_____ ЛАБОРАТОРНАЯ _____ ТЕХНИКА _____

УДК 538.953

ИЗМЕРЕНИЕ ТЕПЛОВОЙ АКТИВНОСТИ ТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ КОНТАКТНЫМ МЕТОДОМ

© 2011 г. Д. Ю. Демежко

Институт геофизики УрО РАН Россия, 620016, Екатеринбург, ул. Амундсена, 100 Поступила в редакцию 21.02.2011 г.

Описана методика измерения тепловой активности твердых образцов по затуханию амплитуды плоской тепловой волны, распространяющейся в эталонной пластине, находящейся в тепловом контакте с исследуемым образцом. Приведены описание экспериментальной установки для измерения тепловой активности различных материалов при комнатных температурах и результаты изучения влияния содержания влаги в пористой горной породе на тепловую активность образцов.

Тепловая активность (*thermal effusivity*) — это теплофизический параметр, определяемый соотношениями:

$$e\left[\boldsymbol{\Pi}\boldsymbol{\mathrm{H}}\boldsymbol{\mathrm{H}}\cdot\boldsymbol{\mathrm{M}}^{-2}\cdot\boldsymbol{\mathrm{K}}^{-1}\cdot\boldsymbol{\mathrm{c}}^{-1/2}\right] = \sqrt{\lambda\rho C} = \lambda/\sqrt{a} = \rho C\sqrt{a}, \ (1)$$

где λ – теплопроводность, *a* – температуропроводность, *С* – удельная теплоемкость, *р* – плотность. Обычно этот параметр проявляется в задачах, рассматривающих теплообмен в системе контактирующих тел с различными тепловыми свойствами [1], и довольно редко выступает самостоятельным объектом исследований в теплофизических измерениях, где основное внимание традиционно уделяется теплоемкости, теплопроводности и температуропроводности. При определении теплопроводности и температуропроводности материалов контактными методами различие тепловых активностей датчика и образца обычно может затруднять проведение измерений, это следует учитывать, в частности, при градуировке приборов. Тепловая активность е довольно сильно определяется физико-механическими свойствами природных и искусственных материалов (размерами зерен, их формой, плотностью, влажностью, прочностными характеристиками образцов), поэтому по изменению е можно судить об изменении свойств исследуемых материалов [2, 3].

Эта же теплофизическая характеристика, но именуемая "тепловой инерцией" (*thermal inertia*), используется при дистанционном инфракрасном зондировании Земли и планет из космоса [4, 5]. Здесь, правда, контролируется не сама тепловая инерция (или тепловая активность), а некий кореллирующий с ней параметр (*apparent thermal inertia* – *ATI*), рассчитываемый через разность дневных и ночных температур участка поверхности и ее альбедо α :

$$ATI = (1 - \alpha)/(T_{day} - T_{night}).$$
(2)

Очевидно, что данные прямых измерений тепловой активности природных сред были бы полезны при интерпретации результатов дистанционных зондирований.

Ниже описан контактный метод определения тепловой активности твердых материалов, который основан на возбуждении плоских температурных волн на поверхности эталонной пластины, контактирующей непосредственно с исследуемым материалом, и измерении амплитуды колебаний температуры в пластине на разных расстояниях от источника.

ОСНОВЫ КОНТАКТНОГО МЕТОДА ИЗМЕРЕНИЯ ТЕПЛОВОЙ АКТИВНОСТИ

Предложенный метод относится к группе нестационарных методов измерения теплофизических свойств с периодическим нагревом исследуемого образца [6]. Рассмотрим распространение гармонических колебаний в системе двух контактирующих тел. Пусть бесконечная пластина толщиной h с известными тепловыми свойствами (эталонная) идеально контактирует с полупространством исследуемого образца (рис. 1). На поверхности пластины, противоположной границе раздела, возбуждаются гармонические колебания температуры:

$$T(0,t) = T_0 + A_0 \sin(\omega t - \varphi),$$
 (3)

где T(0, t) – температура на поверхности пластины в момент t; T_0, A_0 и φ – соответственно средняя температура, амплитуда и начальная фаза колебаний; ω – частота.

Тепловые свойства эталонной пластины 1 и образца 2 различны. Распределение температуры в пластине и в образце описывается системой од-



Рис. 1. Геометрия измерений: *1* – пластина, *2* – образец.

