



Анатичук Л.І.

**ДОСЛІДЖЕННЯ ВПЛИВУ
ВИПРОМІНЮВАННЯ НА ТОЧНІСТЬ
ВИМІРЮВАННЯ ТЕПЛОПРОВІДНОСТІ
АБСОЛЮТНИМ МЕТОДОМ**

*Анатичук Л.І., Лисько В.В.
(Інститут термоелектрики, вул. Науки, 1,
Чернівці, 58029, Україна)*



Лисько В.В.

- *Наведено результати комп'ютерного моделювання теплообміну випромінюванням між елементами конструкції вимірювальної установки та зразком при визначенні теплопровідності абсолютним методом. Визначено похибки, зумовлені випромінюванням, залежно від ступенів чорноти зразка, радіаційного екрана, нагрівників зразка й екрана та термостата, а також від відстані між екраном та зразком. Визначено умови мінімізації впливу випромінювання на точність вимірювання теплопровідності.*

Вступ

Точне визначення властивостей термоелектричних матеріалів важливе для розробки якісних термоелектричних пристроїв. Крім того, для покращення якості самих матеріалів необхідно мати чіткий зв'язок між технологічними діями при отриманні матеріалів та одержаними параметрами. Наявні способи визначення основних термоелектричних властивостей матеріалів (теплопровідності, електропровідності і термоЕРС) недостатньо точні. Сумарна похибка у визначенні добротності відомими методами може перевищувати 10%, що не робить можливим розв'язувати матеріалознавчі задачі, оскільки результати впливів на речовину можуть виявитись меншими, ніж похибка вимірювання.

З огляду на можливі величини похибок найбільш складним є процес вимірювання теплопровідності в широкому інтервалі температур. Зазвичай для визначення теплопровідності зразків правильної геометричної форми застосовують абсолютний метод [1 – 3].

Основні джерела похибок у вимірюванні теплопровідності абсолютним методом розглянуті у працях [4, 5]. До них можна віднести втрати тепла з поверхні зразка та нагрівника зразка, похибки вимірювальних приладів, похибки у визначенні перепаду температур на зразку та ін.

Вплив втрат тепла випромінюванням розглянутий у працях [6, 7]. Теплові втрати з поверхні зразка стають помітними вже за температури 200 К, і їх необхідно враховувати при визначенні теплопровідності. Для усунення переносу тепла випромінюванням зразок та нагрівник зразка оточуються захисним екраном з нагрівником, потужність якого вибирається такою, щоб температури нагрівників зразка й екрана були однаковими. Відповідно приблизно однаковими будуть і розподіли температур вздовж зразка та екрана. Об'єм між захисним екраном і зразком заповнюється порошком з низькою теплопровідністю. Однак в цьому випадку необхідно вводити поправки на тепловий потік паралельно зразку за ізоляційним порошком.

Інший шлях до зменшення похибок, пов'язаних із впливом випромінювання, – врахування теплового потоку випромінюванням як поправку до загального потоку тепла, що визначається як потужність нагрівника зразка. Оскільки величина і температурна залежність коефіцієнта випромінювання зразка точно невідома, то у праці [7] запропоновано на бічну поверхню зразка наносити матове чорніння і таким чином наблизити коефіцієнт випромінювання зразка до коефіцієнта випромінювання абсолютно чорного тіла. Крім того, необхідно враховувати коефіцієнт випромінювання елементів вимірювальної установки. Тому

зразок оточувався срібним полірованим екраном та розраховувався тепловий потік за рахунок передачі тепла зазором між зразком та екраном за умови абсолютно відбиваючої поверхні екрана та бічної поверхні зразка, близької за властивостями до абсолютно чорного тіла.

Для точного врахування впливу випромінювання або його мінімізації необхідно встановити зв'язок між властивостями елементів вимірювальної установки і зразка та можливими похибками вимірювань.

Мета цього дослідження – визначення умов мінімізації впливу випромінювання на точність вимірювання теплопровідності абсолютним методом.

1. Фізична, математична та комп'ютерна моделі

Досліджуваний зразок довжиною l_1 та діаметром d_1 розташований між пічкою зразка і термостатом, як це показано на рис. 1. Навколо зразка розміщено радіаційний екран з екранною пічкою, при чому температури на кінцях зразка та екрана однакові.

