

НАЦИОНАЛЬНАЯ АКАДЕМИЯ НАУК УКРАИНЫ  
ИНСТИТУТ ТЕХНИЧЕСКОЙ ТЕПЛОФИЗИКИ

На правах рукописи

Степкин Анатолий Александрович

СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ И РАЗРАБОТКА  
ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНЫХ, МОСТОВЫХ КАЛОРИМЕТРОВ  
С ТЕРМОЭЛЕКТРИЧЕСКИМИ И РЕЗИСТИВНЫМИ ЭЛЕМЕНТАМИ

Специальность 05.11.04 - Приборы и методы измерения  
тепловых величин

А в т о р е ф е р а т  
диссертации на соискание ученой степени  
кандидата технических наук



Киев - 1994 г.



00777217 (V)

Дисертація являється рукописом

робота виконана в Інституті технічної теплофізики НАН України і Інституті проблем енергосбереження НАН України.

Науний керівитель - доктор технічних наук, професор, член-корреспондент НАН України

**ГЕРАЩЕНКО О.А.**

Офіційні опоненти - доктор технічних наук, ст.научн.сотр. ТАРАСЕВИЧ В.Н.

- кандидат технічних наук, доцент РЕДЬКО В.Ф.

Ведущая організація - Інститут фізики НАН України

Защита состоится "20" декабря 1994 г. в 13 час. <sup>00</sup>

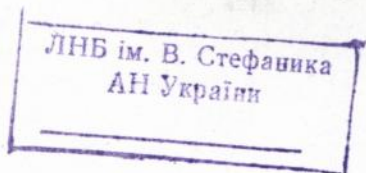
на заседании специализированного совета 016.43.02 по защите диссертаций в Институте технической теплофизики НАН Украины (252057, г.Киев-57, ул.Желябова,2а).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Института технической теплофизики НАН Украины.

Автореферат разослан "17" ноября 1994 г.

Ученый секретарь  
специализированного совета  
кандидат технических наук

*Кривошей* Ф.А.КРИВОШЕЙ



## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность проблемы. Большое значение в связи с современным развитием фундаментальных и прикладных областей науки и техники приобретают работы в измерительной технике. Важное место в измерительной технике занимает калориметрия - область науки, в которой измеряются количественные характеристики тепловых явлений, а также других процессов, связанных с ними. С помощью калориметров и микрокалориметров - разновидность калориметров, с помощью которых измеряют единицы ватт тепловой мощности, выделяемой или поглощаемой единицами грамм в единицах см<sup>3</sup> помещенного в микрокалориметр вещества, определяют теплоемкость, теплопроводность, количество теплоты, выделяющееся при изменении состояния, энтальпию, энтропию, изобарно-изотермический потенциал и пр. Калориметры и микрокалориметры применяются в физике, физической химии, химии, биологии и медицине, металлургии, радиозлектронике, радиационной дозиметрии и многих других областях науки и техники.

Несмотря на то, что в последние годы разработан целый ряд эталонных и образцовых калориметрических установок, до сих пор остаются не решенными некоторые проблемы создания рабочих (технических) калориметров и микрокалориметров, удовлетворяющих требованиям массовых технических измерений для разнообразных прикладных задач калориметрии по температуре, чувствительности, пороговой чувствительности, быстродействию, объемам ячейки, радиационной прозрачности и пр. с соответствующими метрологическими исследованиями и аттестацией, чему не удовлетворяют известные решения.

Все вышеперечисленные параметры калориметров зависят от способа ведения калориметрического опыта, теплофизических характеристик калориметра (характера его теплообмена с окружающей средой), типов датчиков температур и тепловых потоков, примененных в калориметрах, конструктивных особенностей калориметров.

Поэтому требуется уточнение классификации тепловых измерительных схем вообще и калориметров, в частности, по дифференциальным и дифференциально-мостовым (мостовым), физи-

чески, геометрически определить в них измерительные тепловые диагональ и ветви, разработать соответствующие калориметры, изучить, сравнить их параметры и свойства. Поэтому работа, направленная на решение этих задач, представляется актуальной и имеющей большое народнохозяйственное значение.

Важность ее отмечена в решениях Всесоюзного научно-технического семинара "Современное состояние теплофизического приборостроения (1979-1989гг., г.Киев, г.Севастополь).

Диссертационная работа выполнена в рамках плана тем НИР, проведенных по постановлениям Президиума АН УССР (номера Госрегистрации №72008158, №76043233), ряда коадогворов и соцдогворов ИТФ АН Украины.

Цель работы. Создать и исследовать ряд рабочих одиночных, дифференциальных и мостовых калориметров, в основном, микрокалориметров, как более компактных (в дальнейшем приставка "микро", как принято в специальной литературе, как правило, будет опускаться), пригодных для разнообразных задач лабораторных и производственных измерений в калориметрии: по температуре в широком спектре до 800°С, чувствительности, пороговой чувствительности, быстродействию, объемам ячеек, радиационной прозрачности и пр. с соответствующим метрологическим исследованием и аттестацией, чему не удовлетворяют известные решения, провести их сравнительный анализ, внедрить разработки в исследовательскую и производственную практику, определить их технико-экономические показатели.

Научная новизна работы заключается в том, что:

1. Уточнена классификация дифференциальных и дифференциально-мостовых (мостовых) тепловых измерительных схем вообще и калориметров в частности, по признаку наличия и физически, геометрически определенных, показанных в тепловых измерительных мостовых и дифференциальных схемах измерительных тепловых диагональ и ветвей.

2. Проведен анализ математических моделей калориметров по их параметрам, получены: а) условия линеаризации вольт-ваттной характеристики (постоянства чувствительности) в кондуктивных калориметрах типа Тиана-Кальве, б) вывод уточняющей поправки к формуле выделяющейся мощности (формула чувствительности) в необалансированных мостовых калориметрах.

3. Разработан ряд (двенадцать) одиночных, дифференциальных и дифференциально-мостовых (мостовых) технических (рабочих) калориметров и ПТП (преобразователь теплового потока или ДТП-датчик теплового потока) в температурном диапазоне 20-800°С и исследованы их параметры и свойства, проведен сравнительный анализ, даны рекомендации по их применению.

4. Создан и метрологически аттестован калориметрический стенд (установка) КУ-1 для широкого диапазона температур 20-700°С.

5. Разработаны и исследованы методики (и их оригинальные модификации) калориметрических измерений.

Автор защищает:

1. Уточнение классификации дифференциальных и мостовых тепловых измерительных схем и, в частности, калориметров по признаку наличия и физически, геометрически определенных в тепловых измерительных мостовых и дифференциальных схемах измерительных (т.е. с датчиками теплового потока или температуры) тепловых диагонали и ветвей.

