

Измерения теплофизических характеристик материалов методами регулярного режима третьего рода

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

Тамбовский государственный технический университет,
Тамбов, Россия, e-mail: divinadar@yandex.ru

Рассмотрены способы измерений теплофизических характеристик материалов при периодическом нагреве. Предложена классификация методов регулярного режима 3-го рода в зависимости от способа создания температурных колебаний, разновидности температурных волн и математической модели, реализуемой в методе. Приведен обзор измерительных установок, реализующих метод температурных волн.

Ключевые слова: теплофизические свойства, периодический нагрев, температурные волны.

This work describes the methods of thermophysical properties of materials measurements by means of periodic heating. The classification of the third kind regular mode methods according to the way of temperature oscillations generation, forms of temperature waves and mathematical models is proposed. The short review of measuring instruments based on the temperature waves method is presented.

Key words: thermophysical properties, periodic heating, temperature waves.

Измерения теплофизических характеристик (ТФХ) материалов и их зависимости от температуры — необходимые условия успешного проектирования новых производственных процессов и внедрения новых материалов. Точные измерения и контроль ТФХ особенно важны в сферах строительства и энергосбережения, так как теплофизические свойства — основной показатель качества теплоизоляционных материалов [1].

Перспективным направлением при измерениях ТФХ является использование методов регулярного режима 3-го рода (периодического нагрева и температурных волн) [2—9]. В данной статье предложена классификация существующих способов реализации метода периодического нагрева, рас-

смотрены отечественные и зарубежные средства измерений (СИ) ТФХ, отмечены их достоинства и недостатки.

Особенности развития метода регулярного режима 3-го рода. Изначально данный метод назывался методом Ангстрема [10] и использовался для определения коэффициента температуропроводности металлов путем измерения временной задержки тепловых колебаний, распространяющихся вдоль металлического стержня между двумя выбранными точками. В дальнейшем проблемой исследования ТФХ материалов методом регулярного режима 3-го рода занимались многие ученые. Со времени опубликования работы [11] метод получил дальнейшее развитие. Если ранее его использовали в основном для измерений комплекса ТФХ газов и жидкостей в широком диапазоне состояний, то в настоящее время он превратился в общезначимый метод исследования широкого класса явлений, зависящих от ТФХ веществ [5].

Метод регулярного режима 3-го рода используют для исследования ТФХ твердых тел, он является одним из немногих способов изучения характеристик тонких пленок. На основе метода периодического нагрева создают тепловые сканирующие микроскопы, на этой базе возникла новая область теплофизики — тепловая спектроскопия. Возможность варьирования глубины проникновения температурной волны вглубь вещества реализуется в дефектоскопии и работах по определению профиля теплопроводности поверхностных слоев [6].

Классификация методов регулярного режима 3-го рода. Метод регулярного режима 3-го рода можно применить к различным объектам исследования, отличающимся по размерам, фазовому состоянию и видам теплопереноса. Способы реализации методов периодического нагрева можно классифицировать по следующим признакам, обозначенным на рис. 1 [3—16].

Способ создания температурной волны. При использовании электронного потока для создания температурной волны источник электронов и исследуемый



Рис. 1. Классификация методов периодического нагрева

образец объединяют в единую систему, которая образует вакуумный диод [6]. Достоинство данного способа заключается в простоте его реализации, возможности управления электронным потоком, а значит, и средней температурой образца. Однако имеется и существенный недостаток: образец должен быть электропроводящим материалом, поэтому данный подход можно использовать только для исследования свойств проводников [6]. Кроме того, при высоких температурах происходит сублимация образца из-за необходимости работы в вакууме.

В случае создания температурных волн с помощью электромагнитного излучения (*радиационный нагрев*) электрические свойства исследуемого материала не имеют решающего значения [6], а сублимации образца можно избежать при заполнении рабочей среды благородным газом. Достоинство этого метода — возможность использования термпар для надежной регистрации температурных возмущений, что является необходимым условием при расчете ТФХ.

