав}}$, возникающей за счет электромагнитных наводок, значение которой в нашем случае, составило $\pm 0,005$ K, т.е.

$$\Delta T = \frac{\Delta_{ALUII}}{K1} + \Delta_{HaB} = 5.2 \cdot 10^{-3} \text{ K},$$

$$\Delta \tau = \frac{5.2 \cdot 10^{-3}}{2\pi f} \left\{ \left[\vartheta_{max1} \sin(2\pi f \tau + \varphi_1) \right]^{-1} + \left[\vartheta_{max2} \sin(2\pi f \tau + \varphi_2) \right]^{-1} \right\}.$$

51

Расчеты показывают, что при периоде колебаний T = 160 с, $\vartheta_{max1} = 10$ K, $\vartheta_{max2} = 1$ K, погрешность определения времени запаздывания температур достигает 10 с. Эта погрешность снижается с увеличением амплитуды колебаний температуры и точности ее измерения.

Измерение временных параметров (разности фаз), как было сказано ранее, осуществляется средствами LabView. Квант времени, или минимальное разрешение при измерении интервалов времени функций LabView, составляет одну миллисекунду. Однако в процессе выполнения программы и работы операционной системы Windows возможны различного рода задержки. Временные задержки являются случайными величинами и соответствуют времени, которое тратится на выполнение цикла системой «процессор–память». Сюда включается время выполнения команд и нерегулярные задержки, связанные с переключением банков памяти; с кэшированием команд и данных; с регенерацией динамической памяти и т.п. Свой вклад в эти задержки вносят обработчики прерываний от многочисленных внешних устройств: от HDD (жесткого диска) и FDD (дисковода), от видеоадаптера, от сетевой карты, от таймера и т.п. Сюда же входят задержки, получившиеся в результате переключения на другие задачи, выполняемые операционной системой.

Для оценки значения временной задержки во время выполнения измерительной задачи в работе [55] была разработана тестовая программа в среде LabView, которая позволила определить, что среднее квадратическое отклонение измерения временных параметров стандартными функциями не превышает 1 мс, и, следовательно, этой составляющей погрешности можно пренебречь.

3.3.3. Источники погрешностей, обусловленные ошибками обработки результатов измерений

При косвенных измерениях, выполняемых с применением упрощенных алгоритмов, иногда возникают ошибки, связанные не столько с погрешностями измерений, сколько с погрешностями вычислений. Например, такие ошибки встречаются при интегрировании экспериментально полученных зависимостей методом прямоугольников [1, 56]. В рассматриваемом случае подобные методы не используются и потому будем считать, что наши ошибки обработки результатов измерений ограничены погрешностями округлений.

3.3.4. Влияние источников погрешностей, вызванных возможными неправильными действиями оператора при проведении измерений

В ходе проведения измерений методом регулярного режима третьего рода возможно появление погрешностей, вызванных ошибками оператора, например [54]:

 ошибками и погрешностями, допущенными при изготовлении составных частей образца и его неправильном размещении в измерительной ячейке при подготовке эксперимента;

2) ошибками при установке нагревательного элемента (элемента Пельтье) и термопар между составными частями образца;

3) слишком обильным (или наоборот, недостаточным) нанесением слоя термопасты для снижения контактных тепловых сопротивлений;

 вводом неверных исходных данных на лицевой панели программы управления экспериментом по измерению теплофизических свойств;

5) неправильным подключением измерительных преобразователей температуры, релейных переключателей к платам сбора и обработки данных, блока питания к нагревателю и т.д.

Для снижения вероятности возникновения данных погрешностей необходимо разработать подробную пошаговую методику проведения эксперимента, руководство пользователя программного обеспечения автоматизированной измерительной установки и обеспечить хорошее усвоение оператором требований этих документов.

4. КОНСТРУКЦИЯ ИЗМЕРИТЕЛЬНОГО УСТРОЙСТВА И УСТАНОВКИ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ МЕТОДОМ ПЕРИОДИЧЕСКОГО НАГРЕВА

4.1. ФИЗИЧЕСКАЯ МОДЕЛЬ ИЗМЕРИТЕЛЬНОГО УСТРОЙСТВА

На рисунке 4.1 показана физическая модель устройства для осуществления метода регулярного режима третьего рода.

Исследуемый образец 1 выполнен в виде плоской пластины толщиной H и помещен на верхнюю поверхность источника 2 внешнего гармоничного температурного воздействия в виде элемента Пельтье. Внутри образца на расстоянии $h = (x_2 - x_1)$ друг от друга размещены два датчика температуры 3 и 4, выполненные в виде термопар или термометров сопротивления. Для уменьшения утечек теплоты в окружающую среду верхняя поверхность образца 1 покрыта теплоизоляцией 5.

Регулярный режим третьего рода устанавливается в исследуемом образце по истечении некоторого промежутка времени после того момента, когда на поверхность этого образца начал действовать источник гармонических колебаний температуры [1, 3].



Рис. 4.1. Физическая модель устройства для реализации метода регулярного режима третьего рода

4.2. СХЕМА ИЗМЕРИТЕЛЬНОЙ УСТАНОВКИ

Процессы сбора данных и задания режима нагрева в измерительной установке (см. рис. 4.2) полностью автоматизированы и протекают под управлением персонального компьютера [18]. Подключение элемента Пельтье к блоку питания A4 осуществляется через контакты реле K2. Для предотвращения короткого замыкания, при переключении полярности подводимого напряжения используется контакт реле K1. Коммутация реле происходит с использованием дискретных входов-выходов платы A3 типа USB 6008, а измерение температуры через аналоговые каналы 24-битного АЦП платы A2 типа NI USB 9111А.

Применение элемента Пельтье позволило отказаться от использования жидкостных термостатов, что благоприятно сказалось на уменьшении габаритов и массы измерительной установки.



Рис. 4.2. Схема измерительной установки: *A1* – измерительное устройство; *A2* – плата сбора данных NI USB 9111A; *A3* – плата NI USB 6008; *A4* – блок питания





При создании программного обеспечения были использованы технологии компании National Instruments, что позволило достичь цели исследования за более короткий срок при небольших затратах.

