

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ УКРАЇНИ
ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
"ЛЬВІВСЬКА ПОЛІТЕХНІКА"

На правах рукопису

ШВЕДОВ ЛЕОНІД КОСТЯНТИНОВИЧ

УДК 53.059.6:536.6

РОЗРОБКА ІМПУЛЬСНИХ МЕТОДІВ ВИМІРЮВАННЯ
ТЕПЛОФІЗИЧНИХ ХАРАКТЕРИСТИК МАТЕРІАЛІВ

Спеціальність 05.11.04 - Прилади та методи вимірювання
теплових величин

АВТОРЕФЕРАТ

ДИСЕРТАЦІЇ на здобуття наукового ступеня
кандидата технічних наук

Львів 1994



00778354 (У)

Дисертацією є рукопис.
Робота виконана в інституті НАН України ім.М.В.Бакула, м. Львів.

НАУКОВИЙ КЕРІВНИК – доктор технічних наук, старший науковий співробітник

СЕМАШКО М.О.

ОФІЦІЙНІ ОПОНЕНТИ – доктор технічних наук, професор
ЛИСОВ В.І.

доктор фіз.- мат. наук, професор
ПРОХОРЕНКО В.Я.

ПРОВІДНА ОРГАНІЗАЦІЯ – інститут металургії ім. А. А. Байкова
РАН, м. Москва.

Захист відбудеться "25" листопада 1994р. о 14⁰⁰ год. на засіданні спеціалізованої ради Д 068.36.04 при Державному Університеті "Львівська політехніка" за адресою: 290646, м. Львів, вул. Степана Бандери, 12.

З дисертацією можна ознайомитися у бібліотеці Державного Університету "Львівська політехніка", вул. Степана Бандери, 12

Автореферат розісланий "21" жовтня 1994р.

Відгук на автореферат, засвідчений печатком, просимо надсилати на адресу інституту вченому секретареві ради.

ВЧЕНИЙ СЕКРЕТАР
СПЕЦІАЛІЗОВАНОЇ РАДИ,
к. т. н.

Лущик Я.Т.

ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ.

АКТУАЛЬНІСТЬ ТЕМИ. На сучасному етапі розвитку науки та техніки потрібно все зростаюча кількість нових матеріалів. При їх виробництві необхідна різна інформація про властивості цих матеріалів при усяких умовах експлуатації. Одними з основних властивостей є теплофізичні характеристики (ТФХ): теплопровідність, температуропровідність та теплоємність.

Аналітичні методи оцінки ТФХ зараз практично відсутні та основним способом одержання інформації залишається експеримент. Причому, дуже важливо провести його за короткий відривок часу, достатньої точності, з меншими витратами матеріальних ресурсів. У найбільшій мірі цим вимогам відповідають динамічні та імпульсні методи, які у теперішній час одержали широке розповсюдження при масових вимірюваннях ТФХ.

Їх теоретичне обґрунтування та практична реалізація розпочата ще наприкінці 50-х років у нашій країні Кондратьєвим Г. М., Дульневим Г. Н. та продовжена Платуновим Є. С.; а за кордоном Паркером, Тейлором та іншими дослідниками. За оцінкою Тейлора, до 85% всіх вимірювань температуропровідності у світі виконують імпульсними методами.

Проте ці методи мають ряд істотних вад. При використанні динамічних методів: великі розміри зразку (діаметр близько 10 мм, висота 15-30 мм); необхідність, як правило, активної теплоізоляції вимірювальної комірки, що приводить до її складності та металоемкості; контактний підвід теплового впливу на зразок - обмеження швидкодії та температурного діапазону, не більш 1200К. Для імпульсних методів: мала продуктивність та інформаційність (вимагається декілька хвилин для переходу до наступної температурної точки); у багатьох випадках відсутність урахування теплових втрат з поверхні зразка, що приводить або до значного збільшення похибки, або до звуження температурного діапазону вимірювання.

Таким чином, розробка високопродуктивних методів, дозволяючих підвищити точність вимірювання ТФХ матеріалів при наявності теплових втрат з поверхні зразка у широкому діапазоні температур є актуальним завданням теплофізичного приладобудування.

МЕТА РОБОТИ полягає у розробці імпульсного методу для масових вимірювань ТФХ, дозволяючого з високою точністю та

продуктивністю проводити комплексні вимірювання ТФХ твердих матеріалів з теплопровідністю 0.1-200Вт/мК у діапазоні температур 300-1400К при наявності теплових втрат з поверхні зразка.

Для досягнення цієї мети необхідно:

- провести аналіз метрологічних та експлуатаційних можливостей відомих імпульсних методів вимірювання ТФХ;
- розробити теоретичні основи нового імпульсного методу, розв'язати пряму та коефіцієнтну зворотню задачу теплопровідності, одержати явні вирази для теплофізичних коефіцієнтів;
- розробити та виготовити макетну установку для випробування запропонованого методу вимірювання ТФХ;
- проаналізувати основні джерела похибок вимірювань;
- розробити програмне забезпечення для розрахунку ТФХ на мікро-ВМ.