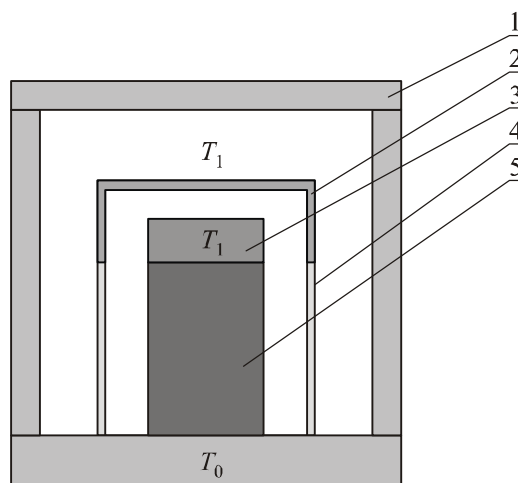


Рис. 1. Схема абсолютного методу вимірювання теплопровідності. 1 – термостат, 2 – екранна пічка, 3 – пічка зразка, 4 – екран, 5 – зразок.

Температура термостата – T_0 , пічки зразка та екранної пічки – T_1 . Теплопровідності матеріалу зразка, пічок та екрана: κ_1 – зразка, κ_2 – пічки зразка, κ_3 – екрана, κ_4 – пічки екрана. Ступені чорноти: ε_1 – зразка, ε_2 – пічки зразка, ε_3 – екрана, ε_4 – пічки екрана, ε_5 – термостата.

Враховано теплообмін між зразком, екраном, пічками зразка та екрана випромінюванням, теплоперенос теплопровідністю по зразку та екрана, теплообмін екрану випромінюванням з термостатом.

Для знаходження розподілу температури необхідно розв'язати рівняння теплопровідності

$$\nabla(-\kappa \cdot \nabla T) = Q, \quad (1)$$

де κ – теплопровідність, ∇T – градієнт температури, Q – величина потоку тепла.

Граничні умови, що враховують теплообмін випромінюванням між елементами конструкції вимірювальної установки:

– бічна поверхня зразка

$$r = \frac{d}{2}, z \in [0; l]: q = \varepsilon_1(G_1 - \sigma T^4); \quad (2)$$

– бічна поверхня пічки зразка

$$r = \frac{d}{2}, z \in [l; l + l_2]: q = \varepsilon_2(G_2 - \sigma T^4); \quad (3)$$

– верхня поверхня пічки зразка

$$r \in \left[0; \frac{d}{2}\right], z = l + l_2: q = \varepsilon_2(G_3 - \sigma T^4); \quad (4)$$

– внутрішня поверхня екрана

$$r = \frac{d}{2} + \Delta R, z \in [0; l]: q = \varepsilon_3(G_4 - \sigma T^4); \quad (5)$$

– внутрішні поверхні пічки екрана

$$r = \frac{d}{2} + \Delta R, z \in [l; l + l_2]: q = \varepsilon_4(G_5 - \sigma T^4); \quad (6)$$

$$r \in \left[0; \frac{d}{2} + \Delta R\right], z = l + l_2 + \Delta R: q = \varepsilon_4(G_6 - \sigma T^4); \quad (7)$$

– зовнішні поверхні пічки екрана

$$r = \frac{d_4}{2}, z \in [l; l + l_4]: q = \varepsilon_4(G_7 - \sigma T^4); \quad (8)$$

$$r \in \left[0; \frac{d}{2} + \Delta R\right], z = l + l_4: q = \varepsilon_4(G_8 - \sigma T^4), T = T_0 + \Delta T; \quad (9)$$

– зовнішня поверхня екрана

$$r = \frac{d_3}{2}, z \in [0; l]: q = \varepsilon_3(G_9 - \sigma T^4); \quad (10)$$

– поверхня термостата між зразком та екраном

$$r \in \left[\frac{d}{2}; \frac{d}{2} + \Delta R\right], z = 0: q = \varepsilon_5(G_{10} - \sigma T^4); \quad (11)$$