Пример *фототермического метода* генерации температурной волны рассмотрен в [7]. Образец периодически нагревают световым излучением с модуляцией интенсивности светового потока, причем излучение частично поглощается окружающей средой. Недостаток метода заключается в необходимости использования нескольких фотоприемников излучения для регистрации температуры и фазы температурной волны (ввиду непостоянства их чувствительности в различных спектральных интервалах измерений) при измерениях ТФХ в широком интервале температур. Это создает сложности при измерениях в диапазонах низких и средних температур, когда для регистрации теплового потока (особенно при высоких частотах модуляции) можно использовать только охлаждаемые фоторезистивные приемники.

В случае *термоэлектрического метода* часто применяют элемент Пельтье [8, 9, 12], что достаточно эффективно для периодического температурного воздействия на образец. Термоэлектрический материал, из которого изготовлен элемент Пельтье — сплав из висмута, теллура, селена и сурьмы, имеющий в составе необходимые примеси, позволяющие создать слиток с ориентированной поликристаллической решеткой с высокими анизотропными термоэлектрическими свойствами. Металлизированные квадратные керамические пластины толщиной 3,96 см обеспечивают максимальную электрическую изоляцию и теплопроводность. Диапазон рабочих температур устройства: $-150...+80\text{ }^{\circ}\text{C}$ [8]. Термоэлектрический метод очень удобен для исследования ТФХ образцов малого объема (твердых и сыпучих материалов), возможно его применение для измерения ТФХ жидкостей. Достоинства элемента Пельтье — простота конструкции, компактность, экологичность (рабочую среду устройства не требуется заполнять жидкостью или газом), бесшумность. При изменении полярности тока, протекающего через элемент Пельтье, может происходить как охлаждение, так и нагревание образца, что позволяет устанавливать среднюю температуру образца как выше, так и ниже температуры окружающей среды. Основным недостатком элемента Пельтье является высокая потребляемая мощность для достижения заметной разности температур. Для увеличения разницы температур рекомендуется использовать радиатор и вентилятор, отводящие теплоту от греющей стороны элемента.

Эффективно применение *лазерного излучения* в методе температурных волн (особенно в диапазоне низких и средних температур) для регистрации температурных колебаний

в исследуемом образце. При создании температурной волны с помощью лазерного излучения можно использовать как термпары, так и фотоэлектрические датчики [5]. Один из основных недостатков применения лазера — нестабильность выходной мощности при создании излучения, мощность которого изменяется по периодическому закону. Такая нестабильность отрицательно отражается на точности измерений ТФХ. Создание систем непрерывного лазерного излучения, обеспечивающих наибольшее постоянство выходной мощности, усложняет конструкцию СИ вследствие использования механических модуляторов (прерывателей) [5]. Необходимость применения дополнительного нагревателя для управления средней температурой образца является недостатком данного метода.

Классификация по виду температурных волн. В зависимости от формы исследуемых тел и вида изотерм температурных колебаний можно выделить следующие методы периодического нагрева [5]:

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

продольных или осевых температурных волн для тонкого полугораниченного неизолированного стержня, в котором волны распространяются вдоль оси. В этом случае, в отличие от плоских температурных волн, появляется боковой теплообмен;

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 [14, 15]. Незначительность теплопотерь, имеющая решающее значение для экспериментов под давлением, является основным достоинством этого метода.

Классификация по виду математической модели. Методы периодического нагрева можно использовать в линейном и нелинейном температурных режимах. Методы можно разделить на зондовые и незондовые [13].

В зондовых методах нагреватель одновременно выполняет функцию датчика температуры. Существуют методы, в которых эти функции осуществляются разными устройствами, но нагрев и измерения температуры проводят на одной поверхности. В обоих случаях для определения тепловых свойств используют одни и те же формулы. В незондовых методах нагреватель и датчик температуры пространственно разделены [13].

Конструкции установок, реализующих метод температурных волн. Среди существующих в настоящее время и описанных в литературе СИ ТФХ методами температурных волн можно выделить следующие установки.