НАУКОВА НОВИЗНА дисертаційної роботи:

- запропоновано використовувати приблизний метод розв'язку прямої задачі нестационарної теплопровідності, побудований на застосуванні інтегрального перетворення Лапласа та ортогонального методу Бубнова-Галеркіна, що дозволяє одержати досить простий вираз, зручний для розв'язку у явному вигляді коефіцієнтної зворотньої задачі;
- розв'язано пряму та коефіцієнтну зворотню задачі нестационарної теплопровідності у явному вигляді при крайових умовах на поверхнях плоского зразка: 2-го роду; 3-го роду з монотонним розігрівом та без розігріву його обох поверхонь; при змішаних крайових умовах: на одній поверхні - крайові умови 3-го роду, на другій - умови 2-го роду;
- розроблено декілька імпульсних методів вимірювання ТФХ твердих матеріалів у широкому діапазоні температур з аналізом їх похибок.

АВТОР ЗАХИЩАЄ результати теоретичної розробки та експериментального дослідження нових імпульсних методів вимірювання ТФХ матеріалів з теплопровідністю 0.1-200Вт/мК у діапазоні температур 300-1400К, а також спосіб експериментального визначення теплових втрат з поверхні зразка.

ПРАКТИЧНА ЦІННІСТЬ РОБОТИ. Розроблені та випробувані декілька імпульсних методів дозволяючих проводити комплексне вимірювання ТФХ матеріалів з теплопровідністю 0.1-200 Вт/мК

у діапазоні температур 300-1400 К при наявності теплових втрат з поверхні зразка. Ці методи можуть бути використані на широко розповсюджених установках для термічного аналізу, після незначного їх доопрацювання, з використанням відносно дешевого та загальнодоступного устаткування. Розроблен та випробуван спосіб експериментального визначення теплових втрат виміральної комірки.

АПРОБАЦІЯ РОБОТИ. Результати та основні положення роботи доповідались та обговорювались на всесоюзних конференціях: "Перспективи применения алмазов в электронике и электронной технике", м. Москва, 1991 р, "Теория, методика и аппаратура термического анализа", м. Самара, 1991 р. Основні результати дисертації опубліковані у 8 роботах та захищені 5 авторськими свідоцтвами про винахід.

ОБ'ЄМ РОБОТИ. Дисертація складається з вступу, 5-ти розділів, висновків, викладених на 116 сторінках машинописного тексту, вміщує 6 таблиць, 23 рисунка, 2 сторінки додатку та список літератури з 122 назв.

ЗМІСТ РОБОТИ

У ПЕРШОМУ розділі наведено аналіз найбільш використовуваних у теперішній час динамічних та імпульсних методів, який показує, що жодний з них, особливо з точності та продуктивності у діапазоні температур 300-1400 К, не може бути використаний як масовий метод вимірювання ТФХ. Вони не дозволяють проводити комплексні вимірювання ТФХ у даному температурному діапазоні з похибкою не більше 10-15% при умові простоти проведення експерименту, з можливістю його автоматизації. Обґрунтована необхідність розробки нових методів вимірювання.

У ДРУГОМУ розділі описані розроблені автором імпульсні методи, які дозволяють підвищити точність вимірювання ТФХ в порівнянні з існуючими методами за рахунок зменшення впливу на неї таких факторів як: кінцева тривалість та неоднорідність у поперечному перерізі теплового імпульсу, наявність теплових втрат з поверхні зразка. Розглядається температурне перевищення задньої поверхні зразка тільки після дії теплового імпульсу.

1) Метод вимірювання температуропровідності [6].

Передні поверхні зразка та еталона нагрівають однакови-

ми по енергії тепловими імпульсами та реєструють інтервал часу з моменту подання імпульсів до досягнення заданих температур на їх задніх поверхнях. Температуропровідність обчислюють по формулі:

$$a_1 = - \frac{d}{(\pi^2/L_2^2)t_1} \ln \left[\frac{1}{2} \left(1 - \frac{1}{n} \right) + \frac{1}{n} \exp \left[- \frac{\pi^2 a_2 t_2}{L_2^2} \right] \right] \quad (1)$$

де: $1/n = (C_1 m d) / (C_2 k)$; $m = T_1 / T_2$; $k = Q_1 / Q_2$; $d = L_1 / L_2$; $a_1, a_2, C_1, C_2, L_1, L_2$ - температуропровідність, теплоємність, товщина зразка та еталона; t_1, t_2 - інтервали часу з моменту подання теплових імпульсів на передні поверхні зразку Q_1 та еталону Q_2 до досягнення заданих температур на їх задніх поверхнях T_1 и T_2 .

Значення заданих температур та відповідні їм моменти часу обирають досить малими, використовуючи самий початковий відрізок температурно-часовій залежності, коли можна знехтувати такими факторами, що приводять до збільшення похибки, як теплові втрати з поверхні зразка та нерівномірність у поперечному перерізі теплового імпульсу, які безпосередньо залежать від часу вимірювання. Запропоновано оригінальний пристрій, який реалізує даний метод [5].

2) Метод вимірювання теплоємності [7].

