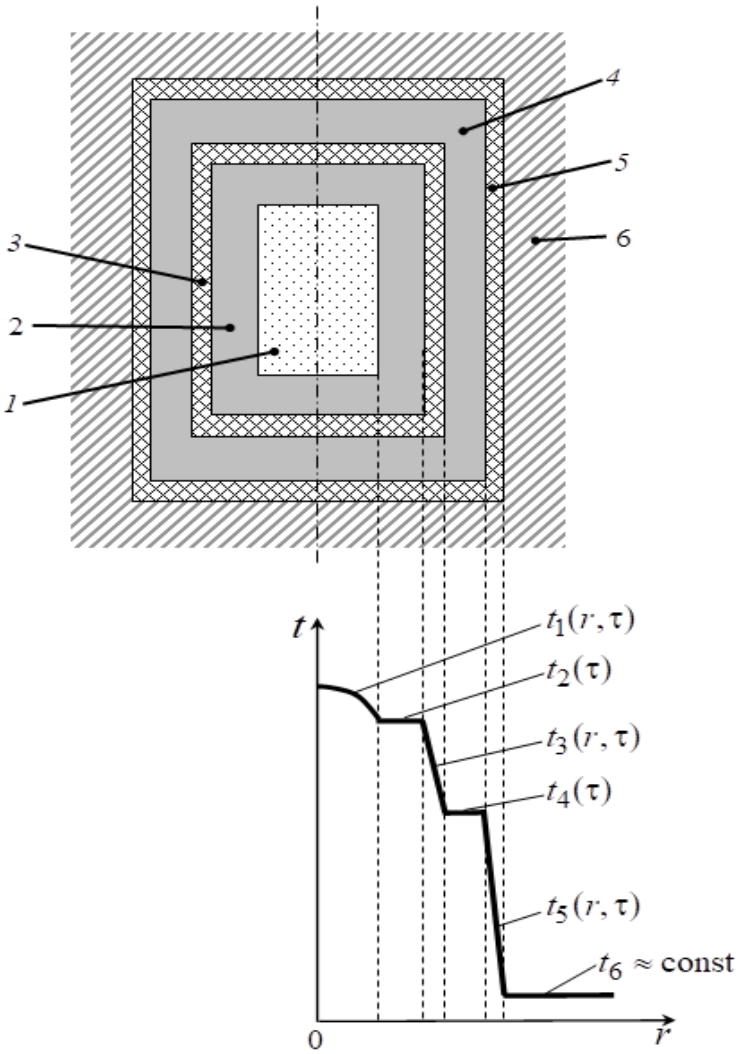
УНИВЕРСИТЕТ ИТМО

Е.В. Тамбулатова, Д.В. Плужникова

ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИЕ ИЗМЕРЕНИЯ ВЛАГОСОДЕРЖАЩИХ МАТЕРИАЛОВ



Санкт-Петербург
2022

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

УНИВЕРСИТЕТ ИТМО

Е.В. Тамбулатова, Д.В. Плужникова

ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИЕ ИЗМЕРЕНИЯ ВЛАГОСОДЕРЖАЩИХ МАТЕРИАЛОВ

УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ПОСОБИЕ

РЕКОМЕНДОВАНО К ИСПОЛЬЗОВАНИЮ В
УНИВЕРСИТЕТЕ ИТМО
по направлению подготовки 19.04.01 Биотехнология
в качестве Учебно-методическое пособие для реализации основных
профессиональных образовательных программ высшего
образования магистратуры

УНИВЕРСИТЕТ ИТМО

Санкт-Петербург
2022

Тамбулатова Е.В., Плужникова Д.В., ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИЕ ИЗМЕРЕНИЯ ВЛАГОСОДЕРЖАЩИХ МАТЕРИАЛОВ – СПб: Университет ИТМО, 2022. – 44 с.

Рецензент(ы):

Пилипенко Николай Васильевич, доктор технических наук, профессор, доцент (квалификационная категория "ординарный доцент") факультета энергетики и экотехнологий, Университета ИТМО.

Данное учебно-методическое пособие предназначено для студентов, изучающих дисциплины «Теплофизические измерения», «Теплофизические методы исследования биологических систем», а также для обучающихся, занимающихся научно-исследовательской деятельностью в сфере изучения тепловых и влажностных свойств веществ и материалов. В учебно-методическом пособии приводится краткое теоретическое обоснование метода исследования теплофизических свойств влагосодержащих веществ, изложены физическое обоснование метода, его тепловая и математическая модели, даны расчетные соотношения теплофизических характеристик.

УНИВЕРСИТЕТ ИТМО

Университет ИТМО – национальный исследовательский университет, ведущий вуз России в области информационных, фотонных и биохимических технологий. Альма-матер победителей международных соревнований по программированию – ICPC (единственный в мире семикратный чемпион), Google Code Jam, Facebook Hacker Cup, Яндекс.Алгоритм, Russian Code Cup, Topcoder Open и др. Приоритетные направления: IT, фотоника, робототехника, квантовые коммуникации, трансляционная медицина, Life Sciences, Art&Science, Science Communication. Входит в ТОП-100 по направлению «Автоматизация и управление» Шанхайского предметного рейтинга (ARWU) и занимает 74 место в мире в британском предметном рейтинге QS по компьютерным наукам (Computer Science and Information Systems). С 2013 по 2020 гг. – лидер Проекта 5–100.

© Университет ИТМО, 2022

© Тамбулатова Е.В., Плужникова Д.В., 2022

Оглавление

Введение 4
1. Методы измерения температуры 5
1.1. Термоэлектрические термометры 5
1.2. Термометры сопротивления 8
2. Динамический метод измерения теплофизических характеристик 11
2.1. Тепловые и влажностные характеристики влагосодержащих материалов ... 11
2.2. Физические основы комплексного метода измерения тепловлажностных характеристик влагосодержащих материалов 18
2.3. Тепловая модель метода измерений 19
2.4. Математическая модель ячейки 22
2.5. Расчетные формулы 23
3. Лабораторный стенд 26
3.1. Описание стенда 26
3.2. Конструкция теплоизмерительной ячейки 28
3.3. Теплофизический контроллер 29
4. Методика проведения эксперимента 31
4.1. Подготовка лабораторного стенда к измерениям 31
4.2. Подготовка исследуемого образца 32
4.3. Измерение теплопроводности и температуропроводности жидкостей 33
4.4. Режим замораживания 35
4.5. Режим размораживания 37
5. Методика обработки экспериментальных данных 38
5.1. Особенности аналитической обработки опытов 38
5.2. Методика расчета теплофизических характеристик исследуемых образцов 39
5.3. Методика расчета удельной энтальпии исследуемых образцов 42
Литература 44

Введение

Исследования теплофизических свойств влагосодержащих материалов представляет собой важную прикладную задачу во многих современных технологических процессах пищевой промышленности и холодильных технологий. Особый интерес представляет зависимость теплофизических характеристик в зоне фазовых превращений, в которой капиллярная влага резко изменяет все физико-механические свойства таких материалов.

Данное учебно-методическое пособие предназначено для студентов, изучающих дисциплины «Теплофизические измерения», «Теплофизические методы исследования биологических систем», а также для обучающихся, занимающихся научно-исследовательской деятельностью в сфере изучения тепловых и влажностных свойств веществ и материалов.

Целью преподавания дисциплины является изучение студентами теоретического обоснования метода исследования теплофизических свойств влагосодержащих веществ, физического обоснования, тепловой и математической моделей метода, расчетных формул для вычисления теплофизических характеристик.

Основная задача данного учебного пособия научить будущих специалистов экспериментальным методам расчета теплофизических характеристик влагосодержащих материалов, соответственно, изучившие данную дисциплину должны:

– знать методы измерения температуры, основы динамического метода измерений теплофизических характеристик влагосодержащих материалов;

– уметь самостоятельно (под руководством преподавателя или лаборанта) выполнять подготовку лабораторного стенда и образца для исследований;

– владеть навыками обработки экспериментальных данных и построения графиков зависимости теплофизических характеристик от температуры.

Особое внимание необходимо обращать на раздел, посвященный методике обработки экспериментальных данных с помощью компьютерных программ *MS Excel* и *OriginLab*.

Пользуясь списком рекомендованной литературы, изучающие дисциплину должны самостоятельно проработать материал, относящийся к данной теме.

1. МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ

1.1. Термоэлектрические термометры

Термоэлектрические термометры работают на эффекте Зеебека, открытом в 1821 году. В основе эффекта лежит прямое преобразование тепловой энергии в электрическую, происходящее на границе двух разнородных материалов [1].

На рис. 1 представлена простейшая замкнутая термоэлектрическая цепь, состоящая из проводников А и В. Эти проводники называются *термоэлектродами*, а сама цепь – *термопарой*. Соединение термоэлектродов осуществляют при помощи пайки или электросварки, а само место соединения называют *спаем*. Хорошо сделанный спай имеет форму шарика малого диаметра.

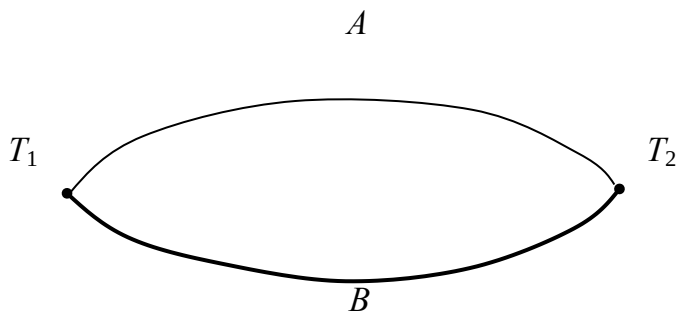


Рисунок 1 – Термоэлектрическая цепь:
A и *B* – термоэлектроды

При наличии разности температур на спаях T_1 T_2 (рис. 1) в цепи возникает термоэлектродвижущая сила (термоэдс ε_{AB}). Она пропорциональна подведенной разности температур, а коэффициент пропорциональности называют коэффициентом термоэдс (α_{AB}) или коэффициентом Зеебека.

$$\varepsilon_{AB} = \alpha_{AB}(T_2 - T_1). \qquad (1.1)$$

Величина коэффициента термоэдс зависит только от природы проводников *A* и *B* и частично от температур T_1, T_2 спаев (последнее проявляется при заметной разности температур между спаями).

Возникновение термоэдс в месте контакта объясняется внутренней контактной разностью потенциалов между двумя проводниками и ее зависимостью от температуры.

Все термопары можно разделить на две большие группы: *обыкновенные* и *дифференциальные*. Обыкновенными термопарами называют термопары с одним рабочим спаем (рис. 2, а). У такой

термопары один из спаев термоэлектрической цепи разомкнут и подключен к клеммам измерительного прибора (ИП) для определения величины термоэдс. Рабочий спай помещается в измеряемую область с температурой T_1. В случае различия температур измеряемой области и клемм ИП в цепи возникает термоэдс, регистрируемая прибором. Зная величину термоэдс, коэффициенты термоэдс материалов А и В, а также температуру на клеммах ИП (обычно это комнатная температура), можно рассчитать температуру рабочего спая.