– поверхні термостата з зовнішньої сторони від екрана

$$r \in \left[\frac{d_3}{2}; \frac{d_5}{2}\right], z = 0: q = \varepsilon_5(G_{11} - \sigma T^4); \quad (12)$$

$$r \in \left[0; \frac{d_5}{2}\right], z = l_5: q = \varepsilon_5(G_{12} - \sigma T^4); \quad (13)$$

$$r = \frac{d_5}{2}, z \in [0; l_5]: q = \varepsilon_5(G_{13} - \sigma T^4); \quad (14)$$

– зовнішня поверхня термостата

$$r \in \left[0; \frac{d_5}{2} + h_5\right], z = -h_5: T = T_0; \quad (15)$$

$$r \in \left[0; \frac{d_5}{2} + h_5\right], z = l_5 + h_5: T = T_0; \quad (16)$$

$$r = \frac{d_5}{2} + h_5, z \in [-h_5; l_5 + h_5]: T = T_0. \quad (17)$$

де d_1, l_1 – діаметр та довжина зразка, d_2, l_2 – діаметр та довжина пічки зразка, d_3, l_3 – зовнішній діаметр та довжина екрана, d_4, l_4 – діаметр та довжина пічки екрана, d_5, l_5, h_5 – внутрішній діаметр, довжина та товщина термостата, ΔR – відстань між зразком та екраном, ε_{1-5} – ступені чорноти поверхонь, σ – постійна Стефана-Больцмана, G – вхідний тепловий потік

випромінюванням для кожної окремої границі

$$G = G_m + F_{amb} \sigma T_{amb}^4, \quad (18)$$

де G_m – величина випромінювання від інших границь елементів вимірювальної установки та зразка, F_{amb} – фактор поля зору, рівний частині поля зору, що не підпадає під дію інших поверхонь, T_{amb} – температура в далековіддаленій точці в напрямках, включених до F_{amb} .

Знаходження розв'язку рівняння (1) з граничними умовами (2)–(17) являє собою надзвичайно складну задачу, яка якщо і може бути вирішена аналітично, то отримані розв'язки будуть мати занадто складний вигляд та не піддаватимуться подальшому аналізу. Тому для знаходження розподілів температури і теплових потоків у вимірювальній системі використано пакет прикладних програм COMSOL Multiphysics. З огляду на симетрію задачі розрахунки проводились для 2d-моделі з осью симетрії. Отримані розв'язки рівняння теплопровідності у зразку та елементах конструкції вимірювальної установки не мають такої універсальності, як мали б аналітичні розв'язки, але все ж дають можливість розв'язувати конкретні оптимізаційні задачі для вимірювальних установок, призначених для визначення теплопровідності зразків заданої геометричної форми та розмірів у заданому інтервалі температур.

Коефіцієнт G_m , що залежить від взаємного розташування поверхонь, розраховується введенням в комп'ютерній моделі додаткової змінної J , яка задається рівнянням

$$J = (1 - \varepsilon) \{ G_m(J) + F_{amb} \sigma T_{amb}^4 \} + \varepsilon \sigma T^4, \quad (19)$$

що розв'язується сумісно з рівнянням теплопровідності.

2. Результати комп'ютерного моделювання розподілів температури та теплових потоків

На рис. 2. зображено типові розподіли температури і теплових потоків у зразку та елементах конструкції вимірювальної установки.

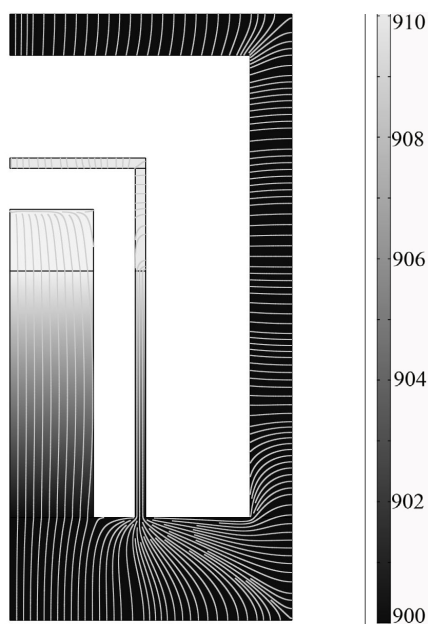


Рис. 2. Розподіл температури і теплових потоків теплопровідністю у зразку та елементах конструкції вимірювальної установки.