Передні поверхні зразка та еталона нагрівають однаковими по енергії тепловими імпульсами та вимірюють перевищення температури їх задніх поверхонь. Починаючи з деяких значень температур (у загальному випадку різних для зразка та еталона) установлюється постійна швидкість цього підвищення, що характеризує виникнення у зразку та еталоні регулярного режиму 2-го роду. При цьому, температурно-часову залежність можливо апроксимувати прямою лінією.

Формула для розрахунку теплоємності зразка одержана з розв'язку системи рівнянь теплового балансу для випадку регулярного теплового режиму і має вигляд: $C_o = C_o \Delta T_o / \Delta T_o$, де: $\Delta T_o, \Delta T_o$ - малі прирости температури на задніх поверхнях зразка та еталона. Вимірювання проводять з більшою точністю, у порівнянні, наприклад, з методом Паркера, оскільки регулярний режим починається на початковій стадії температурного природження, коли теплові втрати ще досить малі.

Якщо екстраполювати прямолінійну ділянку температурного перевищення до перетинання з часовою віссю абсцис, то можливо

визначити поруч з теплоємністю також температуропровідність та теплопровідність.

3) Метод вимірювання ТФХ [8].

Передні поверхні зразка та еталона нагрівають однаковими по енергії тепловими імпульсами та вимірюють перевищення температури їх задніх поверхонь. При наявності теплових втрат з поверхонь зразка та еталона це перевищення відрізняється від ідеального на T_m , яка залежить від їх величини. При рівності теплових втрат зразка та еталона T_m також будуть рівні. Якщо ми обчислимо T_m для еталона по відповідним рівнянням, то зможемо визначити хід температурного перевищення зразка без урахування теплових втрат. Тоді температуропровідність, теплопровідність та теплоємність розраховуються по таким формулам: $a_0 = 0.7 a_0^{*} t_{1/2}^{*} / t_0$; $\lambda_0 = a_0 Q / L T_m$; $C_0 = Q / L T_m$; де: $t_{1/2}^{*}$ - час досягнення змінення температури задньої поверхні адіабатичного зразка половини свого максимального значення.

Проте, всі ці методи мають спільні вади:

1) має місце обмеження на тривалість теплового імпульсу; оскільки розглядається температурне перевищення тільки після дії теплового імпульсу, його тривалість не повинна перевищувати часу проходження температурного обурення через зразок, щоб не викликати деформацію цієї залежності;

2) при тонких або високотеплопровідних зразках тривалість теплового імпульсу досить мала, що призводить до перегріву його передньої поверхні; необхідності використовувати дорогі та складні у експлуатації джерела теплового обурення з малою тривалістю імпульсу, а також швидкодіючу реєструючу апаратуру;

3) низька продуктивність вимірювального процесу, через необхідність вирівнювати температуру по об'єму зразка перед тепловим обуренням; цей час складає не менше декількох хвилин, що викликає при широкотемпературних вимірюваннях або до неприпустимого його збільшення або зменшення інформативності, через зменшення числа точок, що досліджуються у заданому температурному діапазоні.

Тому виникла необхідність розробки нового, більш продуктивного методу вимірювання ТФХ матеріалів без обмеження на тривалість теплового імпульсу з можливістю урахування теп-

лових втрат з поверхні зразка, що досліджується.

У ТРЕТЬОМУ розділі наведено теоретичне обґрунтування та опис розробленого імпульсного методу, що розглядає температурне перевищення, як під час дії теплового імпульсу, так і після нього. Для визначення цей метод будемо називати - метод "довгого" імпульсу. Перераховані вище розроблені методи будемо називати - методи "короткого" імпульсу.

Розглядається нескінченна пластина товщиною L при імпульсному тепловому впливу довільної тривалості на її передню поверхню. Крайові умови обирались залежно від вимог експерименту. Були одержані рішення при крайових умовах 2-го роду; 3-го роду з монотонним розігрівом та без розігріву обох поверхонь пластини; при змішаних крайових умовах: на одній поверхні - крайові умови 3-го роду, на другій - крайові умови 2-го роду.

При розробці імпульсних методів вимірювання ТФХ звичайно використовують точні методи розв'язку диференційного рівняння нестационарної теплопровідності, такі як метод Фур'є, функцій Грина, кінцевих інтегральних перетворень та інші, які навіть для тіла простої форми та одномірного теплового потоку, з урахуванням теплових втрат, дають дуже складні, громіздкі аналітичні вирази мало гідні, у загальному випадку, для розв'язання коефіцієнтних зворотних задач. Було запропоновано використовувати метод розв'язання прямої задачі нестационарної теплопровідності, побудований на застосуванні інтегрального перетворення Лапласа та ортогонального методу Бубнова-Галеркіна. Одержано відносно простий вираз, що описує розподіл температури у зразку. Це дозволило розв'язати коефіцієнтну зворотню задачу теплопровідності у явному вигляді для всіх типів крайових умов.