номерных нестационарных уравнений теплопроводности:

в пластине:
$$\frac{\partial T_1}{\partial t} = a_1 \frac{\partial^2 T_1}{\partial z^2}, \ 0 \le z \le h;$$
 (4)

в полупространстве образца: $\frac{\partial T_2}{\partial t} = a_2 \frac{\partial^2 T_2}{\partial z^2}, \ z > h,$

где $a_{1,2}$ — температуропроводность пластины и образца соответственно (далее в расчете предполагается, что температуры пластины и образца близки к комнатным, а тепловой контакт между ними близок к идеальному, так что тепловым сопротивлением на границе двух сред можно пренебречь, тепловой поток направлен по вертикали вниз, вдоль оси *z*, и продольные размеры пластины и образца достаточно велики, чтобы не учитывать влияние краевых эффектов).

В работе [7] приведено решение уравнений (4) для распределения амплитуды установившихся температурных колебаний в двух средах:

$$A_{1}(z) = A_{0} \exp(-k_{1}z) \sqrt{\frac{1 - 2p_{z} \cos u_{z} + p_{z}^{2}}{1 - 2p_{0} \cos u_{0} + p_{0}^{2}}}, \quad 0 \le z \le h;$$

$$A_{2}(z) = A_{0} \exp\left[-k_{2}(z - h)\right] \frac{(1 - \varepsilon) \exp(-k_{1}h)}{\sqrt{1 - 2p_{0} \cos u_{0} + p_{0}^{2}}}, \quad z > h,$$
(5)

где:

$$\varepsilon = \frac{e_2 - e_1}{e_2 + e_1} - \text{параметр теплового контраста;}$$

$$e_{1,2} = \sqrt{\lambda_{1,2}\rho_{1,2}C_{1,2}} - \text{тепловая активность;}$$

$$p_z = \varepsilon \exp(-u_z), \quad u_z = 2k_1(h - z);$$

$$p_0 = \varepsilon \exp(-u_0), \quad u_0 = 2k_1h;$$

$$k_{1,2} = \sqrt{\omega/2a_{1,2}} - \text{волновое число.}$$

Из приведенных соотношений видно, что интенсивность затухания амплитуды с глубиной в эталонной пластине определяется параметром тепло-



Рис. 2. Зависимости отношения амплитуд $A_1(z)/A_0$ температурных колебаний в эталонной пластине из фторопласта, контактирующей с образцами из дерева (сухая сосна) (1, 3, 5) и свинца (2, 4, 6) при толщине эталонной пластины: 3 мм (1, 2), 5 мм (3, 4), 10 мм (5, 6).

вого контраста двух сред, зависящим от соотношения их тепловых активностей e, волновым числом k_1 , определяемым температуропроводностью вещества пластины, и частотой гармонических колебаний. Таким образом, регистрируя отношение амплитуд $A_1(z)/A_0$ температурных колебаний в эталонной пластине с известными тепловыми свойствами, можно рассчитать тепловую активность материала образца, контактирующего с эталонной пластиной.

На рис. 2 приведены зависимости отношения амплитуд $A_1(z)/A_0$ гармонической температурной волны от расстояния *z* для двух сильно различающихся по тепловой активности образцов. В качестве образцов взяты дерево и свинец, а в качестве эталонной пластины — фторопласт толщиной 3, 5 и 10 мм (в единицах длины волны h/L, где $L = 2\pi\sqrt{2a/\omega}$, соответственно 0.1, 0.167, 0.333). Расчеты выполнены, согласно (5), для следующих условий: период колебаний 512 с, тепловая активность пластины 748 Дж · м⁻² · K⁻¹ · c^{-1/2}, температуропроводность пластины 0.14 · 10⁻⁶ м²/с, тепловая активность образца из дерева 350 Дж · м⁻² · K⁻¹ · c^{-1/2}, из свинца — 7150 Дж · м⁻² · K⁻¹ · c^{-1/2}.

Максимальное различие отношений амплитуд $A_1(z)/A_0$ для двух образцов, а следовательно, максимальная чувствительность измерений наблюдается при z = h, т.е. в области, где пластина контактирует с образцом. Различие отношений $A_1(z)/A_0$ возрастает при уменьшении толщины эталонной пластины, а именно: 0.14 при h = 10 мм (h/L = 0.33), 0.39 при h = 5 мм (h/L = 0.17) и 0.59 при h = 3 мм (h/L = 0.1).

128

На рис. 3 приведена зависимость тепловой активности образца от отношения амплитуд $A_1(z)/A_0$, измеренного на расстоянии z = 4.5 мм, для эталонной пластины из фторопласта толщиной h = 5 мм при периоде колебаний температуры 512 с. Видно, что зависимость $e = f(A_1/A_0)$ нелинейна, однако в логарифмической шкале вблизи точки, соответствующей тепловой активности материала эталонной пластины, существует достаточно широкий линейный участок, на котором кривая $\lg e = f(A_1/A_0)$ может быть аппроксимирована линейной зависимостью.