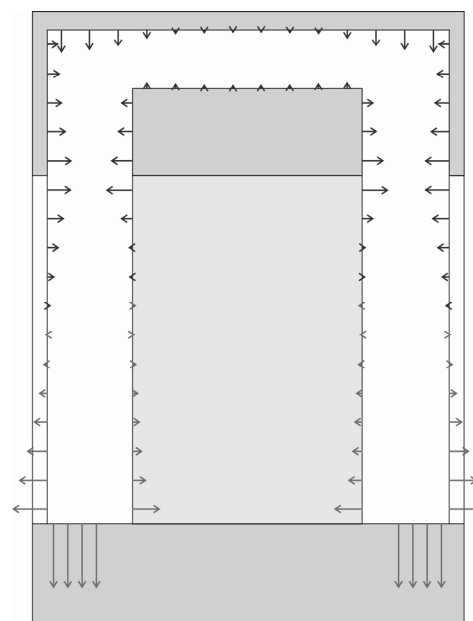


Рис. 3. Розподіл потоків тепла випромінюванням у зразку, екрані та пічках зразка і екрана.

Розподіл теплових потоків випромінюванням з поверхні зразка, екрана, пічки зразка та екранної пічки наведено на рис. 3. Величина стрілки характеризує величину густини потоку тепла, напрямком стрілки позначено поглинання або випромінювання тепла.

Як видно з рис. 3, навіть у випадку, коли температури нагрівників зразка та екрана, а також розподіли температур вздовж зразка та екрана є однаковими, наявна передача тепла від верхніх частин зразка та екрана, а також нагрівників зразка та екрана до термостата та нижніх частин зразка й екрана. Величини цих потоків наведено на рис. 4, 5 (для типових розмірів зразка довжиною 12 мм і діаметром 8 мм з теплопровідністю 2 Вт/(м·К) та вірогідних ступенів чорноти зразка $\epsilon_1 = 0.8$, пічок, термостата й екрана $\epsilon_2 = \epsilon_3 = \epsilon_4 = \epsilon_5 = 0.5$).

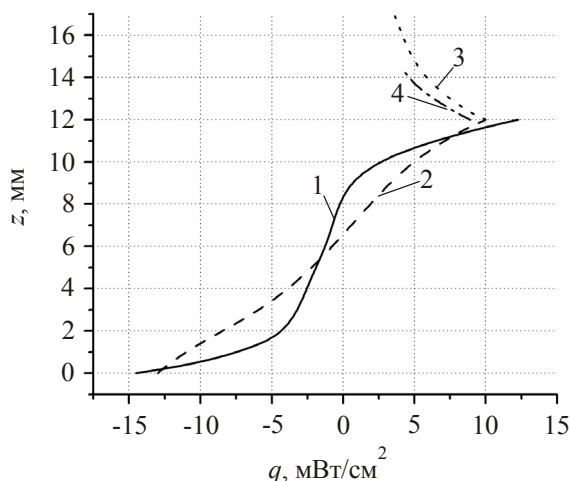


Рис. 4. Густина потоку тепла випромінюванням з поверхні зразка, екрана та бічної поверхні пічок. 1 – випромінювання з поверхні зразка; 2 – випромінювання з поверхні екрана; 3 – випромінювання з поверхні екранної пічки; 4 – випромінювання з поверхні пічки зразка.

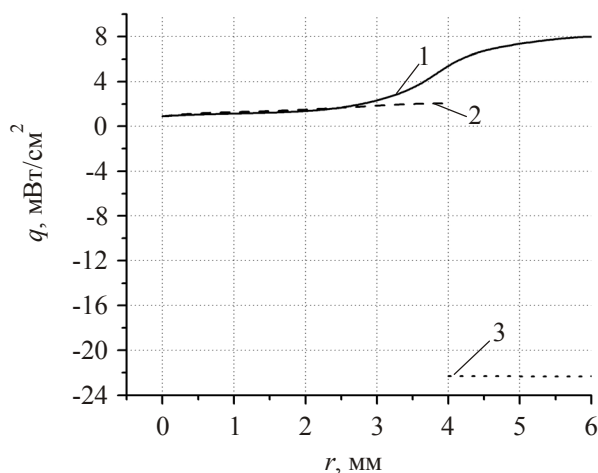


Рис. 5. Густина потоку тепла випромінюванням з поверхні пічок та термостата. 1 – випромінювання з поверхні екранної печі; 2 – випромінювання з поверхні пічки зразка; 3 – випромінювання з поверхні термостата.