Наприклад, для крайових умов 3-го роду без монотонного розігріву обох поверхонь пластини, імпульсному впливу на її передню поверхню, вираз для температурного перевищення задньої поверхні має вигляд:

для часу дії теплового імпульсу, коли $0 < t < k$

$$\delta T_1 = \frac{g}{\alpha(2+B_1)} - \frac{5gB}{2\alpha} \text{EXP} \left[-\frac{\text{Nat}_1}{L^2} \right] \quad (2)$$

для часу після дії теплового імпульсу, коли $t > k$

$$\delta T_2 = -\frac{5gB}{2\alpha} \left[1 - \text{EXP} \left[-\frac{\text{Nat}_k}{L^2} \right] \right] \text{EXP} \left[-\frac{\text{Nat}_2}{L^2} \right] \quad (3)$$

де: $\delta T = T(L, t) - T_0$ - температурне перевищення задньої поверхні зразка від дії теплового імпульсу; T - температура; T_0 - початкова температура; L - товщина зразка; t - час; k - тривалість теплового імпульсу; a, λ - температуропровідність та теплопровідність; α - теплові втрати; g - потужність теплового імпульсу; B_1 - критерій Біо; $N = -\{10B_1(B_1+6)\}/(B_1^2+10B_1+30)$; $B = (B_1+6)/(B_1^2+10B_1+30)$.

При цьому були одержані такі вирази для теплопровідності та температуропровідності: $\lambda = (B_T \alpha^2 L)/(g - 2B_T \alpha)$; $a = (L^2 v_2)/(NOT_2)$, де: $B_T = \delta T_1 - \delta T_2 v_1/v_2$; v_1, v_2 - перші похідні значення температури за часом, для переднього (індекс 1) та заднього (індекс 2) фронтів температурного перевищення, відповідно.

Для перевірки вірності отриманих нами розв'язків прямої задачі теплопровідності наближеним методом та визначення припустимої величини наближення, аналогічна задача вирішувалась точним методом поділення змінних (методом Фур'є). Виявилось, що вже для першого наближення з точністю до 3-го знаку після коми наближена та точне рішення збігає для критерію Фур'є більше 0.2. Точне рішення не дозволяє розв'язати коефіцієнтну зворотню задачу теплопровідності у явному вигляді через свою складність та громіздкість. Наближене ж рішення, як показано раніше, це дозволяє зробити.

Теорія способу визначення теплових втраф, вимірвальної комірки заснована на виразах аналогічних (2), (3) з відповідними крайовими умовами, при розгляді у них еталонного зразка з відомими ТФХ. Наприклад, для крайових умов 3-го роду теплові втрати з поверхні зразка α визначаються рівнянням: $\alpha = \lambda B_1/L$, де: $B_1 = -B_\alpha + \sqrt{B_\alpha^2 - 30N/(N+10)}$; $N = L^2 v_2/a\delta T_2$; $B_\alpha = 5(N+6)/(N+10)$.

До основних переваг методу, що пропонується можна віднести:

- 1) високу продуктивність, через проведення вимірвань у динамічному режимі; в порівнянні з методом Паркера час вимірвання при однаковій інформаційності зменшується у 50 разів;
- 2) більш високу точність вимірвання в порівнянні з існуючими методами при наявності теплових втраф з поверхні зразка, без необхідності його теплоізоляції;

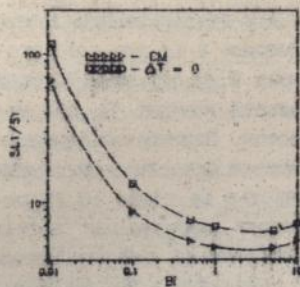
3) можливість змінення тривалості та частоти теплових імпульсів у широких межах та використання еталона для вимірювання енергії кожного імпульсу дозволяє використовувати відносно дешеві, малоенергетичні та не високостабільні джерела теплового обурення, датчики температури та апаратуру, що реєструє, більш низької швидкодії, при цьому немає перегріву передньої поверхні зразка.

У ЧЕТВЕРТОМУ розділі для визначення діапазону коректності отриманих рішень коефіцієнтної зворотної задачі нестационарної теплопровідності проведено докладний аналіз невиключеної складової систематичної похибки для кожного розробленого методу окремо по їх розрахункових формулах у припущенні лінійної залежності величини, що вимірюється від аргументів та відсутності кореляції між ними. Розрахунки проводились на мікро-ЕОМ по оригінальній програмі кількісними методами шляхом визначення частинних похідних та коефіцієнтів чутливості кожного аргументу.

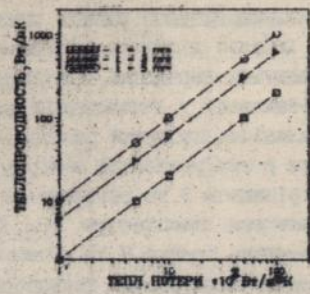
Деякі результати розрахунку для методів "довгого" імпульсу при змішаних крайових умовах, крайових умовах 3-го роду та довірчої імовірності 0.95 наведено на рисунку 1; а) - оцінка межі невиключеної складової відносної систематичної похибки визначення теплопровідності зведеної до відносної похибки вхідних даних залежно від критерію B_{10} ; б) - оцінка припустимого діапазону застосування методу по вимірюванню теплопровідності для відносної похибки $< 15\%$ при змішаних крайових умовах залежно від теплообміну зразка та його товщини. По цих залежностях легко оцінити деякі вимоги до параметрів вимірювальної комірки, що проектується при реалізації даного методу: рис.1.а) - припустимий критерій B_{10} при обраному значенні відносної похибки вхідних даних та потрібної похибки вимірювання теплопровідності; рис.1.б) - припустиму величину товщини зразка та його коефіцієнта теплообміну при обраному значенні теплопровідності.

