

менение находят обычно только такие ячейки, которые обеспечивают преимущественно одномерное температурное поле образца

Учитывая сказанное, ограничимся анализом особенностей регулярного теплового режима в трех одномерных системах образец – оболочка.

1. **Плоская симметричная система образец – оболочка.** Поперечный разрез системы показан на рис. 14.3.1. К плоскому образцу толщиной $2h$ с обеих сторон плотно примыкают тонкие металлические пластины толщиной h_0 каждая. Пластины играют роль оболочки.

Для расчета температурного перегрева $\vartheta(x, \tau)$ образца справедлива универсальная функция (14.1.1), т. е. в нашем случае зависимость вида

$$\vartheta(x, \tau) = A \cos(\mu x) \exp(-m\tau), \quad \mu^2 = m/a. \quad (14.3.1)$$

Координатная функция $U(x) = \cos \mu x$ на гранях $x = \pm h$ образца (в условиях идеального теплового контакта оболочки с образцом) должна удовлетворять краевым условиям

$$\left[\lambda \frac{dU}{dx} \pm (\alpha - C_0 m) U \right]_{x=\pm h} = 0, \quad (14.3.2)$$

где $C_0 = c_0 \rho_0 h_0$ – теплоемкость оболочки (в расчете на единицу поверхности), Дж/(м²·К); α – коэффициент теплоотдачи между оболочкой и средой.

Параметр $p = \mu h$ должен неявно, через функцию $f(p)$ пластины, удовлетворять условию

$$f(p) \equiv p \operatorname{tg} p = \frac{h}{\lambda} (\alpha - C_0 m). \quad (14.3.3)$$

В рассматриваемой ячейке можно реализовать четыре регулярных метода измерений.

Метод акалориметра реализуется, если среда обеспечивает режим $Bi = \alpha h / \lambda > 50$. В этом случае параметр $p = \mu h$ приобретает предельное значение $p = \pi/2$ и температуропроводность вычисляется по формуле плоского акалориметра

$$a = \frac{4h^2}{\pi^2} m_\infty. \quad (14.3.4)$$

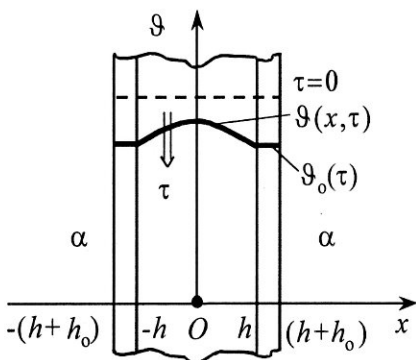


Рис. 14.3.1

Метод двух точек удается реализовать гораздо проще, чем в калориметрах без оболочки, так как для регистрации температуры поверхности образца может использоваться датчик, вмонтированный в стенку оболочки. Следовательно, если ячейка обеспечивает охлаждение образца в режиме ($0,5 < Bi < 5$), то для расчета параметра p пригодно соотношение

$$\frac{\vartheta(h, \tau)}{\vartheta(0, \tau)} = \cos p. \quad (14.3.5)$$

Расчет температуропроводности производится по формуле

$$a = \frac{h^2}{p^2} m. \quad (14.3.6)$$

Метод лямбдакалориметра удачно совмещается с методом двух точек. Расчет теплопроводности производится по формуле, вытекающей из условия (14.3.3),

$$\lambda = h \frac{(\alpha - C_o m)}{p \operatorname{tg} p}. \quad (14.3.7)$$

Для определения теплопроводности необходимо знать две “постоянные” ячейки: коэффициент теплоотдачи α и теплоемкость оболочки C_o .

Метод микрокалориметра. Из соотношений (14.3.3), (14.3.6) после несложных преобразований получаем расчетную формулу для удельной теплоемкости образца

$$c = \frac{1}{\rho h} \left(\frac{\alpha}{m} - C_o \right) \frac{P}{\operatorname{tg} p}. \quad (14.3.8)$$

В формулу (14.3.8) вошла известная функция $\Psi(p) = p/\operatorname{tg} p$ (см. таблицу 14.2.1). При выполнении условия $p < 0,16$ расчетная формула (14.3.8) упрощается

$$c_p h = \left(\frac{\alpha}{m} - C_o \right). \quad (14.3.9)$$

К сожалению, режим микрокалориметра реализовать в полной мере удается далеко не всегда. В этих случаях его целесообразно совмещать с методом двух точек.

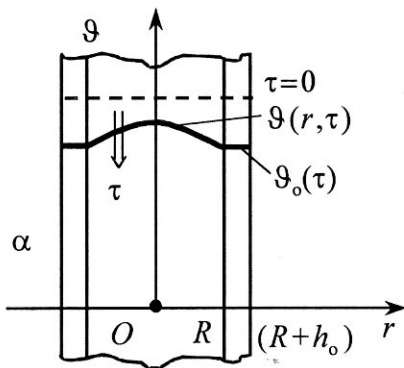


Рис. 14.3.2

2. Цилиндрическая система образец – оболочка. Металлическая оболочка тепловой ячейки выполнена в виде длинного тонкостенного цилиндрического сосуда, имеет внутренний радиус R и толщину стенки h_0 . Среда обеспечивает симметричное охлаждение ячейки с постоянным коэффициентом теплоотдачи α . Между образцом и оболочкой имеется идеальный тепловой контакт. Схема ячейки показана на рис. 14.3.2.

Перегрев образца в регулярной стадии подчиняется зависимости

$$\vartheta(r, \tau) = AJ_0(\mu r) \exp(-m\tau), \quad (\mu^2 = m/a) \quad (14.3.10)$$

Параметр μ определяется из краевого условия

$$-\lambda 2\pi R \frac{\partial \vartheta(R, \tau)}{\partial r} - C_0 \frac{\partial \vartheta(R, \tau)}{\partial \tau} = \alpha 2\pi(R + h_0) \vartheta(R, \tau), \quad (14.3.11)$$

где $C_0 = c_0 \rho_0 h_0 2\pi(R + h_0/2)$ – теплоемкость оболочки высотой 1 м, Дж/(м·К).

Краевое условие (14.3.11) позволяет определить функцию $f(p)$ параметра $p = \mu R$

$$f(p) \equiv \frac{pJ_1(p)}{J_0(p)} = \frac{1}{2\pi\lambda} [2\pi\alpha(R + h_0) - C_0 m]. \quad (14.3.12)$$

Найденное соотношение учитывает специфику всех возможных тепловых режимов.

В *методе акалориметра* ($Bi \rightarrow \infty$) параметр p принимает свое предельное значение $p = 2,405$, и для расчета температуропроводности может использоваться формула (14.2.21). В *методе двух точек* ($0,5 < Bi < 5$) для расчета параметра p и коэффициента температуропроводности остаются справедливыми формулы (14.2.25), (14.2.26). Если же нам известны коэффициент α и параметр p (*метод лямбдакалориметра*), то для расчета коэффициента теплопроводности используется соотношение (14.3.27).

А теперь исследуем выражение (14.3.13) с несколько иных позиций. Для этого воспользуемся соотношением $\mu^2 = m/a$, согласно которому $m = ap^2/R^2$, и учтем, что $\lambda = a\sigma$. После их подстановки в (14.3.13) получаем формулу для теплоемкости образца

$$C = \frac{pJ_0(p)}{2J_1(p)} \left[2\pi(R + h_0) \frac{\alpha}{m} - C_0 \right], \quad (14.3.13)$$

где C – теплоемкость цилиндрического образца высотой 1 м.

Вошедшая в (14.3.13) функция

$$\Psi(p) = \frac{pJ_0(p)}{2J_1(p)} \quad (14.3.14)$$

определяет отношение перегрева цилиндрической оболочки к среднеобъемному перегреву образца. Функция (14.3.14) табулирована (см. таблицу 14.2.1).

Если в опыте выполняется условие $Bi < 0,05$, то формула (14.3.14) упрощается

$$C = \left[2\pi(R + h_0) \frac{\alpha}{m} - C_0 \right]. \quad (14.3.15)$$

Такой режим опыта, очевидно, составляет основу метода микрокалориметра.

3. Шаровая система образец – оболочка. Тонкостенная металлическая оболочка имеет сферическую форму и полностью заполнена исследуемым материалом (образцом). Оболочка имеет внутренний радиус R и толщину стенки h_0 . Схема ячейки показана на рис. 14.3.3. Тепловой контакт между образцом и оболочкой считается идеальным.

Температурное поле ячейки (см. п. 14.2.4) определяется выражением

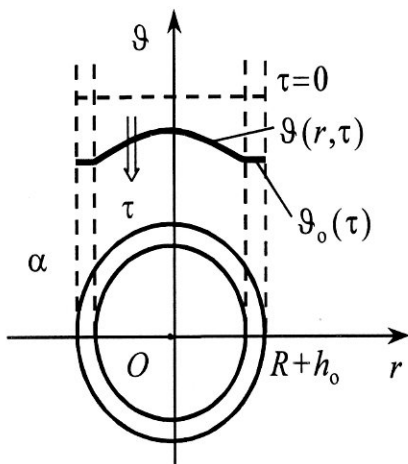


Рис. 14.3.3

$$\vartheta(r, \tau) = A \frac{\sin \mu r}{\mu r} \exp(-m\tau), \quad (\mu^2 = m/a) \quad (14.3.16)$$

При идеальном тепловом контакте образца и оболочки краевое условие имеет вид

$$-\lambda 4\pi R^2 \frac{\partial \vartheta(R, \tau)}{\partial r} - C_0 \frac{\partial \vartheta(R, \tau)}{\partial \tau} = \alpha 4\pi (R + h_0)^2 \vartheta(R, \tau), \quad (14.3.17)$$

где C_0 – полная теплоемкость оболочки, Дж/К.

После подстановки функции (14.3.16) в условие (14.3.17) определяем параметр $p = \mu R$ через универсальную функцию $f(p)$ шара

$$f(p) \equiv (1 - p \operatorname{ctg} p) = \frac{1}{\lambda 4\pi R} \left[\alpha 4\pi (R + h_0)^2 - C_0 m \right]. \quad (14.3.18)$$

Как и в предыдущих ячейках, соотношение (14.3.18) остается справедливым для всех интересующих нас тепловых режимов работы шаровой ячейки. Расчетные формулы *методов акалориметра* и *метода двух точек* полностью совпадают с соответствующими формулами для шара, рассмотренными в пп. 14.2.4. Расчетная формула для теплопроводности в *методе лямбдакалориметра* имеет вид

$$\lambda = \frac{1}{4\pi R(1 - \text{pctg } p)} \left[\alpha 4\pi (R + h_o)^2 - C_o m \right]. \quad (14.3.19)$$

А теперь вернемся к соотношению (14.3.18) и преобразуем его, воспользовавшись соотношениями $m = a\mu^2 = ap^2/R^2$ и $\lambda = a\text{ср}$. Получаем формулу для теплоемкости образца

$$C = \Psi(p) \left[4\pi (R + h_o)^2 \frac{\alpha}{m} - C_o \right], \quad (14.3.20)$$

где $\Psi(p)$ – функция шара (14.2.34) – см. таблицу 14.2.1

Если ячейка обеспечивает ограничение $p < 0,40$, то вместо формулы (14.3.20) можно пользоваться формулой (*метод микрокалориметра*)

$$C = \left[4\pi (R + h_o)^2 \frac{\alpha}{m} - C_o \right]. \quad (14.3.21)$$

14.4. Калориметры с ядром

К этой группе, как уже отмечалось, относятся калориметры, тепловые ячейки которых имеют металлическое ядро, а образец из исследуемого материала играет роль теплозащитной оболочки, снижающей теплообмен ядра со средой. В ячейке создаются по возможности идеальные тепловые контакты на границах ядро – образец и образец – среда, благодаря чему ядро и образец охлаждаются или нагреваются в изотермической среде практически без скачков температуры на границах контакта. Отсутствие температурного скачка со средой означает, что критерий Био, характеризующий тепловую активность среды, удовлетворяет условию $Bi > 50$.