Розподіли температури вздовж зразка та екрана і їх відхилення від лінійного розподілу наведено на рис. 6.

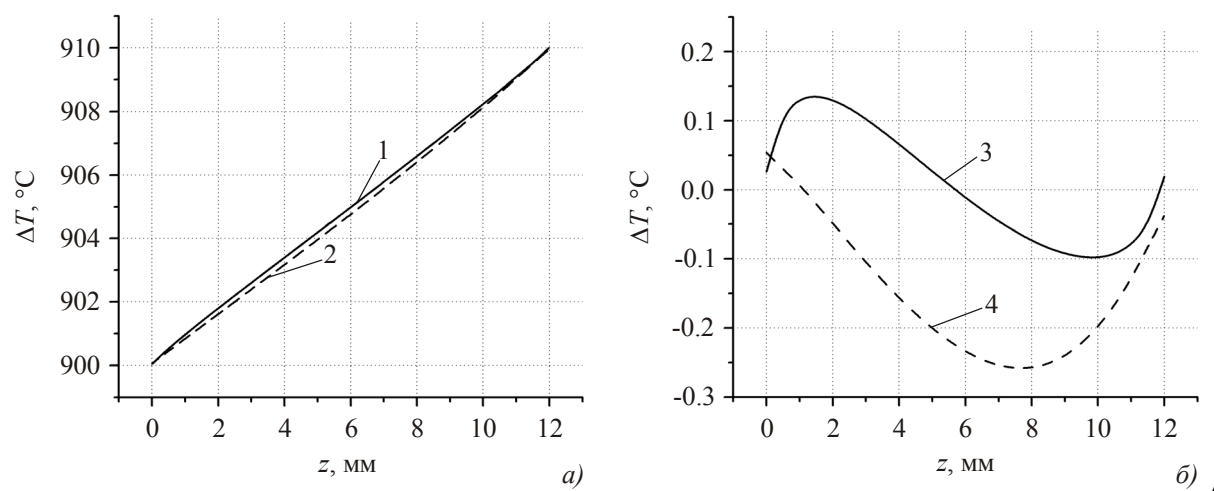


Рис. 6. Розподіли температури вздовж зразка та екрана (а) і їх відхилення від лінійного розподілу (б). 1, 3 – зразок, 2, 4 – екран.

3. Результати дослідження впливу випромінювання на точність вимірювання теплопровідності та їх аналіз

З використанням розробленої комп'ютерної моделі отримано розподіли температури у зразку та елементах конструкції вимірювальної установки, призначеної для визначення теплопровідності в інтервалі температур 300 – 900 К на зразках типових розмірів – довжиною 12 мм та діаметром 8 мм. Досліджено залежності похибок вимірювання теплопровідності від ступенів чорноти зразка, екрана, нагрівників зразка й екрана та термостата, а також від відстані між зразком і екраном та теплопровідності зразка. Результати досліджень наведено нижче. За необхідності комп'ютерна модель дає можливість відтворити ці результати для інших інтервалів температур та розмірів зразків.

3.1. Вплив ступенів чорноти екрана та екранної пічки

На рис. 7, 8 показано залежності похибок у визначенні теплопровідності від ступенів чорноти екрана та нагрівника екрана для наступних значень властивостей зразка й елементів конструкції вимірювальної установки: теплопровідність зразка 2 Вт/(м·К), довжина зразка 12 мм, діаметр 8 мм, відстань між зразком та екраном 2 мм, ступені чорноти – $\varepsilon_1 = 0.8$; $\varepsilon_2 = 0.5$; $\varepsilon_5 = 0.5$.