Программа, осуществляющая управление экспериментом по определению температуропроводности материалов методом регулярного режима третьего рода, предназначена для контроля и управления ходом теплофизического эксперимента по определению коэффициента температуропроводности твердых, сыпучих или жидких материалов. Она позволяет задавать период гармонических колебаний температуры в плоском исследуемом образце за счет периодического изменения полярности напряжения питания элемента Пельтье, расположенного под образцом. Коэффициент температуропроводности вычисляется по разности фаз сигналов термоэлектрических преобразователей, рабочие спаи которых расположены в образце на известном расстоянии друг от друга. Лицевая панель и основная блок-диаграмма программы представлены на рис. 4.3.

Программное обеспечение может быть использовано в учебном процессе студентами, бакалаврами и магистрантами, обучающимися по направлениям теплофизического профиля.

4.3. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Можно рекомендовать следующий примерный порядок осуществления измерительных операций.

1. Из исследуемого материала изготавливают плоский образец (см. рис. 4.1) с такой толщиной H, чтобы глубина $x_{\rm пp}$ проникновения температурной волны в глубину образца, вычисленная по формуле (2.9), была в 1,5 – 2 раза меньше толщины H этого образца, т.е. $H \ge (1,5...2) x_{\rm np}$. С учетом (2.9) получается, что толщина H образца должна быть $H \ge (1,5...2) 2, 6\sqrt{a\tau_0}$.

2. На расстоянии $x = x_1$ и $x = x_2$ от рабочей поверхности x = 0 образца размещают датчики температуры, например, термопары. Эти термопары могут быть введены в массив образца (рис. 4.1), например, через отверстия 4 и 3, просверленные вдоль изотермических поверхностей температурного поля, создаваемого в исследуемом материале внешним гармоническим воздействием.

3. При подготовке к эксперименту на нижнюю (рабочую) поверхность исследуемого образца (при x = 0) помещают источник 2 внешнего гармонического воздействия, например, элемент Пельтье. Внешнюю (нерабочую) сторону образца (при x = H) защищают от воздействия окружающей среды слоем 5 высокоэффективной изоляции.

4. После завершения подготовки исследуемого образца к эксперименту, начинают активную стадию эксперимента. При этом на рабочую поверхность исследуемого образца (при x = 0) подают периодическое температурное воздействие и на протяжении всей активной стадии эксперимента регистрируют температуры $T(x_1, \tau)$ и $T(x_2, \tau)$ в точках с координатами $x = x_1$ и $x = x_2$.

5. О наступлении установившегося во времени регулярного режима третьего рода судят по достижению постоянных значений амплитуд гармонических колебаний.

6. После наступления регулярного режима третьего рода определяют среднее значение температуры \overline{T} исследуемого образца, например, по формуле $\overline{T} = \frac{[T(x_2, \tau)]_{\max} - [T(x_2, \tau)]_{\min}}{2}$, где $[T(x_2, \tau)]_{\max}$, $[T(x_2, \tau)]_{\min} -$ максимальное и минимальное значения температуры в точке $x = x_2$. После этого измеренные значения температур $T(x_1, \tau)$ и $T(x_2, \tau)$ представляют в виде физических величин $\vartheta(x_1, \tau) = T(x_1, \tau) - \overline{T}$ и $\vartheta(x_2, \tau) = T(x_2, \tau) - \overline{T}$.

7. После обработки экспериментальных данных определяют амплитуды $\vartheta_m(x_1)$ и $\vartheta_m(x_2)$ гармонических колебаний в точках с координатами $x = x_1$ и $x = x_2$ и величину времени запаздывания $\overline{\tau}_3(x_2, x_1)$ гармонических колебаний в точке $x = x_2$ по сравнению с точкой $x = x_1$, а искомый коэффициент температуропроводности *а* вычисляют по формулам (2.12c).

Порядок осуществления измерительных операций при определении коэффициента температуропроводности материалов, проводимых как оператором, так и автоматически под управлением персонального компьютера показан на рис. 4.4 [18].

Образец исследуемого материала изготавливается в виде пластины размером $50 \times 50 \times h$ мм, на нижней и верхней поверхностях которой имеются канавки для кабельных термопар типа КТХА (производства ОАО Tesey (Россия).

Для уменьшения теплового контактного сопротивления поверхности исследуемого образца, а также чувствительные элементы термоэлектрических преобразователей перед экспериментом смазываются силиконовым маслом ПМС-20. Расстояние между рабочими спаями термопар принимается равным $h = x_2 - x_1$. Диаметр защитной трубки термопары и толщина пластины измерялись микрометром.



Рис. 4.4. Алгоритм управления процессом измерения теплофизических свойств материалов

Программное обеспечение (ПО) измерительной установки, позволяющее определить зависимость коэффициента температуропроводности материалов от температуры, разработано в среде графического программирования LabView. С помощью данной программы возможно также проведение удаленных экспериментов по каналам сети Интернет.

При запуске ПО и включении измерительной установки экспериментально определяется значение ψ , после чего оператором подбирается такое значение периода переменного теплового воздействия, при котором значение ψ будет близко к 0,16. При этом определение времени запаздывания температур, измеренных в разных точках образца, осуществляется с помощью стандартных инструментов LabView.

4.4. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ОЦЕНКА НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Разработанный способ и устройство были проверены на практике при определении коэффициента температуропроводности полиметилметакрилата (органического стекла). В таблице 4.1 приведены результаты данных экспериментов. В качестве действительного значения коэффициента температуропроводности полиметилметакрилата использовалось значение $a = 1,09 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2/\text{c}$. Проведенные эксперименты показали, что погрешность измерения коэффициента температуропроводности материала уменьшается при увеличении периода колебаний температуры и при значении $\psi = 0,16$ достигает минимального значения. Дальнейшее увеличение периода колебаний температуры нежелательно, так как продолжительность эксперимента возрастает весьма значительно.

Как показали проведенные измерения коэффициента температуропроводности полиметилметакрилата, на результат эксперимента в основном оказывают влияние случайные изменения мешающих величин. Анализ источников погрешностей (мешающих величин), приведенный в разделе 3.3, позволяет утверждать, что данные источники не коррелированы между собой и для этого случая вполне обоснованно проведение оценки стандартного отклонения результата измерения в виде стандартной неопределенности типа A [59].