2. Анализ математических моделей калориметров по их параметрам: а) условия линеаризации вольт-ваттной характеристики (постоянства чувствительности) в кондуктивных калориметрах, б) вывод уточняющей поправки к формуле выделяющейся мощности (формуле чувствительности) в несбалансированных мостовых калориметрах.

3. Разработку ряда (двенадцать) одиночных, дифференциальных и мостовых рабочих калориметров и ПТП на температурный диапазон 20-800°С, исследование их параметров и свойств, метрологическое исследование и сравнительный анализ, рекомендации по их применению.

4. Метрологически аттестованный калориметрический стенд КУ-1 для широкого диапазона температур 20-700°С.

5. Разработку, исследование методик калориметрических измерений и их модификаций.

Практическая ценность полученных результатов.

Разработан, исследован и внедрен комплекс калориметрической аппаратуры и методик калориметрических измерений, предназначенный для широкого практического применения:

- уточнена в результате проведенного анализа калориметров различных типов классификация дифференциальных и диффе-

ренциально-мостовых калориметров и вообще тепловых измерительных схем по признаку наличия и геометрически, физически определенных, показанных в тепловых измерительных мостовых и дифференциальных схемах измерительных тепловых диагонали и ветвей;

- получены в результате математического анализа условия линеаризации вольт-ваттной характеристики в кондуктивных калориметрах;

- уточнена расчетная формула выделяющейся мощности в несбалансированных мостовых калориметрах (выведена уточняющая поправка);

- разработаны двенадцать одиночных, дифференциальных, мостовых рабочих калориметров и ПТП на широкий температурный диапазон 20-800°С, проведено исследование их свойств и параметров при разных условиях, проведен их сравнительный анализ по параметрам и свойствам и метрологические исследования, выданы рекомендации: для каких измерений применять или создавать те или иные калориметры с той или иной вспомогательной, вторичной измерительной электронной аппаратурой;

- на базе наиболее универсального калориметра создана и внедрена калориметрическая установка КУ-1 для широкого диапазона температур 20-700°С. Проведена метрологическая аттестация этой установки;

- разработанные калориметры внедрены в практику научных исследований и промышленных измерений, разработаны и исследованы методики калориметрических измерений и их оригинальные модификации;

- материалы диссертации вошли в отчет о двух НИР, в том числе НИР/ИТТФ АН УССР; N:ГР76043233.- Киев, 1980, "Разработка теоретических и прикладных вопросов теплотрических мостов", выполненную по постановлению Президиума АН УССР от 20.11.75, N 398;

- разработанные калориметры внедрены и используются рядом предприятий страны: п/я Р-7291 (г. Москва), п/я В-8216 (г.Ташкент), ИТТФ АН Украины, "Тьменстройнефтегаз" и др. Исследованы технико-эксплуатационные характеристики калориметров и калориметрической установки и определен экономический эффект их использования. Суммарный экономический эффект от их внедрения, рассчитанный двумя организациями страны,

составляет 105 тыс.руб. в год в ценах 1988 года.

Достоверность полученных результатов подтверждается методиками калориметрических исследований, которые применяются в ряде организаций, результатами метрологических исследований разработанных калориметров, методик калориметрических измерений, результатами метрологической аттестации калориметрической установки КУ-1, сравнением параметров разработанных и существующих приборов и исследуемых с их помощью веществ и материалов.

Апробация работы и публикации. Основное содержание работы доложено на V Всесоюзной конференции по тепло- и массообмену (Минск, 1976г.), на VII, VIII, IX, X Всесоюзных научно-технических конференциях молодых ученых по теплопроводности и конвективному теплообмену одно- и двухфазных сред, теплотрии ( Киев, ИИТФ АН УССР, 1976г., 1977г., 1978г. и 1979г.), на Всесоюзной школе-семинаре "Исследование состава, строения и свойств мерзлых, промерзающих и оттаивающих пород с целью наиболее рационального проектирования и строительства ( Москва, 17-19 февраля 1981г.), на Всесоюзных научно-технических конференциях "Методы и средства теплофизических измерений" ( Киев, 1986г. и Севастополь, 1987г.). По теме диссертации опубликовано десять печатных работ и получено два авторских свидетельства на изобретения.

Объем работы. Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения, изложенных на 148 страницах машинописного текста, и содержит 49 рисунков, 11 таблиц и приложение. Список использованной литературы включает 219 наименований, в том числе 56 зарубежных.

#### СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Введение содержит обоснование актуальности проблемы исследования и общую характеристику проведенной работы.

В первой главе представлен аналитический обзор состояния отечественной и зарубежной калориметрии, сравнительный анализ разных типов калориметров по: методу проведения эксперимента, виду теплообмена между калориметрическим ядром и оболочкой, чувствительным элементам, конструктивным особенностям, назначению, метрологическим характеристикам (эталонные, образцовые, рабочие, или технические). Уточнена классифи-

кация дифференциальных и дифференциально-мостовых (мостовых) измерительных тепловых схем вообще и калориметров. в частности: следуя электрической аналогии под собственно дифференциальной схемой понимается параллельное соединение, в каждую тепловую ветвь которого ставятся приборы, регистрирующие тепловые потоки или разницу температур, а под "дифференциально-мостовой" (или просто "мостовой") схемой понимается схема, в которой датчики (измерители) разности температуры или теплового потока расположены в тепловой диагонали соединения (рис.1,2). Примером собственно дифференциальных калориметров являются классические дифференциальные калориметры типа Тиана-Кальве, где датчики теплового потока расположены между ячейкой и оболочкой каждого одиночного калориметра, а потом берется их разность, а дифференциально-мостовых (мостовых) - калориметры, где датчики разности температур (или теплового потока) расположены прямо между двумя ячейками, помещенными в одну оболочку. Соответственно электрической аналогии мостовые тепловые схемы и, в частности, калориметры могут быть сбалансированными и несбалансированными в зависимости от того, происходит или нет тепловая компенсация в контрольной ячейке относительно рабочей.