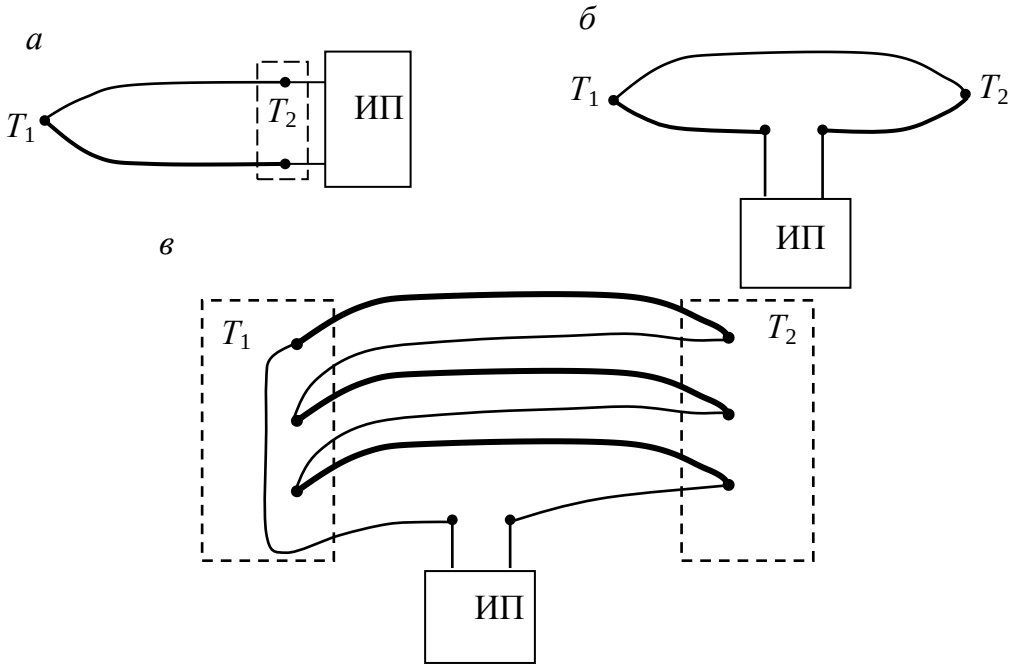


Рисунок 2 – Схемы включения измерительного прибора в цепь термопар

Дифференциальными термопарами называют термопары, имеющие не только рабочий, но и опорный спай (рис. 2, б). Рабочий спай помещают в измеряемую область с температурой T_1, опорный в изотермическую область с известной температурой T_2. Чаще всего опорный спай помещают в область с протекающим в ней фазовым переходом (например, таяние льда), так как известно, что процесс фазового перехода происходит при постоянной температуре. Для измерения термоэдс, образовавшегося при разности температур T_1 и T_2 на спаях, «разрывают» один из термоэлектродов и к месту разрыва подключают клеммы измерительного прибора.

Основным преимуществом дифференциальной термопары является то, что на результат измерения не будет влиять температура

ИП. Однако для термопар обоих типов требуется помещать клеммы измерительного прибора в изотермическую зону. Поэтому для лучшего выравнивания температуры свободных концов термопары клеммы подключения одной или нескольких термопар помещают внутрь массивного металлического блока, так называемого блока холодных спаев (БХС), температура которого независимо измеряется жидкостным или каким-либо другим термометром. В практике теплофизических измерений холодными спаями называют свободные концы термопар. Такие блоки обычно используются при точных измерениях.

Уровень температуры наиболее точно можно измерить дифференциальной термопарой, свободный спай которой помещают в тающий лед. Температура спая в этом случае поддерживается равной (0±0,01) °С.

В случае, если сигнал от дифференциальной термопары достаточно мал и его тяжело зарегистрировать, используют батарею, т. е. последовательное включение нескольких дифференциальных термопар. На рис. 2, в батарея состоит из трех дифференциальных термопар.

Являясь простым и надежным устройством, термопары нашли широкое применение в измерительной технике. Диаметр термоэлектродных проводников может составлять от 0,05 до 0,3 мм (в промышленных термопарах до 2…3 мм). Они легко монтируются в миниатюрных объектах, позволяют измерять температуру в точках, соответственно обладают малой инерционностью, вносят малые статические и динамические погрешности в результат измерения.

Существует большое количество материалов, из которых производят термопары. В основном тип термопары и, соответственно, материал ее термоэлектродов определяется исходя из рабочего температурного диапазона, а также возможности протекания химической реакции между спаем и измеряемым объектом. В зависимости от материала термопары измеряемая температура может лежать в пределах от 2 до 3000 К и при этом иметь точность не ниже 0.1 К. При правильной эксплуатации, отсутствии физических и химических изменений термопары могут иметь средний срок службы от 2 до 10 лет.

Для измерения низких температур в криогенной и холодильной технике используют различные термопары, сокращенные названия которых и номинальные статические характеристики преобразования (НСХ) в виде зависимости $E(t, 0)$ стандартизованы

(ГОСТ 14894-69, 22666-77 и стандарты СЭВ и МЭК) [2]. Название термопар и их обозначение представлены в табл. 1.

Таблица 1

Типы термопар и их обозначения

Название термопары	Обозначение
Медь–копель	ТМК
Медь–константан	ТМКн
Железо–константан	ТЖКн
Хромель–копель	ТХК
Хромель–константан	ТХКн
Хромель–алюмель	ТХА

Термопарами ТХК и ТХКн можно измерять температуры до 20 К, так как эти термопары имеют достаточную чувствительность 10 мкВ/К.

1.2. Термометры сопротивления

Принцип работы термометра сопротивления (ТС) основан на зависимости электрического сопротивления материала от температуры. ТС состоит из резистора (зачастую размером в несколько миллиметров), который выступает в роли датчика и подключается тонкими медными проводами к высокоточному омметру. Для измерения температуры датчик необходимо поместить в измеряемую область и дождаться, пока его температура не станет равной температуре окружающей среды. Чем меньше размер датчика, тем меньше время выравнивания температуры. После этого омметром определяется значение сопротивления датчика. Температуру определяют по предоставляемой для данного датчика градуировочной характеристике $R(t)$. Также вместо омметра может быть использован источник постоянного тока и микровольтметр. Величину сопротивления датчика рассчитывают по закону Ома, затем по градуировочной характеристике определяют температуру датчика. Соединение датчика и измерительного прибора должно быть выполнено проводниками с наименьшей длиной и диаметром для минимизации влияния сопротивления соединяющих проводов на результат измерений.

Не любой материал может быть пригодным для создания термометра сопротивления. Естественно, что у любого материала его электротехнические свойства зависят от температуры, однако данная зависимость может быть слишком слабой, или же иные свойства

материала (химические, механические и т.д.) могут делать его непригодным к использованию в качестве ТС. По итогу получается, что среди всего многообразия материалов, к универсальным (удовлетворяющим всем необходимым требованиям) будет относиться лишь малая группа. Среди них наиболее часто используемыми являются медь, никель и платина. Выполнены они должны быть в виде тонкой проволоки с диаметром до нескольких десятых долей миллиметра.

Термометры сопротивления просты в изготовлении и использовании, позволяют измерять широкий температурный диапазон, благодаря чему они получили широкое распространение в научных лабораториях и в технике.

Платиновые термометры сопротивления используются в диапазоне температур от 13.8 до 1400 К; медные ТС от 80 до 500 К; никелевые – от 260 до 450 К. Платиновые термометры сопротивления используются в криогенной технике. Удельное сопротивление платины при нормальных условиях составляет 0.105 мкОм·м. Медные ТС часто используют в качестве образцовых термометров из-за их высокой чувствительности. Удельное сопротивление меди на порядок меньше, чем у платины и при нормальных условиях составляет 0.017 мкОм·м. Удельное сопротивление никеля при 20°С составляет 0,073 мкОм·м.

Точность измерения некоторых медных и платиновых термометров сопротивления достигает сотых долей градуса. Также существенным является то, что у меди зависимость сопротивления от температуры имеет линейный характер в широком диапазоне температур.

Большинство чистых металлов имеют хоть и не линейное, но плавное увеличение удельного электрического сопротивления с ростом температуры. Температурный коэффициент электрического сопротивления большинства металлов лежит в диапазоне $(4\ldots6)\cdot10^{-3}$ $К^{-1}$.

Конструктивно датчик ТС представляет из себя проволочную спираль, уложенную внутри цилиндрической оболочки. Размеры как проволоки, так и оболочки подбирают таким образом, чтобы ТС при температуре 0°С обладал номинальным сопротивлением 10, 50, 100 или 500 Ом. От сопротивления будут зависеть как размеры датчика, так и его чувствительность, что в свою очередь является определяющим фактором эксплуатационных характеристик ТС.

Для определения температуры используют градуировочные характеристики $R(t)$, то есть зависимость сопротивления от

температуры. Для температур выше комнатной у меди и платины эта зависимость практически линейна (рис. 3). Для более точных измерений градуировочные характеристики $R(t)$ этих материалов можно аппроксимировать полиномом третей степени.

$$(t) = R(0) + At + Bt^2 + Ct^3. \quad (1.2)$$

Температурный коэффициент никеля выше, чем у платины и меди ($6.8 \cdot 10^{-3}$ $К^{-1}$), но нелинейность его характеристики значительно больше (рис. 3). В связи с этим никелевые ТС рекомендуется использовать в случаях, когда определяющим будет чувствительность прибора, а не его рабочий диапазон температур.

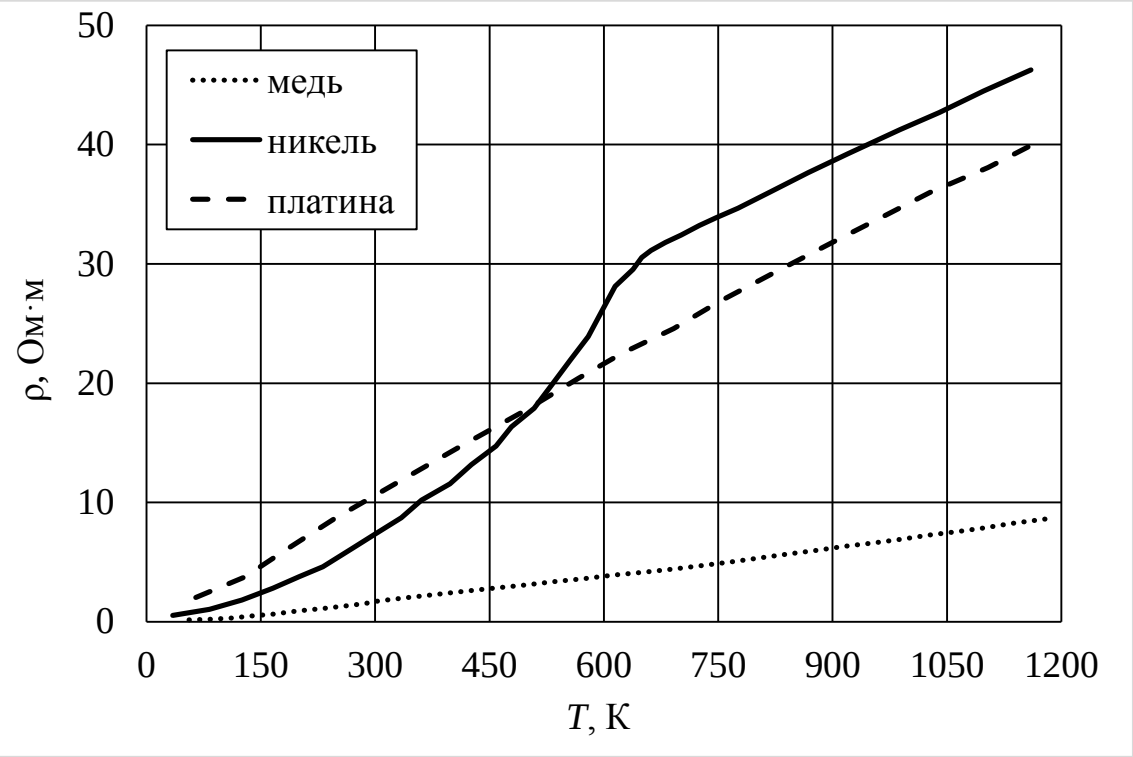


Рисунок 3 – Зависимость удельного электрического сопротивления металлов от температуры: 1 – платина, 2 – медь, 3 - никель

2. ДИНАМИЧЕСКИЙ МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК

2.1. Тепловые и влажностные характеристики влагосодержащих материалов

Влагосодержащие материалы – это дисперсные системы. В таких системах присутствуют две или более фазы, которые не растворяются друг в друге и не вступают в химическое взаимодействие между собой. Такие системы могут быть как естественного, так и искусственного происхождения. Например, к естественным системам можно отнести грунтовые породы, а к искусственным - медицинские препараты. Также к дисперсным системам можно отнести практически все пищевые продукты.

Среди влагосодержащих материалов встречается ряд примеров, кардинально отличающихся друг от друга как по своей механической структуре, так и по химическому составу. Они могут быть твердыми и сохранять свою форму, но при этом могут отличаться по своей структуре (состоять из зерен или волокон, иметь поры или ячейки и т.д.) Могут также быть в виде геля или пасты и иметь свойства текучих жидкостей. В соответствии с их механическими свойствами влагосодержащие материалы можно разделить на три основные группы. Данная классификация была предложена А. В. Лыковым [3]. По ней выделяют три вида тел:

- коллоидные;
- капиллярно-пористые;
- коллоидные капиллярно-пористые.

К первой группе относятся эластичные гели. Их отличительной особенностью является то, что такие тела сохраняют свои эластичные свойства после удаления из них влаги. При этом общий объем тела может существенно измениться. Примером такого тела может служить желатин.