Калориметры этого типа, как и рассмотренные в пп. 14.2, 14.3, позволяют производить комплексное измерение теплофизических характеристик материалов. Однако, если калориметры без оболочки чаще всего используются при независимом измерении *температуропроводности* (режим *акалориметра*), а калориметры с оболочкой – при независимом измере-

нии теплоемкости (режим микрокалориметра), то калориметры с металлическим ядром оказываются наиболее приспособленными для измерения теплопроводности (режим бикалориметра).

В калориметрах с ядром строгие аналитические выражения удается найти только для одномерных температурных полей. Поэтому ограничимся анализом плоской, сферической и цилиндрической ячеек.

1. Плоская симметричная система ядро – образец – среда. Поперечный разрез ядра и образца (правая и левая пластины) с указанием особенностей их полей $\vartheta_{\text{я}}(t)$ и $\vartheta(x, \tau)$ в условиях охлаждения показан на рис. 14.4.1. Металлическое ядро выполнено в виде массивной пластины толщиной $2h_{\text{я}}$. Пластины образца изготовлены из теплоизоляционного материала, имеют одинаковую толщину h , плотно соприкасаются с ядром и подвергаются интенсивному охлаждению со стороны изотермической среды постоянной температуры.

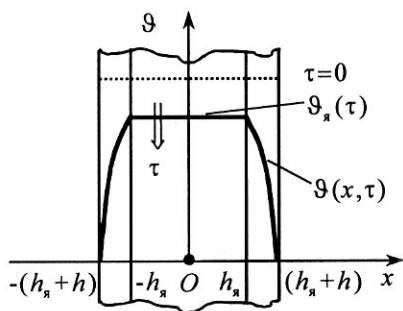


Рис. 14.4.1

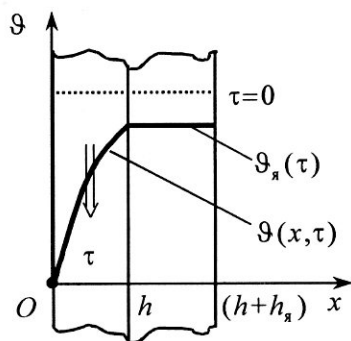


Рис. 14.4.2

В целях упрощения промежуточных выкладок задачу целесообразно рассматривать, учитывая симметричность температурного поля ячейки относительно центрального сечения ядра. Благодаря симметричности появляется возможность ограничиться анализом только одной, например левой, половины ячейки, совместив начало отсчета координаты x с границей контакта образца и среды, как показано на рис. 14.4.2.

Температурное поле ядра предполагается равномерным, поэтому достаточно рассмотреть уравнение теплопроводности пластины образца. В регулярной стадии опыта перегрев пластины над средой подчиняется универсальной зависимости (14.1.1)

$$\vartheta(x, \tau) = AU(\mu x) \exp(-m\tau), \quad (m = a\mu^2). \quad (14.4.1)$$

Координатная функция в выражении (14.4.1) подчиняется уравнению

$$\frac{d^2U}{dx^2} + \mu^2 U = 0. \quad (14.4.2)$$

Его решением является гармоническая функция

$$U(\mu x) = \sin(\mu x + \varphi), \quad (14.4.3)$$

удовлетворяющая краевым условиям

$$U(0) = 0, \quad \lambda \frac{dU(h)}{dx} = C_{\text{я}} m U(h), \quad (14.4.4)$$

где $C_{\text{я}}$ – теплоемкость половины ядра единичной площади, $C_{\text{я}} = (c\rho h)_{\text{я}}$, Дж/(м²·К).

Подставляя функцию (14.4.3) в первое из краевых условий (14.4.4), получаем, что $\varphi = 0$. Чтобы воспользоваться вторым условием, учтем универсальные соотношения $\lambda = a c \rho$, $m = a \mu^2$, введем в рассмотрение безразмерный параметр $p = \mu h$ и воспользуемся обозначением $C = c \rho h$. После тождественных преобразований получаем уравнение для параметра p

$$p \operatorname{tg} p = C / C_{\text{я}}. \quad (14.4.5)$$

Искомое температурное поле образца (14.4.1) приобрело конкретный вид

$$\vartheta(x, \tau) = A \sin(p x / h) \exp(-m \tau), \quad (m = a p^2 / h^2). \quad (14.4.6)$$

Рассмотрим несколько вариантов использования найденного решения.

Так, если известны теплоемкости исследуемого материала и ядра, то соотношение (14.4.5) позволяет надежно оценить значение параметра p и через него рассчитать теплопроводность образца по универсальной формуле

$$a = (h^2 / p^2) m. \quad (14.4.7)$$

Возможны, однако, более интересные варианты применения найденного решения. Для этого преобразуем соотношение (14.4.5), воспользовавшись приведенными выше универсальными выражениями $\lambda = a c \rho$, $m = a \mu^2$ и обозначениями $p = \mu h$, $C = c \rho h$. Получаем новое соотношение

$$\Psi(p) \equiv \frac{p}{\operatorname{tg} p} = \frac{h}{\lambda} C_{\text{я}} m. \quad (14.4.8)$$

Из него вытекает формула для расчета теплопроводности образца

$$\lambda = \frac{h}{\Psi(p)} C_{\text{я}} m. \quad (14.4.9)$$

Формула (14.4.9) является математически строгой и остается справедливой при произвольном соотношении поперечных размеров ячейки. На практике же особый интерес представляет частный вариант ячейки. Он просматривается, если мы учтем свойства табулированных функций $f(p)=ptgp$ и $\Psi(p)=p/tgp$ (см. таблицу 14.2.1). Действительно, по мере уменьшения параметра p функция $\Psi(p)$ асимптотически стремится к единице, причем при $p < 0,16$ можно считать, что $\Psi(p)=1$. Если в ячейке выполняется жесткое условие

$$C \leq 0,025C_{\text{я}}, \quad (14.4.10)$$

то расчетная формула приобретает предельно простую структуру

$$\lambda = C_{\text{я}} hm. \quad (14.4.11)$$

Ограничение (14.4.10) обеспечивает ячейке работу в режиме плоского *бикалориметра*. Более детальный анализ ячейки, однако, показывает, что ограничение (14.4.10) и условие $Bi = \alpha h / \lambda > 50$ одновременно трудно выполнимы. По этой причине в бикалориметрах ограничение (14.4.10) обычно заменяют более слабым условием

$$C \leq 0,3C_{\text{я}}. \quad (14.4.12)$$

Расчетная формула (14.4.11) в этом случае несколько усложняется, приобретая вид

$$\lambda = hC_{\text{я}} \left(1 + C/3C_{\text{я}} \right) m. \quad (14.4.13)$$

Структура появившегося в ней поправочного множителя обусловлена свойствами функций $\Psi(p)=p/tgp$ и $f(p)=ptgp$. При малых значениях параметра p эти функции могут быть представлены быстро сходящимися степенными рядами

$$\Psi(p) = p/tgp = 1 - \frac{p^2}{3} - \frac{p^4}{45} - \dots, \quad f(p) = ptgp = p^2 + \frac{p^4}{3} + \dots$$

Формула (14.4.13) соответствует первому приближению, с точностью до членов с p^2 .

Сравнивая формулы (14.4.8), (14.4.11) и (14.4.13), приходится признать, что формула (14.4.13) является компромиссной. В бикалориметрах, которые обеспечивают ограничение (14.4.12), при определении теплопроводности приходится привлекать сведения о теплоемкости исследуемого материала. Однако эти сведения могут быть весьма ориентировочными, так как даже при $C \approx 0,3C_{\text{я}}$ погрешность в оценке теплоемкости $\sim 10\%$ увеличивает систематическую погрешность формулы (14.4.13) всего на 1% . В этом случае бикалориметры удается использовать для исследования материалов, имеющих теплопроводность $\lambda < 5$ Вт/(м·К).

2. Несимметричная плоская система образец – ядро – теплоизоляционная пластина – среда. Разрез ячейки показан на рис. 14.4.3. Там же представлено примерное температурное поле ячейки в условиях ее интенсивного охлаждения в изотермической конвективной среде. Исследуемым образцом служит левая пластина, а правая теплозащитная пластина является постоянной деталью ячейки, с известными тепловыми свойствами.

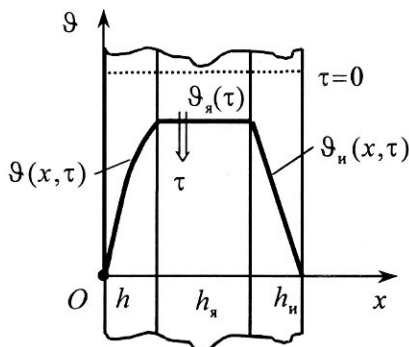


Рис. 14.4.3

Рассматриваемая задача отличается от предыдущей задачи только несимметричностью температурных полей в образце и теплозащитной пластине. Это означает, что сохраняется возможность рассматривать образец и пластину самостоятельно, причем каждое в своей системе координат. Для удобства все параметры, относящиеся к пластине, включая ее координаты, снабдим индексом “и” (изоляция). Рассматриваемые поля представлены на рис. 14.4.4. С целью упрощения выкладок начало отсчета координат x и $x_и$ совмещено с теми гранями образца и пластины, которыми они непосредственно соприкасаются со средой. Предполагается, что среда обеспечивает для каждой пластины условие $Bi > 50$.