Во второй главе приводится анализ математических моделей кондуктивных (типа Тиана-Кальве) и несбалансированных мостовых калориметров, чаще всего разрабатываемых при создании рабочих (технических) калориметров по их параметрам и условиям линеаризации вольт-ваттной характеристики. Нами аналитически показано, что в кондуктивных (теплопроводящих) калориметрах линейность вольт-ваттной характеристики тем больше, а чувствительность тем стабильнее, чем больше теплопроводящая составляющая, что можно достигнуть заполнением всех зазоров в пространстве калориметрической ячейка-оболочка электроизолирующей засышкой или компаундом, т.е. образованием сплошной (без воздушных зазоров) вспомогательной стенки с исключением лучистой и конвективной составляющих теплообмена. Формулы чувствительности в общем случае теплообмена и исключительно теплопроводностью, следующие:

$$R^* = \frac{\alpha}{F_1 \epsilon_0 T^3 + F_2 \alpha + F_3 \left(\frac{R}{\delta}\right) \text{эфф}} \quad (1)$$

Схемы дифференциальных (а) и мостовых (б) ПТП (ДТП) (1) и калориметров (2)

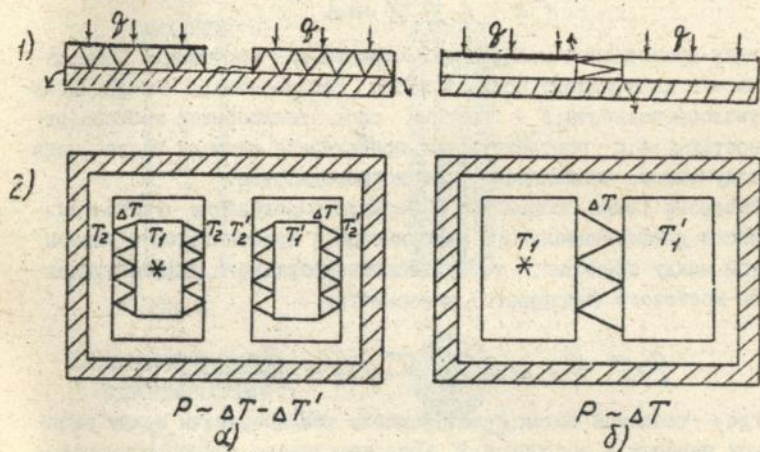
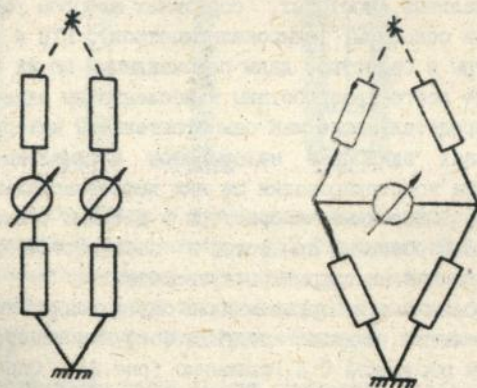


Рис. I

Эквивалентные тепловые схемы ДТП (ПТП) и калориметров



а/ дифференциальная схема,

б/ дифференциально-мостовая /мостовая/ схема

Рис. 2

$$R^{*'} = \frac{\alpha}{F_3' \left( \frac{\lambda'}{\delta} \right) \text{эфф}} \quad (2)$$

где  $\xi$  - приведенный коэффициент черноты;  $\delta$  - постоянная Больцмана;  $\alpha$  - коэффициент конвективного теплообмена;  $\lambda$  - коэффициент теплопроводности;  $\delta$  - толщина слоя теплообмена теплопроводностью;  $f_1; f_2; f_3$  - соответственно приведенные площади теплообмена излучением, конвекцией и теплопроводностью.

Выведена также поправка к формуле определения чувствительности дифференциального калориметра с чувствительным элементом между ячейками, т.е. несбалансированного дифференциально-мостового (мостового) калориметра

$$q_2 = K_{2-с\delta} (T_2 - T_1) \left( 1 - \frac{R_{1-с\delta}}{R_{2-1}} \right) \quad (3)$$

где  $q$  - тепловой поток;  $K_{2-с\delta}$  - коэффициент теплопередачи между рабочей ячейкой и оболочкой;  $T_2, T_1$  - соответственно температуры рабочей и контрольной ячеек,  $R_{1-с\delta}, R_{2-1}$  - тепловые сопротивления соответственно между 1-ой ячейкой и оболочкой и между рабочей и контрольной ячейками.

Множитель  $\left( 1 - \frac{R_{1-с\delta}}{R_{2-1}} \right)$  является поправкой к общеизвестной формуле определения чувствительности и теплового потока.

В третьей главе разработан ряд из двенадцати одиночных, дифференциальных, мостовых, созданных автором рабочих калориметров (в основном, микрокалориметров), ПП и исследованы их параметры и свойства, даны рекомендации по их применению.

Прежде всего разработаны и исследованы одиночные калориметры, представляющие как самостоятельный интерес (в некоторых случаях одиночные калориметры оптимальны), так и с точки зрения конструирования из них дифференциальных и мостовых схем. Одиночные калориметры и датчики теплового потока, отличаются большей простотой и соответственно дешевой. Исследованы их параметры и свойства.

Разработана и исследована для определения теплоемкости и тепловыделений модель кондуктивного калориметра с теплометрической оболочкой О.А.Герашенко (рис.3). Определены параметры калориметра при разной плотности (шаге) навивки  $n$ , при ее возрастании растет чувствительность  $R^{*}$ . Автором иссле-

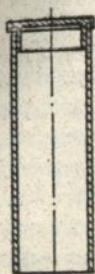


Рис.3

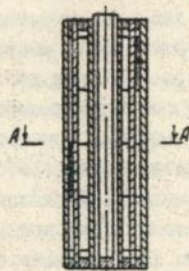


Рис.5

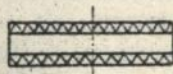


Рис.4

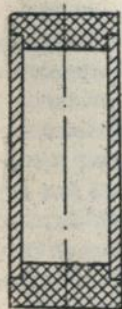


Рис.6



Рис.7



Рис.8



Рис.9

Рис.3. Схема калориметра с теплотметрической оболочкой Геращенко О.А.

Рис.4. Кондуктивный калориметр с ДПГ Геращенко О.А.

Рис.5. Высокотемпературный термоэлектрический калориметр БКТЭ-1

Рис.6. Термоэлектрический высокотемпературный калориметр БКТЭ-4

Рис.7. Высокотемпературный датчик теплового потока термопарный  
ВДТП

Рис.8. Высокотемпературный датчик теплового потока резистивный  
ВДТР

Рис.9. Адиабатический калориметр АК-1

довано влияние на характеристики калориметра заполнения высокотемпературным клеем теплотметрической оболочки. При этом  $\tau$  уменьшается на 10%, а чувствительность уменьшается на 5,5-6%. (Т.к. разработанные микрокалориметры регистрируют единицы ватт выделяемой или поглощаемой тепловой мощности здесь и для последующих микрокалориметров градуировки проведены от 0 до 5 Вт). Впервые определенная для этих калориметров, пороговая чувствительность<sup>3</sup>, определяемая как отношение тэdc тепловых возмущений на выходе калориметра<sup>6</sup> при отсутствии полезной измеряемой тепловой мощности к чувствительности<sup>4</sup>, порядка  $2 \cdot 10^3$  Вт. Погрешность этих калориметров и последующих при определении квазистационарных процессов тепловыделения и теплоемкости определена согласно ГОСТ 11.002; 11.008; 8.009; 8.207; МИ 115-77. Она равняется  $\delta=1,3\%$  при измерении тепловыделения. Калориметр выгодно отличается большая величина соотношения теплоемкости исследуемого образца к теплоемкости собственно калориметра, что снижает погрешность при определении теплоемкости веществ, помещенных в калориметр. Погрешность при измерении теплоемкости 2,5%.