Ко второй группе относятся хрупкие гели. В их случае удаление влаги из их состава не приводит к существенному изменению объема, но при этом сильно меняются их механические свойства. Такие тела становятся хрупкими или и вовсе превращаются в порошок. Примером такого материала может служить древесный уголь.

К третьей группе относятся материалы, обладающие одновременно свойствами как первой, так и второй группы. При поглощении влаги они набухают, но при этом стенки их капилляров

сохраняют свою эластичность. Примером таких материалов может служить зерно или почва.

Такое существенное различие в механических свойствах не означает, что и их теплофизические свойства тоже будут существенно различаться. С точки зрения теплофизики у влагосодержащих материалов много общего, и причиной этому является содержащаяся в телах вода. Теплофизические характеристики воды и льда представлены в табл. 2.

Таблица 2

Теплофизические характеристики воды и льда

Характеристика	Вода, при t=20°С	Лед, при t=−20°С
Удельная теплоемкость c, кДж/(кг·К)	4,19	2,10
Теплопроводность λ Вт/(м·К)	0,554	2,210
Температуропроводность $a \cdot 10^6$, м^2/с	0,13	0,17
Плотность ρ, кг/м^3	999,5	916,2

В теле вода может находиться в различных видах межмолекулярных связей. Разная форма этой связи и ее энергия лежит в основе классификации, предложенной П. А. Ребиндером [4]. Это самая распространенная классификация влагосодержащих материалов. По ней вся влага, находящаяся в материале, представлена в шести основных формах молекулярной связи (фракциях воды):

- свободная влага;
- структурная влага;
- влага набухания;
- капиллярная влага;
- адсорбционная влага;
- химически связанная влага.

Различные фракции воды замерзают внутри дисперсной системы на разных температурных уровнях. Причем все эти уровни находятся ниже 0 °С. Сначала замерзает вода, находящаяся в свободном состоянии. Обычно она находится в крупных порах и может свободно из них вытекать. Вслед за ней замерзает вода, заполняющая тонкие каналы и мелкие поры. Эта капиллярно или осмотически связанная вода. Затем происходит кристаллизация нанометровых пленок воды,

находящихся на поверхности капилляров и пор. И уже только после этого вымораживается химически связанная вода. Вымораживание последних фракций воды происходит уже при температурах ниже -20 °С. В результате процесс промерзания влажного материала не будет проходить при одинаковой температуре. Он будет охватывать широкую температурную зону (рис. 4). В некоторых случаях завершение процесса промерзания будет соответствовать температурам (-30…-50) °С. Характер промерзания материала индивидуален и сильно зависит от природы материала и его структуры.

Процесс оттаивания материала также индивидуален, сильно зависит от природы материала, его структуры и происходит отлично от процесса его замерзания. Наблюдается некий температурный гистерезис. Отсюда следует вывод, что влагосодержащие тела практически никогда не находятся в состоянии термодинамического равновесия, а значит их теплофизические свойства будут зависеть не только от физических параметров системы, но и от его предыдущего состояния.

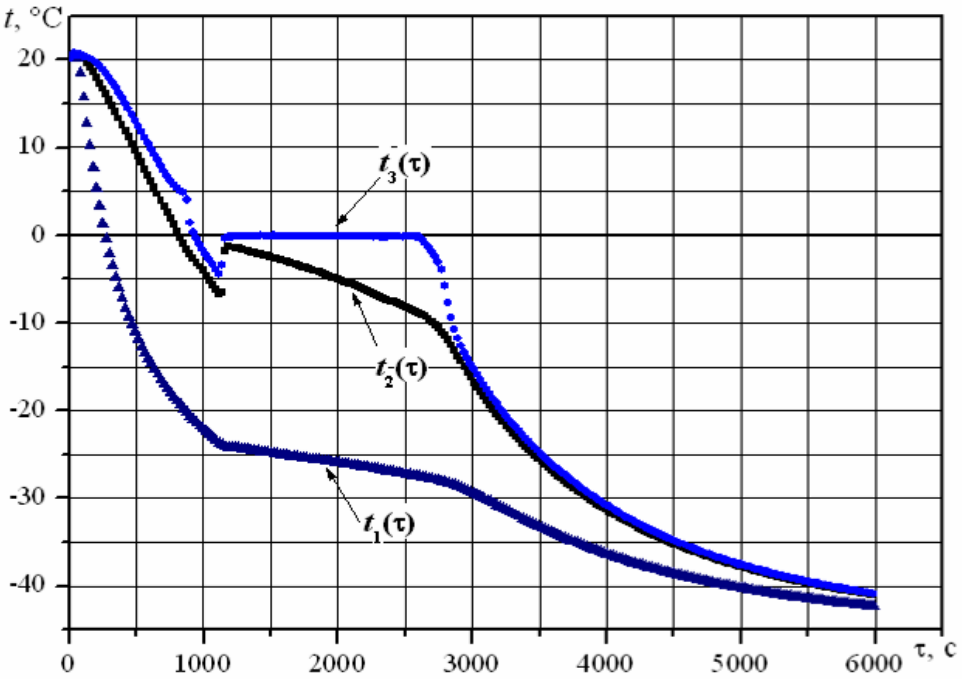


Рисунок 4 – Первичный график опыта по замораживанию дистиллированной воды[1]

[1] Расположение температурных датчиков см. на рис.9

К основным теплофизическим характеристикам, определяющим характер протекания нагрева/охлаждения относят:

- λ – коэффициент теплопроводности;
- c – удельную теплоемкость;
- a – коэффициент температуропроводности;
- h – удельную энтальпию.

Также одной из значимых характеристик в теплофизическом анализе будет являться плотность вещества или системы. Хоть она и является механическим свойством материала, но, как будет показано ниже, ее значение входит в расчетные формулы некоторых теплофизических величин.

Теплопроводность – это процесс переноса внутренней энергии от более нагретой части тела к менее нагретой. Он описывается законом Фурье:

$$\vec{q} = -\lambda \mathrm{grad} T. \tag{2.1}$$

В соответствии с этим законом плотность теплового потока «$\vec{q}$» прямо пропорциональна градиенту температуры «grad$T$» и противоположна ему по направлению. Коэффициент пропорциональности в этом выражении называют *коэффициентом теплопроводности* «λ».

$$\lambda = -\frac{\vec{q}}{\mathrm{grad} T}. \tag{2.2}$$

Коэффициент теплопроводности имеет размерность Вт/(м·К) и показывает, какое количество теплоты проходит через единицу поверхности в единицу времени при единичном температурном градиенте.

Теплоемкость «C» – это количество теплоты, которое поглощает тело в процессе нагревания на один градус. То же самое справедливо и для отвода теплоты в процессе охлаждения. При более точном математическом описании рассматривается количество теплоты «δQ», поглощенное (или отданное) системой при бесконечно малом изменении температуры «dT». Если теплоемкость системы отнести к ее массе «m», то мы получим *удельную теплоемкость* «c».

$$c = \frac{\delta Q}{m \mathrm{d} T}. \tag{2.3}$$

В представленной формуле значок «δ» означает, что теплота является функцией процесса, а «d», что температура является

функцией состояния системы[2]. Единица измерения удельной теплоемкости – [Дж/(кг·К)].

Удельная теплоемкость подчиняется закону аддитивности и для системы, состоящей из нескольких компонентов, может быть рассчитана как:

$$c = g_1 c_1 + g_2 c_2 + \cdots + g_n c_n \,, \tag{2.4}$$

где c_1, c_2, …, c_n – удельные теплоемкости компонентов смеси g_1, g_2, …, g_n – доли массы компонентов (весовые доли).

Плотность – это скалярная физическая величина, равная отношению массы тела к его объему «*V*»:

$$\rho = \frac{m}{V}. \tag{2.5}$$

Единица измерения плотности – [кг/м^3].

Плотность также подчиняется закону аддитивности и может быть рассчитана по формуле:

$$\rho = \frac{1}{\frac{g_1}{\rho_1} + \frac{g_2}{\rho_2} + \cdots + \frac{g_n}{\rho_n}}, \tag{2.6}$$

где ρ_1, ρ_2, …, ρ_n – плотности компонентов смеси, кг/м^3.

Температуропроводность характеризует скорость возвращения системы к состоянию термодинамического равновесия. Иными словами – как быстро температурное поле вернется к стационарному состоянию после выхода из него. Чаще всего нестационарное состояние возникает из-за внешнего теплового воздействия. *Коэффициент температуропроводности* «*a*» рассчитывается по формуле:

$$a = \frac{\lambda}{c\rho}. \tag{2.7}$$

Единица измерения коэффициента температуропроводности – [м^2/с], но для большинства материалов удобнее использовать [см^2/с] или [мм^2/с].

Энтальпия «*H*» – это функция состояния термодинамической системы. Она равна сумме внутренней энергии системы и произведения давления на объем.

$$H = U + pV. \tag{2.8}$$

[2] Более детальное описание читайте в [5].

Физический смысл энтальпии – это вся та энергия системы, которая может быть преобразована в теплоту. Из-за этого энтальпию также часто называют теплосодержанием.

Удельной энтальпией «h» называют энергетическую функцию состояния системы, отнесенную к ее массе. Она определяется как сумма удельной внутренней энергии системы «$u_{\text{сист}}$» и произведения давления на удельный объем вещества. Зачастую вместо удельного объема используют его обратную величину – плотность. При переходе к математическому описанию удельной энтальпии мы будем рассматривать ее дифференциальное значение:

$$\mathrm{d}\square = \mathrm{d}u_{\text{сист}} + \frac{\mathrm{d}p}{\rho}. \qquad (2.9)$$

Также в изобарном процессе удельное приращение энтальпии совпадает с количеством теплоты, поглощаемым телом при элементарном изменении температуры dt:

$$\mathrm{d}\square = c_p \mathrm{d}t. \qquad (2.10)$$

Для того, чтобы охарактеризовать тепловое состояние однородных тел, достаточно знать их плотность, удельную теплоемкость и либо коэффициент теплопроводности, либо температуропроводности. Для влагосодержащих материалов помимо вышеперечисленных свойств также необходимо иметь информацию об влажностных характеристиках. К ним относятся влагосодержание, влажность, количество вымороженной влаги и криоскопическая температура.

Влагосодержание «u» – это отношение массы влаги $m_{\text{В}}$, содержащейся в теле, к массе абсолютно сухого тела $m_{\text{СУХ}}$:

$$u = \frac{m_в}{m_{\text{сух}}}. \qquad (2.11)$$

Влажность «*W*» определяется как отношение массы влаги $m_{\text{В}}$, содержащейся в теле, к общей массе влажного материала m:

$$W = \frac{m_в}{m} = \frac{m_в}{m_{\text{сух}} + m_в}. \qquad (2.12)$$

Количеством вымороженной воды «ω» принято называть количество воды, превратившейся в лед в процессе замораживания влагосодержащих материалов.

Под *криоскопической температурой* $t_{\text{кр}}$ (температурой начала замерзания) вещества понимают температуру, при которой

появляются первые кристаллы льда, обычно это температура максимума кривой $c_{эф}(t)$ (рис.5).

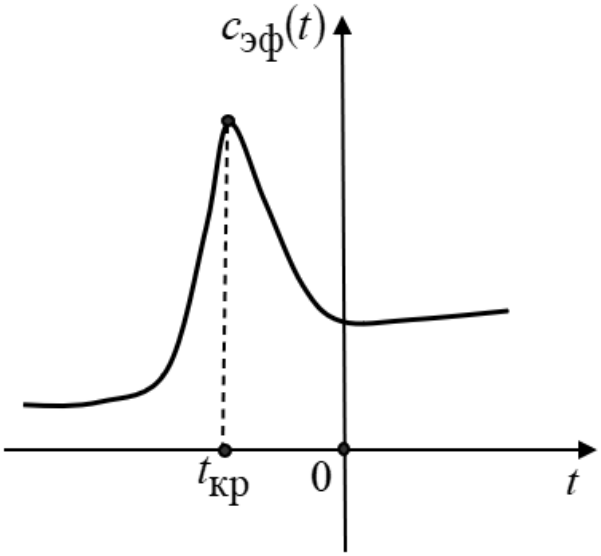


Рисунок 5 – Зависимость удельной теплоемкости $c_{эф}$ от температуры

Эмпирическую зависимость, связывающую количество вымороженной воды ω с криоскопической температурой $t_{кр}$ влагосодержащего материала (рис. 6), опираясь на закон Рауля, обосновал Г. Б. Чижов [6]:

$$\omega = 1 - \frac{t_{кр}}{t}, \qquad (2.13)$$

где t – температура влагосодержащего материала, °С.