Установка с лазерным излучением. В [16] рассмотрена конструкция установки, использующей лазер для возбуждения температурной волны в плоскопараллельном образце. Установка работает следующим образом. Лазер типа ЛПН-701 создает непрерывное излучение на длине волны 10,6 мкм мощностью 50—100 Вт. Эффективный диаметр теплового потока составляет 7—8 мм. Модулятор, представляющий вращающийся диск с двумя отверстиями, превращает излучение в поток импульсов, длительность которых равна паузе между ними. Скорость вращения диска и частота импульсов изменяются с помощью системы регулирования и стабилизации частоты вращения в диапазоне 5—80 Гц. Импульсы излучения через вакуумный оптический ввод попадают в ва-

куумную камеру и воздействуют на верхнюю плоскую поверхность образца. Вакуумная камера снабжена системой вакуумных насосов и подачи благородного газа, а также нагревателем. В качестве нагревателя используют 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 с помощью фотодатчика или термпары превращаются в электрический сигнал, который затем поступает в устройство обработки сигнала для расчета искомого ТФХ.

Работа модулятора 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. По значению опорного напряжения можно получить информацию о фазе теплового потока, воздействующего на первую поверхность образца.

С помощью персональной ЭВМ обрабатывается сигнал и рассчитываются ТФХ: амплитуды и фазы полезного сигнала в соответствии с квазиоптимальными алгоритмами. Эти алгоритмы, представляющие преобразование Фурье, позволяют определить параметры сигналов в условиях действия значительных помех. Затем ЭВМ вычисляет ТФХ образца. На данной установке измеряют коэффициент температуропроводности и удельной теплоемкости. Измерения абсолютной теплоемкости не выполняют из-за большой погрешности, с которой можно оценить тепловой поток, поглощенный образцом [16]. Данное устройство позволяет измерять ТФХ твердых, непрозрачных для излучения лазера веществ, в диапазоне температур 300—2300 К. Температуропроводность измеряют с общей погрешностью 2 %, а относительную теплоемкость — 3,2 % (приведены средние значения).

Установка с электронным возбуждением температурной волны [16]. Электронный нагрев представляет интерес из-за возможности простого управления электронным потоком, воздействующим на образец. В этой установке используется модуляция электронного потока двумя сигналами. При этом мощность электронного потока непрерывно возрастает, из-за чего плавно повышается средняя температура образца. Кроме того, мощность модулируется по синусоидальному закону, вследствие чего в образце возбуждается гармоническая температурная волна. Такой тепловой поток позволяет организовать измерения в режиме субсекундного нагрева, что существенно и в условиях электронного нагрева, осуществляемого в вакууме. Известно, что 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 изменений.

Таким методом можно измерить характеристики образца при его плавлении и даже в жидкой фазе [6]. В данной установке применяют фотоэлектрический датчик полезного сигнала и персональную ЭВМ для обработки сигнала.

Скорость монотонного нарастания температуры в установке может изменяться в пределах 0—100 К·с⁻¹, а частота температурной волны — в интервале 4—100 Гц. Измерения можно проводить в обычном (квазистатическом) и динамическом режимах. Толщина электропроводящих образцов составляет от десятых долей миллиметра до 1,5 мм, рабочий диапазон температур — от 700 К до температуры плавления образца. Среднее квадратическое отклонение погрешности измерения температуропроводности — приблизительно 2—3 %.

Метод температурных волн можно применять и в случае, когда источником полезной информации является поверхность образца, подвергаемая действию модулированного теплового потока, возбуждающего температурную волну. В данных установках необходимо, 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 [16].

Установки, реализующие термоэлектрический метод нагрева. Наиболее простой и доступный способ реализации метода термоэлектрического нагрева для измерений ТФХ материалов — использование элемента Пельтье. Данный способ позволяет существенно снижать погрешности измерений, что показано в [8, 9, 12].

В [8] предложен метод измерения теплопроводности для материалов с низкой теплопроводностью и пищевых продуктов стран тропического климата. В основу метода положен эффект Пельтье и его применение для реализации термоэлектрического способа нагрева. Экспериментальная установка была откалибрована с использованием стандартных материалов с известной теплопроводностью: органического стекла и бакелита (фенолоформальдегидной смолы).