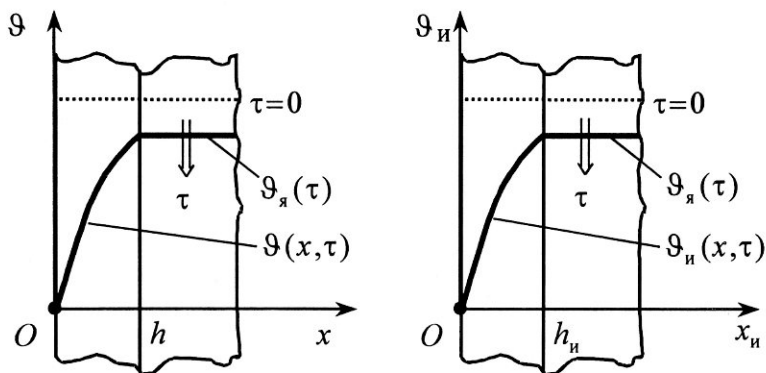


Рис. 14.4.4

В соответствии с предыдущей задачей имеем

$$\vartheta(x, \tau) = A \sin(\mu x) \exp(-m\tau), \quad m = a\mu^2, \quad (14.4.14)$$

$$\vartheta_{\text{и}}(x_{\text{и}}, \tau) = A_{\text{и}} \sin(\mu_{\text{и}} x_{\text{и}}) \exp(-m\tau), \text{ где } m = a_{\text{и}} \mu_{\text{и}}^2. \quad (14.4.15)$$

На гранях, соприкасающихся с ядром, эти функции связываются уравнением

$$\lambda \frac{\partial \vartheta(h, \tau)}{\partial x} + \lambda_{\text{и}} \frac{\partial \vartheta_{\text{и}}(h_{\text{и}}, \tau)}{\partial x_{\text{и}}} + C_{\text{я}} \frac{d\vartheta_{\text{я}}(\tau)}{d\tau} = 0, \quad (14.4.16)$$

где $C_{\text{я}}$ – теплоемкость плоского ядра единичной площади, Дж/(м²·К). В условиях идеального теплового контакта ядра с пластинами

$$\vartheta(h, \tau) = \vartheta_{\text{и}}(h_{\text{и}}, \tau) = \vartheta_{\text{я}}(\tau). \quad (14.4.17)$$

Из уравнения (14.4.16), после подстановки в него функций (14.4.14), (14.4.15), равенств (14.4.17), а также введения в рассмотрение безразмерных параметров $p = \mu h$, $p_{\text{и}} = \mu_{\text{и}} h_{\text{и}}$ и последующих преобразований, получаем два важных взаимосвязанных соотношения

$$\frac{C}{p \operatorname{tgp}} + \frac{C_{\text{и}}}{p_{\text{и}} \operatorname{tgp}_{\text{и}}} = C_{\text{я}}, \quad (14.4.18)$$

$$\frac{\lambda p}{h \operatorname{tgp}} + \frac{\lambda_{\text{и}} p_{\text{и}}}{h_{\text{и}} \operatorname{tgp}_{\text{и}}} = m C_{\text{я}}, \quad (14.4.19)$$

где C , $C_{\text{и}}$ – теплоемкость образца и пластины с единичными площадями, Дж/(м²·К).

Соотношения (14.4.18) и (14.4.19) по своей структуре близки к уже исследованным ранее соотношениям (14.4.5) и (14.4.8). Следовательно, их можно использовать для подбора оптимальных геометрических и тепловых параметров несимметричной ячейки. Особый интерес представляет использование несимметричной ячейки в режиме бикалориметра.

Приведем два варианта расчетных формул. В варианте с жесткими ограничениями

$$C \leq 0,025 C_{\text{я}}, C_{\text{и}} \leq 0,025 C_{\text{я}} \quad (14.4.20)$$

температурные поля в образце и пластине сохраняются линейными, поэтому по аналогии с формулой (14.4.11) справедлива расчетная формула вида

$$\lambda = h (C_{\text{я}} m - \lambda_{\text{и}} / h_{\text{и}}). \quad (14.4.21)$$

В менее жестком варианте, когда ячейка обеспечивает более слабые ограничения

$$C \leq 0,3 C_{\text{я}}, C_{\text{и}} \leq 0,3 C_{\text{я}}, \quad (14.4.22)$$

для расчетов теплопроводности может рекомендоваться формула

$$\lambda = hC_{я} \left[1 + (C + C_{и}) / 3C_{я} \right] m. \quad (14.4.23)$$

Комплекс $(C_{я} + C_{и})/3 = C_{я}^*$ является “постоянной” ячейки и обычно непосредственно определяется в калибровочных опытах. Расчетная формула (14.4.23) приобретает вид

$$\lambda = hC_{я}^* (1 + C/3C_{я}^*) m. \quad (14.4.24)$$

В заключение отметим, что при использовании ячейки в режиме, когда в опыте параметр p измеряется независимо, для расчета теплопроводности может применяться математически строгая формула, вытекающая из соотношения (14.4.19),

$$\lambda = \frac{h}{\Psi(p)} \left(mC_{я} - \frac{\lambda_{и} p_{и}}{h_{и} \operatorname{tg} p_{и}} \right). \quad (14.4.25)$$

3. Сферическая система

ядро – образец – среда. Схема ячейки показана на рис. 14.4.5. К металлическому ядру, имеющему форму шара радиусом R , плотно прилегает тонкая теплоизоляционная сферическая оболочка (образец) толщиной h . Среда обеспечивает оболочке тепловую активность $Bi > 50$. Температурное поле ядра сохраняется равномерным. Перепад температуры между ядром и средой полностью локализуется внутри оболочки.

Собственная функция $U(r)$ оболочки является решением уравнения (14.2.28)

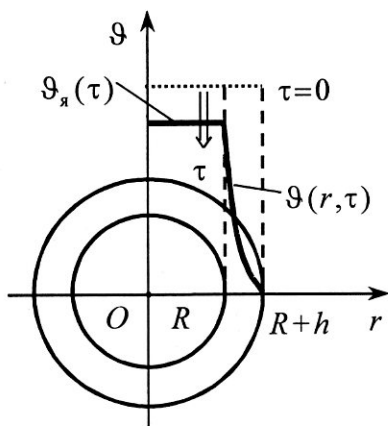


Рис. 14.4.5

$$\frac{d^2 U}{dr^2} + \frac{2}{r} \frac{dU}{dr} + \mu^2 U = 0, \quad \mu^2 = m/a, \quad (14.4.26)$$

и в рассматриваемом случае имеет, в отличие от (14.2.30), вид

$$U(r) = \frac{\sin(\mu r - \varphi)}{\mu r}. \quad (14.4.27)$$

Ее параметры μ и ϑ должны удовлетворять разнородным краевым условиям

$$U[\mu(R+h)] = 0, \quad (14.4.28)$$

$$-\lambda 4\pi R^2 \frac{dU(R)}{dr} = m C_{\text{я}} U(R), \quad (14.4.29)$$

где $C_{\text{я}}$ — полная теплоемкость ядра, $C_{\text{я}} = (4\pi/3)c_{\text{я}}\rho_{\text{я}}R^3$, Дж/К.

Если ввести обозначение $\mu h = p$, то краевые условия (14.4.28), (14.4.29) после подстановки в них функции (14.4.27) удается заменить двумя соотношениями

$$\varphi = p(1 + R/h), \quad (14.4.30)$$

$$\lambda = \frac{1}{1+(R/h)(p/\text{tg}p)} \left(c_{\text{я}}\rho_{\text{я}} \frac{R^2}{3} \right) m. \quad (14.4.31)$$

Заметим, что из условия (14.4.29) можно получить еще одно важное соотношение

$$\left(\frac{R}{R+h} \frac{1}{p \text{tg} p} + \frac{h}{R+h} \frac{1}{p^2} \right) = \frac{C_{\text{я}}}{C}. \quad (14.4.32)$$

Для этого достаточно воспользоваться универсальным соотношением $m = ap^2/h^2$ и ввести в рассмотрение полную теплоемкость оболочки $C \cong 4\pi c_p R h (R+h)$, Дж/К.

Из формулы (14.4.31) видно, что для определения теплопроводности нужны независимые сведения о параметре p . Без ограничений на соотношение теплоемкостей ядра и оболочки ячейку можно использовать только в тех методах, которые обеспечивают комплексное исследование теплофизических характеристик. Поэтому пока рассмотрим работу ячейки в режиме бикалориметра. Для этого обратимся к соотношению (14.4.32). Так, если в ячейке удастся выполнить жесткое ограничение

$$C \leq 0,025 C_{\text{я}}, \quad (14.4.33)$$

то функция $\Psi(p) = p/\text{tg}p \cong 1$, и расчетная формула (14.4.31) приобретает вид

$$\lambda = \frac{1}{1+R/h} c_{\text{я}}\rho_{\text{я}} \frac{R^2}{3} m. \quad (14.4.34)$$

К сожалению, ограничение (14.4.33) является очень жестким и неоправданно сужает область применения ячейки. Поэтому чаще используют более слабое ограничение

$$C \leq 0,3C_{\text{я}}. \quad (14.4.35)$$

В этом случае в выражении (14.4.31) удастся ограничиться двумя первыми членами разложения функции $\Psi(p) = p/\text{tg}p$ в степенной ряд, и расчетная формула принимает вид

$$\lambda = \frac{1}{1+R/h} c_{\text{я}} \rho_{\text{я}} \frac{R^2}{3} \left(1 + \frac{C}{3C_{\text{я}}} \right) m. \quad (14.4.36)$$

Поправка на теплоемкость оболочки не должна превышать 10%, и для ее учета достаточно иметь грубые сведения о теплоемкости исследуемого материала.

В заключение обратим внимание на довольно любопытное обстоятельство. Как в плоском, так и в сферическом бикалориметрах, несмотря на существенно разную геометрию ячеек, в формулах (14.4.13), (14.4.36) поправки на теплоемкость образца оказались структурно одинаковыми. Это упростит нам анализ следующей ячейки.

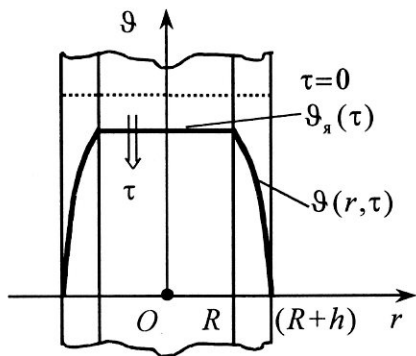


Рис. 14.4.6

4. *Цилиндрическая система ядро – образец – среда.* Схема ячейки изображена на рис. 14.4.6. Металлический стержень (ядро) радиусом R окружен однородной изотропной теплоизоляционной оболочкой толщиной h . Оболочка является исследуемым образцом. Между ядром и оболочкой имеет место идеальный тепловой контакт. Тепловая активность среды по отношению к оболочке оценивается критерием $Bi > 50$. Следовательно, перегрев ядра над средой полностью локализуется внутри оболочки.

Температурное поле оболочки подчиняется, как обычно, выражению вида (14.1.1)

$$\vartheta(r, \tau) = AU(r) \exp(-m\tau), \quad (14.4.37)$$

Координатная функция $U(r)$ должна удовлетворять дифференциальному уравнению

$$\frac{d^2U}{dr^2} + \frac{1}{r} \frac{dU}{dr} + \mu^2 U = 0, \text{ где } \mu^2 = m/a. \quad (14.4.38)$$

В рассматриваемой задаче общим решением уравнения (14.4.38) является функция

$$U(\mu r) = J_0(\mu r) + \omega N_0(\mu r), \quad (14.4.39)$$

где $J_0(\mu r)$ – функция Бесселя первого рода нулевого порядка, $N_0(\mu r)$ – функция Бесселя (Неймана) второго рода нулевого порядка, а параметры μ , ω определяются из краевых условий

$$U[\mu(R+h)] = 0, \quad (14.4.40)$$

$$-\lambda 2\pi R \frac{dU(\mu R)}{dr} = m C_{\text{я}} U(\mu R), \quad (14.4.41)$$

где $C_{\text{я}}$ – теплоемкость ядра единичной длины, $C_{\text{я}} = c_{\text{я}} \rho_{\text{я}} \pi R^2$, Дж/(м·К). Если в ячейке реализуется жесткое ограничение (режим *бикалориметра*)

$$C \leq 0,03 C_{\text{я}}, \quad (14.4.42)$$

то расчетная формула теплопроводности приобретает вид

$$\lambda = \ln \left(1 + \frac{h}{R} \right) c_{\text{я}} \rho_{\text{я}} \frac{R^2}{2} m. \quad (14.4.43)$$

Если же ячейка рассчитана на работу при более слабом ограничении

$$C \leq 0,3 C_{\text{я}}, \quad (14.4.44)$$

то расчетная формула для теплопроводности приобретает вид

$$\lambda = \ln \left(1 + \frac{h}{R} \right) c_{\text{я}} \rho_{\text{я}} \frac{R^2}{2} \left(1 + \frac{C}{3C_{\text{я}}} \right) m, \quad (14.4.45)$$

где C и $C_{\text{я}}$ – полные теплоемкости оболочки и ядра, Дж/(м·К).