Описанные теоретические основы метода указывают на возможность простого и эффективного способа практической его реализации. Затухание температурных волн в эталонной пластине определяется исключительно тепловой активностью образца, поэтому нет необходимости учитывать другие тепловые свойства. Поскольку возбуждение и измерение температурных колебаний осуществляются в эталонной пластине, эта пластина вместе с вмонтированными в нее температурными датчиками и нагревателем может быть использована как измерительный датчик тепловой активности, устанавливаемый на поверхности исследуемого образца. Это выгодно отличает рассматриваемый метод от других контактных методов измерения теплофизических свойств, требующих в каждом эксперименте создавать свою измерительную ячейку, включающую образец заданных размеров.

Требования к образцу ограничиваются допустимыми минимальными размерами. При заданной частоте колебаний температуры плоского нагревателя на поверхности образца тепловая волна в веществе практически затухает на расстоянии, равном длине волны. Поэтому толщина образца должна быть не меньше длины волны температурных колебаний L, а размеры по горизонтали — $\geq 2L$. Этими же соотношениями определяются и требования к горизонтальным размерам эталонной пластины. Однако размеры пластины и датчика можно существенно уменьшить, установив теплоизолирующую оболочку вокруг боковой поверхности пластины.

Как показывают результаты расчетов зависимостей $A_1(z)/A_0$, приведенных на рис. 2, для достижения максимальной чувствительности датчики температуры необходимо располагать как можно ближе к противоположным поверхностям эталонной пластины, кроме того, можно уменьшить толщину пластины или, что эквивалентно, увеличить период колебаний температуры. Однако уменьшение толщины пластины может привести к значительному искажению температурного поля самим датчиком температуры, имеющим конечные размеры, а увеличение периода колебаний приводит к увеличению времени измерений. Анализ теоретических зависимостей показал, что



Рис. 3. Зависимость тепловой активности образца *е* от отношения $A_1(z = 4.5 \text{ мм})/A_0$ в линейной (*1*) и логарифмической (*2*) шкалах. Точки соответствуют тепловой активности фторопласта. Другие параметры расчета – в тексте.

для решения широкого круга задач оптимальным является соотношение h/L = 0.10 - 0.25.

Одним из главных источников погрешности оценки тепловой активности является погрешность измерения температуры. При использовании в качестве датчиков температуры стандартных термопар характерное значение случайной погрешности измерений составляет $\sigma(T) = 0.1$ К. Если задать амплитуду колебаний температуры поверхности эталонной пластины под нагревателем равной $A_0 = 20$ К, то относительная погрешность оценки отношения приблизительно равна $\sigma(A_1/A_0) \approx \sigma(T)/A_0 = 0.005$. Абсолютная величина погрешности оценки тепловой активности равна $\sigma(e) = \sigma(A_1/A_0)de/d(A_1/A_0)$, относительная — $\delta(e) = = \sigma(e)/e$.

По графику, приведенному на рис. 3, были рассчитаны зависимости абсолютной и относительной погрешностей оценки тепловой активности образца от ее значения (рис. 4). Абсолютная погрешность монотонно возрастает с увеличением тепловой активности (сплошная линия на рис. 4), относительная – имеет экстремум в области, близкой к значению тепловой активности эталонной пластины (штриховая линия). Для условий измерений, указанных выше, диапазон, в котором относительная погрешность не превышает 5%, составляет 0.2-4 от значения тепловой активности эталонной пластины. Таким образом, для уменьшения погрешности измерений материал эталонной пластины желательно выбирать таким, чтобы его тепловая активность была близка к тепловой активности исследуемого материала.



Рис. 4. Зависимости абсолютной $\sigma(e)$ (сплошная линия) и относительной $\delta(e)$ (штриховая линия) погрешностей измерения тепловой активности от ее значения для образца. Точки соответствуют тепловой активности эталонной пластины (фторопласта).

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ УСТАНОВКА И МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ

В состав экспериментальной установки для исследования тепловой активности входят генератор прямоугольных импульсов напряжения (период 64–1024 с, скважность 2), двухканальный термометр термопар "Center-306" и собственно датчик тепловой активности (рис. 5). Было изготовлено два датчика, в которых источником температурных волн служила нагревательная фольга "Minco" НК 5163 25 × 25 мм. Эталонные пластины толщиной 4 мм были изготовлены из фторопласта ($e = 748 \text{ Дж} \cdot \text{M}^{-2} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{c}^{-1/2}$) и из керамики титаната бария ($e = 1680 \text{ Дж} \cdot \text{M}^{-2} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{c}^{-1/2}$). Два температурных датчика (термопары *K*-типа) были вмонтированы в пластину непосредственно под

нагревателем и вблизи рабочей контактной поверхности эталонной пластины.