Как показала практика, наилучшей доступной оценкой математического ожидания или ожидаемого значения величины, изменяющейся случайным образом, для которой были получены n независимых наблюдений при одинаковых условиях измерения является среднее арифметическое или среднее значение \bar{x} из n наблюдений

$$\overline{x} = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^{n} x_k \; .$$

Таким образом, для входной величины x_i , оцененной из *n* независимых повторных наблюдений, среднее арифметическое \overline{x} , полученное из приведенного выше уравнения, используется для определения результата измерений.

Отдельные наблюдения x_k отличаются по значению из-за случайных изменений влияющих величин или случайных эффектов. Выборочную дисперсию $s^2(x_k)$, являющуюся оценкой дисперсии σ^2 для данного распределения вероятностей величины x, получают по формуле

$$s^{2}(x_{k}) = \frac{1}{n-1} \sum_{j=1}^{n} (x_{j} - \overline{x})^{2}$$
.

Оценка дисперсии выборки и ее положительный квадратный корень $s(x_k)$, называемый выборочным стандартным отклонением, характеризует изменчивость наблюдаемых значений x_k или, точнее, их дисперсию относительно среднего значения \overline{x} .

4.1. Экспериментальные данные измерения коэффициента
температуропроводности полиметилметакрилата
при периоде колебаний температуры τ ₀ = 40 c, ψ = 0,48

Номер измерения	Измеренные значения коэффици- ента температуро- проводности, ((×10 ⁷)) м ² /с	Среднее арифметическое значение, (×10 ⁷) M ² /c	Выборочная дисперсия, (×10 ¹⁴) м ⁴ /c ²	Выборочное стандартное отклонение, (×10 ⁷) M ² /c	Выборочное стан- дартное отклонение среднего значения, (×10 ⁷) м ² /с
1	0,88				
2	0,86				
3	0,88				
4	0,84				
5	0,89	0.88	0.00074	0.03	0.01
6	0,91	0,00	0,00074	0,05	0,01
7	0,85				
8	0,84				
9	0,9				
10	0,91				

Наилучшей оценкой дисперсии среднего значения $\sigma^2(\bar{x})$ является выборочная дисперсия среднего значения:

$$s^2(\overline{x}) = \frac{s^2(x_k)}{n}.$$

Выборочная дисперсия среднего значения $s^2(\bar{x})$ и выборочное стандартное отклонение среднего значения $s(\bar{x})$, равное положительному квадратному корню из $s^2(\bar{x})$, количественно определяют, насколько хорошей оценкой математического ожидания величины *x* является \bar{x} , и также могут быть использованы в качестве меры неопределенности *x*.

Для оценки неопределенности измерения коэффициента температуропроводности были проведены эксперименты с одним и тем же плоским образцом полиметилметакрилата толщиной 3 мм при одинаковой температуре окружающей среды 21 °C и других условиях, но с разным периодом колебаний температуры.

Таким образом, при $\psi = 0,48$ за результат измерения коэффициента температуропроводности принимаем $a = 0,88 \cdot 10^{-7} \text{ м}^2/\text{с}$, неопределенность измерений $u(a) = 0,01 \cdot 10^{-7} \text{ м}^2/\text{с}$, число степеней свободы v = 9.

4.2. Экспериментальные данные измерения коэффициента температуропроводности полиметилметакрилата при периоде колебаний температуры τ₀ = 60 с, ψ = 0,41

Номер измерения	Измеренные значения коэффи- циента температу- ропроводности, ((×10 ⁷)) м ² /с	Среднее арифметическое значение, (×10 ⁷) м ² /с	Выборочная дисперсия, (×10 ¹⁴) м ⁴ /c ²	Выборочное стандартное отклонение, (×10 ⁷) м ² /с	Выборочное стан- дартное отклонение среднего значения, (×10 ⁷) м ² /с
1	0,83				
2	0,84				
3	0,82				
4	0,8				
5	0,86	0.82	0.0004	0.02	0.006
6	0,8	0,82	0,0004	0,02	0,000
7	0,82				
8	0,81				
9	0,83				
10	0,79				

Таким образом, при $\psi = 0,41$ за результат измерения принимаем $a = 0,82 \cdot 10^{-7} \text{ м}^2/\text{с}$, неопределенность измерений $u(a) = 0,006 \cdot 10^{-7} \text{ м}^2/\text{c}$, число степеней свободы v = 9.

4.3. Экспериментальные данные измерения
коэффициента температуропроводности полиметилметакрилат
при периоде колебаний температуры τ ₀ = 80 c, ψ = 0,28

Номер измерения	Измеренные значения коэффици- ента температуро- проводности, $((\times 10^7)) m^2/c$	Среднее арифметическое значение, (×10 ⁷) м ² /с	Выборочная дисперсия, (×10 ¹⁴) м ⁴ /c ²	Выборочное стандартное отклонение, (×10 ⁷) м ² /с	Выборочное стан- дартное отклонение среднего значения, (×10 ⁷) м ² /с
1	1,24				
2	1,17				
3	1,18				
4	1,27				
5	1,19	1 22	0.0017	0.041	0.012
6	1,25	1,22	0,0017	0,041	0,013
7	1,17				
8	1,27				
9	1,19				
10	1,24				

Таким образом, при $\psi = 0,28$ за результат измерения коэффициента температуропроводности, в условиях, когда период температурных колебаний в образце составляет 80 с, принимаем $a = 1,22 \cdot 10^{-7} \text{ м}^2/\text{с}$, неопределенность измерений $u(a) = 0,013 \cdot 10^{-7} \text{ м}^2/\text{с}$, число степеней свободы v = 9.

4.4. Экспериментальные данные измерения коэффициента температуропроводности полиметилметакрилата при периоде колебаний температуры τ₀ = 160 с, ψ = 0,16

Номер измерения	Измеренные значения коэффи- циента температу- ропроводности, ((×10 ⁷)) м ² /с	Среднее арифметическое значение, (×10 ⁷) M ² /c	Выборочная дисперсия, (×10 ¹⁴) м ⁴ /c ²	Выборочное стандартное от- клонение, (×10 ⁷) м ² /с	Выборочное стан- дартное отклоне- ние среднего зна- чения, (×10 ⁷) м ² /с
1	1,11				
2	1,07				
3	1,09				
4	1,14				
5	1,06	1 1	0.0000	0.02	0.0005
6	1,13	1,1	0,0009	0,05	0,0095
7	1,1				
8	1,11				
9	1,12				
10	1,05				

Таким образом, при $\psi = 0,16$ за результат измерения принимаем $a = 1,1\cdot10^{-7} \text{ м}^2/\text{с}$, неопределенность измерений $u(a) = 0,095\cdot10^{-7} \text{ м}^2/\text{c}$, число степеней свободы v = 9.