14.5. Границы линейности методов регулярного режима

1. Исходные замечания. Рассмотренные выше методы регулярного теплового режима опираются на линейное уравнение теплопроводности и линейные краевые условия, коэффициенты в которых (теплопроводность, теплоемкость, температуропроводность и теплоотдача) предполагаются не зависящими от температуры. Опыт, однако, показывает, что все указанные коэффициенты существенно зависят не только от температуры, но подчас и от многих других факторов, поэтому могут заметно изменяться даже в условиях одного опыта.

Так, в пределах обычного для теплофизических измерений перепада температуры в 20...30 К коэффициент теплоотдачи и некоторые теплофизические характеристики образца могут иногда изменяться на десятки процентов, что выходит далеко за границы допустимой погрешности опыта. В этих случаях становится актуальной оценка точности линейных расчетных формул, а при необходимости и учет соответствующих поправок [3.24, 3.33].

К сожалению, анализ поправок на нелинейность в большинстве случаев связан с преодолением принципиальных трудностей, так как отсутствуют общие аналитические приемы решения нелинейных уравнений теплопроводности. При теплофизических измерениях проблема дополнительно усугубляется тем, что речь обычно идет об учете влияния на нелинейность тех коэффициентов, которые подлежат измерению, т. е. изначально не известны экспериментатору. В такой ситуации исследователь, как правило, вынужден выбирать один из двух подходов: либо не замечать существование проблемы (что обычно и происходит при рядовых технических измерениях), либо обращаться к громоздкой процедуре поиска поправок.

Для учета нелинейности уравнения теплопроводности во второй половине ушедшего столетия было предложено несколько приближенных математических приемов. В частности, для этой цели неоднократно использовались численные методы компьютерного решения обратных задач теплопроводности. Однако они пока громоздки и недостаточно универсальны. Их применение все еще содержит элементы искусства. Поэтому в условиях массовых измерений оправдывают себя более простые приемы приближенной оценки влияния нелинейностей, в основном нацеленные на обоснование комплекса ограничений, которым должна удовлетворять тепловая ячейка. Главным из них является ограничение на допустимые температурные перепады в образце. При соблюдении указанного ограничения роль нелинейности во многих случаях удастся снизить до

уровня пренебрежимо малых систематических погрешностей, а в более сложных ситуациях учитывать ее аналитическими поправками, внесенными в структуру расчетных формул.

Известно, что точность всех приближенных методов решения нелинейных задач неизбежно падает по мере роста относительной величины поправок, поэтому важно, чтобы структура полученного конкретного решения позволяла оценивать его достоверность, не прибегая к сложному анализу. Обычно введение поправок в расчетные формулы оказывается оправданным, если их относительное значение не выходит за рамки 10%, т. е. поправка остается в формуле величиной первого порядка малости. В связи с этим при выборе приближенных методов решения нелинейного уравнения теплопроводности из всех известных методов (методы интегральных подстановок, малого параметра, итераций, последовательных приближений и т. д.) приходится отдавать предпочтение методу последовательных приближений [3.24, 3.33], так как он позволяет структурно группировать поправочные члены по порядку малости. К тому же этот метод наиболее логично учитывает специфику теплофизических измерений, так как все его рекомендации сводятся к вполне доступному для экспериментатора выбору оптимального перепада температуры в образце. К тому же при этом обычно удается ограничиться исследованием одномерных температурных полей.

Именно поэтому все рассмотренные ниже рекомендации по оценке и учету нелинейностей будут даны на основе анализа одномерных нелинейных уравнений теплопроводности методом последовательных приближений.

2. Сущность метода последовательных приближений. Одномерное нелинейное нестационарное уравнение теплопроводности без внутренних тепловых источников имеет вид

$$\operatorname{div}(\lambda \operatorname{grad} t) = c\rho \frac{\partial t}{\partial \tau}, \quad (14.5.1)$$

где коэффициенты λ , c , ρ (а также a и α) могут быть произвольными функциями температуры t . Во многих случаях, особенно в ограниченном температурном интервале $\vartheta = (t - t_0)$, их можно аппроксимировать полиномами вида

$$i(\vartheta) = i_0 \left(1 + k_i \vartheta + n_i \vartheta^2 + \dots \right), \quad i = \lambda, c, \rho, a, \alpha, \quad (14.5.2)$$

где i_0 – значение интересующего нас коэффициента при некоторой исходной (базовой) температуре t_0 ; k_i , n_i – относительные температурные коэффициенты полинома, постоянные в пределах интервала $\vartheta = (t - t_0)$. Сле-

довательно, коэффициенты полинома фактически совпадают с коэффициентами разложения гладкой функции в окрестности фиксированной точки в ряд Тейлора.

Анализ имеющихся литературных сведений о температурной зависимости теплофизических свойств различных групп веществ и материалов дает основания считать, что вне зон фазовых и структурных превращений коэффициенты k_i , n_i полиномов (14.5.2) по своему модулю обычно не выходят за пределы неравенств

$$|k_i| \leq 3 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}, \quad |n_i| \leq 3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-2}, \quad (14.5.3)$$

поэтому в условиях ограниченного температурного интервала линейные члены полинома остаются величинами первого порядка малости (в сравнении с постоянным членом), а квадратичные члены – величинами второго порядка малости. Именно это обстоятельство и используется в методе последовательных приближений.

Сущность метода последовательных приближений достаточно проста. Выбирается базовая температура (температура базовой точки образца, непосредственно измеряемая в опыте). Затем коэффициенты уравнения (14.5.1) заменяются соответствующими полиномами, и все члены этого уравнения объединяются в группы по порядку малости. Та же процедура при необходимости осуществляется и над крайевыми условиями. Решение задачи производится в несколько этапов. На первом этапе решается линейная система уравнений, включающих в себя только основные члены, как это и было сделано выше, при теоретическом обосновании регулярных методов. Найденное при этом решение рассматривается как первое приближение. На втором этапе в уравнениях наряду с основными членами учитываются члены первого порядка малости, а для их линеаризации используются результаты первого приближения. Интегрирование усложненной линеаризованной системы уравнений подводит нас вплотную к этапу ее дальнейшего решения во втором приближении. Процедура последующих уточнений, конечно, в принципе возможна, но фактически бесполезна. Результаты второго приближения уже дают нам ответ на главный вопрос – каким может быть интервал изменения температуры образца, чтобы в опытах сохранялась необходимая точность полученных расчетных формул? В частности, если в опытах удастся работать с перепадами температуры, при которых второе приближение отличается от первого на пренебрежимо малую величину (например, менее 1%), то при обработке результатов измерений вполне могут использоваться расчетные формулы первого приближения. Такой вариант измерений является наиболее предпочтительным. И только в редких случаях приходится пользоваться рас-

четными соотношениями второго приближения. Однако при этом необходимо следить, чтобы величина поправочных членов второго приближения не превышала в формулах 10%. Выход за указанную границу не оправдан, так как резко ухудшается сходимость полиномов (14.5.2).

Исследования проблемы сходимости показали, что при теплофизических измерениях вблизи комнатной температуры вполне приемлемая сходимость обеспечивается во всех случаях, если изменение температуры не выходит за пределы 30 К. Регистрация таких температурных перепадов не представляет особых затруднений.

В методах регулярного режима базовой можно считать температуру внешней среды или же температуру того датчика, с помощью которого регистрируется темп регулярного режима. В качестве температурного интервала для аппроксимации в первом случае приходится выбирать предельный начальный перегрев образца относительно среды, а во втором случае – перепад температуры внутри образца. Первый подход удобен при измерениях методами акалориметра и бикалориметра, так как в них перепад температуры внутри образца в течение всего опыта совпадает с избыточным перегревом центральной зоны ячейки. Второй подход удобней при работе с микрокалориметрами, так как перепад температуры в образце в этом случае остается всегда существенно меньше перегрева образца над средой. Рассмотрим в качестве примеров отдельно каждый из указанных калориметров.

3. Акалориметры. Обратимся для конкретности к анализу плоского акалориметра. Нелинейное уравнение теплопроводности (14.5.1) после подстановки в него линейно аппроксимированных полиномов (14.5.2), соответствующей группировки его членов по порядку величины и перехода к анализу перегрева $\vartheta(x, \tau)$ образца относительно среды с температурой t_0 , приобретает вид

$$\frac{\partial^2 \vartheta}{\partial x^2} = \frac{1}{a_0} \frac{\partial \vartheta}{\partial \tau} - \left[\frac{k_a}{a_0} \frac{\partial \vartheta}{\partial \tau} \vartheta + k_\lambda \left(\frac{\partial \vartheta}{\partial x} \right)^2 \right]. \quad (14.5.4)$$

Уравнение (14.5.4) осталось нелинейным, однако нелинейные члены вошли в него как величины первого порядка малости. Их структуру можно раскрыть, воспользовавшись уже известным решением задачи в первом приближении (см. пп. 14.2.1). Учтем, что второй член в квадратных скобках проявляет себя в основном в периферийных слоях образца, температура которых близка к базовой температуре среды. Следовательно, уравнение можно упрощенно представить в виде

$$\frac{\partial^2 \vartheta}{\partial x^2} = \frac{1}{a_0} \frac{\partial \vartheta}{\partial \tau} (1 - k_a \vartheta). \quad (14.5.5)$$

В рассматриваемой задаче наиболее прагматичным приходится признать простейший путь линеаризации уравнения, а именно: воспользоваться жестким условием

$$k_a \vartheta < 0,01, \quad (14.5.6)$$

т. е. ограничить в опытах максимально допустимый перегрев образца над средой и расчеты производить по формулам первого (линейного) приближения.

Конечно, линеаризация уравнения (14.5.5) методом последовательных приближений все же возможна. Для этого достаточно придать уравнению (14.5.5) вид

$$\frac{\partial^2 \vartheta}{\partial x^2} = \frac{1}{a_0} \frac{\partial \vartheta}{\partial \tau} - \frac{k_a}{a_0} m \vartheta^2$$

и преобразовать поправочный член, используя решение в первом приближении,

$$\frac{\partial^2 \vartheta}{\partial x^2} = \frac{1}{a_0} \frac{\partial \vartheta}{\partial \tau} - \frac{k_a}{a_0} m \vartheta_0 \cos^2(\pi x/2l) \exp(-2m\tau).$$

Однако решение такого уравнения не будет представлять практической ценности как из-за его громоздкости, так и из-за недостаточной строгости.

Таким образом, приходится констатировать, что метод акалориметра нежелательно использовать в тех областях температуры, где в исследуемом материале могут наблюдаться относительно резкие изменения теплофизических характеристик, например, в зонах фазовых и структурных превращений.

Наглядным косвенным признаком достоверности расчетных формул первого приближения может служить постоянство темпа охлаждения (нагревания) образца на всем регулярном участке изменения температуры. Отсутствие заметной нелинейности на логарифмической кривой $\ln \vartheta(\tau)$ является убедительным обоснованием справедливости ограничения (14.5.6).