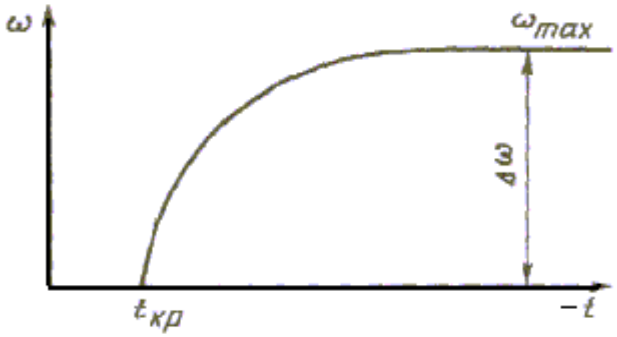


Рисунок 6 – Зависимость доли вымороженной воды ω от температуры

Зависимость теплопроводности замороженных продуктов $\lambda_м$ от t может быть представлена в виде:

$$\lambda_м = \lambda_{max} - \frac{t_{kp}}{t}\Delta\lambda, \qquad (2.14)$$

где λ_{max} – теплопроводность при $\omega = 1$;

$\Delta\lambda$ – изменение теплопроводности в интервале температур от $t_{кр}$ до температуры, соответствующей завершению льдообразования.

2.2. Физические основы комплексного метода измерения тепловлажностных характеристик влагосодержащих материалов

При нормальных условиях все материалы, содержащие влагу, могут находиться в трех различных состояниях: твердое, вязкое, жидкое. Вязкость таких веществ (а в большинстве случаев и плотность) будет претерпевать значительные изменения в процессе замораживания и размораживания. Следовательно, в этих процессах и теплофизические свойства также будут иметь сильную зависимость от температуры. Это обусловлено тремя основными особенностями влагосодержащих материалов.

Во-первых, теплота, выделяемая (или поглощаемая) в процессе фазового перехода воды, «растянута» по температуре. Теплофизические характеристики влагосодержащих материалов вбирают в себя эту теплоту, что делает их сильно зависимыми от температуры в зоне промерзания или оттаивания. Особо сильно эта зависимость наблюдается для теплоемкости и температуропроводности. Отделить влияние этой теплоты возможно лишь при аналитической постобработке результатов измерений. Из-за этого все эксперименты проводятся при очень малых перепадах температуры в образце.

Во-вторых, влага, находящаяся в материале, начинает мигрировать в исследуемом образце при любом появлении температурного перепада. Причем этому свойству подвержена не только свободная, но и связанная влага. Чем больше температурный перепад, тем выше скорость миграции. Из-за этого опыты проводят не только при очень малых перепадах температуры, но и стремятся как можно больше сократить время проведения эксперимента.

В-третьих, так как фазовый переход происходит не при фиксированной температуре, а тепловые эффекты от фазовых

превращений являются функциями температуры, то эти эффекты проявляют свойства температурного гистерезиса. Теплофизические характеристики, полученные в результате измерения в процессе замораживания образца будут отличаться от аналогичных, полученных в процессе разморозки. В таких неравновесных термодинамических системах все процессы связанные с изменением температуры всегда будут сопровождаться необратимыми изменениями.

Все вышеперечисленные особенности приводят к тому, что наиболее подходящим режимом тепловых измерений для данного типа материалов будет режим монотонного нагрева или охлаждения образцов, что соответствует динамическому методу измерения теплофизических характеристик. Также следует учесть, что температурные условия проведения опыта должны соответствовать условиям, при которых исследуемый материал подвергается технологическим процессам или при которых находится в природе.

2.3. Тепловая модель метода измерений

Одним из основных узлов любого теплофизического прибора является теплоизмерительная ячейка. В этой ячейке формируются тепловые условия для проведения эксперимента. Также в ней располагаются датчики всех теплоизмерительных приборов.

На рис. 7 представлена тепловая модель теплоизмерительной ячейки с образцом, обеспечивающей динамический метод. Образец и ячейка имеют цилиндрическую форму. На рис. 7, *а* представлен продольный разрез ячейки. Рис. 7, *б* демонстрирует качественный график изменения температуры в ячейке вдоль ее радиуса.

Позиции *1* - *5* на рис. 7, *а* соответствуют теплоизмерительной ячейке, поз. *6* – окружающая среда, с которой происходит теплообмен. Образец *1* располагается внутри металлического ядра *2*, окруженного прослойкой *3*. Ядро *2* и прослойка *3* имеют хороший тепловой контакт, что обеспечивает условие изотермичности на внутренней поверхности прослойки *3*. Изотермичность наружной поверхности прослойки *3* обеспечивается хорошим тепловым контактом с металлической оболочкой *4*. Такие высокие требования к изотермичности обусловлены тем, что на основании данных о температуре образца *1*, ядра *2* и оболочки *4* можно рассчитать тепловые потоки, проходящие через оболочку *3*. Теплоизоляционная прослойка *5* служит для оптимизации интенсивности нагрева или охлаждения теплоизмерительной ячейки, находящейся в среде *6*.

На рис. 7, *б* представлено распределение температуры в теплоизмерительной ячейке с образцом вдоль его радиального направления. Данный график отражает процесс охлаждения ячейки. Из графика видно, что наибольшие температурные перепады наблюдаются на теплоизоляционных прослойках *3* и *5*. Это объясняется более низким значением коэффициента теплопроводности по сравнению с теплопроводностью ядра и оболочки. В образце также присутствует небольшой температурный перепад, направленный от центра образца к его боковой стороне. С точки зрения общего характера температурных полей опыты в режимах охлаждения и нагрева идентичны.

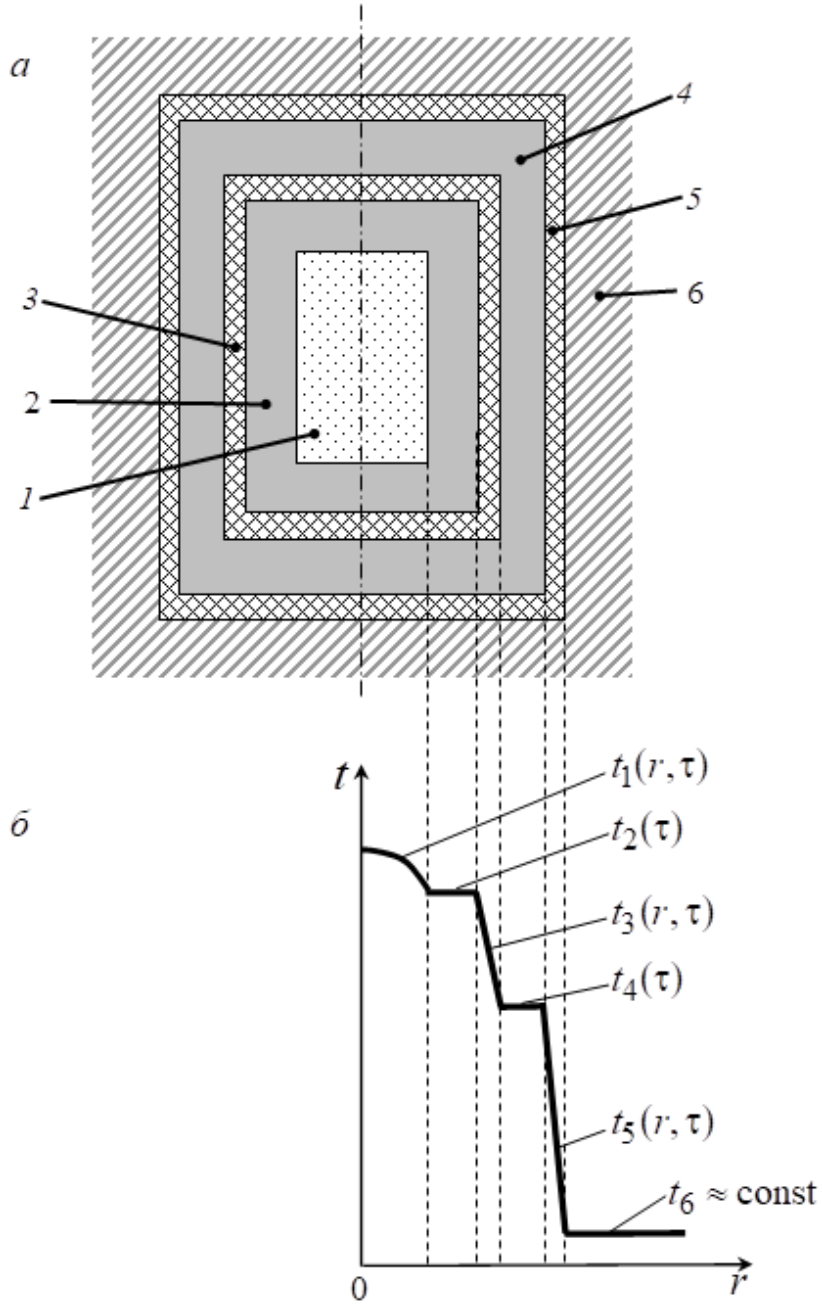


Рисунок 7 – Тепловая модель ячейки

На основании представленной тепловой модели видно, что для определения теплофизических свойств образца необходимо обеспечить возможность измерения температуры в центре образца, ядре и оболочке (соответственно $t_1(0, \tau)$, $t_2(\tau)$, $t_4(\tau)$). Для этой цели обычно используются термопары или термометры сопротивления. Пороговая чувствительность таких измерительных приборов не ниже 0.1 К.

Выполнение вышеперечисленных условий является достаточным для проведения исследований теплофизических свойств

влагосодержащих материалов динамическим методом. При этом для измерения ТФХ в процессе замораживания тепловую ячейку с образцом помещают в морозильную камеру с постоянно поддерживаемой отрицательной температурой. Для измерений в процессе размораживания ячейку с образцом переносят из морозильной камеры в среду с комнатной температурой или в сушильный шкаф (если необходимо провести измерения до температуры выше комнатной). Для обеспечения равномерного теплового потока ячейку необходимо размещать на массивный металлический блок с установившейся температурой среды. Таким образом, для измерений нужен один металлический блок, расположенный в морозильной камере, один на рабочем столе и, в случае необходимости, еще один в сушильном шкафу.

2.4. Математическая модель ячейки

В *математической модели* [7] ячейки учтены особенности тепловой модели ячейки. Их можно сформулировать в виде следующих допущений и ограничений.

1. Металлическое ядро *2* и наружная оболочка *4* ячейки сохраняют в опытах равномерные температурные (изотермические) поля, каждый свое.

2. Температурное поле наружной оболочки *4* на рабочей стадии опыта остается близким к температуре металлического блока, который выступает в качестве среды *6*.

3. Теплоемкость $C_{\text{Т}}$ теплоизоляционной прослойки *3* значительно уступает теплоемкости $C_{\text{Я}}$ ядра *2*, удовлетворяя условию

$$C_{\text{Т}} < 0{,}05C_{\text{Я}}. \qquad (2.15)$$

4. Теплообмен ядра и образца с изотермической средой происходит только через теплоизоляционную прослойку *3*.