Конечно, оценка неопределенности измерений по типу A не является исчерпывающей. Она не учитывает неопределенности измерений толщины образца, температуры и времени запаздывания. Но все же она позволяет сделать вывод, что при периоде колебаний 160 с ($\psi = 0,16$) результат измерения наиболее близок действительному значению коэффициента температуропроводности полиметилметакрилата.

4.5. РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЙ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ОКИСЛЕННОГО МНОГОСЛОЙНОГО ГРАФЕНА

После проведения измерений со стандартными образцами была проведена серия экспериментов по определению теплофизических свойств углеродного наноматериала графен, производимого в Тамбовском государственном техническом университете по технологии, основанной на разделении графитовых слоев с использованием химических окислителей [58].

Воздействие на графит сильных окислителей приводит к окислению внутренних слоев графита. Это сопровождается увеличением межслойного расстояния в кристалле и, соответственно, к снижению энергии взаимодействия между слоями. Полученный материал диспергируется ультразвуком на графеновые нанопластинки в растворе и фильтруется. После фильтрации паста содержит от 6 до 10% твердого вещества.

Графен используется в электротехнической промышленности, в связи с этим важно знать его температуропроводность для моделирования нестационарного температурного поля. Результаты эксперимента представлены в табл. 4.5 – 4.8.

4.5. Результаты экспериментов с материалом графен. Толщина образца 0,0053 м, относительная влажность материала – 40%, средняя температура образца 68 °C, $\psi = 0.19$, $\tau_0 = 140$ с

Номер измерения	Измеренные значения коэффи- циента температу- ропроводности, ((×10 ⁷)) m ² /c	Среднее арифметическое значение, (×10 ⁷) м ² /с	Выборочная дисперсия, (×10 ¹⁴) м ⁴ /c ²	Выборочное стандартное отклонение, (×10 ⁷) м ² /с	Выборочное стан- дартное отклоне- ние среднего зна- чения, (×10 ⁷) м ² /с
1	4,09				
2	4,38				
3	4,14				
4	4,06				
5	4,06	1 1 9	0.010	0.14	0.04
6	4,3	4,18	0,019	0,14	0,04
7	4,33				
8	4,08				
9	4,31				
10	4,02				

Так как графен представляет собой дисперсный сыпучий материал, то для формирования слоя постоянной толщины использовалась рамка из полиметилметакрилата в форме квадрата со стороной 40 мм и толщиной 5,3 мм с квадратным отверстием, сторона которого – 35 мм. В отверстие помещался материал и выравнивался скребком. Излишки материала удалялись. Сверху по центру размещалась пластина из меди толщиной 0,5 мм в форме квадрата со стороной 5 мм. В центре квадрата проделана прорезь шириной 0,5 мм, в которую укладывалась защитная трубка термопары. Нижняя термопара размещалась в медной пластине под слоем материала. Пластина имела форму квадрата со стороной 40 мм и прорезь для термопары в центре толщиной 0,5 мм. Таким образом, толщина слоя между рабочими спаями термопар составила 5,3 мм.

За результат измерения коэффициента температуропроводности графена, в условиях, когда период температурных колебаний в образце составляет 140 с, принимаем $a = 4,18 \cdot 10^{-7} \text{ м}^2/\text{с}$, неопределенность измерений $u(a) = 0,04 \cdot 10^{-7} \text{ м}^2/\text{с}$, число степеней свободы v = 9.

4.6. Результаты экспериментов с материалом графен. Толщина образца 0,0053 м, относительная влажность материала – 40%, средняя температура образца 68 °C, ψ = 0,18, τ₀ = 160 с

Номер измерения	Измеренные значения коэффи- циента температу- ропроводности, ((×10 ⁷)) м ² /с	Среднее арифметическое значение, (×10 ⁷) M ² /c	Выборочная дисперсия, (×10 ¹⁴) м ⁴ /c ²	Выборочное стандартное отклонение, (×10 ⁷) м ² /с	Выборочное стандартное от- клонение среднего значения, (×10 ⁷) м ² /с
1	4,43				
2	4,48				
3	4,57				
4	4,39				
5	4,2	4 20	0.016	0.12	0.04
6	4,31	4,39	0,010	0,15	0,04
7	4,54				
8	4,24				
9	4,42				
10	4,26				

За результат измерения коэффициента температуропроводности графена, в условиях, когда период температурных колебаний в образце составляет 160 с, принимаем $a = 4,39 \cdot 10^{-7} \text{ м}^2/\text{с}$, неопределенность измерений $u(a) = 0,04 \cdot 10^{-7} \text{ м}^2/\text{с}$, число степеней свободы v = 9.

4.7. Результаты экспериментов с материалом графен. Толщина образца 0,0053 м, относительная влажность материала – 40%, средняя температура образца 68 °C, ψ = 0,16, τ₀ = 180 с

Номер измерения	Измеренные значения коэффи- циента температу- ропроводности, ((×10 ⁷)) m ² /c	Среднее арифметическое значение, (×10 ⁷) м ² /с	Выборочная дисперсия, (×10 ¹⁴) м ⁴ /с ²	Выборочное стандартное отклонение, (×10 ⁷) м ² /с	Выборочное стан- дартное отклоне- ние среднего зна- чения, (×10 ⁷) м ² /с
1	4,88				
2	5,17				
3	4,89				
4	5,06				
5	4,82	4.00	0.014	0.12	0.028
6	5,12	4,99	0,014	0,12	0,038
7	4,91				
8	5,08				
9	5,09				
10	4,96				

За результат измерения коэффициента температуропроводности графена, в условиях, когда период температурных колебаний в образце составляет 180 с, принимаем $a = 4,99 \cdot 10^{-7} \text{ м}^2/\text{с}$, неопределенность измерений $u(a) = 0,038 \cdot 10^{-7} \text{ м}^2/\text{с}$, число степеней свободы v = 9.