4. Бикалориметры. Проблема учета нелинейностей в бикалориметрах оказывается существенно проще, чем в акалориметрах, по двум причинам. Во-первых, температурное поле образца в них на протяжении опыта по своему профилю остается близким к стационарному. Во-вторых, в бикалориметрах любой геометрии исследуемый образец представляет собой тонкую оболочку, отделяющую ядро от среды, поэтому во всех случаях его температурное поле остается близким не только к стационарному, но и к линейному. Это позволяет ограничиться анализом плос-

кого симметричного бикалориметра и, в частности, его простейшей расчетной формулы (14.4.11)

$$\lambda = C_{\text{я}} h m .$$

Из приведенной формулы видно, что при $C_{\text{я}} = \text{const}(\vartheta)$ температурная зависимость коэффициента теплопроводности $\lambda(t)$ должна проявляться через нелинейность логарифмической кривой $\ln \vartheta(\tau)$, по которой определяется темп регулярного режима m . Если темп охлаждения ядра на регулярном участке оказывается не постоянным числом, а функцией перегрева $\vartheta(\tau)$, то можно однозначно утверждать, что в пределах опыта коэффициент теплопроводности успеваеет заметно изменить свое значение.

Покажем, что бикалориметры не нуждаются в жестком ограничении величины перегрева ядра относительно внешней среды, так как всегда имеется возможность учесть проявившуюся в опыте температурную зависимость теплопроводности.

В бикалориметрах профиль температурного поля образцов непосредственно не регистрируется, поэтому для учета нелинейности воспользуемся линейной аппроксимацией коэффициента теплопроводности (у многих материалов она выполняется в достаточно широком диапазоне температур, достигающем 100 К и более)

$$\lambda(\vartheta) = \lambda_0 (1 + k_{\lambda} \vartheta) . \quad (14.5.7)$$

Нелинейное плоское стационарное уравнение теплопроводности

$$\frac{d}{dx} \left(\lambda \frac{d\vartheta}{dx} \right) = 0 \quad (14.5.8)$$

после подстановки в него функции (14.5.7) преобразуется к виду

$$\frac{d^2 \vartheta}{dx^2} + k_{\lambda} \left(\frac{d\vartheta}{dx} \right)^2 = 0 . \quad (14.5.9)$$

В процессе интегрирования второй член этого уравнения сохраняет роль поправки, учитывающей температурную зависимость коэффициента теплопроводности, поэтому в соответствии с методом последовательных приближений его можно упростить, используя для этого решение уравнения в предположении $k_{\lambda} = 0$. После этой процедуры уравнение (14.5.9) приобретает линейный вид (с постоянным, не зависящим от x , вторым членом)

$$\frac{d^2 \vartheta}{dx^2} + k_{\lambda} \left(\frac{\vartheta_h}{h} \right)^2 = 0 , \quad (14.5.10)$$

где ϑ_h – перегрев ядра относительно среды (напомним, что ее температура является базовой точкой отсчета уровня температуры).

Решением уравнения (14.5.10) при краевом условии $\vartheta(0)=0$ является функция

$$\vartheta(x) = \vartheta_h \frac{x}{h} \left[1 + \frac{1}{2} k_\lambda \vartheta_h \left(1 - \frac{x}{h} \right) \right]. \quad (14.5.11)$$

Анализ функции (14.5.11) показывает, что ее градиент в сечении $x=h/2$ совпадает с непосредственно регистрируемым в опыте усредненным градиентом ϑ_h/h образца. А это означает, что измеренное значение теплопроводности в рамках линейной аппроксимации (14.5.7) следует во всех случаях относить к температуре среднего слоя образца. Таким образом, при обнаружении в опытах заметной зависимости $m(\vartheta_\lambda)$ расчет теплопроводности $\lambda(t)$ можно производить по уже найденным в п. 14.4 формулам, но относить измеренное значение $\lambda(t)$ к температуре среднего слоя, а практически – к $\vartheta(\tau)=0,5\vartheta_\lambda(\tau)$. Например, в плоском симметричном бикалориметре можно использовать уточненную формулу, учитывающую температурные зависимости для темпа и теплоемкости ядра,

$$\lambda[0,5\vartheta_\lambda(\tau)] = C_\lambda[\vartheta_\lambda(\tau)] h m[\vartheta_\lambda(\tau)]. \quad (14.5.12)$$

5. Микрокалориметры. Они, как известно, используются для измерения теплоемкости, поэтому образец сохраняет в них практически равномерное температурное поле на протяжении всего опыта. При теоретическом обосновании метода микрокалориметра дифференциальное уравнение теплопроводности играет вспомогательную роль. В связи с этим найденные в п. 14.3 расчетные формулы не нуждаются в поправках на температурную зависимость. Причем речь идет не только о теплофизических свойствах образца, но и о коэффициенте теплоотдачи внешней среды.

О наличии температурной зависимости теплоемкости $c(t)$ образца можно судить по отклонению экспериментальной логарифмической кривой $\ln\vartheta(\tau)$ от прямой линии. Если обнаруживается, что темп охлаждения ячейки является функцией перегрева оболочки $\vartheta_0(\tau)$, то для определения температурной зависимости $c(\vartheta)$ достаточно определить зависимость $m(\vartheta_0)$ и относить вычисляемую теплоемкость к температуре оболочки $\vartheta_0(\tau)$. Например, в цилиндрическом микрокалориметре расчетную формулу целесообразно применять, учитывая температурное изменение ее параметров

$$C(\vartheta_0) = \left[2\pi(R+h_0) \frac{\alpha(\vartheta_0)}{m(\vartheta_0)} - C_0(\vartheta_0) \right]. \quad (14.5.13)$$

Суммируя результаты анализа методов регулярного режима на их чувствительность к температурной зависимости теплофизических свойств исследуемых образцов, можно констатировать следующее.

– *Метод микрокалориметра* не нуждается в ограничении величины перегрева образца, так как измеряемую теплоемкость всегда следует относить к текущему уровню температуры оболочки. Поэтому метод микрокалориметра часто используют для измерений теплоемкости как функции температуры, проводя опыт в широкой области температур.

– *Метод бикалориметра* по своим температурным возможностям близок к методу микрокалориметра. Разница между ними лишь в одном – измеряемое в опыте значение температуры следует относить к средней температуре образца, которая близка к половине текущего перегрева ядра.

– *Метод акалориметра* наиболее чувствителен к температурному перегреву образца, поэтому опыт целесообразно проводить при жестко ограниченном перегреве образца и температуропроводность относить к температуре внешней среды, используя для контроля экспериментальную логарифмическую кривую $\ln \vartheta(\tau)$. Отсутствие прямолинейности этой кривой является признаком проявления температурной зависимости теплофизических характеристик исследуемого материала.

ГЛАВА 15. ТИПОВЫЕ СХЕМЫ КАЛОРИМЕТРОВ РЕГУЛЯРНОГО РЕЖИМА

15.1. Исходные сведения

Все методы регулярного режима, как уже отмечалось, предполагают свободное охлаждение (нагрев) образца в термостатированной изотермической среде, поэтому чаще всего используются при измерениях в нормальных климатических условиях, когда окружающей средой является лабораторное помещение. Однако даже в этих условиях образец нуждается в создании специальных условий теплообмена. Дело в том, что допустимая неизотермичность среды в зоне калориметра обычно не должна выходить за пределы $0,1 \dots 0,2$ К, тогда как случайные колебания температуры воздуха внутри лабораторного помещения из-за сквозняков и локальных тепловых источников могут достигать нескольких кельвинов. К тому же среда обязана обеспечивать охлаждение образца с управляемой интенсивностью. Ее тепловая активность по отношению к образцу в разных методах измерения должна различаться примерно на три порядка. Кроме того, образец способен заметно нагревать или охлаждать примыкающие к нему участки воздушной среды, нарушая изотермичность. По этим причинам обеспечение требуемых краевых условий охлаждения образца даже вблизи комнатной температуры выливается в самостоятельную проблему.

На начальном этапе развития методов регулярного режима исследователи обычно не прибегали к созданию специальных тепловых ячеек (калориметров). Образцу придавалась наиболее удобная геометрическая форма и в определенных его участках (точках) монтировались температурные датчики (в основном термодпары). Затем образец подогревался в специальном воздушном термостате на $10 \dots 20$ К, после чего помещался в защищенную от сквозняков камеру или заполненный водой сосуд с комнатной температурой.

В качестве изотермической среды с малой тепловой активностью (режим *микрокалориметра*), обычно применялись *камеры спокойного воздуха* объемом около 1 м^3 , стенки которых изготавливались из листовой меди или медной сетки, покрытой снаружи теплоизоляционной оболочкой. В качестве очень активной изотермической среды (режимы *акалориметра* и *бикалориметра*), чаще всего использовался сосуд с перемешиваемой водой, выполняющий функции пассивного термостата. В некоторых

случаях такой термостат заполнялся смесью мелких кусочков льда и воды, обеспечивая исследования вблизи 0°C . Для охлаждения образцов в среде с промежуточной тепловой активностью (режимы *метода двух точек* и *лямбдакалориметра*), применялись аэродинамические трубы. При этом во всех случаях приходилось заботиться, чтобы теплоемкость образца не превышала $\sim 1\%$ от теплоемкости термостата или стенок воздушной камеры. Образцы с температурными датчиками чаще всего охлаждались в термостате непосредственно, без защитной оболочки. Если же образец мог впитывать воду, его поверхность защищалась тонкостенной металлической или стеклянной оболочкой.

В середине прошлого века возникла потребность в серийном выпуске теплофизических приборов, в том числе и калориметров регулярного режима. В связи с этим приобрела актуальность проблема упрощения их эксплуатационных характеристик. Надлежало упростить процедуру подготовки образцов к опыту, отказаться от заделки температурных датчиков в тело образца, перейти на образцы малых размеров (их объем достигал нескольких литров) и расширить исследования как в сторону высоких, так и низких температур.

Для решения возникших проблем пришлось отказаться от громоздких воздушных камер, аэродинамических труб, жидкостных термостатов и создать ряд специализированных тепловых ячеек, основу которых составили массивные разъемные металлические многофункциональные блоки. Предварительно нагретый образец помещался внутрь ячейки и охлаждался за счет прямого теплообмена с металлическим блоком, который благодаря высокой теплопроводности и значительной теплоемкости выполнял роль изотермической термостатированной среды. В зависимости от выбранного метода измерений образец мог контактировать с блоком непосредственно (в методах *акалориметра* и *бикалориметра*) или же через теплоизоляционные прослойки (в методах *микрокалориметра*, *двух точек* и *лямбдакалориметра*).

Ячейка с массивным металлическим блоком позволила расширить область применения регулярных методов, перейти к образцам меньших размеров и сократить длительность опыта до нескольких минут. Появилась возможность избавиться от необходимости индивидуальной заделки температурных датчиков в тело. Блоки сняли проблему защиты образцов от влаги. Удалось упростить проблему учета поправок на боковой теплообмен. Появилась возможность использовать методы регулярного режима в более широкой области температур. Для этого достаточно снабдить блоки системой сообщающихся отверстий и пропускать по ним в режиме замкнутого цикла жидкий теплоноситель или хладагент, температура которо-

го задается внешним термостатом или холодильным агрегатом. В области средних и высоких температур для подогрева блоков могут использоваться электрические нагреватели, снабженные системой автоматического термостатирования. При опускании в область низких и криогенных температур в качестве хладагента удалось применять холодный воздух, подаваемый в отверстия блоков из сосуда Дьюара со сжиженным воздухом.