У П'ЯТОМУ розділі наведено опис однієї з експериментальних установок для апробації запропонованих методів у діапазоні температур 300-1400К, проведена оцінка їх межі припустимої відносної похибки та наведено результати вимірювань.

Функціональна схема показана на рис.2. Блок управління 3, що запускає перервач 2 та апаратуру, що реєструє, формує



а)



б)

Рис.1. Оцінка границі невиключеної складової систематичної похибки визначення теплопровідності.

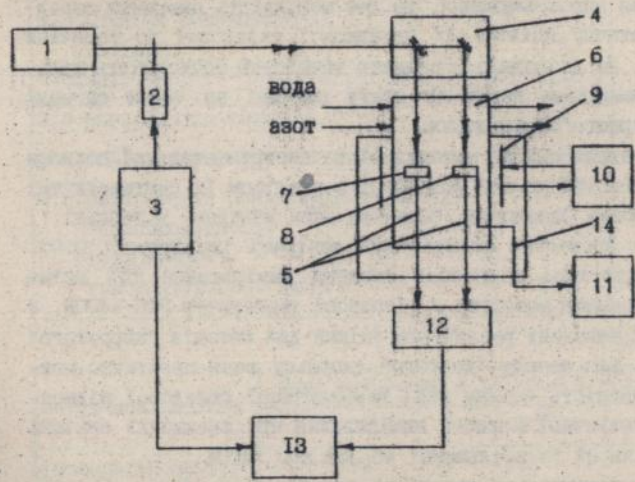


Рис.2. Функціональна схема установки, що вимірює ТФХ у діапазоні температур 300-1400К.

тепловий імпульс різної тривалості від безперервного лазеру 1. Імпульс ділиться оптичним подільником 4 на два, які поглинаються передніми поверхнями зразка 8 та еталона 7. Вони розташовані у герметичній виміривальній комірці 6, яка має можливість продувки газоподібним азотом. Підвищення температури у виміривальній комірці створюється фоновим резистивним нагрівником 9 та регулюється з точністю не гірше $\pm 0.2\text{K}$ регулятором температури 10. Температурне перевищення задніх поверхонь зразка 8 та еталона 7, вимірюється диференціальними хромель-алюмелевими термопарами 5, сигнали від котрих посилюються двоканальним підсилювачем 12 та реєструються апаратурою 13. Температура відношення вимірюється хромель-алюмелевою термопарою 14 та реєструється цифровим виміривачем температури 11.

Була запропонована модель попередньої обробки експериментальних даних з використанням методів нелінійного сглажування та апроксимування, що дає можливість зменшити середньоквадратичну похибку їх випадкової складової до величини менше 1%. Це дозволило з великою точністю обчислювати кількісними методами першу та другу похідні за часом сигналу температурного перевищення.

Проведена оцінка методичної та інструментальної похибки вимірювання ТФХ на цій установці з аналізом їх систематичних та випадкових складових, значення яких наведені у таблиці 1.

Була проведена оцінка, для довірчої імовірності 0.95, межі припустимої відносної похибки вимірювання ТФХ всіма запропонованими методами у діапазоні температур 300-1400K. У таблиці 2 наведені результати оцінки для методів "короткого" імпульсу. Для методу "довгого" імпульсу вона практично повторює залежність оцінки межі невиключеної складової відносної систематичної похибки вимірювання при зменшенні значень для 300K на 3% та збільшенні на 35% при 1400K.

Експериментальна перевірка методів проводилась з використанням еталонних зразків з органічного скла (ДСТ 17622-72), плавленого кварцу (ДСТ 16130-79), сталі 12Х18Н10Т (ДСТ 5632-72), молібдену МЧВП (ВЗТ67-2-82), були проведені вимірювання ТФХ заліза-Армко, вуглепластиків, різних композитів, та інших матеріалів.

Таблиця І.

Джерело похибок вимірювань	СИСТЕМАТ. [%]	ВИПАДКОВІ [%]
I. Методичні похибки		
-неоднорідність густини теплового імпульсу	0.5	0.2
-присутність бокового теплообміну	0.2	-
2. Інструментальні похибки		
2.1. Вимірювання темпер. перевищення		
-зміна електроміцності ізоляції	0.2	-
-тепlostік по термоэлектродам	0.15	-
-неоднорідність термоелектродів	0.1	-
-електричні наводки	-	I
-контактний тепловий опір	I	0.2
-електронного устаткування	0.18	1.5
2.2. Вимірювання температури отнесення.	0.5	-
2.3. Похибка реєстрування:		
- амплітуди	0.5	0.15
- часу.	0.15	0.05
2.4. Вимірювання товщини.	0.3	0.02
2.5. Розрахунку I-ї и 2-ї похідні	0.3	-
2.6. Вимірювання параметрів еталонів:		
теплопровідності	2	-
теплоємності	I	-
температуропровідності	1.8	-