Для определения теплоемкости и влагосодержания мералых грунтов, а также исследования характеристик калориметров этого типа создан и испытан кондуктивный калориметр (рис.4) с датчиками теплового потока О.А.Герашенко. Калориметр содержит пустотелый цилиндрический корпус из оргстекла, в торцы (дно и крышку) вклеены датчики теплового потока. При работе в области умеренных температур (от 20 до 250°С), то есть в области надежной работы гальванических термопар, такие калориметры являются наиболее технологичными и предпочтительными.

Для диапазона 20-700°С создан кондуктивный квазиизотермический типа Тиана-Кальве высокотемпературный термоэлектрический калориметр ВКТЭ-1 (рис.5). Он содержит капсулу, вставляемую в ячейку (внутреннюю оболочку), двадцать сварных термопар хромель-алюмель  $\varnothing$  0,5 мм в кварцевом каркасе-экране. Автором исследованы характеристики калориметров без заполнения пространства между ячейкой и оболочкой, и с заполнением теплопроводящим электроизолирующим порошком  $Al_2O_3$ . Без заполнения чувствительность калориметра при 20°С равна 4,25 мВ/Вт, постоянная времени  $\tau=300$ с., пороговая чувстви-

тельность не хуже  $5 \cdot 10^{-4}$  Вт. При изменении подводимой калибрующей мощности от 1 до 5 Вт чувствительность падает на 17%. При заполнении пространства ячейка-оболочка его термическое сопротивление уменьшается, чувствительность соответственно падает до 1,92 мВ/Вт, постоянная времени уменьшается до 160с, пороговая чувствительность не хуже  $5 \cdot 10^{-4}$  Вт, а вольт-ваттная характеристика линеаризуется. При изменении калибрующей мощности от 1 до 5 Вт чувствительность падает всего на 3,5%. В линеаризации вольт-ваттной характеристики большую роль играет при этом устранение радиационной и конвективной составляющих теплопереноса от ячейки к оболочке. ЕКТЭ-1 значительно дешевле своих аналогов. Такие калориметры можно применять также в дифференциальной схеме.

Для калориметрических измерений был разработан и создан простой и дешевый теплопроводящий квазизотермический термоэлектрический калориметр ЕКТЭ-4 (рис.6). Конструктивно он состоит из корпуса в виде полого цилиндра из нержавеющей стали (  $\varnothing$ внеш.32 мм,  $\varnothing$ внутр.25 мм, высота  $h=70$  мм), на внутреннюю и внешнюю поверхность которого наварена никелевая фольга толщиной 0,05 мм с помощью контактной сварки. Тем самым образована цилиндрическая дифференциальная термопара, служащая интегральным датчиком теплового потока. В перспективе этот калориметр можно применять до  $700^{\circ}\text{C}$  и для измерения больших энерговыделений.

Для измерения тепловых потоков в широком температурном диапазоне и для исследования характеристик датчика теплового потока с вспомогательной стенкой со сварными термопарными чувствительными элементами в целях самостоятельного применения и применения в замкнутой форме в калориметрах нами был создан и исследован высокотемпературный (до  $1000^{\circ}\text{C}$ ) термопарный плоский датчик теплового потока ВДПТ (рис.7). Аналогичные датчики по принципу вспомогательной стенки и гальванической термопары созданы и исследованы О.А.Герашенко. Они имеют прекрасные характеристики, но при температурах свыше  $250^{\circ}\text{C}$  происходит интенсивная высокотемпературная диффузия гальванослоя в подложку и подложки в гальванослой, что приводит к непредсказуемым изменениям чувствительности и невозможности измерений, а затем и к выходу из строя датчика из-за высокотемпературной коррозии. В данном датчике гальва-

ническое покрытие каждого полувитка заменено сваркой (наваркой) на одну высокотемпературную проволоку отрезков другой высокотемпературной проволоки на каждый полувиток. На рис.7 изображена конструкция датчика (преобразователя) теплового потока. В диапазоне тепловых потоков от 500 до 4500 Вт/м<sup>2</sup> коэффициент датчика  $K = \frac{R}{R_0} = 1950 \text{ Вт/м}^2 \text{ мВ}$  при 20°С сохранялся постоянным после многократных прогревов до 1000°С. Т.о. данный ДТП имеет хорошие перспективы для использования его на высоких температурах до 1000°С.

Для измерений в том же диапазоне и тех же целей нами создан и исследован высокотемпературный (до 700°С) резистивный плоский датчик теплового потока ВДТПР (рис.8). В нём также реализован принцип вспомогательной стенки, которая как и вся матрица датчика, изготовлена из огнеупорного материала - слюдоситалла. Разность температур на её гранях при прохождении теплового потока регистрируется с помощью терморезистивных проволочных элементов. При напряжении питания 13 В в диапазоне потоков от 500 до 4500 Вт/м<sup>2</sup> при 20°С коэффициент  $K = 17 \text{ Вт/м}^2 \text{ мВ}$  сохранялся постоянным после многократных прогревов до 700°С, что свидетельствует о его возможном применении до 700°С.

Для измерения интегральных тепловыделений и теплоёмкости веществ нами разработан адиабатический калориметр АК-1 (рис.9), в котором происходит тепловое интегрирование сигнала. От аналогов этот калориметр отличается простотой и технологичностью исполнения. В нём разработана одна активная адиабатическая оболочка. Внутри этой оболочки с тугой посадкой вставлена ячейка с навитым на неё медным проводом ( $\varnothing 0,003 \text{ мм}, R = 87 \text{ Ом}$ ), служащим нагревателем и одновременно резистивным термометром.

Градуировочный калориметр ГК-1 (рис.10) создан для градуировки датчиков теплового потока. Он состоит из подставки, играющей роль теплостака, градуировочного нагревателя и адиабатической оболочки. Применённые материалы позволяют использовать ГК-1 до 700°С.