Переход к калориметрам, основу которых составили многофункциональные металлические ячейки, неизбежно повлек за собой их дифференциацию. Пришлось создавать индивидуальные тепловые ячейки не только для каждого отдельного метода, но и для каждой конкретной группы материалов. Каждая тепловая ячейка стала нуждаться в градуировке. В итоге сформировалась самостоятельная теория проектирования теплофизических приборов [3.13, 3.33].

При проектировании тепловой ячейки приходится всегда решать задачу оптимизации ее конструкции. К противоборствующим факторам относятся с одной стороны желание уменьшить размеры образцов, а с другой – стремление сохранить требуемую точность измерений. Технологически оправданное уменьшение размеров образца выгодно всегда, так как позволяет сократить длительность опыта и уменьшить габариты калориметра. Обеспечение же приемлемой точности измерений во многом определяется относительной величиной поправок на контактные сопротивления между образцом и блоком, на тепловые потери через вспомогательные грани образца, а в бикалориметрах еще и на теплоемкость образца. К сожалению, уменьшение размеров образца неизбежно влечет за собой рост указанных поправок. Поэтому основной целью тепловых расчетов ячейки является сохранение допустимой погрешности при учете поправок. В оптимально спроектированной ячейке величина каждой из них обычно не должна превышать ~10% от основных членов расчетной формулы. Исключения составляют поправки, которые достаточно надежно определяются в полностью собранной ячейке при ее градуировке с помощью образцовых мер или специальных опытов.

Примеры оценки и способов учета поправок к рабочим расчетным формулам будут рассмотрены ниже, параллельно с описанием типовых тепловых ячеек. Там же будут даваться рекомендации по особенностям выбора и монтажа температурных датчиков, с указанием возможностей использования современных электронных средств (*контроллеров*), обеспечивающих управление опытом, сбор первичной информации и ее математическую обработку.

15.2. Типовые ячейки акалориметров

Акалориметры предназначены для определения температуропроводности неметаллических материалов. Их теория рассмотрена в пп. 14.2 и 14.3. Для измерений используются образцы правильной формы. Опыт проводится в условиях интенсивного охлаждения образца.

При измерении температуропроводности в нормальных условиях (открытая среда, комнатная температура) часто удается воспользоваться простейшими средствами. Для этого достаточно изготовить образец, разместить в его центральной зоне рабочий спай дифференциальной термопары, подогреть на 20...30 К в сушильном шкафу, а затем опустить полностью в массивный сосуд с интенсивно перемешиваемой водой комнатной температуры и записать кривую $\vartheta(\tau)$. Сыпучие и влагопроницаемые материалы помещают в защитную металлическую оболочку. Размеры образца выбираются так, чтобы выполнялось условие $Bi > 50$.

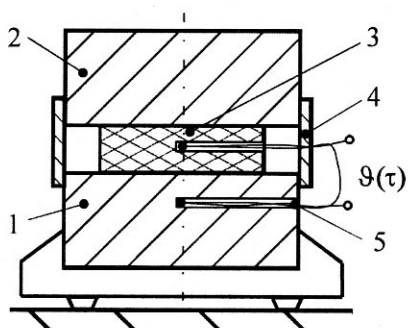


Рис. 15.2.1

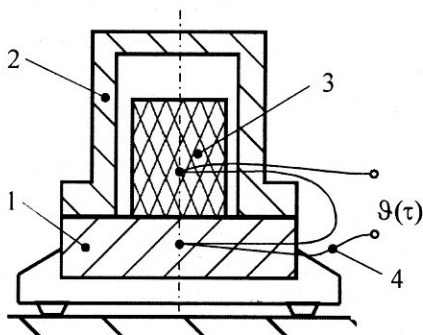


Рис. 15.2.2

При массовых измерениях используются в основном металлические разъемные ячейки. Их принципиальные схемы показаны на рис. 15.2.1 – 15.2.3.

На рис. 15.2.1 образец 3 имеет форму диска радиусом R и толщиной $2h$. Ячейка состоит из двух одинаковых по массе массивных блоков 1, 2. Верхний блок 2 способен перемещаться, скользя по двум вертикальным стержням. Для проведения опыта подогретый в сушильном шкафу образец надевается на гибкий рабочий спай дифференциальной термопары 5 и под весом верхнего блока плотно зажимается между блоками. Для улучшения теплового контакта диска с лицевыми плоскостями блоков их рекомендуется смазывать жидкостью, например тонким слоем вазелина. Верхний блок имеет защитное металлическое кольцо 4.

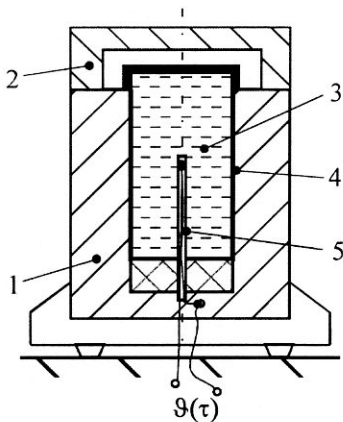


Рис. 15.2.3

нем отражены особенности теплообмена диска, находящегося своими плоскими гранями в контакте с массивными блоками. Учет влияния удельного контактного теплового сопротивления $P_{\kappa} = 1/\alpha_z$ и коэффициента теплоотдачи α_r .

Исходная формула для расчета температуропроводности приведена в (14.2.51)

$$a = \frac{m}{p_z^2/h^2 + p_r^2/R^2}. \quad (15.2.1)$$

Краевые условия (14.2.48) в рассматриваемом случае имеют вид

$$p_z \operatorname{tg} p_z = \operatorname{Bi}_z \equiv \frac{h}{\lambda P_{\kappa}}, \quad \frac{p_r J_1(p_r)}{J_0(p_r)} = \operatorname{Bi}_r \equiv \frac{\alpha_r R}{\lambda}. \quad (15.2.2)$$

В оптимально спроектированной ячейке реально могут выполняться ограничения

$$\operatorname{Bi}_z \geq 20, \quad \operatorname{Bi}_r \leq 0,10. \quad (15.2.3)$$

Принятые ограничения позволяют заменить условия (15.2.2) выражениями вида

$$p_z^2 \cong \frac{\pi^2}{4} \left(1 - \frac{2}{\operatorname{Bi}_z} \right), \quad p_r^2 \cong 2\operatorname{Bi}_r. \quad (15.2.4)$$

Общие закономерности регулярного охлаждения диска были исследованы в пп. 14.2.6. Однако там был рассмотрен только один из возможных вариантов режима акалориметра, соответствующий интенсивному теплообмену (с критерием $\operatorname{Bi} \rightarrow \infty$) на всех гранях образца – см. (14.2.49). Такой вариант легко реализуется лишь при охлаждении образцов в термостате с водой. Следовательно, для получения интересующей нас расчетной формулы необходим дополнительный анализ. Обратимся для этого к рис. 15.2.4. На

Исходная формула (15.2.1) приобретает удобный вид

$$a = \frac{4h^2}{\pi^2} m(1 + \Delta\sigma_{\kappa} - \Delta\sigma_{\alpha}), \quad (15.2.5)$$

где $\Delta\sigma_{\kappa}$, $\Delta\sigma_{\alpha}$ – безразмерные поправки

$$\Delta\sigma_{\kappa} = \frac{2\lambda}{h} P_{\kappa}, \quad \Delta\sigma_{\alpha} = \frac{8 \alpha_r R h^2}{\pi^2 \lambda R^2}. \quad (15.2.6)$$

Систематическая погрешность формулы (15.2.5) не превышает 2%, если поправки удовлетворяют ограничениям $\Delta\sigma_{\kappa} < 0,10$ и $\Delta\sigma_{\alpha} < 0,10$. Образцы выбирают, опираясь на условия

$$h \geq 20\lambda P_{\kappa}, \quad R \geq 8h^2 \alpha_r / \lambda. \quad (15.2.7)$$

Проблему поправок в формуле (15.2.5) можно несколько упростить, если параметры P_{κ} и α_r , будут уточняться при градуировке ячейки на эталонных образцах.

Ячейка, изображенная на рис. 15.2.2, является разновидностью предыдущей ячейки. Она предназначена для исследования тепловых полупроводников. Образец 3, имеющий форму достаточно длинного стержня, интенсивно охлаждается через нижний торец. В связи с этим масса ячейки сосредоточена главным образом в блоке 1. Колпак 2 в теплообмене принимает слабое участие. Он окружает открытые участки поверхности образца замкнутой воздушной прослойкой. Для расчета температуропроводности в этой ячейке пригодна формула (15.2.5), если в ней параметр h соответствует полной высоте образца.

Для исследования пористых, сыпучих и многих пищевых материалов, а также вязких жидкостей более предпочтительна ячейка цилиндрического типа, схематически изображенная на рис. 15.2.3. Ее основу составляет массивный металлический стакан 1 с крышкой 2. В цилиндрическую полость стакана плотно, по скользящей посадке, вставлена тонкостенная металлическая ампула 4, заполненная исследуемым материалом 3. Радиус образца R , высота $2h$. Дно ампулы выполнено из теплоизоляционного материала (например, из полиметилметакрилата или плотного пенопласта) и в него по центральной оси ампулы вмонтирована тонкая металлическая трубка, куда во время опыта плотно входит термопарная трубка-игла 5. Перед опытом ампула с образцом подогревается в сушильном шкафу, а затем сажается на иглу.

В оптимально спроектированной ячейке теплообмен образца со стаканом удобно осуществлять в основном через боковую поверхность ам-

пулы. Сама ампула в теплообмене играет вспомогательную роль, упрощая эксплуатацию ячейки.

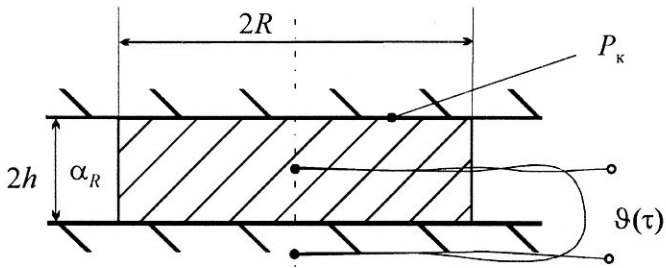


Рис. 15.2.4

Исходная расчетная формула в цилиндрической ячейке, как и в плоской, совпадает с формулой (15.2.1), однако в ней используются обратные ограничения

$$Bi_r \geq 20, Bi_z \leq 0,10. \quad (15.2.8)$$

Благодаря им краевые условия (15.2.2) удается преобразовать к виду

$$p_r^2 \cong X_1^2 \frac{Bi_r^2}{(Bi_r + 1)^2}, p_z^2 \cong Bi_z, \quad (15.2.9)$$

где X_1 – первый корень функции Бесселя $J_0(p)$, равный $X_1=2,405$.