Устройство для проведения эксперимента показано на рис. 2. Термоэлектрическое устройство — элемент Пельтье марки MELCOR модели CP 1.4-127-045L [8]. Перед началом эксперимента поверхности термоэлемента были очищены и обезжирены. Затем для минимизации контактного сопротивления на поверхности термобатареи нанесли тонкую пленку термопасты. Холодную поверхность элемента Пельтье расположили над теплообменником с ребристой поверхностью. В целях обеспечения теплопередачи вентилятор находился под теплообменником. Затем образец поместили на поверхность керамической плиты. Для обеспечения одномерности теплового потока образец по периметру изолировали посредством блока элементов, изготовленных из материала с низкой теплопроводностью. Три тонких термпары J типа поместили с обеих сторон образца на холодной поверхности термобатареи для измерения температур T_0 , T_1 , T_2 (см. рис. 2). Температуру и силу тока, пропускаемого через образец во время эксперимента, регистрировали с помощью платы сбора данных.

В предложенном методе для определения теплопроводности твердых материалов были зафиксированы положительные результаты для всех стандартных образцов [8]. Это обусловлено тем, что термоэлектрическое охлаждение и нагрев — очень надежный, дешевый и эффективный метод для создания тепловых воздействий при определении ТФХ образцов малого объема.

Способ, описанный в [9, 12], в котором также используется элемент Пельтье для создания периодического нагрева, отличается методикой оптимизации теплофизического эксперимента, направленной на снижение погрешностей измерений ТФХ материалов.

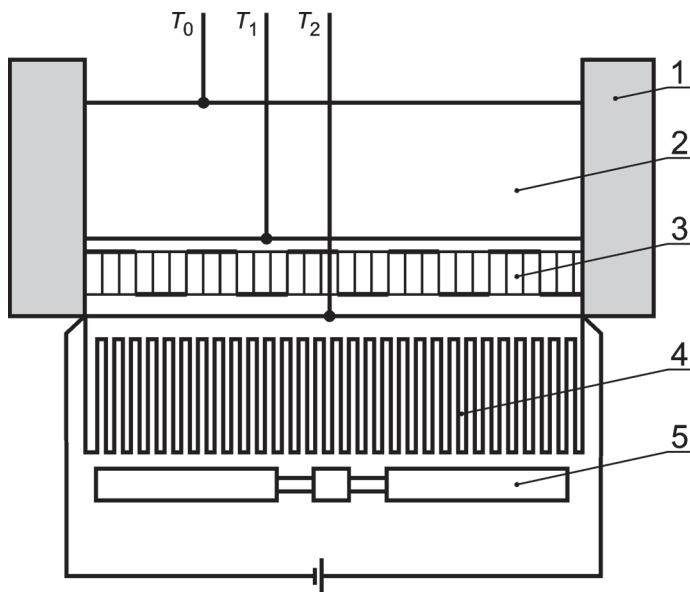


Рис. 2. Устройство для проведения эксперимента:

1 — изоляция; 2 — образец; 3 — термоэлектрический модуль; 4 — теплообменник с ребристой поверхностью; 5 — вентилятор; T_0 — температура образца; T_1 — температура на поверхности нагревателя; T_2 — температура теплообменника

Изменяя период τ_0 гармонических колебаний элемента Пельтье, подбирают такой режим работы измерительного устройства, при котором величина

$$\psi = \tau_3(x_2, x_1)/\tau_0, \quad (1)$$

где $\tau_3(x_2, x_1)$ — запаздывание по времени температурных волн на глубине x_1 по сравнению с температурными волнами на глубине x_2 образца отличается не более, чем на $\varepsilon = 0,002...0,005$ от заданного значения ψ_3 из диапазона 0,14—0,18 [2—4, 9, 12].

Согласно формулам и графикам [2—4], а также результатам калибровки измерительной установки [9] минимум относительной погрешности $\delta\alpha$ измерений коэффициента температуропроводности приходится на одно и то же значение параметра ψ для разных x , откуда следует, что необходимо контролировать параметр ψ , выбирая подходящий период колебаний температуры таким образом, чтобы погрешность $\delta\alpha$ была минимальной [2—4, 9, 12].