4.8. Результаты экспериментов с материалом графен. Толщина образца 0,0053 м, относительная влажность материала – 40%, средняя температура образца 68 °C, ψ = 0,15, τ₀ = 200 с

Номер измерения	Измеренные значения коэффици- ента температуро- проводности, ((×10 ⁷)) m ² /c	Среднсе арифметическое значение, (×10 ⁷) м ² /с	Выборочная дисперсия, (×10 ¹⁴) м ⁴ /c ²	Выборочное стандартное отклонение, (×10 ⁷) M ² /c	Выборочное стан- дартное отклонение среднего значения, (×10 ⁷) м ² /с
1	4,4				
2	4,39				
3	4,31				
4	4,26				
5	4,39	4 20	0.012	0.11	0.026
6	4,44	4,29	0,015	0,11	0,030
7	4,2				
8	4,21				
9	4,15				
10	4,12				

За результат измерения коэффициента температуропроводности графена, в условиях, когда период температурных колебаний в образце составляет 200 с, принимаем $a = 4,29 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2/\text{c}$, неопределенность измерений $u(a) = 0,036 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2/\text{c}$, число степеней свободы v = 9.

Опыт показывает, что добавление графена существенно повышает коэффициент температуропроводности материала. Однако коэффициент температуропроводности существенно зависит от содержания влаги в материале (табл. 4.9).

4.9. Результаты экспериментов с сухим и влажным графеном. Толщина образца 0,0053 м, средняя температура 68 °C, ψ = 0,16

N.	Коэффициент температуропроводности, м ² /с				
JN⊡	Относительная влажность 70%	Относительная влажность 0%			
1	$2,60 \cdot 10^{-7}$	7,38.10 ⁻⁷			
2	$2,71 \cdot 10^{-7}$	7,43.10 ⁻⁷			
3	2,6.10 ⁻⁷	7,38.10 ⁻⁷			
4	$2,65 \cdot 10^{-7}$	$7,4.10^{-7}$			
5	$2,62 \cdot 10^{-7}$	7,37.10 ⁻⁷			
Среднее значение	2,64.10 ⁻⁷	7,39.10 ⁻⁷			

Эксперименты с влажным и сухим графеном проводились так же как и в предыдущих опытах, а именно: объем выборки составлял 10 значений, а неопределенность измерений $u(a) = 0,036 \cdot 10^{-7} \text{ м}^2/\text{с}$. В таблице 4.9 представлены средние арифметические значения.

Как видно из таблицы уменьшение влагосодержания повышает значение коэффициента температуропроводности. В соответствии с тем, что тестируемый материал имел плотность, близкую к насыпной, следует учитывать, что повышение давления на материал также приводит к увеличению значения коэффициента температуропроводности.

4.6. РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЙ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ДРЕВЕСИНЫ

В условиях неизбежного дефицита сырья для производства цветных и черных металлов, нефти и газа, который начнет ощущаться уже через сто последующих лет, перед учеными всего мира стоит задача разработки новых недорогих и экологичных материалов, способных конкурировать с традиционными конструкционными материалами как по физико-механическим, свойствам, так и по себестоимости.

Так, учеными Воронежской лесотехнической академии разработана технология изготовления нового материала – «Древсталь» с прочностью стали Ст3, путем трехстороннего уплотнения древесины до плотности древесинного вещества и одновременным пропитыванием водным раствором карбамида. Кроме того, материал устойчив к процессам горения и гниения.



Рис. 4.5. Зависимость температуры от времени в процессе измерения коэффициента температуропроводности материала «Древсталь» методом регулярного режима третьего рода:

temp1 – изменение температуры в точке x₁; temp2 – изменение температуры в точке x₂

Модифицированная древесина «Древсталь» в значительной мере сможет заменить цветные металлы и неметаллические композиционные материалы для изготовления подшипников скольжения и строительных конструкций. И если цены на черные и цветные металлы будут постоянно расти, то стоимость древесины в ближайшее время будет относительно стабильна.

На разработанной автоматизированной измерительной установке для измерения комплекса теплофизических свойств материалов был проведен ряд экспериментов по определению температуропроводности материала «Древсталь» (рис. 4.5).

При расчете относительной погрешности использовались следующие значения:

$$\Delta x = 0,00005 \text{ m}; \ \Delta \vartheta = 0,05 \text{ °C}; \ \vartheta_{\text{max}} = 5 \text{ °C}.$$

Результаты проведенных экспериментов показали, что исследуемый материал «Древсталь» обладает низким коэффициентом температуропроводности, гораздо ниже температуропроводности стали. Это позволяет сделать вывод о том, что при заявленной прочности и определенной экспериментально величине температуропроводности, данный материал может составить прямую конкуренцию применяемым в настоящее время композиционным материалам (табл. 4.10).

Материал	«Древсталь»			
Толщина образца, м	0,00415			
Длительность эксперимента, мин	30			
Период температурных колебаний, с	160	180	120	
Время запаздывания, с	55	59	47	
Коэффициент температуро- проводности <i>a</i> , м ² /с	7,26.10-8	7,08·10 ⁻⁸	7,34.10-8	
Относительная погрешность δ <i>а</i> , %	8	7	9	
Температуропроводность Ст3, м ² /с		1,3.10 ⁻⁵		

4.10. Определение коэффициента температуропроводности материала «Древсталь»
ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Возможности метода температурных волн (метода регулярного режима третьего рода) достаточно широки. Его можно использовать в диапазоне высоких температур, где по уровню методической проработки этому методу нет равных [20]. Проведение исследований возможно на образцах малых размеров. Следует отметить, что данный метод – единственный, позволяющий получать информацию о возможной зависимости ТФС от частоты температурной волны.

Таким образом, метод периодического нагрева позволяет исследовать широкий класс явлений в газах, жидкостях и твердых телах в широком диапазоне состояний. С его помощью на одном устройстве возможно осуществить определение комплекса теплофизических свойств. Высокая помехоустойчивость дает возможность проводить эксперимент при низком уровне температурных возмущений, что особенно важно при исследовании критических явлений и фазовых переходов. Данный метод не требует сложной аппаратуры, обладает удовлетворительной точностью (погрешности измерений около 5%) и сравнительно небольшой продолжительностью измерений (0,5 - 2 часа).

Метод периодического нагрева – надежный, недорогой и эффективный метод, который продолжает активно разрабатываться, и многие вопросы его использования еще требуют решений, совершенствования средств измерения и способа определения теплофизических свойств. 1. **Теоретические** и практические основы теплофизических измерений / С. В. Пономарев, С. В. Мищенко, А. Г. Дивин и др. ; под ред. С. В. Пономарева. – Москва : ФИЗМАТЛИТ, 2008. – 408 с.