Рабочая расчетная формула для цилиндрической ячейки приобретает вид

$$a = \frac{R^2}{X_1^2} m (1 + \Delta\sigma_k - \Delta\sigma_\alpha), \quad (15.2.10)$$

где поправки $\Delta\sigma_k$ и $\Delta\sigma_\alpha$ имеют структуру

$$\Delta\sigma_k = 2/Bi_r, \Delta\sigma_\alpha = (R/h)^2 Bi_z \quad (15.2.11)$$

и в оптимально спроектированной ячейке не должны превышать значений 0,10 каждая. Их целесообразно использовать для выбора оптимальных размеров стакана и ампулы

$$R \geq 20\lambda P_k, h \geq 10R^2\alpha_z/\lambda. \quad (15.2.12)$$

15.3. Типовые ячейки микрокалориметров

Микрокалориметры предназначены для измерения теплоемкости. Их теория изложена в пп. 14.2 и 14.3. В качестве образцов обычно используются короткие цилиндры малого диаметра. При необходимости исследуемый материал размещается внутри металлической ампулы.

Первоначально для охлаждения образцов использовались *камеры спокойного воздуха*. Однако от них пришлось отказаться в пользу металлических ячеек по двум причинам: из-за громоздкости камер и из-за нестабильной теплоотдачи, так как в воздушном пространстве камеры всегда возникают случайные конвективные потоки.

Типовая схема ячейки показана на рис. 15.3.1. Ее основу составляют массивный металлический стакан 1 с крышкой 2 и ампула 4 с образцом 3. В дно стакана вдоль оси вставлена тонкая металлическая трубка 6 с термопарой. Рабочий спай термопары находится в верхней зоне трубки, а второй – в зоне дна стакана. В нижней части ампулы вдоль ее оси имеется глухое отверстие. Термопарная трубка служит центрирующей опорой ампуле.

На рис. 15.3.1 показана ампула, представляющая собой тонкостенный стакан с трубкой для термопарной иглы. Ее удается использовать для изучения твердых материалов с высокой теплопроводностью (металлы, полупроводники). Второй вариант ампулы 4 изображен на рис. 15.3.2. Она предназначена для исследования материалов с низкой теплопроводностью и представляет собой металлический цилиндр, в котором высверлены 6 глухих осевых отверстий, сообщающихся между собой в нижней зоне ампулы. Отверстия ампулы заполняются исследуемым материалом. Малый диаметр отверстий позволя-

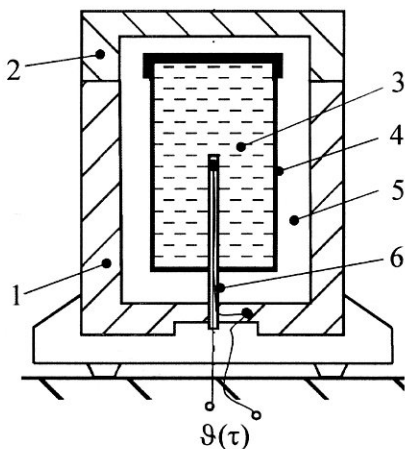


Рис. 15.3.1

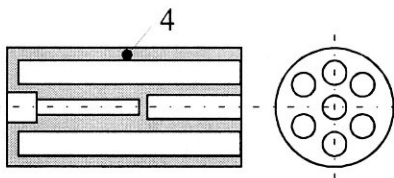


Рис. 15.3.2

ет проводить опыты, сохраняя практически равномерное температурное поле в материале.

Тонкий воздушный зазор 5 играет в ячейке важную роль, обеспечивая оптимальную интенсивность теплообмена ампулы со стаканом. Замкнутая воздушная полость обладает двумя важными преимуществами перед свободной воздушной средой. Во-первых, в тонких воздушных щелях затруднено образование конвекции, поэтому в них основную роль играет более стабильный теплообмен теплопроводностью и излучением. Во-вторых, тепловую проводимость зазора можно подбирать, изменяя его толщину. Кроме того, тонкий воздушный зазор можно легко заменить плотно вставленной в стакан пенопластовой трубкой. Опыт эксплуатации таких микрокалориметров показал, что в области умеренных и низких температур пенопластовые трубки, заполняющие зазор, заметно улучшают метрологические характеристики микрокалориметров и упрощают их эксплуатацию.

Если микрокалориметр используется в варианте без оболочки, то используется формула

$$c = \frac{K}{Mm}, \quad (15.3.1)$$

где K – проводимость зазора, Вт/К; M – масса образца; m – темп охлаждения, $с^{-1}$.

Тепловая проводимость K является «постоянной» ячейки, поэтому для ее определения используются опыты с эталонным образцом, имеющим те же габариты и ту же степень черноты, что и у рабочих образцов. Расчетная формула микрокалориметра без ампулы

$$c = c_3 \frac{M_3 m_3}{M m}, \quad (15.3.2)$$

где индекс “3” относится к параметрам эталонного образца.

Если же микрокалориметр используется в варианте с ампулой, то при выполнении ограничения $Bi < 0,05$ в качестве исходной может выступать формула (14.3.17)

$$C = \left[2\pi(R + h_0) \frac{\alpha}{m} - C_0 \right].$$

Применительно к микрокалориметру ей целесообразно придать вид

$$cM = \frac{K}{m} - C_0. \quad (15.3.3)$$

Для определения ее тепловой проводимости K выгодно использовать материал с хорошо изученной теплоемкостью, например медь. Ампулу также желательно изготавливать из меди. В этом случае расчетную формулу для наглядности можно записать в виде

$$c = c_3 \frac{M_3}{M} \left(\frac{m_3}{m} - \frac{M_0}{M_3} \right), \quad (15.3.4)$$

где M_0 – масса ампулы; M_3 – масса эталонного образца и ампулы
Если для градуировки используется эталонное вещество, заполняющее ампулу (например, вода), то расчетная формула приобретает вид

$$c = \frac{1}{M} \left[c_3 M_3 \frac{m_3}{m} + C_0 \left(\frac{m_3}{m} - 1 \right) \right], \quad (15.3.5)$$

где C_0 – полная теплоемкость ампулы, Дж/К; M_3 – масса эталонного вещества, помещенного внутрь ампулы.

Расчетные формулы сохраняют вид, если в ячейке вместо воздушного зазора используется пенопласт. Возникающее при этом усложнение связано лишь с необходимостью учета теплоемкости пенопласта. Проще всего это можно сделать, используя при градуировке дополнительный опыт с пустой ампулой.

Выше уже отмечалось, что микрокалориметры удается использовать для исследования веществ, теплоемкость которых проявляет в опыте резкую температурную зависимость, обусловленную фазовыми или структурными превращениями в веществах со сложным химическим составом и неоднородной микроструктурой. Они особенно удобными оказались при изучении влагосодержащих материалов и, в частности, разнообразных пищевых продуктов. Предназначенные для этих целей микрокалориметры были всесторонне изучены сотрудниками кафедры физики СПбГУНиПТ И.В. Барановым, С.С. Прошкиным и В.А. Самолетовым [3.1, 3.28, 3.31, 3.32]. Для измерений использовались ампулы диаметром 20...25 мм и высотой 40...50 мм, с шестью глухими осевыми отверстиями диаметром ~5 мм. В качестве теплозащитной прослойки применялась пенопластовая трубка с толщиной стенки ~2 мм. Для температурных измерений использовались высокочувствительные полупроводниковые микротерморезисторы МТ-54 “М” конструкции В.Г. Карманова (Агрофизический НИИ, г. Санкт-Петербург). Регистрация температур ампулы и блока осуществлялась управляющим электронно-вычислительным устройством – *контроллером*, разработанным под руководством А.Е. Платунова в СПбГУ ИТМО [3.9].

Органические влагосодержащие материалы при температурной обработке изменяют свои свойства необратимо, поэтому опыты ставились в режимах замораживания и размораживания образцов. В опытах с замораживанием тепловая ячейка находилась в морозильной камере при минус 30°C, а ампула с исследуемым веществом перед опытом находилась при комнатной температуре. В опытах с размораживанием ячейка находилась в комнатной среде, а ампула с образцом охлаждалась в морозильной камере. Подробно эти вопросы изложены в работах [3.2, 3.28, 3.31, 3.32]. Для иллюстрации на рис. 15.3.3 показана температурная зависимость эффективной теплоемкости картофеля в диапазоне температур от минус 30 до +20°C, экспериментально измеренная в режиме нагрева предварительно замороженного образца.

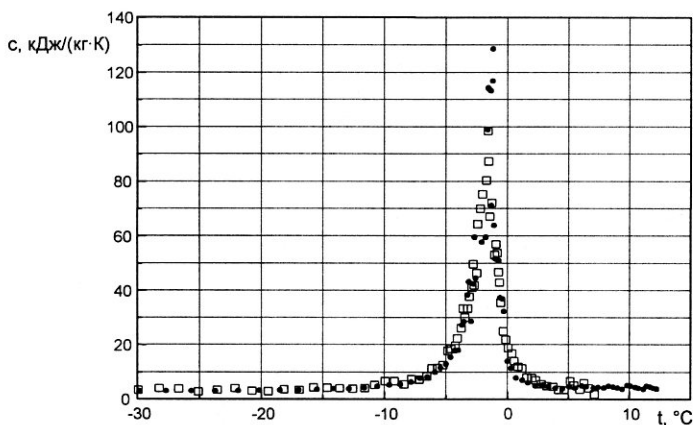


Рис. 15.3.3

15.4. Типовые ячейки бикалориметров

Бикалориметры применяются для измерения теплопроводности теплоизоляционных и полупроводниковых материалов. Их теоретическое обоснование приведено в п. 14.4, где рассматривались закономерности свободного охлаждения металлического ядра в среде через образец, выполняющий в ячейке функции теплозащитной оболочки.

Для реализации режима бикалориметра к ячейке приходится предъявлять ряд требований. В частности, в ячейке должны выполняться ограничения на теплоемкость образца, контактные сопротивления и неконтролируемые утечки теплового потока от ядра, так как их влияние приходится учитывать аналитическими поправками, имеющими, как пра-

вило, недостаточно строгую структуру. С физической точки зрения указанные ограничения направлены на то, чтобы на протяжении опыта перепад температуры в образце совпадал с перегревом ядра, профиль температуры в нем оставался близким к стационарному, а рабочий тепловой поток удавалось оценивать по теплоемкости и скорости охлаждения ядра.

Первый бикалориметр, удовлетворяющий требованиям серийного прибора, был создан А.Ф. Бегунковой еще под непосредственным руководством Г. М. Кондратьева [3.11, 3.12]. В последующие годы прибор неоднократно видоизменялся. Наибольшее распространение получил симметричный плоский бикалориметр типа БП-66 [3.33], предназначенный для измерений теплопроводности листовых, пористых, волокнистых и сыпучих материалов с $\lambda = 0,03 \dots 0,5$ Вт/(м·К) на образцах диаметром 160 мм и толщиной 5...25 мм. Прибор обеспечивал измерения с погрешностью до 10% при продолжительности опыта 10...30 минут.