5. На протяжении опыта радиальный температурный перепад $\vartheta_R(\tau)$ в образце остается малым в сравнении с перепадом температуры $\vartheta_{\text{Т}}(\tau)$ на тепломере, в качестве которого выступает прослойка *3*, удовлетворяя условию монотонности температурного режима нагрева–охлаждения образцов в тепловой ячейке

$$\vartheta_R(\tau) < 0{,}1\vartheta_{\text{Т}}(\tau): \qquad (2.16)$$

6. Температурное поле образца $\vartheta(r, \tau)$ в центральной зоне остается близким к цилиндрическому, радиальному, подчиняется закономерностям монотонного теплового режима и на однофазных участках опыта описывается параболической координатной функцией [8]. Искажения, вносимые торцами, могут учитываться аналитической поправкой:

$$\vartheta(r,\tau) = \frac{b_V(\tau)}{4a} r^2, \qquad (2.17)$$

где r – радиальная координата образца;

a – температуропроводность образца;

$b_V(\tau)$ – скорость изменения средней объемной температуры образца, которая определяется соотношением:

$$b_V(\tau) = 0{,}5\left[\frac{\partial t(0,\tau)}{\partial \tau} + \frac{\partial t(R,\tau)}{\partial \tau}\right]. \qquad (2.18)$$

7. Суммарный тепловой поток $Q_T(\tau)$, проникающий в опыте через теплоизоляционную прослойку *3*, определяется простым по структуре линейным соотношением

$$Q_T(\tau) = K_T(t_2)\vartheta_T(\tau), \qquad (2.19)$$

где $K_T(t_2)$– эффективная тепловая проводимость теплоизоляционной прослойки *3*, отнесенная условно к температуре ядра $t_2(\tau)$;

$\vartheta_T(\tau)$ – перепад температур ядра $t_2(\tau)$ и блока $t_1(\tau)$

$$\vartheta_T(\tau) = t_2(\tau) - t_1(\tau). \qquad (2.20)$$

Перечисленные выше ограничения позволяют представить тепловой баланс между образцом, ядром и блоком ячейки уравнением вида

$$Q_T(\tau) = K_T(t_2)\vartheta_T(\tau) = C_Я(t_2)b_Я(\tau) + C(t_V)b_V(\tau), \qquad (2.21)$$

где $C_Я(t_2)$ – суммарная теплоемкость ядра при температуре $t_2(\tau)$;

$b_Я(\tau)$ – скорость изменения температуры ядра;

$C(t_V)$ – суммарная теплоемкость образца при объемной температуре $t_V(\tau)$.

Из соотношений (2.17) – (2.21) удается получить интересующие нас расчетные формулы для удельной теплоемкости $c(t)$, энтальпии $h(t)$, теплопроводности $\lambda(t)$ и температуропроводности $a(t)$ исследуемого образца в интервале температур (–60…80)°С.

2.5. Расчетные формулы

Для расчета ТФХ образца необходимо обладать значениями изменения температуры в трех точках измерительной ячейки: температуры блока, $t_1(\tau)$; температуры ядра, $t_2(\tau)$ и температуры в центре (на оси) образца, $t_3(\tau)$ (см. рис. 7, *б*).

Значения температуры определяются из показания термопар, расположенных в указанных точках измерительной ячейки. В опыте регистрируются в милливольтах электрические сигналы трех температурных датчиков (термопар), $E_1(\tau)$, $E_2(\tau)$, $E_3(\tau)$, измеряющих

температуру оболочки, ядра и центральной зоны образца, соответственно.

При расчетах используются сведения о температуре блока «холодных» спаев (т. е. фактически о комнатной температуре $t_К$= const), а также параметр n, характеризующий чувствительность термопар, К/мВ.

С помощью параметров n и $t_К$ осуществляется преобразование электрических сигналов термостолбиков в температуру по шкале Цельсия (°С)

$$t(\tau) = t_К + n\,E(\tau). \qquad (2.22)$$

Для определения удельной теплоемкости $c(t)$ образца используется следующая формула:

$$c[t(\tau)] = \frac{K_Т(t_2)\vartheta_Т(\tau) - C_Я(t_2)|b_Я(\tau)|}{M|b_V(\tau)|}, \qquad (2.23)$$

где M – масса исследуемого образца.

Для определения теплопроводности $\lambda(t)$ образца используется следующее расчетное соотношение:

$$\lambda[t(\tau)] = \frac{K_Т(\tau)|\vartheta_Т(\tau)| - C_Я(t_2)|b_Я(\tau)|}{4\pi L_{эф}|\vartheta_{0,Я}(\tau)|}, \qquad (2.24)$$

где $\vartheta_{0,Я}(\tau)$ – радиальный перепад температуры в образце;

$L_{эф}$ – эффективная высота образца.

Для определения температуропроводности $a(t)$ образца имеем формулу:

$$a[t(\tau)] = \frac{|b_V(\tau)|R^2}{4|\vartheta_{0,Я}(\tau)|}. \qquad (2.25)$$

Формула (2.25), строго говоря, не является независимой, поэтому ее можно использовать для контрольной оценки погрешности, с какой удается измерить весь комплекс теплофизических характеристик образца. Для этого используется известное тождество

$$\lambda \equiv ac\rho\,. \qquad (2.26)$$

В соотношение (2.26) входит плотность ρ образца. Для ее экспериментального определения имеются все необходимые сведения – масса M и объем V образца. Реальная высота образца l доступна для прямых измерений, поэтому для расчета плотности можно непосредственно пользоваться формулой

$$\rho = \frac{M}{\pi R^2 l}. \qquad (2.27)$$

Для определения удельной энтальпии $h[t(\tau)]$ образца, как функции его температуры, используется соотношение:

$$h[t(\tau), t(\tau_1)] = \frac{1}{M}\{Q_{\text{Т}}[t_2(\tau)] - Q_{\text{Я}}[t_2(\tau)]\}, \tag{2.28}$$

в котором

$$Q_{\text{Т}}[t_2(\tau), t_2(\tau_1)] = \sum_{t_2(\tau_1)}^{t_2(\tau)} [K_{\text{Т}}(t_2)|\vartheta_{\text{Т}}(\tau)|\Delta\tau],$$
$$Q_{\text{Я}}[t_2(\tau), t_2(\tau_1)] = C_{\text{Я}}(t_2)[t_2(\tau) - t_2(\tau_1)] \tag{2.29}$$

где τ_1 – начальный момент времени, соответствующий началу обработки результатов опыта;

$\Delta\tau$ – промежуток времени между соседними замерами (шаг опыта).

Суммирование производится ступеньками, совпадающими с шагом регистрации температуры локальных термодатчиков. Параметры $t_2(\tau)$, $t(\tau)$ и $\vartheta_{\text{Т}}(\tau)$ связаны между собой текущим временем τ.

3. ЛАБОРАТОРНЫЙ СТЕНД

Для проведения лабораторных работ используется многофункциональный лабораторный стенд, который предназначается для измерений удельной теплоемкости (*c*) влагосодержащих образцов как функции температуры в условиях их оттаивания и замерзания, и их теплопроводности (λ) в замороженном и/или размороженном состояниях.

Стенд условно можно разделить на два отдельных блока: тепловая ячейка и контроллер. Они располагаются на лабораторном столе и электрически связаны между собой. В дополнении к ним идут два массивных металлических блока, выполненных из алюминия. Один из них располагается на лабораторном столе и имеет комнатную температуру. Второй находится в морозильной камере при температуре -20…-30 °С

В лабораторном стенде реализованы два режима работы – оттаивание и замерзание образцов. Перед опытом исследуемый образец размещается в обойме, а затем вставляется в тепловую ячейку. После установки температурных датчиков для задания начального температурного уровня тепловая ячейка с образцом устанавливается на термостатирующую плиту, которая имеет соответствующий температурный уровень.

При измерениях в режиме оттаивания тепловая ячейка с исследуемым образцом охлаждается до температуры минус 20…30 °С в морозильной камере. Затем тепловая ячейка размещается на термостатирующей плите, которая имеет комнатную температуру.

При измерениях в режиме замерзания, наоборот, тепловая ячейка, имеющая комнатную температуру, размещается на изотермической плите, которая находится внутри морозильной камеры при температуре минус (20…30) °С.

Продолжительность опыта в зависимости от изучаемого материала составляет от 60 до 90 минут.

В конце эксперимента студент получает от преподавателя с базового компьютера свои экспериментальные данные на USB-накопитель или e-mail для последующей обработки результатов измерений.

3.1. Описание стенда

Конструктивно лабораторный стенд выполнен в виде двух блоков (рис. 8): теплоизмерительная ячейка *1*; специализированное

электронно–вычислительное устройство *2* – теплофизический контроллер (ТФК).

Также в состав стенда входят:

- два массивных металлических блока *3*, которые выполняют при измерениях функции двух изотермических сред разного температурного уровня. Один из блоков размещается на рабочем столе, при комнатной температуре, а второй блок – в морозильной камере, при температуре -50…-60 °С.

- пассивный термостат *4*, служащий для стабилизации блока «холодных» спаев термопар;

- термометр *5* для измерения комнатной температуры;

- прозрачный колпак *6*, служащий для защиты верхней поверхности ячейки и выводов термопар от воздушных конвективных потоков, способных повлиять на результаты измерения.

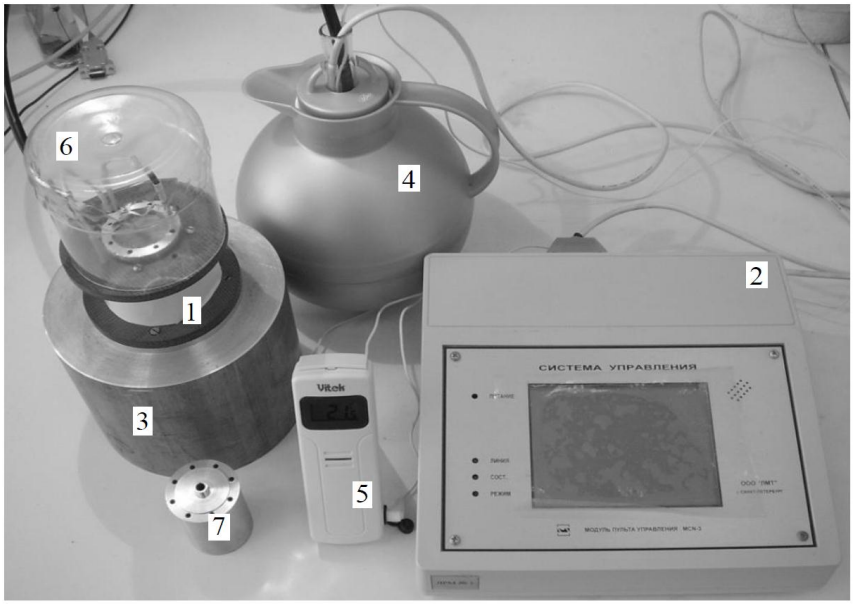


Рисунок 8 – Основные узлы лабораторного стенда

В теплоизмерительной ячейке располагается стакан *7* с образцом для измерения. К стакану подключаются “манганин – константановые” термостолбики для определения тепловых потоков и последующего расчета теплофизических характеристик. Данные с термостолбиков поступают напрямую в ТФК, что позволяет автоматизировать процесс измерения. По окончании эксперимента данные переносятся в компьютер для последующей обработки.

«Холодные» спаи термостолбиков располагаются в пассивном термостате. Это дает возможность устранить влияние возможного

колебания температур и проводить эксперимент в течение нескольких часов. Термостат заполнен дистиллированной водой и поддерживает комнатную температуру. «Холодные» спаи размещены в нем в специальной стеклянной пробирке.

3.2. Конструкция теплоизмерительной ячейки

На рис. 9 представлена конструкция теплоизмерительной ячейки. Наружный стакан *2*, окруженный теплозащитной оболочкой *10*, располагается на массивном металлическом блоке *1*. Между ними укладывается теплоизолирующая прослойка *11*. Съемный стакан *4* устанавливается внутрь металлического стакана *2*. Оба этих стакана разделены теплоизолирующей прослойкой *3*. Исследуемый образец устанавливается в тонкостенный металлический стакан *5*, после чего размещается внутри стакана *4*. После этого стакан с образцом накрывается крышкой *7* и к теплоизмерительной ячейке подключают термостолбики. Рабочие спаи термостолбиков измеряют температуры блока (t_1), ядра (t_2) и центральной зоны образца (t_3). Для исключения влияния окружающей среды стакан с термостолбиками накрывают полимерным колпаком 8, расположенном на теплоизоляционном кольце 6.