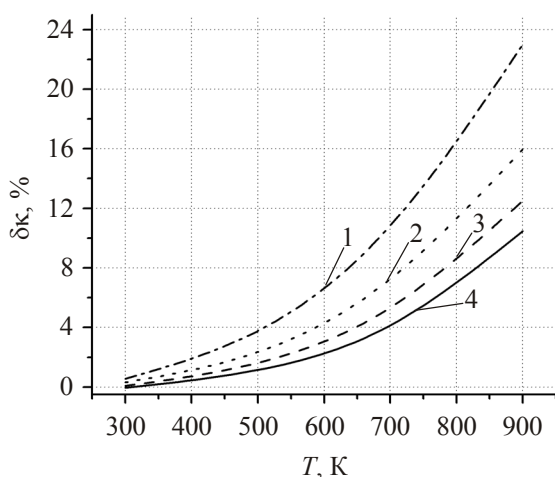


Рис. 7. Температурні залежності похибок у визначенні теплопровідності для різних ступенів чорноти екрана та екранної пічки ($\varepsilon_3 = \varepsilon_4$: 1 – 0.1, 2 – 0.3, 3 – 0.5, 4 – 0.7).

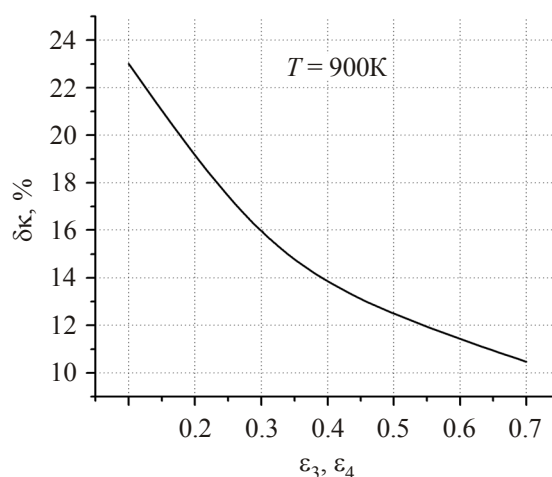


Рис. 8. Залежність похибки у визначенні теплопровідності від ступенів чорноти екрана та екранної пічки

Як видно з рис. 7, 8, похибки у визначенні теплопровідності для більших значень ступенів чорноти екрана та пічки екрана матимуть менші значення. Тому для зниження цих похибок поверхні екрана та пічки екрана слід вибирати за можливістю з більшими ступенями чорноти.

3.2. Вплив ступеня чорноти термостата

На рис. 9, 10 наведено залежності похибок у визначенні теплопровідності від ступеня чорноти термостата для наступних значень параметрів зразка та елементів конструкції вимірювальної установки: теплопровідність зразка 2 Вт/(м·К), довжина зразка 12 мм, діаметр 8 мм, відстань між зразком та екраном 2 мм, ступені чорноти – $\varepsilon_1 = 0.1$; $\varepsilon_2 = 0.1$; $\varepsilon_3 = 0.5$; $\varepsilon_4 = 0.5$.

Таким чином, властивості поверхні термостата на відміну від властивостей екрана та пічки екрана впливають на точність визначення теплопровідності протилежним чином: для вищих значень ступеня чорноти термостата похибки будуть вищими.

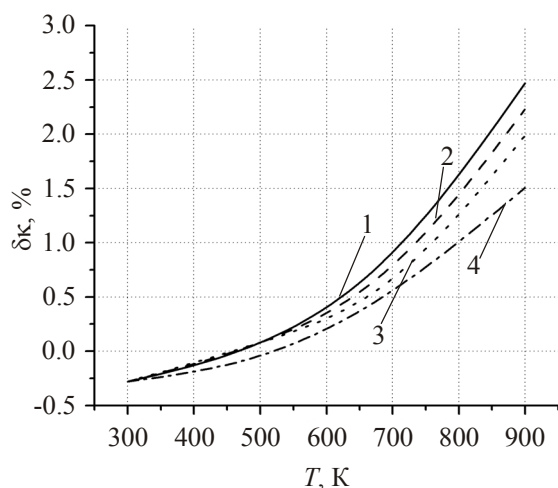


Рис. 9. Температурні залежності похибок у визначенні теплопровідності для різних значень ступеня чорноти термостата (ϵ_s : 1 – 0.7, 2 – 0.5, 3 – 0.3, 4 – 0.1).