Разработаны два дифференциальных калориметра: калориметр КТЗ-3 типа дифференциальных (двойных) кондуктивных калориметров Кальве с термоэлектрическими чувствительными элементами и калориметр ВРДХ-2, где принцип дифференциального

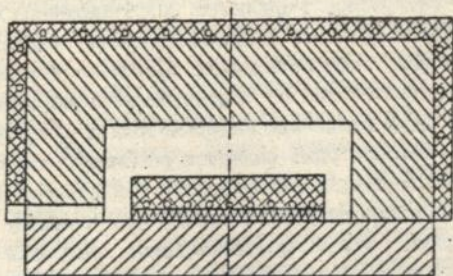


Рис. 10

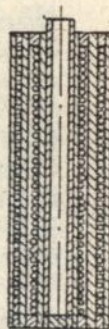


Рис. 11

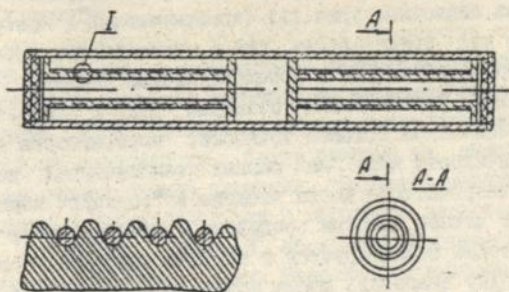


Рис. 12

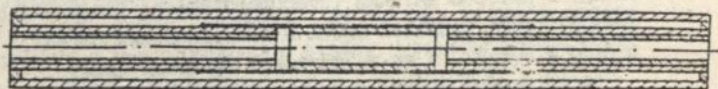


Рис. 13

Рис. 10. Градуировочный калориметр ГК-1

Рис. 11. Одиночный калориметрический элемент высокотемпературного резистивного дифференциального калориметра РДК-2

Рис. 12. Схема дифференциально-мостового высокотемпературного калориметра РДК-1 с резистивными чувствительными элементами.

Рис. 13. Высокотемпературный термоэлектрический мостовой калориметр БТЕ-2.

кондуктивного (теплопроводящего) калориметра реализован с помощью терморезистивных элементов.

Калориметр КТЭ-3, являющий собой дифференциальную модификацию описанного выше одиночного кондуктивного калориметра с гальванической батарейной термопарой О.А.Герашенко, создан для измерения тепловыделений радиоэлектронных элементов и схем и тепловыделений, сопровождающих различные другие эффекты при температуре 20-150°С. Экспериментально выявлено, что при включении двух одиночных калориметров в дифференциальную схему, при которой один является рабочим, а второй - контрольным, компенсационным калориметром-свидетелем, амплитуда тепловых возмущений снижается втрое, что улучшает пороговую чувствительность втрое. Соответственно, основная относительная погрешность уменьшается втрое. Это является важным качеством при прецизионных измерениях.

Резистивный дифференциальный калориметр ВРДК-2 содержит два одиночных (рис.11) (измерительный и контрольный), каждый из них представляет собой как бы терморезистивный датчик теплового потока с вспомогательной стенкой, свернутый в цилиндр. Существенным отличием ВРДК-2 является то, что для обеспечения большей точности, корректности измерений и устойчивости нуля на разных температурах все четыре плеча электрического моста введены в "горячую" измерительную зону. Все четыре катушки соединены в электрическую мостовую схему, которая балансируется с помощью подстроечного сопротивления. В одну диагональ моста подводится напряжение постоянного тока, другая диагональ моста измерительная. Важно отметить, что ВРДК-2 электрически соединенный, как электрический мост, в тепловом отношении являет собой чистую дифференциальную схему, в которой датчики (преобразователи) теплового потока, преобразующие тепловой поток в электрический сигнал, расположены в ветвях, а не в диагонали тепловой схемы.

В настоящей работе разработаны и исследованы дифференциально-мостовые, или просто мостовые, калориметры: ВРДК-1 с терморезистивными чувствительными элементами и ВКТЭ-2 с термоэлектрическими чувствительными элементами. Существенным отличием этих калориметров является то, что датчик теплового потока расположен в диагонали, а не в ветвях теплового соединения. В этих калориметрах измеряется разность среднеинтег-

ральных температур рабочей и контрольной ячеек или тепловой поток между ними. Они радиационно прозрачны.

Высокотемпературный до  $800^{\circ}\text{C}$  радиационный дифференциальный калориметр ВРДК-1 (рис.12) был создан, в основном, для радиационной калориметрии ядерных реакторов, но может быть использован и для других традиционных калориметрических измерений. Две ячейки в оболочке расположены соосно. Стенки калориметра тонкие и радиационно прозрачны. Сначала была изготовлена и исследована низкотемпературная модель этого калориметра. Калориметр имеет вольфрамовые терморезистивные элементы - проволочные намотки на боковой поверхности кварцевых ячеек калориметра, которые соединены в электрическую мостовую схему. В диапазоне тепловых потоков от 0,2 до 4 Вт наблюдается линейная зависимость сигнала калориметра от мощности энерговыделения, нелинейность  $\ll 1\%$ , линейная зависимость существует также между чувствительностью и напряжением питания мост калориметра.

Для работы при температурах до  $800^{\circ}\text{C}$  был изготовлен подобный калориметр (рис.12) с платиновыми терморезистивными элементами - проволокой, которая намотана на калориметрические ячейки, имеющие форму полых цилиндров с однозаходной профильной резьбой на поверхности, изготовленные из жаропрочной керамики на основе оксида алюминия. Нарезная канавка применена для надежной электроизоляции и хорошего теплового контакта витков с ячейкой. Внешней оболочкой калориметра служит тонкостенная фарфоровая трубка. Зависимости выходного напряжения от теплового потока и напряжения питания линейны, т.е. нелинейность менее  $1\%$ .

Мостовой калориметр ВКТЭ-2 (рис.13) содержит батарею из восьми сварных хромель-алюмелевых  $\varnothing 0,5$  мм термопар, по которым тепловой поток перетекает из рабочей ячейки в соосно расположенную с ней контрольную ячейку, температура которой отражает температуру оболочки, т.е., окружающей среды. Исследованы характеристики калориметров при  $20^{\circ}\text{C}$  без заполнения пространства между ячейками и с заполнением порошком оксида алюминия  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , что линеаризует вольт-ваттный характеристику. Калориметр является радиационно прозрачным и может поэтому применяться в радиационной калориметрии. Как правило, это присуще всем мостовым калориметрам из-за довольно тонкой

стенки калориметра, которая к тому же вносит минимальные искажения в тепловых измерениях. Примененные материалы дают возможность использования ВКТЭ-2 до  $700^{\circ}\text{C}$ . Следует отметить, что мостовые калориметры по сравнению с дифференциальными, как правило, имеют большую чувствительность, но уступают им в погрешности и постоянной времени (быстродействию) (см. таб. 1).