Таблиця 2

Метод вимірювання	Межа припустимої відносної похибки, %			
		T=300K	T=900K	T=1400K
Температуропровід.	a	1.2	1.5	2.5
Теплоємність	C _p	1.0	1.4	2.0
ТФХ	a	1.3	1.5	2.8
	λ	6.9	7.6	8.9
	C _p	6.8	7.5	8.8

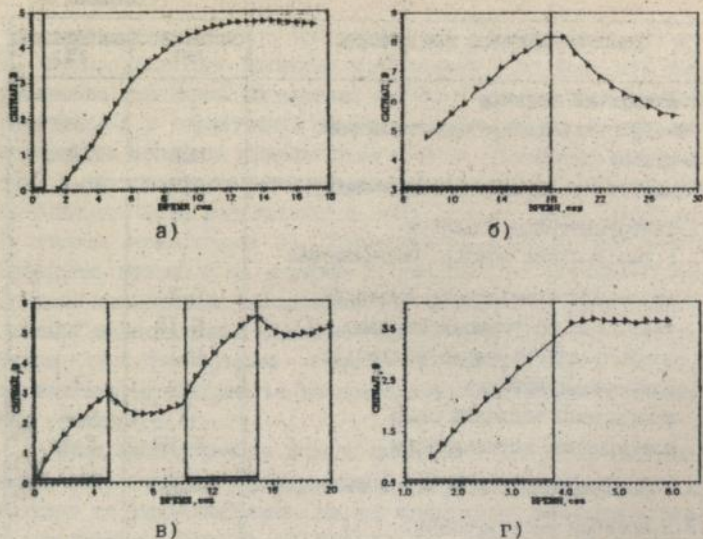


Рис.3. Характерні експериментальні залежності від часу сигна-
ла температурного перевищення задньої поверхні зразка.

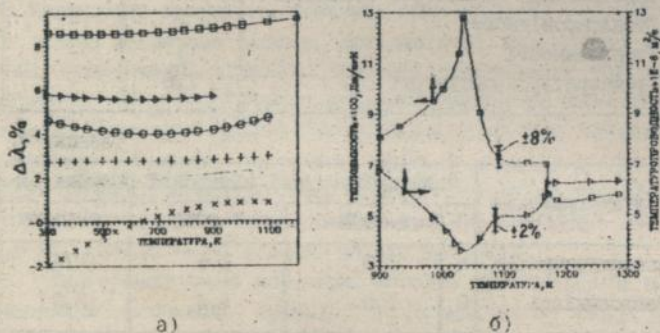


Рис.4. Експериментальні результати температурних вимірювань
еталонних зразків а) та зразка з заліза-Армко б) у
зоні його фазових перетворень.

На рис. 3 наведені характерні експериментальні залежності від часу сигналів температурного перевищення задньої поверхні зразків з плавленого кварцу при "короткому" тепловому імпульсі (а), "довгому" тепловому імпульсі та крайових умовах 3-го роду без лінійного розігріву (б) та при швидкості розігріву печі 0.5K/c (в), а також з заліза-Армко при крайових умовах 2-го роду (г). Зіставлення отриманих результатів вимірювання теплопровідності еталонних зразків з даними їх атестації методом "довгого" імпульсу показані на рис. 4а для молібдену (П), сталі 12Х18Н10Т (Δ), плавленого кварцу (о), з вказівкою для нього систематичної (х) та межі випадкової (+) складової похибки. Чутливість методів дозволяє проводити дослідження зон структурних та фазових перетворень у матеріалах. На рис. 4б наведені температурні залежності теплоємності (Π) та температуропровідності (Δ) зразку з заліза-Армко у діапазоні температур 900-1300K, отримані методом вимірювання ТФХ.

ВИСНОВКИ.

1. Розроблені три оригінальних імпульсних методи вимірювання температуропровідності - а, теплоємності - С та теплопровідності - λ у діапазоні температур 300-1400K для матеріалів з $\lambda = 0.1-200 \text{Вт/мК}$ та відносною похибкою по а < 2%, С < 1.5-5%, λ < 6%, які по точності у даному температурному діапазоні перевищують існуючі аналогічні методи. Це досягнуто за рахунок зменшення впливу на точність вимірювання таких факторів як: кінцева тривалість та неоднорідність у поперечному перерізі теплового імпульсу, наявність теплових втрат з поверхні зразка.

2. Розроблені теоретичні основи нового імпульсного методу вимірювання ТФХ твердих матеріалів у діапазоні температур 300-1400K. Запропоновано використовувати наближений метод рішення прямої задачі нестационарної теплопровідності побудований на застосуванні інтегрального перетворення Лапласа та ортогонального методу Бубнова - Галеркіна.

3. З використанням цієї методики одержано розв'язок прямої та коефіцієнтної зворотної задачі теплопровідності у явному вигляді при різних крайових умовах на поверхнях плоского зразка.