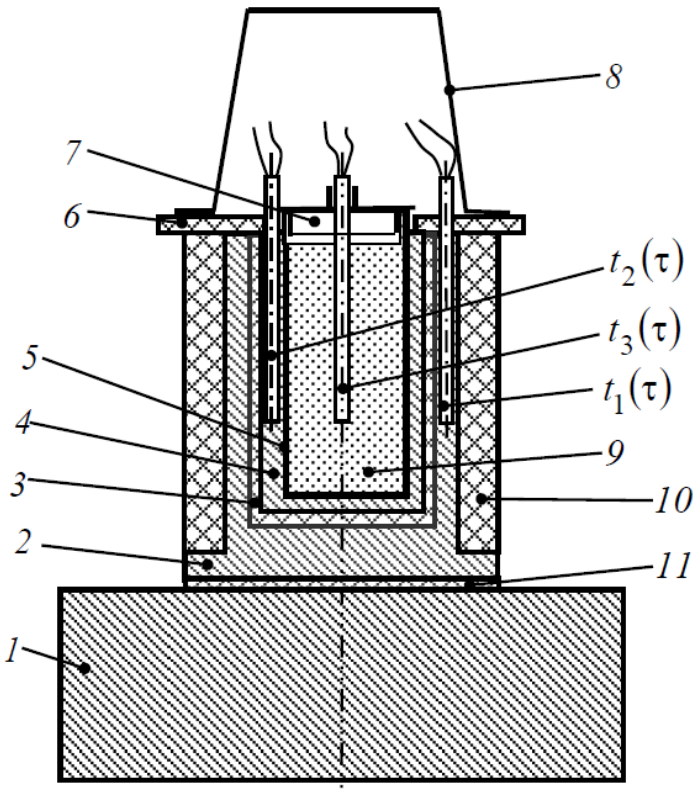


Рисунок 9 – Конструкция теплоизмерительной ячейки

3.3. Теплофизический контроллер

Второй важной составной частью экспериментальной установки является *теплофизический контроллер*, позволяющий автоматизировать теплофизические измерения [9].

Внешний вид лицевой панели контроллера представлен на рис. 10.

Рисунок 10 – Лицевая панель теплофизического контроллера

Контроллер ТФК-6 в паре с указанной тепловой ячейкой решает обширный комплекс разноплановых задач, в частности:

– обеспечивает заданный оператором режим проведения опыта;

– производит дискретное, с фиксированным шагом по времени, измерение изменяющихся во времени сигналов датчиков;

– реализует запрограммированный оператором режим дискретного опроса сигналов термоэдс датчиков, задействованных в опыте;

– преобразует электрические сигналы датчиков в температуру по шкале Цельсия, привлекая для этого введенные в контроллер передаточные функции используемых датчиков;

– выводит на жидкокристаллический дисплей графики изменения показаний датчиков;

– сохраняет в своей памяти экспериментальный массив опыта;

– передает все собранные в опыте экспериментальные данные в базовый компьютер;

– обеспечивает обратную связь с базовым компьютером и подчиняется его командам.

На лицевой панели контроллера расположены жидкокристаллический индикатор (ЖКИ), звуковой динамик и индикаторы “ПИТАНИЕ”, “РЕЖИМ”, “ЛИНИЯ”, “СОСТ”. Все команды вводятся в контроллер через жидкокристаллический дисплей нажатием на соответствующий участок экрана.

Индикатор “ПИТАНИЕ” загорается при включении лабораторного стенда и в процессе его работы может периодически мигать. Индикатор “РЕЖИМ” загорается при запуске рабочего опыта. Индикаторы “ЛИНИЯ” и “СОСТ.” включаются в случае, если возникают неполадки в работе контроллера.

В рабочем состоянии контроллер подсоединен одновременно к персональному компьютеру и к тепловой ячейке. Расположение разъемов, установленных на задней панели контроллера, показано на рис. 11.

Для связи контроллера с персональным компьютером (ПК) используется последовательный порт RS–232.

Тумблер “СЕТЬ”

Разъем DB25 для подключения тепловой ячейки

Разъем DB9 для подключения ПК

Рисунок 11 – Задняя панель теплофизического контроллера

Стенд позволяет проводить исследования в области температур от – 196 °С до 100 °С. Для получения низких температур (ниже 20 °С) применяют жидкий азот, «сухой лед», смесь «вода–лед». Для получения температуры выше комнатной используют печь, не входящую в состав стенда.

4. МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА

Данный лабораторный стенд позволяет работать в двух взаимосвязанных режимах проведения опытов: в условиях замораживания образца и в условиях его последующего размораживания.

4.1. Подготовка лабораторного стенда к измерениям

1. Подключить тепловую ячейку и персональный компьютер к контроллеру.
2. Разместить массивные металлические блоки при соответствующих температурных уровнях. Один из них – рядом с контроллером на рабочем столе, при комнатной температуре, а второй блок – в морозильной камере, при температуре минус (30…40) °С.
3. Установить чувствительный элемент (датчик) цифрового термометра *5* в специальное отверстие металлического блока, находящегося при комнатной температуре (рис. 8). Показания данного датчика выводятся на дисплее термометра в нижней строке.
4. Протереть мягкой сухой тканью рабочие (контактные) поверхности металлических блоков и тепловой ячейки.
5. Согласно алгоритму, представленному в разд. 4.2, заполнить съемный стакан исследуемым образцом.
6. Установить стакан с образцом внутрь тепловой ячейки.
7. Установить термодатчики в отверстия наружного стакана, как это показано на рис. 12.

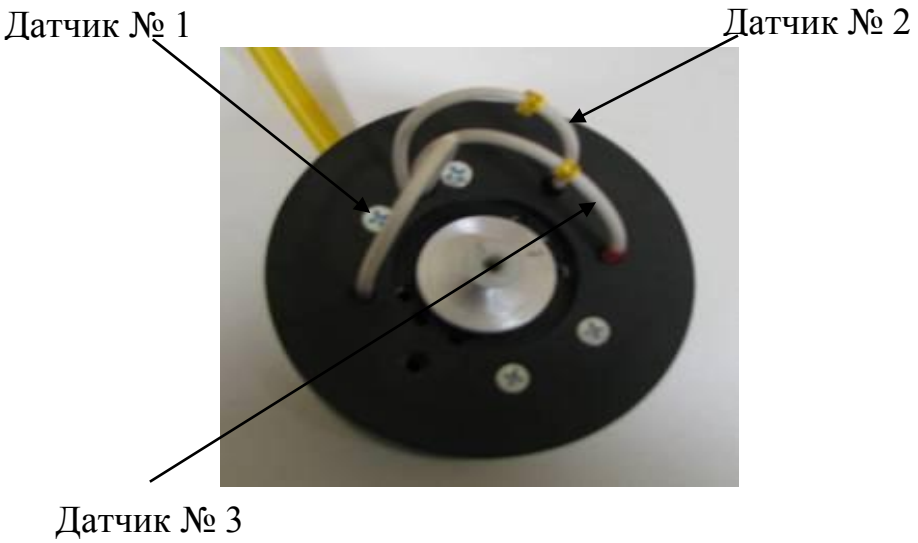


Рисунок 12 – Расположение термодатчиков перед началом опыта

8. Разместить тепловую ячейку на торцевой поверхности металлического блока, который находится при комнатной температуре.

9. Подключить контроллер к сети 220 В.

10. Включить контроллер (загорается зеленый индикатор “Питание”). После включения контроллера на экране отображается главное меню (рис. 13).

ИТС – λ с – 10
Эксперимент
Установки

Рисунок 13 – Главное меню

Выбор режима работы осуществляется кратким нажатием на соответствующую позицию экрана. Удобно нажимать на дисплей с помощью обратного конца пишущей ручки или карандаша.

В режиме работы “Эксперимент” производится измерение теплопроводности, удельной теплоемкости и энтальпии исследуемых образцов.

В режиме работы “Установки” задаются параметры рабочих опытов, а также имеется возможность просмотра и (при необходимости) изменения значений градуировочных констант тепловой ячейки и системных настроек контроллера.

4.2. Подготовка исследуемого образца

Образец исследуемого материала размещают в съемном дюралевом стакане (рис. 14) и накрывают крышкой с центральным отверстием, в которое устанавливается полимерная втулка, предназначенная для размещения температурного датчика.

Для размещения образца внутри стакана необходимо выполнить следующие действия:

1. С помощью сухой мягкой ткани тщательно вытереть сменный стакан, крышку и втулку.

Рисунок 14 – Внешний/Общий вид стакана

2. Взвесить пустой съемный металлический стакан с крышкой и втулкой, записать значение в протокол опыта.
3. Поместить внутрь стакана исследуемый образец таким образом, чтобы расстояние от поверхности образца до верхней кромки стакана составляло 10…12 мм. Это обеспечивает высоту образца 38…40 мм.
4. Закрыть стакан крышкой.
5. Аккуратно, с требуемым усилием вставить в центральное отверстие крышки полимерную втулку. Если твердость исследуемого материала не позволяет установить втулку, то необходимо предварительно сделать в нем отверстие с помощью сверла диаметром 4,5 мм.
6. Взвесить стакан с образцом на весах, записать значение в протокол опыта.
7. Вычислить массу исследуемого образца.

4.3.Измерение теплопроводности и температуропроводности жидкостей

Процесс измерения теплофизических характеристик жидкостей следует проводить при отсутствии тепловой конвекции. Для этого необходимо использовать специальную антиконвекционную вставку. Внешний вид такой вставки щелевого типа представлен на рис. 15. Вставка выполнена из набора радиальных тонких (<0,2 мм)

полимерных стеклотекстолитовых пластин, насаженных на полимерную трубочку.

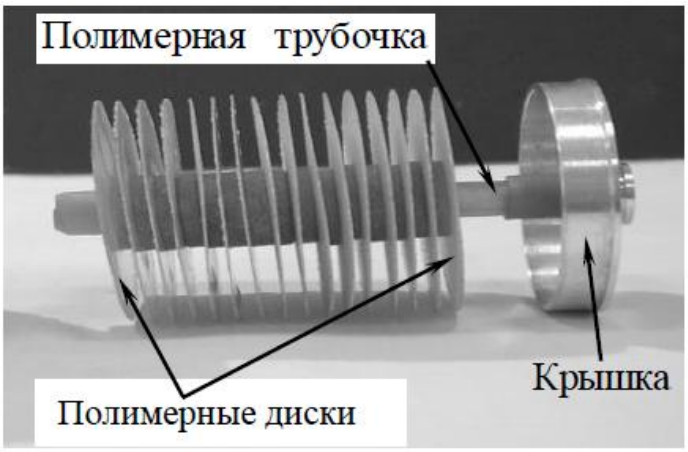


Рисунок 15 – Внешний вид «антиконвекционной» вставки щелевого типа

При исследовании свойств жидкостей такая вставка располагается внутри съемного металлического стакана, а температурный датчик помещается в отверстие полимерной трубочки (рис. 16).

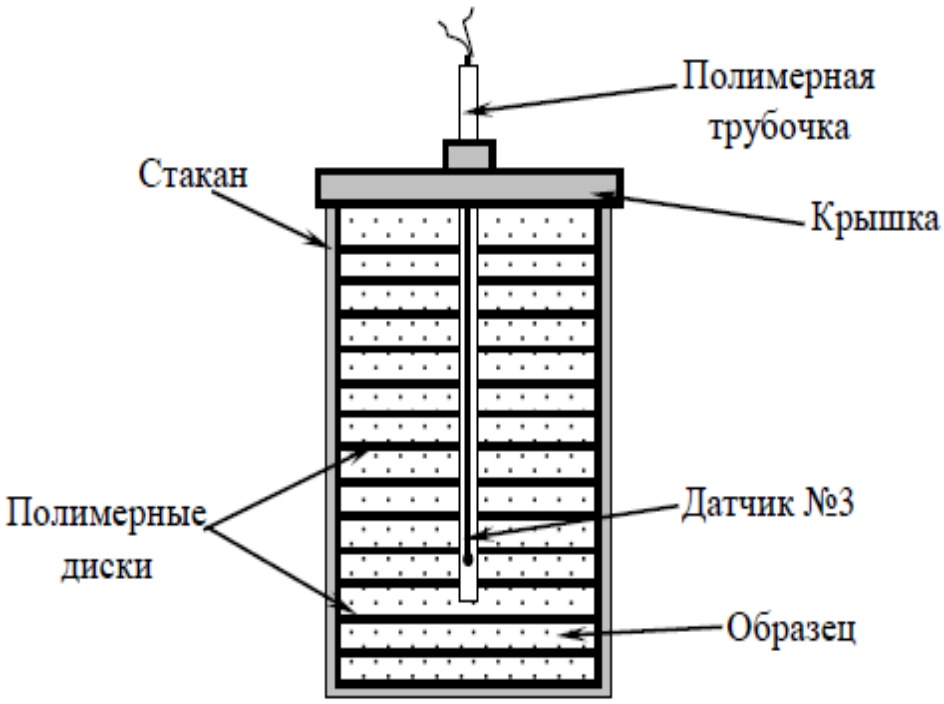


Рисунок 16 – Схема размещения «антиконвекционной» вставки в стакане с образцом

4.4.Режим замораживания

Перед началом проведения эксперимента необходимо взвесить пустой съемный металлический стакан. Затем необходимо разместить исследуемый образец в стакане и установить его в теплоизмерительную ячейку. Для этого необходимо выполнить следующую последовательность действий:

1. Протереть съемный стакан, его крышку и сопутствующие деталями техническим спиртом.
2. Заполнить съемный стакан исследуемым материалом. Расстояние от поверхности образца до верхней кромки стакана должно составлять ~5 мм. Для более точного контроля используйте штангенциркуль.
3. Взвесить стакан с образцом на весах с точностью не менее ±0,2 г.
4. Рассчитать массу образца.
5. Закрыть стакан крышкой.
6. Поместить стакан с образцом в теплоизмерительную ячейку. Ячейка должна быть размещена на металлическом блоке, находящимся при комнатной температуре. Это нужно для установки начальных нулевых электрических сигналов с термостолбиков. Все термостолбики должны располагаться так, как показано на рис. 17 (в отверстиях наружного стакана). Это нужно для того, чтобы они имели одинаковую температуру перед началом эксперимента.