2. Шашков, А. Г. Методы определения теплопроводности и температуропроводности / А. Г. Шашков и др. – Москва : Энергия, 1973. – 336 с.

3. Пономарев, С. В. К вопросу о выборе оптимальных режимных параметров процесса измерения коэффициента температуропроводности теплоизоляционных материалов методом регулярного режима третьего рода / С. В. Пономарев, Д. А. Дивина, А. С. Щекочихин // Измерительная техника. – 2012. – № 1. – С. 47 – 49.

4. Angstrem, A. J. Neue Methode das Warmeleiltungs-vermogen der Korper zu bestimmen / A. J. Angstrem // Ann. d. Physik. – 1881. – Bd. 14. – S. 513.

5. **Филиппов, Л. П.** Измерения теплофизических свойств веществ методом периодического нагрева / Л. П. Филиппов. – Москва : Энергоатомизд, 1984. – 104 с.

6. Липаев, А. А. Применение метода периодического нагрева в экспериментальной теплофизике // Современные методы и средства исследований теплофизических свойств веществ : сб. тр. Междунар. науч.-техн. конф. 30 ноября – 2 декабря 2010 г. – Санкт-Петербург : СПбГУНиПТ, 2010. – С. 182–195.

7. Липаев, А. А. Теплофизические исследования в петрофизике / А. А. Липаев. – Казань : Изд-во КГУ, 1993. – 147 с.

8. Липаев, А. А. Метод температурных волн в системе контактирующих тел при исследовании фильтрующих, капиллярно-пористых сред / А. А. Липаев // Инженерно-физический журнал. – 1991. – Т. 61, № 2. – С. 335–336.

9. Липаев, А. А. Теплофизика горных пород нефтяных месторождений / А. А. Липаев, Р. С. Хисамов, В. А. Чугунов. – Москва : ООО «Недра-Бизнесцентр», 2003. – 304 с.

10. Кравчун, С. Н. Исследование теплофизических свойств жидкостей методом периодического нагрева : дис. ... канд. физ-мат. наук / С. Н. Кравчун – Москва, 1983. – 187 с.

11. **Кравчун, С. Н.** О возможности измерения теплофизических свойств жидкостей в потоках методом периодического нагрева / С. Н. Кравчун, А. С. Тлеубаев // Инженерно-физический журнал. – 1984. – Т. 46, № 1. – С. 113 – 118.

12. Лаушкина, Л. А. Исследование теплопроводности и теплоемкости изомеров углеводородов и сложных эфиров : дис. ... канд. физ-мат. наук / Л. А. Лаушкина. – Москва, 1984. – 148 с. 13. Багинский, А. В. Влияние терморадиации на теплопроводность тонких слоях серой среды / А. В. Багинский, А. А. Варченко // Теплофизические свойства веществ и материалов / под ред. С. С. Кутателадзе. – Новосибирск : Институт теплофизики СО АН СССР, 1979. – С. 132 – 148.

14. **Кравчун, С. Н**. О радиационном переносе тепла в углеводородах / С. Н. Кравчун, Л. П. Филиппов // Тепло- и массообмен в химической технологии : межвуз. сб. – Казань, 1985. С. 3 – 6.

15. **Ивлиев, А.** Д. Метод температурных волн в теплофизических исследованиях (анализ советского и российского опыта) / А. Д. Ивлиев // Теплофизика высоких температур. – 2009. – Т. 47, № 5. – С. 771 – 792.

16. Ka'zmierczak-Bałata, J. Bodzenta Determination of Thermaldiffusivity Dependence on Temperature of Transparent Samples by Thermal Wave Method / J. Ka'zmierczak-Bałata // International Journal of Thermophysics. – V. 31, \mathbb{N} 1. – 2010. – P. 180 – 186.

17. **Gonzalez-Mendizabal, D. P.** A Thermal Conductivity Experimental Method Based on the Peltier Effect / D. Gonzalez-Mendizabal, D. P. Bortot, A. L. Lopez de Ramos // International Journal of Thermophysics. – V. 19, $N_{\rm P}$ 4. – 1998. – P. 1229 – 1238.

18. Дивина, Д. А. Повышение точности определения теплофизических характеристик методом регулярного режима третьего рода / Д. А. Дивина, С. В. Пономарев, А. Г. Дивин // Сборник трудов II МНТК, 28 – 30 ноября. – Санкт-Петербург : СПбГУНиПТ, 2012. – С. 105.

19. Пат. РФ № 2478939. Способ измерения коэффициента температуропроводности теплоизоляционных материалов методом регулярного режима третьего рода / Пономарев С. В., Дивина Д. А., Шишкина Г. В.; № 2011141156 / 28 ; заявл. 10.10.2011 ; опубл. 10.04.2013, Бюл. № 10.

20. **Кравчун, С. Н.** Метод периодического нагрева в экспериментальной теплофизике / С. Н. Кравчун, А. А. Липаев. – Казань : Казанский государственный университет, 2006. – 208 с.

21. Артюхина, Е. Л. Разработка полигармонического метода температурных волн и устройства для контроля температуропроводности твердых изотопных материалов : автореф. дис. ... канд. техн. наук / Е. Л. Артюхина. – Тамбов : Изд-во ФГБОУ ВПО «ТГТУ», 2013. – 16 с.

22. **Ивлиев, А. Д.** Применение метода температурных волн для исследования теплофизических свойств конденсированных веществ / А. Д. Ивлиев // Современные методы и средства исследований теплофизических свойств веществ : сб. тр. Междунар. науч.-техн. конф., 30 ноября – 2 декабря 2010 г. – Санкт-Петербург : СПбГУНиПТ, 2010. – С. 65 – 75.

23. Кислицин, А. А. Основы теплофизики: Лекции и семинары / А. А. Кислицин. – Тюмень : Изд-во Тюменского гос. ун-та, 2002. – 152 с.

24. **Осипова, В. А.** Экспериментальное исследование процессов теплообмена / В. А. Осипова. – Москва : Энергия, 1969. – 392 с.

25. Шорин, С. Н. Теплопередача / С. Н. Шорин. – Москва : Высш. шк., 1964. – 490 с.