В четвёртой главе разработана на базе универсального в широком температурном диапазоне калориметра ВКТЭ-1 калориметрическая установка КУ-1, предназначенная для измерения тепловых выделений и поглощений и теплоёмкости разных материалов в температурном диапазоне  $20^{\circ}\text{C}$ - $700^{\circ}\text{C}$ . В установке нами создано оригинальное нагревательное устройство - печь-термостат. В нём путём дозированной свободной конвекции воздуха, поступающего в печное пространство и омывающего термостатирующий калориметрический блок и регулирования мощности нагревателя с помощью высокоточного регулятора температуры ВРТ-3 с пропорциональным режимом регулирования достигнута возможность поддержания изотермичности калориметрического блока с погрешностью не более  $0,25\text{ K}$  в диапазоне температур от  $20^{\circ}\text{C}$  до  $1000^{\circ}\text{C}$ . Проведена градуировка по мощности энерговыделения. Проведена метрологическая аттестация установки при измерении мощности энерговыделений. Полученные характеристики этой рабочей установки находятся на уровне образцовых калориметрических установок при значительной дешевизне и экономическом эффекте.

В пятой главе описаны прикладные вопросы использования результатов и их экономическая эффективность, описаны некоторые аспекты применения разработанных калориметров, оригинальных методик измерений, их модификаций.

В первом параграфе приведены результаты исследования модификации методики Кальве по определению теплоёмкости по интегрированию "кривых возврата". Отличие состоит в том, что в настоящей работе измерения проведены в одиночном, а не в дифференциальном теплопроводящем калориметре. Определена относительная погрешность методики, равная  $\delta = 4\%$ . Сравнивая описанное определение с определением теплоёмкости на подобных дифференциальных калориметрах, имеющих  $\delta = \pm(1,5-2)\%$ , можно сделать вывод, что применение одиночного калориметра вместо

дифференциального приводит к увеличению погрешности в 2:2,5 раза (именно во столько пороговая чувствительность одиночного теплопроводящего калориметра КТЭ-3, описанного выше, уступает дифференциальному). Это приемлемо при некоторых технических измерениях, тем более, что одиночные калориметры гораздо более просты и дешевы.

Исследована модификация той же методики Кальве на установке КУ-1, при которой ступенька температуры у заданной изотермы обеспечивается не внутренним нагревателем калориметрической ячейки, а высокоточным регулятором температуры ВРТ-3 и нагревателем на всем калориметрическом блоке.

Описано применение разработанного в данной работе теплопроводящего калориметра для измерения количества незамерзшей воды в мерзлых грунтах районов Севера Западной Сибири.

Приведено применение созданного в работе радиационного калориметра ВРДК-1 для измерений мощности потока радиационного излучения в ядерных реакторах.

Разработанные приборы внедрены в измерительную практику предприятий. Суммарный экономический эффект от их применения, рассчитанный двумя организациями страны (п/я В-8216 г. Ташкент и ИТФ АН УССР) составляет 105 тыс.руб. в год в ценах 1988г.

#### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Проведен анализ известных калориметров различных типов. Уточнена классификация дифференциальных и дифференциально-мостовых (мостовых) калориметров.

2. Проведен анализ математических моделей калориметров по их параметрам: проведен анализ условий линеаризации вольт-ваттной характеристики (постоянства чувствительности) в кондуктивных калориметрах, уточнение расчетных формул (вывод уточняющей поправки) выделяющейся мощности (формула чувствительности) в несбалансированных мостовых калориметрах.

3. Разработаны двенадцать одиночных, дифференциальных и мостовых рабочих калориметров, микрокалориметров и ИТП на широкий температурный диапазон 20-800°С. Проведено исследование их свойств и параметров при разных условиях, проведен их сравнительный анализ по параметрам, выданы рекомендации - для каких измерений применять или создавать те или иные ка-

лориметры с той или иной вспомогательной, вторичной измерительной электронной аппаратурой.

4. На базе наиболее универсального по температурному диапазону калориметра ВКТЭ-1 создана метрологически аттестованная калориметрическая установка (калориметрический стенд) КУ-1 для широкого диапазона температур 20-700°С. Получены результаты метрологической аттестации этой установки.

5. Разработанные калориметры внедрены в практику научных исследований и промышленных измерений, разработаны и исследованы методики, их оригинальные модификации калориметрических измерений.

6. Разработанные калориметры внедрены и используются рядом предприятий страны. Исследованы технико-эксплуатационные характеристики калориметров и калориметрической установки и определен экономический эффект их использования. Суммарный экономический эффект от их внедрения, рассчитанный двумя организациями страны, составляет 105 тыс.руб. в год в ценах 1988г.

Материалы диссертации вошли в отчет о НИР/ИТФ АН УССР; № ГР76043233. - Киев, 1980 "Разработка теоретических и прикладных вопросов теплотрических мостов".

Таким образом, всё это позволяет сделать вывод о том, что разработанный комплекс калориметрической аппаратуры и методик калориметрических измерений исследован, внедрён и может эффективно использоваться для научных исследований и массовых практических измерений.

#### СПИСОК ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. Стёпкин А.А. Исследование параметров и характеристик микрокалориметров // Методы и средства теплофизических измерений: Тез. докл. Всесоюз. науч. конф. - Севастополь, 17-19 сент. 1987г. - М., 1987. - С.87А.

2. Стёпкин А.А. Калориметры для определения теплоёмкости // Исследование процессов тепло- и массопереноса. - Киев: Наукова думка, 1979. - С.107-110.

3. Стёпкин А.А. Современное состояние отечественной калориметрии. - Киев: Общество "Знание" Украинской ССР, 1981. - 29 с.

4. А.с.968163 СССР, МКИ Е 02 Д 1/00. Способ определения количества незамерзающей воды в мерзлых грунтах / Э.Д.Ершов, Ю.С.Даниэлян, П.А.Яницкий, В.Н.Галиева, А.А.Стёпкин (СССР).- 4с.:ил.

5. Даниэлян Ю.С., Яницкий П.А., Стёпкин А.А., Галиева В.Н. Изучение фазового состава влаги в дисперсных грунтах // Исследование состава, строения и свойств мерзлых, промерзающих и оттаивающих пород с целью наиболее рационального проектирования и строительства: Тез. докл. Школы-семинара.- М., 17-19 февр. 1981г.- М., МГУ, 1981.- С.31-32.

6. А.с.1323869 СССР, МКИ<sup>3</sup> G 01 K 17/00. Калориметр / О.А.Герашенко, А.А.Стёпкин (СССР).- 2с.:ил.