Фототермический метод определения теплофизических свойств. В [7] представлена методика измерений, используемая для исследования ТФХ прозрачных монокристаллов. Основная идея заключается в использовании криостата для регулирования средней температуры в образцах, а также для создания тепловых волн внутри образцов. Из-за высокой температурной инерции системы измерения проводят на частотах, не превышающих 50 МГц. Периодические температурные колебания в образце были зафиксированы оптически с помощью «эффекта миража», т. е. эффекта фототермического отклонения. Предложенный метод был использован для определения коэффициента температуропроводности монокристаллов алюмоиттриевого граната в температурном диапазоне 20—200 °С.

Одна поверхность образца из-за использования силиконовой пасты находилась в тесном тепловом контакте с медной пластиной, криостатная камера была разрежена до давления в несколько паскалей. Такие условия позволили

обеспечить тепловую изоляцию всех стенок образца кроме той, что находилась в контакте с медной пластиной, температуру которой устанавливали температурным регулятором. С помощью медной пластины одна из поверхностей образца с постоянной частотой периодически нагревалась и охлаждалась. Температуру системы измеряли двумя термопарами, расположенными на верхней части образца и на медной пластине, что также позволило регулировать действительную температуру образца.

Температурные колебания, распространяющиеся в образце, фиксировали лучом лазера, отклонение луча регистрировали позиционным датчиком, затем амплитуду и фазу (по отношению к частоте модуляции, обеспеченной регулятором температуры) измеряли синхронным усилителем. Амплитуда и фаза были определены как функции расстояния зондирующего луча от нагретой поверхности образца. Результаты эксперимента зарегистрировали в персональном компьютере.

Выводы. Возможности метода температурных волн (метода регулярного режима 3-го рода) достаточно широки. Его можно использовать в диапазоне высоких температур, где по уровню методической проработки этому методу нет равных [5]. Проведение исследований возможно на образцах малых размеров. Данный метод позволяет получать информацию о зависимости теплофизических характеристик от частоты температурной волны.

Таким образом, метод периодического нагрева позволяет исследовать обширный класс явлений в газах, жидкостях и твердых телах в большом диапазоне состояний. С его помощью значительное количество информации можно получить даже в одном эксперименте. Высокая помехоустойчивость позволяет проводить эксперимент при низком уровне температурных возмущений, что особенно важно при исследовании критических явлений и фазовых переходов. В этом методе не надо использовать сложную аппаратуру, он имеет погрешность около 5 % и сравнительно небольшую продолжительность измерений (0,5—2 часа).

Метод периодического нагрева — надежный, недорогой и эффективный. Этот метод активно разрабатывается, и многие вопросы его использования еще требуют совершенствования средств измерений и способа определения теплофизических характеристик.

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

Литература

1. Ковалев Е. Н. и др. Разработка устройства для реализации комплекса методов измерения теплофизических характеристик // Вестник ТГТУ. 2008. Т. 14. № 2. С. 293—298.
2. Пономарев С. В. и др. Теоретические и практические основы теплофизических измерений. М.: ФИЗМАТЛИТ, 2008.
3. Пономарев С. В., Дивина Д. А., Щекочихин А. С. К вопросу о выборе оптимальных режимных параметров процесса измерения коэффициента температуропроводности теплоизоляционных материалов методом регулярного режима третьего рода // Измерительная техника. 2012. № 1. С. 47—49; Ponomarev S. V., Divina D. A., Schekochikhin A. S. The choice of the optimal operating parameters when measuring the thermal diffusivity of thermal insulation materials by the regular mode method of the third kind // Measurement Techniques. 2012. V. 55. N. 1. P. 68—72.

4. Пономарев С. В. и др. Повышение точности метода измерения теплофизических свойств за счет выбора рациональных параметров проведения эксперимента и обработки опытных данных // Вестник ТГТУ. 2009. Т. 15. № 4. С. 718—728.

5. Липаев А. А. Применение метода периодического нагрева в экспериментальной теплофизике // Современные методы и средства исследований теплофизических свойств веществ: Сб. трудов междунар. науч.-техн. конф. СПбГУНИПТ. 2010. С. 182—195.