26. **Харламов, А. Г.** Измерение теплопроводности твердых тел / А. Г. Харламов. – Москва : Атомиздат, 1973. – 152 с.

27. Платунов, Е. С. Теплофизические измерения и приборы / Е. С. Платунов и др. – Ленинград : Машиностроение, 1986. – 256 с.

28. Цедерберг, Н. В. Теплопроводность газов и жидкостей / Н. В. Цедерберг. – Москва–Ленинград : Госэнергоиздат, 1963. – 408 с.

29. **Филиппов, Л. П.** Исследование теплопроводности жидкостей / Л. П. Филиппов. – Москва : Изд-во МГУ, 1970. – 239 с.

30. Рекомендации по разработке методики введения поправок на систематические погрешности измерений теплофизических свойств веществ / С. В. Пономарев, А. Г. Дивин, П. В. Балабанов и др. // Метрология. – 2013. – № 10. – С. 38 – 47.

31. Пономарев, С. В. Управление качеством продукции. Инструменты и методы менеджмента качества : учебное пособие / С. В. Пономарев и др. – Москва : РИА «Стандарты и качество», 2005. – 248 с.

32. Пономарев, С. В. Управление качеством процессов и продукции. Кн. 2: Инструменты и методы менеджмента качества процессов в производственной, коммерческой и образовательной сферах : учебное пособие / С. В. Пономарев и др. ; под ред. д-ра техн. наук. проф. С. В. Пономарева. – Тамбов : Изд-во ФГБОУ ВПО «ТГТУ», 2012. – 212 с.

33. **Мищенко, С. В.** Использование методологии решения проблем, инструментов и методов менеджмента качества при выполнении научных исследований / С. В. Мищенко и др. // Вестник Тамбовского государственного технического университета. – 2012. – № 1. – С. 6 – 18.

34. РМГ 29–99. Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения. – Минск : ИПК Издательство стандартов, 2000. – 50 с.

35. Зайдель, А. Н. Ошибки измерения физических величин / А. Н. Зайдель. – Ленинград : Наука, 1974. – 104 с.

36. Пономарев, С. В. Методика введения поправки в результаты измерения теплофизических свойств : I науч. конф. ТГТУ / С. В. Пономарев, А. Г. Дивин, Р. В. Романов. – Тамбов : Изд-во ТГТУ, 1994. – С. 60–61.

37. Пономарев, С. В. Методы и устройства для измерения эффективных теплофизических характеристик потоков технологических жидкостей : учебное пособие для вузов / С. В. Пономарев, С. В. Мищенко. – Тамбов : Изд-во ТГТУ, 1997. – 248 с.

38. 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. 39. 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.

40. Беляев, П. С. Тепло- и массоперенос в полимерных материалах с пористой структурой. Методы и средства контроля / П. С. Беляев, С. В. Мищенко. – Москва : Машиностроение, 2000. – 284 с.

41. **Мищенко, С. В.** Разработка автоматизированной системы научных исследований и проектирования технологических процессов тепломассопереноса / С. В. Мищенко, С. В. Пономарев // Теоретические основы химической технологии. – 1994. – Т. 8, № 6. – С. 547 – 555.

42. Пономарев, С. В. Методы и устройства для измерения эффективных теплофизических характеристик потоков технологических жидкостей / С. В. Пономарев, С. В. Мищенко. – Тамбов : Изд-во Тамб. гос. техн. ун-та, 1997. – 248 с.

43. Мочалин, С. Н. Математическая модель экспрессного метода измерения коэффициента диффузии влаги в капиллярно-пористых материалах / С. Н. Мочалин // Теплофизика в энергосбережении и управлении качеством : материалы Шестой междунар. теплофизической школы в 2 ч. – Тамбов : Изд-во Тамб. госуд. техн. ун-та, 2007. – С. 160–161.

44. Беляев, М. П. Неразрушающий экспресс-контроль коэффициента диффузии полярных растворителей в тонких изделиях / М. П. Беляев, В. П. Беляев // Вестник Тамбовского государственного технического университета. – 2008. – Т. 14, № 1. – С. 41 – 47.

45. Пат. РФ № 2436066. Способ измерения коэффициента диффузии влаги в капиллярно-пористых листовых материалах / Пономарев С. В., Мочалин С. Н., Шишкина Г. В. // МПК G01N 13/00. – № 2010130744/28; заявл. 21.07.2010; опубл. 10.12.2011, Бюл. № 34.

46. **Теплофизические** измерения и приборы / Е. С. Платунов [и др.]. – Ленинград : Машиностроение, 1986. – 256 с.

47. **Мочалин, С. Н.** Выбор оптимальных условий измерения характеристик влагопереноса в тонколистовых капиллярно-пористых материалах методом «мгновенного» источника влаги / С. Н. Мочалин, И. Н. Исаева, С. В. Пономарев // Вестник Тамбовского государственного технического университета. – 2010. – Т. 16, № 3. – С. 533 – 545.

48. Пономарев, С. В. О выборе оптимальных условий измерения теплофизических свойств веществ методом мгновенного источника тепла / С. В. Пономарев, И. Н Исаева, С. Н. Мочалин // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2010. – Т. 76, № 5. – С. 32 – 36.

49. **Мочалин, С. Н.** Измерение характеристик влагопереноса тонколистовых капиллярно-пористых материалов методом «мгновенного» источника влаги : монография / С. Н. Мочалин, С. В. Пономарев. – Москва : Изд-во «Спектр», 2010. – 100 с. 50. Гуров, А. В. Выбор оптимальных условий измерения теплофизических свойств веществ методом плоского мгновенного источника тепла / А. В. Гуров, Г. А. Соседов, С. В. Пономарев // Измерительная техника. – 2012. – № 10. – С. 47 – 49.

51. **Мочалин, С. Н.** Анализ источников погрешностей измерений характеристик переноса влаги в тонколистовых капиллярно-пористых материалах / С. Н. Мочалин // Вопросы современной науки и практики. Университет им. В. И. Вернадского. – 2010. – № 79(30). – С. 329 – 337.

52. Гуров, А. В. Анализ источников погрешностей измерения теплофизических свойств твердых теплоизоляционных материалов методом плоского «мгновенного» источника теплоты / А. В. Гуров, С. В. Пономарев // Вопросы современной науки и практики. Университет им. В. И. Вернадского. – 2013. – № 1(45). – С. 273 – 282.