4. На основі цих рішень розроблені:

- 1) спосіб експериментального визначення теплових втрат з поверхні зразка, який знаходиться у виміривальній комірці;
- 2) метод комплексного вимірювання ТФХ твердих матеріалів з $\lambda=0.1-200\text{Вт/мК}$, у діапазоні температур 300-1400К та відносною похибкою не більше 10% при критерії $B_{10} > 0.1$.

Основними перевагами розробленого метода є:

- 1) висока продуктивність, у 50 разів більше методу Паркера;
- 2) більш висока точність, ніж в існуючих аналогічних методів у заданому температурному діапазоні, внаслідок урахування теплових втрат з поверхні зразка.

Вдалось розробити для масових вимірювань ТФХ високопродуктивний метод, який розширює температурний діапазон до 1400К з похибкою не більше 10% без необхідності теплоізоляції зразка, що досліджується. Це дозволяє легко автоматизувати процес вимірювання та проводити його на широко розповсюджених установках для диференційного термічного аналізу, після незначного їх доопрацювання, з використанням відносно дешевого та загально доступного устаткування.

5. Проведен докладний аналіз методичних та інструментальних похибок з оцінкою їх систематичних та випадкових складових для всіх розроблених методів. Експериментально визначена відносна похибка вимірювання для розглянутих матеріалів наведеними методами у всьому вибраному температурному діапазоні не виходить за межі довірчого інтервалу, що підтверджує повноту та достовірність аналізу похибок вимірювання, а також ефективність методик попередньої обробки експериментальних даних та розрахунку ТФХ.

6. Розроблені оригінальні програми для мікро-ЕОМ для кількісного розрахунку відносної систематичної похибки вимірювання ТФХ та попередньої обробки експериментальних даних.

Основні положення дисертації опубліковано у наступних роботах:

І.Шведов Л.К., Барановский В.М. Установка для измерения температуропроводности ПЗМ методом теплового импульса в широком диапазоне температур. // Заводская лаборатория, 1990, №1 - с.46-47.

2. Шведов Л.К., Золотухин А.В. Методика расчета теплофизических характеристик исследуемого вещества в аппарате высокого давления с алмазными наковальнями. // Сверхтвердые материалы, 1992, №6 - с.17-19.

3. Золотухин А.В., Шведов Л.К. Измерение ТФХ материалов импульсным способом в широком диапазоне температур на установке для термического анализа. // Заводская лаборатория, 1993, №1 - с.35-36.

4. Zolotukhin A.V., Shwedow L.K. Measurement of the Thermophysical Characteristics of Materials by the Pulsed Method in a Wide. // Ind Lab-Engl Tr., 1993, v.59, №1 - p.52-54.

5. А.с. №1545149 СССР, МКИ G01 N25/18. Устройство для измерения коэффициента температуропроводности материалов. / Шведов Л.К., Барановский В.М., Кестельман В.Н. Опубликовано 23.02.90. Бюл. №7.

6. А.с. №1622143 СССР, МКИ G01 N25/18. Способ измерения температуропроводности. / Шведов Л.К., Барановский В.М., Кестельман В.Н. Опубликовано 23.01.91. Бюл. №3.

7. А.с. №1699828 СССР, МКИ G01 N25/18. Способ измерения теплоемкости материалов. / Шведов Л.К., Золотухин А.В. Опубликовано 7.11.91. Бюл. №41.

8. А.с. №1721491 СССР, МКИ G01N25/18. Способ измерения теплофизических характеристик материалов. / Шведов Л.К., Золотухин А.В. Опубликовано 23.03.92. Бюл. №11.

9. А.с. №1756809 СССР, МКИ G01N25/18. Способ измерения теплофизических характеристик материалов. / Шведов Л.К., Золотухин А.В. Опубликовано 23.08.92. Бюл. №31.

10. Шведов Л.К., Золотухин А.В. Измерение ТФХ алмазосодержащих материалов и пленок импульсным методом в широком диапазоне температур. // Всесоюзная конференция "Перспективы применения алмазов в электронике и электронной технике". Энергоатомиздат. Москва, 1991 - с.88.

11. Шведов Л.К., Лапинский В.В., Барановский В.М. Высокоточное регулирование высоких температур с малыми электрическими помехами в мощных электропечах сопротивления. // Депонировано в УкрНИИ НТИ №620-Ук89, от 27.02.89г.

12. Шведов Л.К., Барановский В.М. Динамические методы измерения теплофизических характеристик полимерных материалов в широком интервале температур. // Депонировано в УкрНИИ

НТИ №28-Ук.90, от 16.01.90г.

Із Шведов Л.К., Барановский В.М. Установка для импульсного измерения α, λ, C_p ПКМ в диапазоне температур 300-600К.
// Депонировано в УкрНИИ НТИ №1837-Ук.88, от 9.08.88г.

Шведов Л.К. Разработка импульсных методов измерения термофизических характеристик материалов.

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.11.04 - Приборы и методы измерения тепловых величин, Государственный университет "Львівська політехніка", Львов, 1994.

Защищается 8 научных работ и 5 авторских свидетельств, которые содержат теоретические и экспериментальные исследования новых импульсных методов измерения ТФХ. Установлено, что погрешность измерения не превышает 10% для материалов с теплопроводностью 0.1-200 Вт/мК в диапазоне температур 300 - 1400 К без необходимости теплоизоляции исследуемого образца.