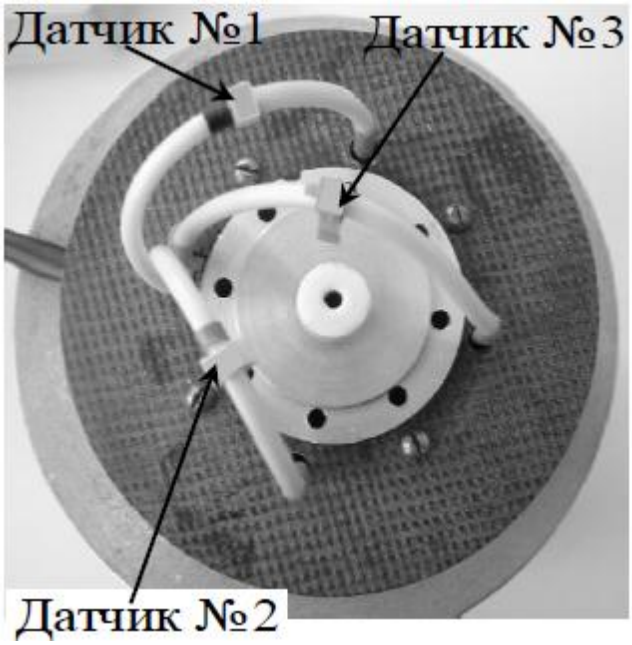


Рисунок 17 – Положение термодатчиков № 1, № 2 и № 3 при установке нулевых электрических сигналов термопар

После установки стакана с образцом в ячейку включаем контроллер. На экране отображается главное меню (рис. 18).

ИТС – $c\ \lambda\ a$– 10
Эксперимент
Установки

Рисунок 18 – Внешний вид главного меню контроллера

В режиме работы “Установки” производится калибровка (установка электрических нулей) измерительных каналов.

В режиме работы “Эксперимент” производится измерение электрических сигналов термодатчиков $E_i(t)$, а также задаются параметры рабочих опытов (масса образца M, число измерений N, интервал между измерениями $\Delta\tau$ и температура холодных спаев t_K).

После калибровки измерительных каналов перед началом опыта рабочие концы термостолбиков № 2 и № 3 вынимаются из отверстий наружного стакана и устанавливаются так, как показано на рис. 19.

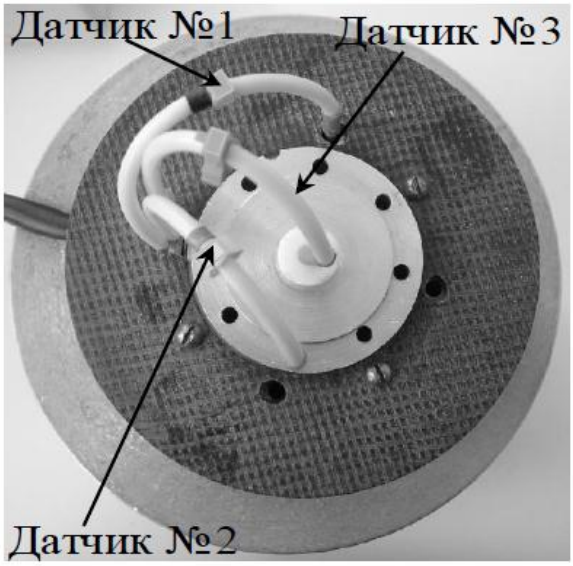


Рисунок 19 – Положение термодатчиков № 1, № 2 и № 3 при проведении опытов с образцом

Затем ячейка переносится в морозильную камеру и устанавливается на заранее охлажденный дюралевый блок. После чего начинается процесс автоматического измерения показаний датчиков.

Стакан в ячейке постепенно охлаждается до температуры блока за 30…120 минут. На экране ЖК экрана отображаются в реальном времени показания всех трех термостолбиков.

По завершению опыта контроллер издаст характерный звуковой сигнал. По завершении опыта необходимо перенести сохраненные в контроллере результаты в компьютер. После передачи первичных данных экспериментальная установка становится готовой ко второму опыту с этим же образцом, но уже в режиме размораживания образца.

4.5.Режим размораживания

Для проведения измерений в *режиме размораживания* необходимо перенести теплоизмерительную ячейку из морозильной камеры на лабораторный стол. Ячейку установить на массивный металлический блок комнатной температуры. Затем снова включить контроллер и запустить новый опыт. Прежние режимные параметры (шаг и их число), размещение наконечников термостолбиков и прежнюю установку их “нулевых” сигналов оставить без изменений. По окончании опыта в режиме размораживания необходимо вновь перенести результаты эксперимента, сохраненные в контроллере, в компьютер.

В итоге по материалам двух взаимосвязанных опытов вычисляются теплоемкость, энтальпия, теплопроводность и температуропроводность исследуемого образца, причем отдельно как в режиме замораживания, так и в режиме размораживания образца.

5. МЕТОДИКА ОБРАБОТКИ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ДАННЫХ

5.1. Особенности аналитической обработки опытов

Теплофизические характеристики влажных образцов заметно отличаются друг от друга в процессах замораживания и размораживания. Это обстоятельство сильно сказывается как на выборе теплового режима образцов, так и на математической постобработке результатов измерений. Это приводит к тому, что для обработки результатов необходимо задействовать в той или иной степени современную электронно-вычислительную технику.

Результатом измерений, проводимых в результате монотонного замораживания и размораживания образца, является большой набор данных, представляющий собой порядка тысячи температурных измерений. К тому же такой обширный массив данных необходимо подвергнуть достаточно сложной аналитической и математической постобработке.

При таком большом объеме получаемых данных работа оператора должна сводиться к минимуму для предупреждения появления ошибки, вызванной человеческим фактором. Весь процесс сбора информации и управления ходом проведения эксперимента берет на себя контроллер. Он также отражает на экране дисплея текущие результаты измерений, что позволяет оператору контролировать сам процесс и оперативно выявлять ошибки в ходе эксперимента. По окончании работы контроллер собирает все результаты измерений и передает на персональный компьютер для последующей обработки. Эта обработка поводится по индивидуальной для каждой конкретной ячейки программе.

В расчетные формулы, определяющие теплофизические характеристики исследуемого образца, входят не только результаты температурных измерений, но и геометрические параметры ячейки, а также специализированные калибровочные постоянные. В самих расчетах, помимо простейших алгебраических действий, присутствуют также операции интегрирования и дифференцирования. Интегрированием определяется значение энтальпии образца. Дифференцирование необходимо при расчете переменной скорости изменения температуры.

Данный процесс дифференцирования экспериментальных кривых представляет дополнительную сложность, так как требует предварительного сглаживания экспериментальной кривой. На этом этапе сильно вырастает вероятность ошибки в вычислениях, так как

чем сложнее вид кривой, тем труднее осуществить ее сглаживание. Для того, чтобы свести вероятность ошибки к минимуму, приходится искусственно делить кривую на несколько участков и подбирать для каждого участка отдельную сглаживающую аналитическую функцию.

Процедура интегрирования, хоть и является столь же громоздкой, как и дифференцирование, но не содержит в себе таких больших источников ошибки. Всё дело в том, что процедуру интегрирования можно заменить суммированием результатов измерений с определенным шагом. Чем меньше шаг измерений, тем больше число точек на экспериментально кривой и тем точнее получается результат интегрирования. В данном случае возможности контроллера более чем достаточны для решения этой проблемы.

Для проведения описанного выше математического анализа обработки результатов измерения можно использовать такие широко распространенные программы, как *MS Excel* и *OriginLab*. Время обработки результатов одного опыта не превышает получаса, когда сам эксперимент может длиться до двух часов.

Для облегчения расчетов в программе *MS Excel* созданы два файла с уже заложенными в них математическими операциями по обработке результатов измерения. В файле “Расчет ТФХ исследуемых образцов” находится соответствующий рабочий лист, который предназначается для определения теплоемкости $c(t)$, теплопроводности $\lambda(t)$ и температуропроводности $a(t)$ исследуемого образца. Файл “Расчет удельной энтальпии исследуемых образцов” используется для определения его удельной энтальпии $h(t)$.

Исходные данные в рабочие листы программы *MS Excel* компьютера копируются непосредственно из контроллера сразу после завершения каждого конкретного опыта, с помощью ПО, входящего в состав лабораторного стенда. Экспериментальные сведения, полученные контроллером (моменты времени τ_i, когда контроллер фиксировал показания термостолбиков, и значения показаний этих термостолбиков в милливольтах) после передачи в компьютер автоматически размещаются в первых четырех столбцах рабочих листов. Все другие столбцы этих листов являются расчетными.

5.2. Методика расчета теплофизических характеристик исследуемых образцов

Первичной информацией для расчета теплофизических характеристик исследуемых образцов служат экспериментальные сведения об изменении температур: 1) ядра, $t_1(\tau)$; 2) блока, $t_2(\tau)$; 3) в

центре (на оси) образца, $t_3(\tau)$ и моменты времени τ_i. Эти данные переносятся из контроллера в компьютер с помощью специальной программы и обрабатываются студентом по представленной ниже методике.

На рис. 20 показан рабочий лист, содержащий исходные данные (столбцы *A*, *B*, *C* и *D*) и процедуру расчета промежуточных и искомых данных для удельной теплоемкости, теплопроводности и температуропроводности (столбцы *E* – *Q*).

1. Расчет температуры, измеряемой термодатчиками, производится по формуле

$$t_i(\tau) = t_K + nE_i(\tau), \tag{5.1}$$

где t_i – температура, измеренная *i*-тым датчиком, °*C*;

t_K – комнатная температура, °*C*;

n – коэффициент чувствительности каналов;

E_i (τ)– показания *i*-того термодатчика в текущий момент времени, мВ.

Расчетным значениям температур в рабочем листе соответствуют столбцы *E*, *F* и *G* соответственно (рис. 20).