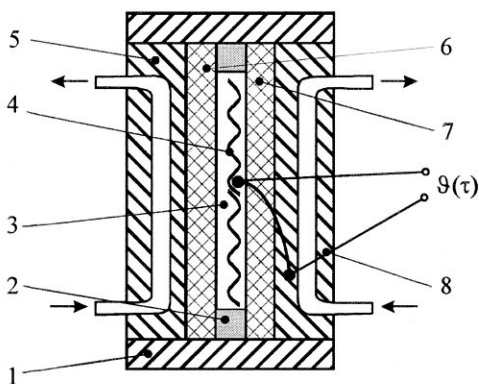


Рис. 15.4.1

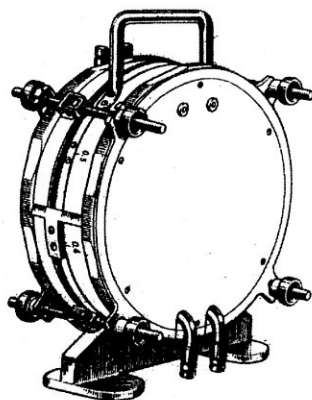


Рис. 15.4.2

Принципиальная схема тепловой ячейки БП-66 представлена на рис. 15.4.1, а общий вид прибора – на рис. 15.4.2. Ядро 3 с электрическим нагревателем 4 укреплено внутри корпуса 1 через теплоизоляционное кольцо 2. Между ядром и двумя металлическими плитами 5, 8 размещаются симметрично два одинаковых образца 6, 7. Температура плит 5, 8 поддерживается на заданном уровне жидкостным термостатом, который прокачивает через них воду, масло или хладагент. Нагреватель обеспечивает начальный подогрев ядра. Температура перегрева ядра измерялась термопарой и гальванометром М 195/1. Темп охлаждения определялся графически, по углу наклона кривой $\ln\vartheta(\tau)$ на графике $\ln\vartheta-\tau$.

Расчетная формула имеет вид

$$\lambda = \frac{h}{2S} \left[\left(C_{\text{я}} + \frac{2}{3} C \right) m - K \right], \quad (15.4.1)$$

где h, S, C – толщина, площадь и теплоемкость одного из двух образцов-дисков; $C_{\text{я}}, m$ – теплоемкость и темп охлаждения ядра; K – поправка на утечки тепла через боковые поверхности ядра и образцов. В приборе предусмотрено соблюдение ограничения $2C < 0,10C_{\text{я}}$, поэтому теплоемкость образцов можно оценивать весьма ориентировочно.

Несколько позднее на кафедре теплофизики был разработан несимметричный бикалориметр РКТ-20 [3.2, 3.33], предназначенный для определения теплопроводности пакетов мягких воздушно-пористых материалов и твердых материалов с $l = 0,03 \dots 1,5$ Вт/(м·К) на образцах диаметром 50 мм и толщиной 0,5...5 мм. Измерения проводились при комнатной температуре, продолжительность опыта составляла 5...10 минут, погрешность 3...5%.

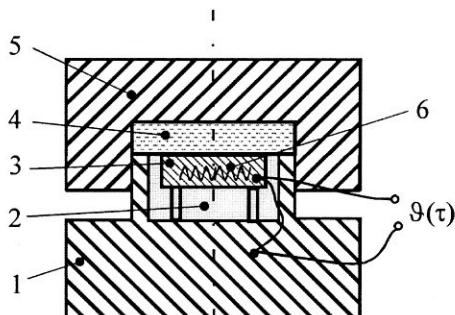


Рис. 15.4.3

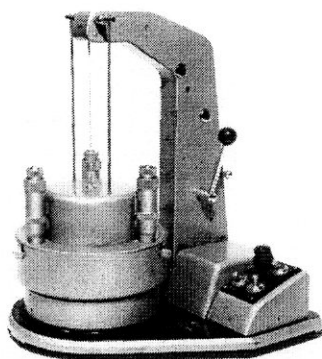


Рис. 15.4.4

В приборе РКТ-20 функцию термостатированной среды выполняет массивный разъемный металлический блок. Принципиальная схема прибора показана на рис. 15.4.3, а общий вид – на рис. 15.4.4. Блок прибора состоит из толстостенного стакана 1 и массивного колпака 5. Вертикальное перемещение колпака производится с помощью капроновой нити и рукоятки. В качестве направляющих используются две вертикально установленные тонкостенные металлические трубки. Металлическое ядро 3 укреплено в полости стакана на трех тонких иглах. Свободное пространство между ними заполнено высокоэффективной воздушно-пористой теплоизоляцией 2. Плоская лицевая поверхность ядра находится на одном уровне с верхней кромкой

стакана. Образец 4 кладется на лицевую поверхность ядра и сверху прижимается к ней колпаком 5. Толщина образца фиксируется тремя микрометрическими головками, установленными в колпаке. Для начального подогрева ядра используется электрический нагреватель 6. Ядро охлаждается за счет теплообмена со стаканом 1 через образец 4 и теплозащитную прослойку 2. Дифференциальная термопара вмонтирована спаями в ядро и стакан. Теплопроводность определяется по формуле

$$\lambda = \varphi(h) \frac{h}{S_{\text{я}}} \left[\left(C_{\text{я}}^* + \frac{1}{3} C \right) m - K_{\text{и}} \right], \quad (15.4.2)$$

где $\varphi(h)$ – коэффициент, учитывающий поправку на рассеяние теплового потока через периферийную зону образца; h, C – толщина и ориентировочная теплоемкость образца; $S_{\text{я}}$ – площадь лицевой поверхности ядра; $K_{\text{и}}$ – эффективная тепловая проводимость теплозащитной прослойки 2; $C_{\text{я}}^*$ – эффективная теплоемкость ядра и прослойки. Обычно для измерений применяются образцы, диаметр которых совпадает с диаметром ядра. Однако иногда выгодно использовать образцы большего диаметра. Постоянные прибора $C_{\text{я}}^*$, $K_{\text{и}}$ и функция $\varphi(h)$ определяются в опытах на образцах с известной теплопроводностью.

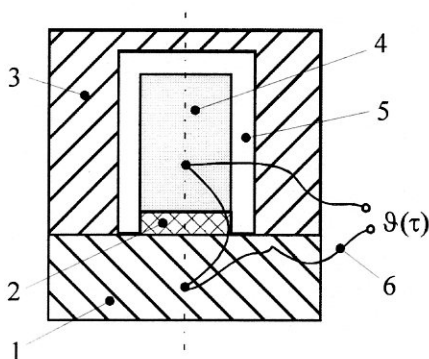


Рис. 15.4.5

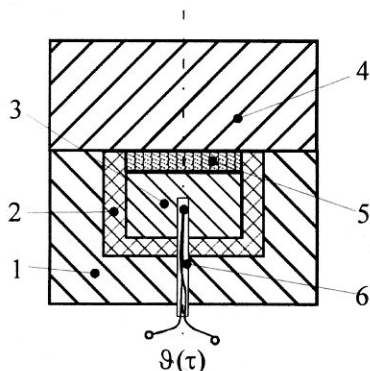


Рис. 15.4.6

Для определения теплопроводности твердых материалов с $\lambda = 0,1 \dots 5$ Вт/(м·К) удается использовать конструктивно более простые бикалориметры. Типовая схема ячейки бикалориметра показана на рис. 15.4.5. Металлический блок ячейки состоит из массивного основания 1 и колпака 3. Образец 2 имеет форму диска диаметром 15...30 мм, толщиной 1...5 мм и размещается на лицевой поверхности основания 1. Металлическое ядро 4 имеет форму короткого цилиндра диаметром, несколько превы-

шающим диаметр образца, а высоту 10...40 мм. Для улучшения теплового контакта образца с основанием и ядром их плоские контактные грани при изготовлении шлифуются на притирочной плите. Открытые грани ядра и образца теплоизолируются от колпака воздушной прослойкой 5.

Ядро является съемным и перед опытом подогревается в сушильной печи, а затем быстро переносится в ячейку, устанавливается на образец и прикрывается колпаком 3. Изменение температуры перегрева ядра относительно основания регистрируется с помощью гибкой дифференциальной термодпары 6. В качестве электроизмерительного прибора может использоваться любой гальванометр соответствующей чувствительности.

Формула для эффективной тепловой проводимости K образца имеет вид

$$K = \left[\left(C_{\text{я}}^* + \frac{1}{3} C \right) m - K_{\text{н}} \right]. \quad (15.4.3)$$

Эффективная тепловая проводимость имеет структуру

$$K = \frac{S}{h/\lambda + 2P_{\text{к}}}, \quad (15.4.4)$$

поэтому коэффициент теплопроводности образца вычисляется по формуле

$$\lambda = \frac{h}{S/K - 2P_{\text{к}}}. \quad (15.4.5)$$

В последние годы для регистрации и обработки сигналов термодпар стали использоваться *контроллеры*, обладающие существенными эксплуатационными преимуществами перед обычными универсальными электроизмерительными приборами. Контроллеры способны обеспечивать измерение температуры с чувствительностью до $\sim 0,1$ К с любым заданным временным шагом, начиная с 0,03 с, и производить автоматическую программную обработку опыта, с выводом информации в компьютер или на принтер [3.1, 3.9, 3.31, 3.32].

Контроллеры существенно расширили область применения бикалориметров. В частности, появилась возможность использовать их для измерения теплопроводности влагосодержащих веществ и материалов в области фазовых и структурных превращений, применить их для изучения тонких жидких пленок с малой вязкостью и даже обеспечивать неразрушающий контроль контактных тепловых сопротивлений в готовых изделиях.

В качестве примера на рис. 15.4.6 показана схема тепловой ячейки, предназначенной для определения теплопроводности влагосодержащих (пищевых) материалов при замораживании и размораживании в интервале температур от минус 30 до $+20^{\circ}\text{C}$. Металлический блок ячейки состоит из

массивного основания 4 и стакана 1. Ядро 3, плотно вставленное в съемный стакан 2 из пенопласта, в своей верхней части имеет полость для размещения пастообразного образца 5. Регистрация температуры ядра производится термопарой 6 и контроллером. Главной особенностью ячейки является нетипичная взаимная ориентация основания, образца и ядра. Предусмотрены два режима работы ячейки. При измерениях в режиме замораживания образца вся ячейка размещается внутри морозильной камеры. Опыт начинается, когда пенопластовый стакан с ядром и образцом, находившиеся при комнатной температуре, помещаются внутрь ячейки. При измерениях в режиме размораживания ячейка находится в комнате, а стакан 2, ядро и образец перед опытом охлаждаются совместно в морозильной камере.

Рассмотренная ячейка была спроектирована и исследована сотрудником кафедры физики СПбГУНИПТ В.Л. Частым. В качестве примера на рис. 15.4.7 приведен график, отражающий температурную зависимость теплопроводности картофеля в режимах замораживания (кривая 1) и размораживания (кривая 2). Так как в условиях фазовых и структурных превращений темп охлаждения (нагрева) ядра на протяжении опыта не остается постоянным, для его определения используется исходное соотношение

$$m(\tau) = - \frac{d\vartheta/d\tau}{\vartheta(\tau)}. \quad (15.4.6)$$

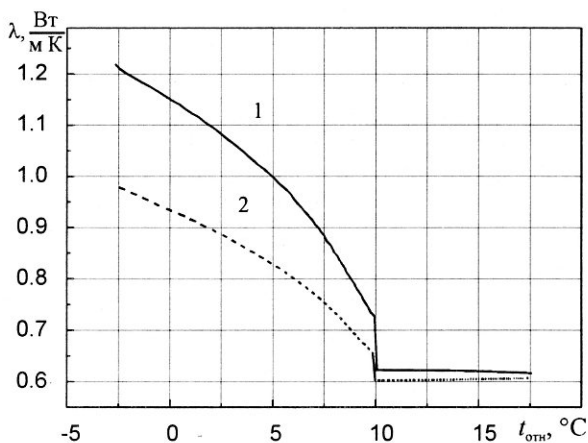


Рис. 15.4.7

Влагосодержащие материалы при замораживании и размораживании претерпевают необратимые изменения. Графики на рис. 15.4.7 отчетливо улавливают эту их особенность.