Shwedov L.K. Development of pulse methods for measuring thermophysical properties of materials.

Dissertation for the degree of candidate of engeneering in 05.11.04 speciality - Devices and methods for measuring thermal quantities, State university "L'vivska politehnika", L'vov, 1994.

Eight research works and five author's certificates are defended, they contain theoretical and experimental studies of new pulse methods for measuring thermophysical properties. The measurement error does not exceed 10% for materials having thermal conductivity of 0.1-200 W/mK in the temperature range 300-1400 K without the need of heat insulation of the specimen under study.

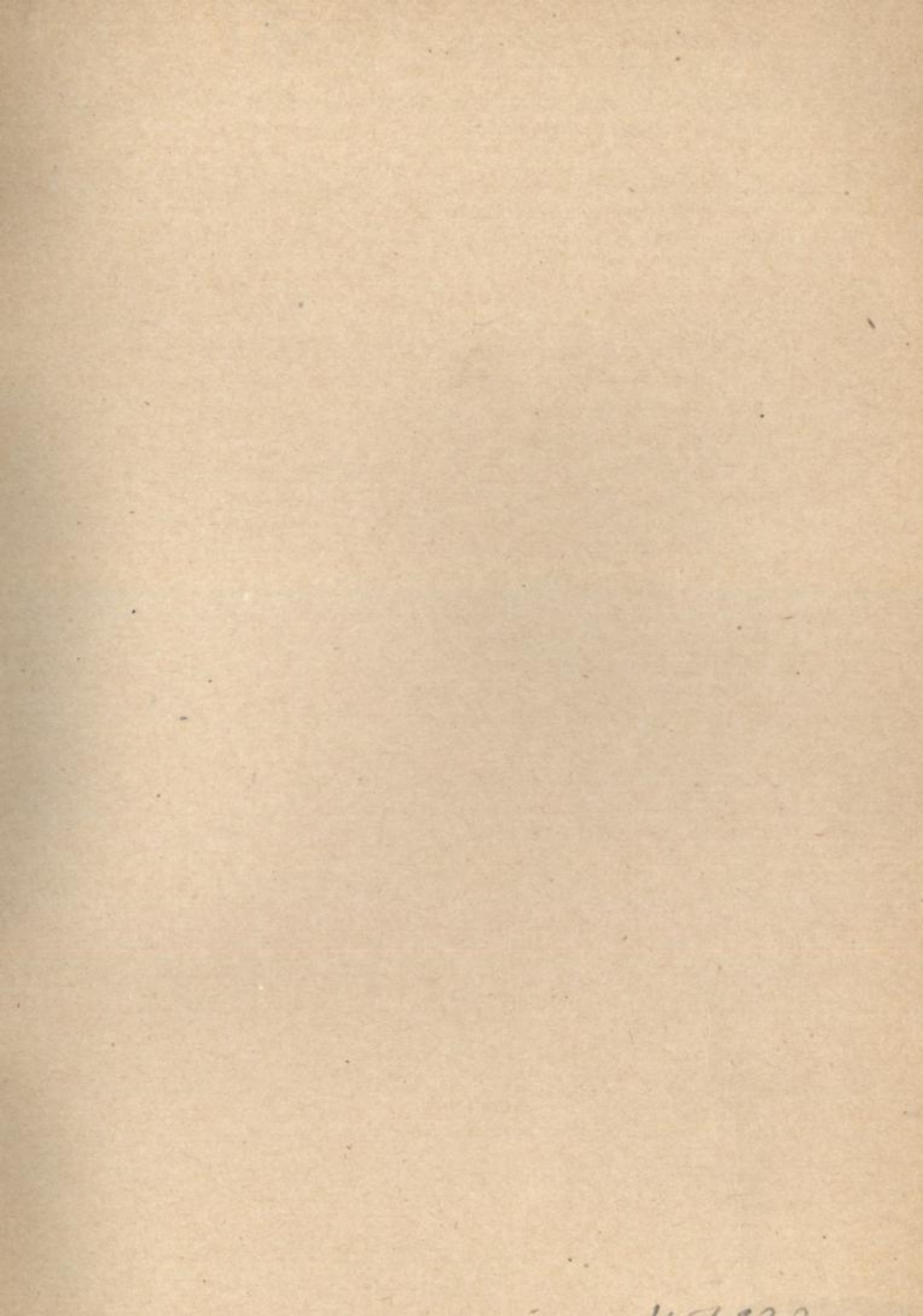
Ключові слова:

теплопровідність, температуропровідність, теплоємність, теплофізичні характеристики, коефіцієнтна зворотня задача.

Підписано до друку 22.06.94 р. Формат 60x90/16. Папір друкарський
Друк офсетний. Умовн. друк. арк. 2,0. Умовн. фарб.-відтиск 2,0.
Облік.-видавнич. арк. 1,8. Тираж 100. Заказ 022.

Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М.Бакуля НАН України
254074 Київ-74, вул. Автозаводська, 2

Фотографіє ІІЕМ НАН України



AB 31.119