6. Ивлиев А. Д. Метод температурных волн в теплофизических исследованиях (анализ советского и российского опыта) // Теплофизика высоких температур. 2009. Т. 47. С. 771—792.

7. Ka'zmierzczak-Balata J. Bodzenta. Determination of thermal-diffusivity dependence on temperature of transparent samples by thermal wave method / J. Thermophys. 2010. V. 31. N. 1. P. 180—186.

8. Gonzalez-Mendizabal D. P., Bortot D. P., Lopez de Ramos A. L. A thermal conductivity experimental method based on the Peltier Effect // J. Thermophys. 1998. V. 19. N. 4. P. 1229—1238.

9. Дивина Д. А., Пономарев С. В., Дивин А. Г. Повышение точности определения теплофизических характеристик методом регулярного режима третьего рода // Сб. трудов II междунар. науч.-техн. конф. СПбГУНИПТ, 2012.

10. Angstrom A. J. Neue Methode das Warmeleitungsvermögenger Körperzubestimmen // Anna lender Phys. und Chemie, 1861. V. 114. P. 513—530.

11. Филиппов Л. П. Измерения теплофизических свойств веществ методом периодического нагрева. М.: Энергоатомиздат, 1984.

12. Пат. 2478939 РФ. Способ измерения коэффициента температуропроводности теплоизоляционных материалов методом регулярного режима третьего рода / С. В. Пономарев, Д. А. Дивина, Г. В. Шишкина // Изобретения. Полезные модели. 2013. № 10.

13. Кравчун С. Н., Липаев А. А., Кравчун С. Н. Метод периодического нагрева в экспериментальной теплофизике. Казань: Изд-во Казанского гос. ун-та, 2006.

14. Артюхина Е. Л. Разработка полигармонического метода температурных волн и устройства для контроля температуропроводности твердых изотопных материалов: Автореф. дис. на соиск. учен. степ. канд. техн. наук. Тамбов, 2013.

15. Артюхина Е. Л. Амплитудный полигармонический метод температурных волн для контроля температуропроводности твердых изотропных материалов // Вестник Тамбов. гос. техн. ун-та, 2013. Т. 19. № 2. С. 278—283.

16. Ивлиев А. Д. Применение метода температурных волн для исследования теплофизических свойств конденсированных веществ // Современные методы и средства исследований теплофизических свойств веществ: Сб. трудов конф. СПбГУНИПТ. 2010. С. 65—75.

Дата принятия 06.08.2014 г.

621.397.13

Оптимальная фильтрация пирометрического сигнала при ограниченной скорости изменения температуры объектов

А. В. КУЗНЕЦОВ

Научно-исследовательский институт промышленного телевидения «РАСТР»,
Великий Новгород, Россия, e-mail: outling@inbox.ru

Предложена статистическая модель пирометрического сигнала от объектов с ограниченной скоростью изменения температуры. Выведены выражения для расчета импульсной характеристики оптимального цифрового нерекурсивного фильтра. Полученные выражения проверены методами программного моделирования, подтверждена эффективность использования оптимальной фильтрации для предложенной модели пирометрического сигнала.

Ключевые слова: пирометр, методы пирометрии, оптимальная фильтрация.

The statistical model of pyrometric signal at object temperature change rate limitation is offered to provide the realization of the optimal filtering methods. The expressions for calculation of the pulse characteristic of the optimal digital nonrecursive filter are received. The results of experimental checking of received expressions by the program modelling methods are presented.

Key words: pyrometer, pyrometry methods, optimal filtering.

Предельно достижимая точность измерений температуры быстродействующими пирометрическими преобразователями с аналоговым каналом связи, в частности, в телевизионном стандарте (далее пирометрами), ограничена шумами видеотракта, состоящего из пирометрического датчика, канала связи и устройства ввода видеосигнала в компью-

тер. При этом фильтрующий алгоритм, минимизирующий погрешность оценки температуры, должен быть оптимизирован с учетом известных статистических свойств сигнала и шума. Однако разнообразие свойств объектов измерений и параметров термических процессов усложняет создание достаточно общей статистической модели сигнала, что зат-