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N	O	P	Q
2	τ, с	E1, мВ	E2, мВ	E3, мВ	T1, °C	T2, °C	T3, °C	Tv, °C	ϑт, K	b1, K/c	bv, K/c	qт, Вт	qя, Вт	C, Дж/(кг·K)	Uобр, K	λ, Вт/(м·K)	a, м²/с
3	10	0,019	0,018	0,119	22,160	22,175	23,621	22,898	-0,014								
4	20	0,157	0,022	0,235	22,218	24,170	25,298	24,734	-1,952								
5	30	0,221	0,024	0,251	22,247	25,096	25,529	25,313	-2,849								
6	40	0,225	0,016	0,249	22,131	25,154	25,501	25,327	-3,022								
7	50	0,222	-0,044	0,243	21,264	25,110	25,414	25,262	-3,846								
8	60	0,213	-0,132	0,235	19,991	24,980	25,298	25,139	-4,989								
9	70	0,201	-0,254	0,227	18,227	24,806	25,182	24,994	-6,579								
10	80	0,188	-0,378	0,217	16,434	24,618	25,038	24,828	-8,184								
11	90	0,171	-0,478	0,208	14,988	24,373	24,908	24,640	-9,385								
12	100	0,151	-0,59	0,196	13,369	24,083	24,734	24,409	-10,715								
13	110	0,132	-0,684	0,183	12,009	23,809	24,546	24,177	-11,799								
14	120	0,11	-0,788	0,172	10,506	23,491	24,387	23,939	-12,985								
15	130	0,09	-0,883	0,156	9,132	23,201	24,156	23,679	-14,070	-0,0157	-0,0146	-4,290	-1,561	981,8	-1,88	1,6864	1,137E-06
16	140	0,065	-0,959	0,14	8,033	22,840	23,924	23,382	-14,807	-0,0255	-0,0239	-4,511	-2,544	969,3	-1,97	1,6193	1,106E-06
17	150	0,038	-1,042	0,124	6,833	22,449	23,693	23,071	-15,617	-0,0313	-0,0281	-4,752	-3,113	974,0	-1,94	1,6759	1,139E-06
18	160	0,015	-1,107	0,104	5,893	22,117	23,404	22,760	-16,224	-0,0334	-0,0298	-4,933	-3,328	955,1	-1,97	1,6365	1,134E-06
19	170	-0,013	-1,179	0,086	4,852	21,712	23,144	22,428	-16,860	-0,0348	-0,0312	-5,121	-3,465	944,8	-2,08	1,5464	1,083E-06
20	180	-0,038	-1,245	0,064	3,897	21,351	22,825	22,088	-17,453	-0,0362	-0,0325	-5,296	-3,595	951,0	-2,02	1,6142	1,123E-06
21	190	-0,067	-1,299	0,041	3,116	20,931	22,493	21,712	-17,815	-0,0372	-0,0336	-5,399	-3,702	935,1	-2,05	1,5754	1,115E-06
22	200	-0,097	-1,357	0,02	2,278	20,497	22,189	21,343	-18,220	-0,0381	-0,0346	-5,516	-3,784	929,1	-2,13	1,5233	1,085E-06
23	210	-0,122	-1,412	-0,005	1,482	20,136	21,828	20,982	-18,653	-0,039	-0,0356	-5,641	-3,878	929,9	-2,08	1,5643	1,113E-06
24	220	-0,153	-1,457	-0,028	0,832	19,688	21,495	20,591	-18,856	-0,0397	-0,0365	-5,696	-3,943	905,3	-2,18	1,4588	1,066E-06
25	230	-0,184	-1,506	-0,054	0,123	19,239	21,119	20,179	-19,116	-0,0402	-0,0372	-5,767	-3,989	901,4	-2,20	1,4439	1,060E-06

Расчет ТФХ исследуемых образцов

Рисунок 20 – Внешний вид рабочего листа расчета теплофизических характеристик исследуемых образцов

2. Расчет среднеобъемной температуры t_V (температуры отнесения) образца (столбец *H*). Производится по формуле

$$t_V(\tau) = \frac{t_2(\tau)+t_3(\tau)}{2}, \quad (5.2)$$

3. Температурный перепад ϑ:

– на тепломере (столбец *I*) определяется как разность температур датчиков 1 и 2

$$\vartheta_T(\tau) = t_1(\tau) - t_2(\tau), \quad (5.3)$$

– на образце (столбец *O*) определяется как разность температур датчиков 2 и 3

$$\vartheta_{\text{обр}}(\tau) = t_2(\tau) - t_3(\tau), \quad (5.4)$$

4. Расчет скорости изменения температуры b (столбцы *J* и *K*) производится по формуле

$$b_i(\tau) = \frac{t_i(j)-t_i(k)}{\tau(j)-\tau(k)}, \quad (5.5)$$

где j, k – порядковые номера измерений.

Расчет скоростей изменения температуры осуществляется численным дифференцированием. С целью уменьшения ошибок, возникающих при дифференцировании, вычисление скорости проводится для временного интервала, который в 20…30 раз больше интервала между измерениями.

5. Вычисление суммарного потока q через тепломер (столбец *L*) производится по формуле:

$$q_T(\tau) = K_T(t_2) n E_i(\tau), \quad (5.6)$$

где $K_T(t_2)$ – тепловая проводимость тепломера, Вт/К.

6. Расчет теплового потока, который поглощается или выделяется ядром ячейки (столбец *M*), производится по формуле

$$q_Я(\tau) = C_Я(t_2) b_1(\tau), \quad (5.7)$$

где $C_Я(t_2)$ – теплоемкость ядра ячейки, Дж/К.

7. Расчет удельной теплоемкости образца (столбец *N*). Производится по формуле

$$c(\tau) = \frac{q_T(\tau)-q_Я(\tau)}{M b_V(\tau)}, \quad (5.8)$$

где M – масса образца, кг.

8. Расчет теплопроводности образца λ (столбец *P*), производится по формуле

$$\lambda(\tau) = \frac{q_T(\tau)-q_Я(\tau)}{4\pi l \vartheta_{\text{обр}}(\tau)}, \quad (5.9)$$

где l– эффективная высота образца, м.

9. Расчет температуропроводности образца (столбец *Q*). Производится по формуле

$$a(\tau) = \frac{b_V(\tau)R^2}{4\vartheta_{\text{обр}}(\tau)}, \tag{5.10}$$

В представленных соотношениях параметры $K_{\text{т}}(t_1)$ и $C_{я}(t_1)$ являются “постоянными“ ячейки и определяются студентом в калибровочных опытах на образцах с известными теплофизическими характеристиками (полиметилметакрилат и дистиллированная вода).

5.3. Методика расчета удельной энтальпии исследуемых образцов

На рис. 21 показан рабочий лист, содержащий исходные и расчетные данные опыта для удельной энтальпии увлажненного кварцевого песка. Для расчета удельной энтальпии образца необходимо рассчитать температуры, измеряемые термопарами, среднеобъемную температуру и перепад температур на тепломере. Их расчет показан ниже.

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M
1													
2	τ, с	E1, мВ	E2, мВ	E3, мВ	*t* 1, °С	*t* 2, °С	*t* 3, °С	*t* v, °С	ϑт, К	ΔQт, Дж	Qт, Дж	Qя, Дж	*h* обр, Дж/кг
3	10	0,019	0,018	0,119	22,175	22,160	23,621	22,898	-0,014				
4	20	0,157	0,022	0,235	24,170	22,218	25,298	24,734	-1,952				
5	30	0,221	0,024	0,251	25,096	22,247	25,529	25,313	-2,849				
6	40	0,225	0,016	0,249	25,154	22,131	25,501	25,327	-3,022				
7	50	0,222	-0,044	0,243	25,110	21,264	25,414	25,262	-3,846				
8	60	0,213	-0,132	0,235	24,980	19,991	25,298	25,139	-4,989				
9	70	0,201	-0,254	0,227	24,806	18,227	25,182	24,994	-6,579				
10	80	0,188	-0,378	0,217	24,618	16,434	25,038	24,828	-8,184				
11	90	0,171	-0,478	0,208	24,373	14,988	24,908	24,640	-9,385				
12	100	0,151	-0,59	0,196	24,083	13,369	24,734	24,409	-10,715				
13	110	0,132	-0,684	0,183	23,809	12,009	24,546	24,177	-11,799				
14	120	0,11	-0,788	0,172	23,491	10,506	24,387	23,939	-12,985				
15	130	0,09	-0,883	0,156	23,201	9,132	24,156	23,679	-14,070	-42,902	-42,902	0	-901,31
16	140	0,065	-0,959	0,14	22,840	8,033	23,924	23,382	-14,807	-45,107	-88,010	-36,007	-1092,50
17	150	0,038	-1,042	0,124	22,449	6,833	23,693	23,071	-15,617	-47,525	-135,534	-74,866	-1274,55
18	160	0,015	-1,107	0,104	22,117	5,893	23,404	22,760	-16,224	-49,329	-184,863	-107,944	-1615,94
19	170	-0,013	-1,179	0,086	21,712	4,852	23,144	22,428	-16,860	-51,207	-236,070	-148,185	-1846,33
20	180	-0,038	-1,245	0,064	21,351	3,897	22,825	22,088	-17,453	-52,957	-289,027	-184,087	-2204,62
21	190	-0,067	-1,299	0,041	20,931	3,116	22,493	21,712	-17,815	-53,992	-343,019	-225,701	-2464,66
22	200	-0,097	-1,357	0,02	20,497	2,278	22,189	21,343	-18,220	-55,155	-398,174	-268,715	-2719,74
23	210	-0,122	-1,412	-0,005	20,136	1,482	21,828	20,982	-18,653	-56,413	-454,588	-304,531	-3152,45
24	220	-0,153	-1,457	-0,028	19,688	0,832	21,495	20,591	-18,856	-56,957	-511,544	-348,908	-3416,72
25	230	-0,184	-1,506	-0,054	19,239	0,123	21,119	20,179	-19,116	-57,673	-569,217	-393,246	-3696,86
26	240	-0,211	-1,547	-0,081	18,849	-0,470	20,729	19,789	-19,319	-58,222	-627,439	-431,832	-4109,40

Расчет уд. энтальпии образцов

Рисунок 21 – Внешний вид рабочего листа расчета удельной энтальпии исследуемых сиропов

1. Приращение количества теплоты, перенесенной через тепломер за интервал (шаг) измерения (столбец *J*) производится по формуле

$$\Delta Q_{Ti}(\tau) = K_T(t_2)\vartheta_T(\tau)\Delta\tau, \quad (5.11)$$

где $\Delta\tau = \tau_1 - \tau_{i-1}$

2. Суммарное количество теплоты, перенесенной через тепломер за время опыта (столбец *K*), производится по формуле

$$Q_T = \sum_1^i \Delta Q_{Ti}(\tau), \quad (5.12)$$

3. Количество теплоты, поглощенного ядром ячейки (или отведенной) за время ($\tau_i - \tau_1$) (столбец *L*), производится по формуле

$$Q_Я = C_Я(t_2)(t_2(\tau_i) - t_2(\tau_1)), \quad (5.13)$$

4. Расчет удельной энтальпии образца (столбец *M*), производится по формуле

$$\Delta h = \frac{Q_T - Q_Я}{M}, \quad (5.14)$$

Для представления найденных характеристик явными функциями температуры используется стандартная программа *OriginPro*.

ЛИТЕРАТУРА

1. Платунов Е. С., Баранов И. В., Буравой С. Е., Курепин В. В. Теплофизические измерения: Учеб. пособие / Под ред. Е. С. Платунова. – СПб.: СПбГУНиПТ, 2010. – 738 с.
2. Теоретические и практические основы теплофизических измерений: монография / С. В. Пономарев, С. В. Мищенко, А. Г. Дивин, В. А. Вертоградский; под редакцией С. В. Пономарева. — Москва: ФИЗМАТЛИТ, 2008. — 408 с.
3. Лыков А. В. Новый метод определения коэффициента температуропроводности влажных материалов // ЖТФ. 1935. - Т.V. Вып.2.
4. Ребиндер П. А. Избранные труды. Поверхностные явления в дисперсных системах. Коллоидная химия / П. А. Ребиндер. – М. : Наука, 1978.
5. Физика макросистем. Основные законы: учебное пособие / И. Е. Иродов. — 4-е изд. — М. : БИНОМ. Лаборатория знаний, 2010. — 207 с.
6. Чижов, Г.Б. Теплофизические процессы в холодильной технологии пищевых продуктов/ Г.Б. Чижов. - М.: Пищевая промышленность, 1979.-272 с.
7. Тамбулатова Е. В. Автоматизированный прибор для измерений теплофизических характеристик влагосодержащих материалов / Е. В. Тамбулатова // Вестник Международной академии холода. - 2009. - № 3. - С. 36-40.
8. Кондратьев Г. М., Дульнев Г. Н., Платунов Е. С., Ярышев Н. А. Прикладная физика: Теплообмен в приборостроении. – СПб: СПбГУ ИТМО, 2003. – 560 с.
9. Baranov I., Tambulatova E., Platunov A., Kluchev A., Pluzhnikova D., Krylov V., Zhovnitsky V., Kluchev V. Automated Training Laboratory Bench for Studies of Thermophysical Properties and Thermal Processes Based on a Programmable Controller SDK-1.1M//CEUR Workshop Proceedings, 2020, Vol. 2590, pp. 1-8.

Тамбулатова Екатерина Викторовна
Плужникова Дарья Владимировна

ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИЕ ИЗМЕРЕНИЯ ВЛАГОСОДЕРЖАЩИХ МАТЕРИАЛОВ

Учебно-методическое пособие

В авторской редакции
Редакционно-издательский отдел Университета ИТМО
Зав. РИО Н.Ф. Гусарова
Подписано к печати
Заказ №
Тираж
Отпечатано на ризографе

Редакционно-издательский отдел
Университета ИТМО
197101, Санкт-Петербург, Кронверкский пр., 49, литер А