При измерениях тепловой активности датчик располагали сверху на ровной (отшлифованной) поверхности образца. Тепловой контакт между датчиком и образцом обеспечивали с помощью минерального масла. Цикл измерений состоял из 5-10 периодов нагревания с одновременной записью показаний двух термопар (дискретность отсчетов 2 с). В анализе использовался фрагмент записи продолжительностью, кратной периоду измерений (рис. 6а), исключая первый период, для которого колебательный режим еще нельзя считать установившимся. Обработка записи включала: удаление из записей линейных трендов ("пьедесталов"), соответствующих монотонному росту температуры сборки в целом, гармонический анализ кривых, оценку амплитуд колебаний температуры двух термопар на основной гармонике (рис. 6б) и их отношения A_1/A_0 .

На рис. 7 приведена зависимость отношения A_1/A_0 , измеренного датчиком с эталонной пластиной из керамики титаната бария, от тепловой активности различных материалов. Значения тепловой активности материалов рассчитаны по литературопроводности и теплоемкости этих материалов. Как и следует из теории метода, зависимость $\lg e = f(A_1/A_0)$ близка к линейной и с достоверностью $R^2 = 0.99$ может быть аппроксимирована экспонентой $e = 1.7 \cdot 10^4 \exp(-3.9A_1/A_0)$. Для датчика с эталонной пластиной из фторопласта также была получена близкая к экспоненциальной зависимость.

Основными факторами, определяющими тепловую активность природных пористых горных пород, являются, как известно, тепловые свойства твердой структуры (скелета) и содержание воды в



Рис. 5. Внешний вид датчика тепловой активности с эталонной пластиной из титаната бария: **a** – вид со стороны рабочей поверхности, **б** – со стороны нагревателя.



Рис. 6. Результаты измерения и обработки данных, полученных с помощью датчика тепловой активности на основе керамики титаната бария на образце из мрамора: **a** – фрагмент температурной записи, **б** – амплитудные спектры (период 128 с). Сплошные линии – данные верхней термопары, штриховые – нижней, наклонные прямые – линейные тренды.

образце. На рис. 8 приведена зависимость тепловой активности суглинка от влагосодержания. Измерения выполнены датчиком тепловой активности на основе фторопласта. Видно, что при повышении содержания влаги в 3 раза тепловая активность возрастает в 6 раз.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Описанный метод измерения тепловой активности весьма прост в реализации и может найти



Рис. 7. Зависимость отношения A_1/A_0 , измеренного датчиком на основе керамики титаната бария, от тепловой активности различных материалов. Штри-ховая прямая – аппроксимация зависимостью $e = 1.7 \cdot 10^4 \exp(-3.9 A_1/A_0)$, $R^2 = 0.99$.

ПРИБОРЫ И ТЕХНИКА ЭКСПЕРИМЕНТА № 6 2011

применение в теплофизических исследованиях горных пород, для контроля технологических процессов прессования и сушки (например, в фармакологии), для неразрушающего контроля материалов. Его использование эффективно в комплексных теплофизических исследованиях материалов. Среди методов измерения теплофизических свойств наиболее простым и точным является калориметрический метод определения теплоемкости. Знание теплоемкости и тепловой активности позволяет рассчитать и другие тепловые параметры, например теплопроводность и температуропроводность материалов.



Рис. 8. Зависимость тепловой активности суглинка от относительного весового содержания влаги *W* в образце.

Очевидно, что некоторые возможности метода еще остаются не раскрытыми. Например, анализ высших гармоник периодического сигнала позволит получить информацию о качестве теплового контакта, а следовательно, о точности оценки тепловой активности в конкретном эксперименте. Не исследованы также практические возможности фазового анализа. Дальнейшее развитие метода потребует разработки эталонов и стандартных образцов тепловой активности, оптимизации конструкции датчика и режимов измерений.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Лыков А.В. Тепломассообмен. М.: Энергия, 1978.

- 2. *Mathews L., Chandler C., Dipali S. u dp.* // Pharm. Technol. 2002. V. 26. P. 80
- 3. *Ghorab M.K., Chatlapalli R., Hasan S., Nagi1 A. //* Pharm. Sci. Tech. 2007. V. 8 (1). Article 23.
- 4. Price J. C. //J. Geophys. Res. 1977. V. 82. P. 2582.
- Mellon M.T., Putzig N.E. // 38-th Lunar and Planetary Science Conference. (Lunar and Planetary Science XXXVIII). League City, Texas, 2007. №. 1338. P. 2184.
- Филиппов Л.П. Измерение теплофизических свойств веществ методом периодического нагрева. М.: Энергоатомиздат, 1984.
- Демежко Д.Ю. Геотермический метод реконструкции палеоклимата (на примере Урала). Екатеринбург: УрО РАН, 2001.