7. Стёпкин А.А. Теплопроводящие изотермические калориметры // Теплообмен в трубах и каналах.- Киев: Наукова думка, 1978.- С.106-109.

8. Стёпкин А.А. Особенности разработки, методики измерений и эксплуатации теплопроводящих и адиабатических калориметров // Теплообмен в одно- и двухфазных средах.- Киев: Наукова думка, 1981.- С.116-119.

9. Стёпкин А.А. Градуировочный калориметр // Теплообмен в трубах и каналах.- Киев: Наукова думка, 1978.- С.120-121.

10. Стёпкин А.А. Высокотемпературные калориметры и датчики теплового потока // Теплопроводность и конвективный теплообмен.- Киев: Наукова думка, 1977.- С.46-49.

11. Герашенко О.А., Стёпкин А.А. и др. Новые средства и методы теплотрического контроля // Тепломассообмен - в: Материалы в Всесоюзной конференции по тепло- и массообмену.- Минск, 1976г.- Киев: Наукова думка, 1976.- С.3-12.

12. Герашенко О.А., Стёпкин А.А., Карпенко В.Г. Высокотемпературный микрокалориметр с резистивными чувствительными элементами // Теплофизика и теплотехника.- 1977.- вып.32.- С.70-75.

13. Разработка теоретических и прикладных вопросов теплотрических мостов: Отчёт о НИР/ИТФ АН УССР; Руководитель Герашенко О.А.- №ГР76043233.- Киев, 1980.- 168с.

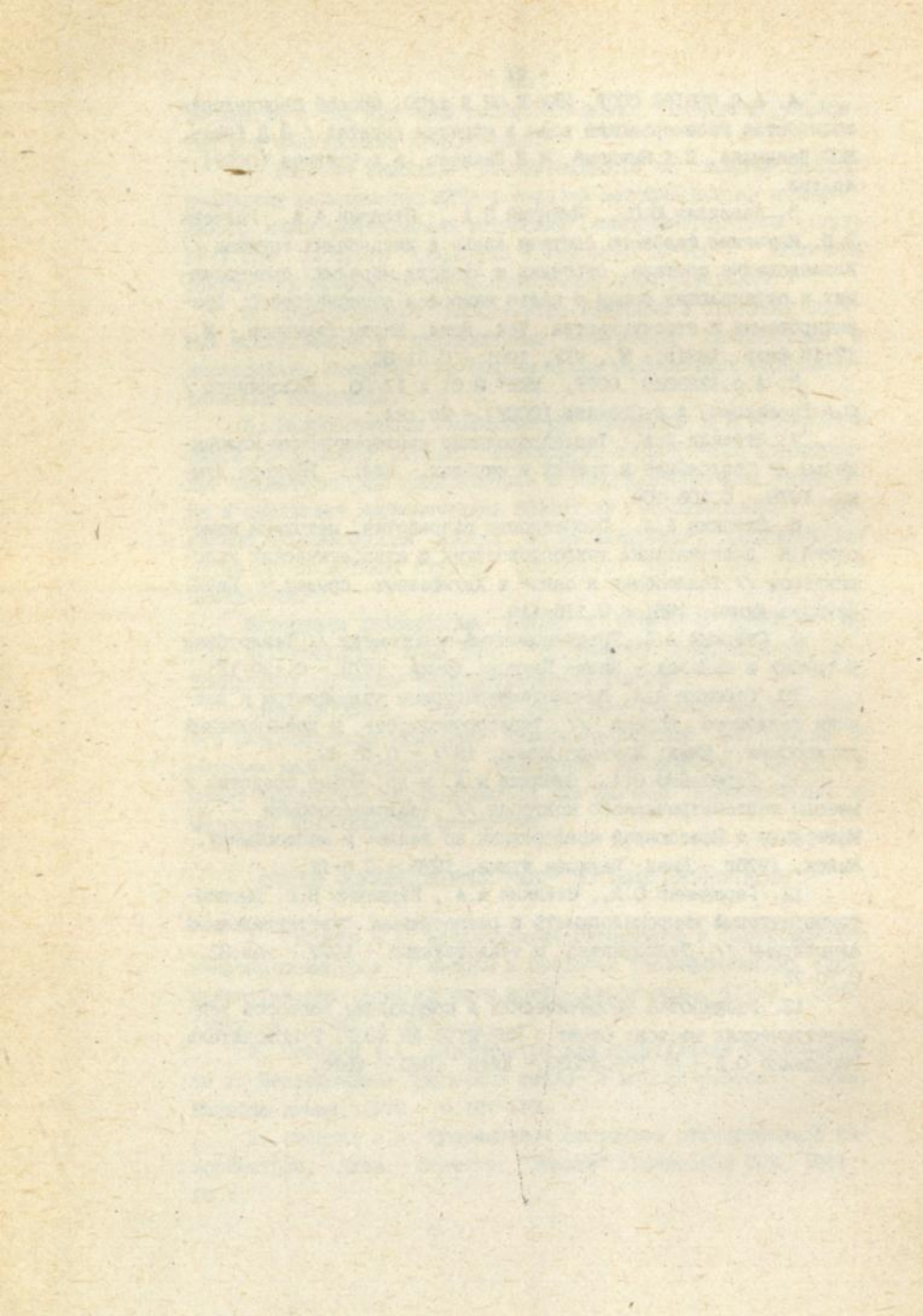
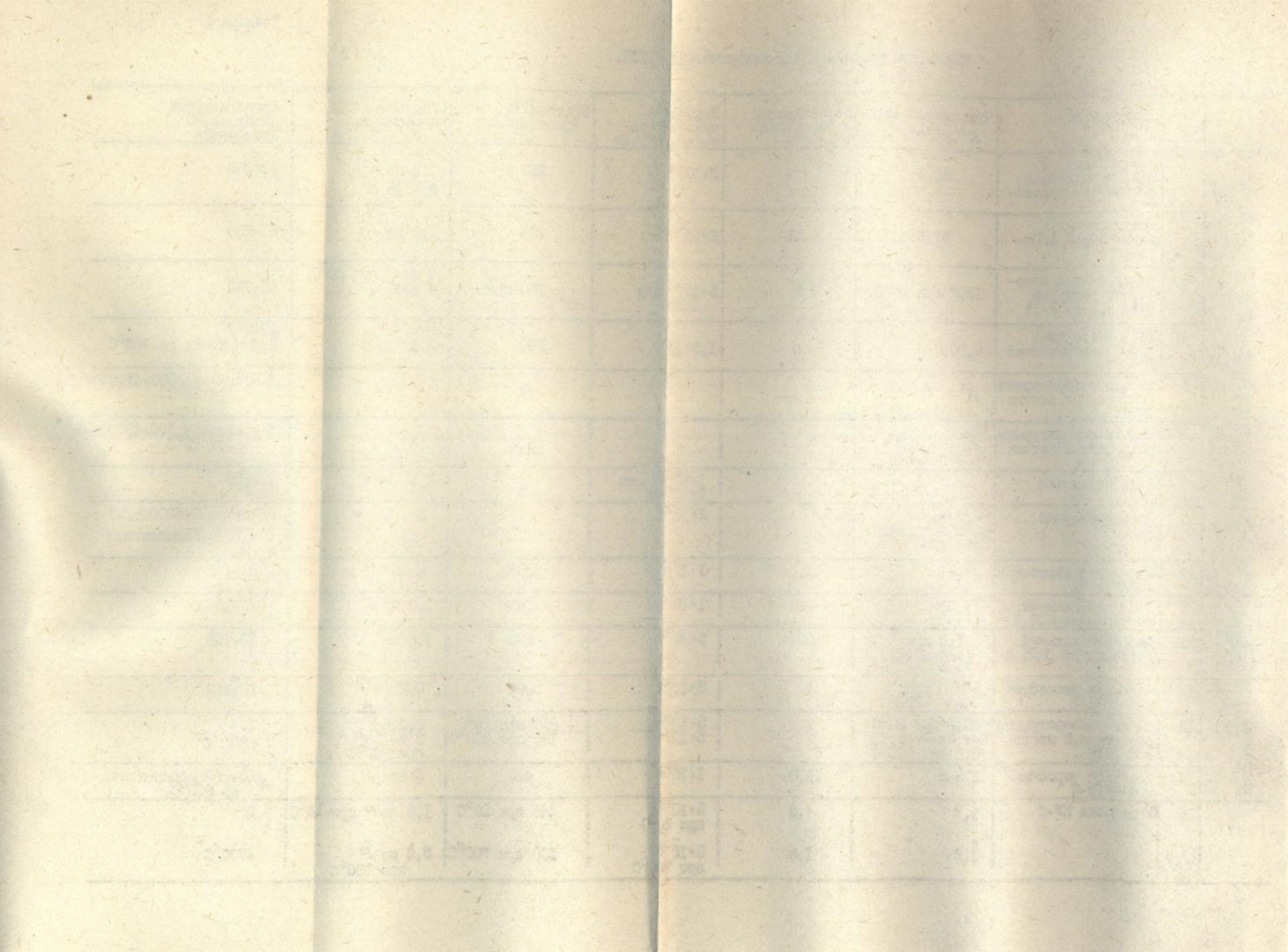