53. Гуров, А. В. Экспериментальная установка для измерения теплофизических свойств теплоизоляционных материалов методом плоского «мгновенного» источника теплоты / А. В. Гуров // Метрология. – 2013. – № 4. – С. 16 – 24.

54. Гуров, А. В. Измерение теплофизических свойств теплоизоляционных материалов методом плоского «мгновенного» источника теплоты : монография / А. В. Гуров, С. В. Пономарев ; под науч. ред. С. В. Пономарева. – Тамбов : Изд-во ФГБОУ ВПО «ТГТУ», 2013. – 100 с.

55. Дивин, А. Г. Методы и средства для определения зависимости теплофизических характеристик жидких полимерных материалов от скорости сдвига и температуры / А. Г. Дивин : дис. ... д-ра техн. наук. – Тамбов, 2011. – 370 с.

56. Годовский, Ю. К. Теплофизические методы исследования полимеров / Ю. К. Годовский. – Москва : Химия, 1976.

57. **Харитонов, В. В.** Теплофизика полимеров и полимерных композиций / В. В. Харитонов. – Минск : Высшая школа, 1983. – 162 с.

58. Lyubimova, D. Increasing the Precision of Thermal Properties Measurement by the Periodic Heating Method / D. Lyubimova, A. Divin, S. Ponomarev // Chemical Engineering Transactions. – V. 39. – 2014. – P. 1315 – 1320.

59. ГОСТ Р 54500.3–2011. Руководство ИСО/МЭК 98-3:2008. Неопределенность измерения. Ч. 3: Руководство по выражению неопределенности измерения. – Москва : Стандартинформ, 2012. – 102 с.

ОГЛАВЛЕНИЕ

введение		3
1.	ОБЗОР МЕТОДОВ РЕГУЛЯРНОГО РЕЖИМА ТРЕТЬЕГО РОДА (ПЕРИОДИЧЕСКОГО НАГРЕВА) ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК МАТЕРИАЛОВ	6
	1.1. Классификация методов регулярного режима третьего рода	9
	1.1.1. Классификация по способу задания температурной волны	9
	1.1.2. Классификация по виду изотерм температурных колебаний	11
	1.1.3. Классификация по виду математической модели	12
	 Измерительные устройства для осуществления методов регулярного режима третьего рода 	12
	1.2.1. Установка с лазерным излучением	12
	1.2.2. Установка с электронным возбуждением температурной	
	волны	13
	1.2.3. Установка для определения коэффициента	
	температуропроводности и теплопроводности	14
	1.2.4. Экспериментальный метод определения теплопроводности	15
	 1.2.5. Способ измерения коэффициента температуропроводности методом регулярного режима третьего рода 1.2.6. Фототермический метод определения теплофизических 	17
	свойств	17
2.	ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ РАЗРАБОТАННОГО МЕТОДА РЕГУЛЯРНОГО РЕЖИМА ТРЕТЬЕГО РОДА	19
	2.1. Математическое описание установившихся гармонических колебаний в полуограниченном плоском образце	19
	2.2. Основные характеристики температурного поля в полуограниченном образце в режиме установившихся гармонических колебаний	21
	2.3. Вычисление коэффициента температуропроводности по отношению амплитуд гармонических колебаний, измеренных в двух точках образца	25
	2.4. Вычисление коэффициента температуропроводности по величине сдвига фаз гармонических колебаний в двух точках образца	28

2.5. Основы метолики введения поправок на систематические	
погрешности измерения теплофизических свойств вешеств	30
2.5.1. Формы математических зависимостей.	
используемых при введении поправок	31
2.5.2. Процедура разработки метолики ввеления поправок	
на систематические погрешности измерения	
теплофизических свойств	32
3. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ПРОЕКТИРОВАНИЯ МЕТОЛА	
И УСТРОЙСТВА ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ	
СВОЙСТВ ТЕПЛОИЗОЛЯЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ	37
3.1. Постановка и решение математических задач минимизации	
погрешностей измерений	37
3.2. Решение задачи о выборе оптимальных режимных параметров	
метода и конструкционных размеров измерительного	
устройства	40
3.3. Анализ источников погрешностей измерения теплофизических	
свойств материалов с применением разработанного метода	
периодического нагрева	45
3.3.1. Анализ источников погрешностей, связанных	
с ошибками при реализации метода регулярного	
режима третьего рода	47
3.3.2. Анализ источников погрешностей, обусловленных	
несовершенством измерительного оборудования	49
3.3.3. Источники погрешностей, обусловленные ошибками	
обработки результатов измерений	52
3.3.4. Влияние источников погрешностей, вызванных	
возможными неправильными действиями оператора	
при проведении измерений	52
4. КОНСТРУКЦИЯ ИЗМЕРИТЕЛЬНОГО УСТРОИСТВА	
И УСТАНОВКИ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ	
СВОИСТВ МАТЕРИАЛОВ МЕТОДОМ ПЕРИОДИЧЕСКОГО	<i>с</i> 4
НАІ РЕВА	54
4.1. Физическая модель измерительного устроиства	. 54
4.2. Схема измерительной установки	22
4.3. Методика выполнения измерений	57
4.4. Экспериментальная оценка неопределенности измерений	. 60
4.5. Результаты измерений теплофизических свойств окисленного	
многослойного графена	64
4.6. Результаты измерений теплофизических свойств древесины	. 69
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	. 72
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ	73

Научное издание

ЛЮБИМОВА Дарья Александровна ПОНОМАРЕВ Сергей Васильевич ДИВИН Александр Георгиевич

ИЗМЕРЕНИЕ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ТЕПЛОИЗОЛЯЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ МЕТОДОМ РЕГУЛЯРНОГО РЕЖИМА ТРЕТЬЕГО РОДА

Монография

Редактор И. В. Калистратова Инженер по компьютерному макетированию М. Н. Рыжкова



Подписано в печать 23.12.2014. Формат 60 × 84/16. 4,65 усл. печ. л. Тираж 100 экз. Заказ № 602

Издательско-полиграфический центр ФГБОУ ВПО «ТГТУ» 392000, г. Тамбов, ул. Советская, 106, к. 14. Тел./факс (4752) 63-81-08, 63-81-33. E-mail: izdatelstvo@admin.tstu.ru