Таблица I

Параметры разработанных калориметров и ДТП.

№ пп	Калориметры	Чувствительность $K^*$ , мВ/Вт	Нелинейность в диапазоне 0-5 Вт, %	Пороговая чувствитель- ность, $Z^*$ , Вт	Постоянная времени, T, с	Основная погрешность, %	Температурный диапазон, °C. Примечания	
ОДИНОВНЕ	1	Кондуктивный с теплометрической оболочкой Геррачен- ко О.А.	32,0	I	$2 \cdot 10^{-3}$	225	1,3 по $P$ 2,5 по $C$	20+250
	2	Кондуктивный с датчиками О.А.Ге- раченко	81,654	0,58	$2 \cdot 10^{-3}$	105	1,3 по $P$	20+250
	3	Кондуктивный высо- котемпературный ИКТ-1(и в ИУ-1)	1,92 при 20°C	3,5	$5 \cdot 10^{-4}$ при 20°C	20°C 160 при	1 по $P$ при 20°C 4 по $C$	20+700
	4	Теплопроводящий термоэлектрический ВТЭ-4	0,0057	22,4	$1,5 \cdot 10^{-2}$	220	2,1 по $P$	20+250 Перспективы до 700°C
	5	Высокотемпературный термопарный датчик ВНПТ	$K = 1/R^2 =$ $= 1950 \text{ Вт/м}^2 \text{ мВ}$	I		16	5	В диапазоне 500+4500 Вт/м <sup>2</sup> при 20°C
	6	Высокотемпературный резистивный датчик ВРПР	$K = 1/R^2 =$ $= 17 \text{ Вт/м}^2 \text{ мВ}$	I		5,4	5	В диапазоне 500+4500 Вт/м <sup>2</sup> при 20°C
	7	Адиабатический АК-1			$1 \cdot 10^{-4}$ мк или $1 \cdot 10^{-4}$ Вт		2,5 по $C$	20+150
	8	Градуировочный ГК-1	0,007 адиабатической оболочки		$2 \cdot 10^{-2}$		5	Диапазон 0+5000 Вт/м <sup>2</sup> 20+150°C Перспективы до 700°C
	9	Одиночный термопар- ный КТЭ-3	21,31	2,2	$3 \cdot 10^{-2}$	335	5 по $P$	20+150
дифферен- циальные	10	Дифференциальный термопарный КТЭ-3	21,31	2,2	$1 \cdot 10^{-2}$	365	1,7 по $P$	20+150
	11	Дифференциальный резистивный ВРДК-2	203,0 при $U_{пит.} = 14 \text{ В}$ $I_{изм.} = 14,2 \text{ мА}$	5	$5 \cdot 10^{-2}$	200	1,8 по $P$	20+150
мостовые	12	Мостовой резистив- ный ВРДК-1	563,0 при $U_{пит.} = 20 \text{ В}$	I	$5 \cdot 10^{-2}$	300	0,2 по $P$	20+150
	13	Высокотемпературный резистивный мосто- вой ВРДК-1	60,0 при 20°C при $U_{пит.} = 5,6 \text{ В}$ 10,0 при 800°C	I — I —	$5 \cdot 10^{-2}$ — $5 \cdot 10^{-3}$ —	280 при 20°C 130 при 800°C	0,2 по $P$ 3 по $P$ при 800°C	20+ +800°C
	14	Мостовой термопар- ный ВТЭ-2	1,348	19,8	$1 \cdot 10^{-3}$	490	3 по $P$	20+150 Перспектива до 800°C
	15	Установка КУ-1	1,7 1,2	1,5 1,5	$5 \cdot 10^{-2}$ при 20°C $5 \cdot 10^{-3}$ при 700°C	240 при 20°C 130 при 700°C	1,0 по $P$ при 20°C 5,0 по $P$ при 700°C	20+ +700°C



Подписано к печати 13.07.1994г. Формат 60x84/16  
Бумага офсетная Усл.-печ.лист, 10 Уч.-изд.лист 10.  
Тираж 100. Заказ 365.

---

Полиграф. уч-к Института электродинамики АН Украины,  
252057, Киев-57, проспект Победы, 56.

455066

AB 31.321

**AB 31.321**