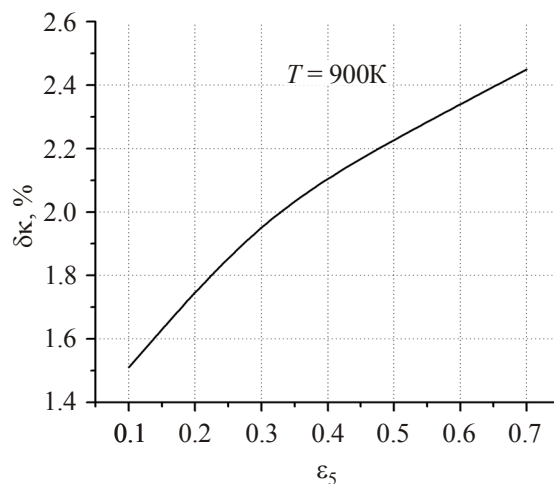


Рис. 10. Залежність похибки у визначенні теплопровідності від ступеня чорноти термостата.

3.3. Вплив ступеня чорноти зразка та пічки зразка

Залежності похибок у визначенні теплопровідності для різних значень ступеня чорноти зразка показано на рис. 11, 12. Теплопровідність зразка: 2 Вт/(м·К), довжина зразка 12 мм, діаметр 8 мм, відстань між зразком та екраном 2 мм, ступені чорноти: $\epsilon_2 = 0.1$; $\epsilon_3 = 0.5$; $\epsilon_4 = 0.5$; $\epsilon_5 = 0.5$.

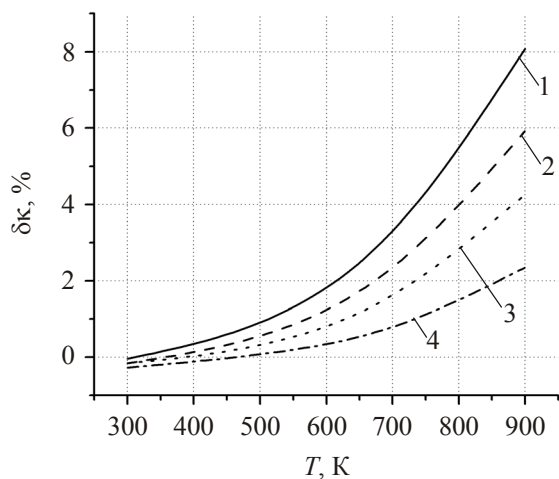


Рис. 11. Температурні залежності похибок у визначенні теплопровідності для різних значень ступеня чорноти зразка (ϵ_1 : 1 – 0.8, 2 – 0.5, 3 – 0.3, 4 – 0.1).

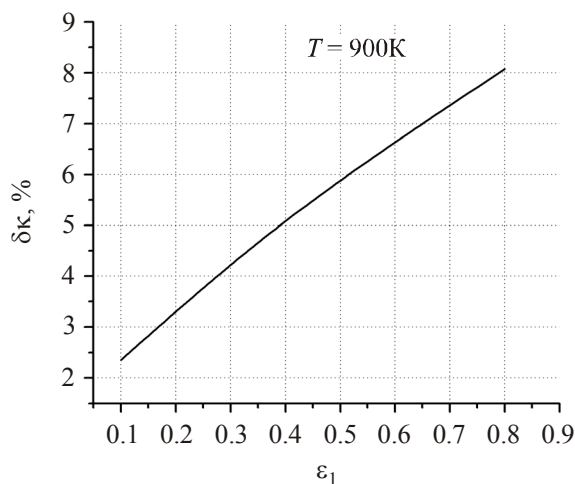


Рис. 12. Залежність похибки у визначенні теплопровідності від ступеня чорноти зразка.

Залежність похибки у визначенні теплопровідності від ступеня чорноти пічки зразка для різних значень ступенів чорноти екрана, пічки екрана й термостата показано на рис. 13. Теплопровідність зразка: 2 Вт/(м·К), довжина зразка 12 мм, діаметр 8 мм, відстань між зразком та екраном 2 мм, ступінь чорноти зразка $\epsilon_1 = 0.8$.

Отже, як показали результати комп'ютерних досліджень для поверхонь зразка та пічки зразка з більшими значеннями ступенів чорноти, похибки при визначенні теплопровідності, що

пов'язані з теплообміном випромінюванням, будуть мати більші значення. Тому ступені чорноти зразка та пічки зразка, як і ступінь чорноти термостата, необхідно вибирати якомога нижчі.

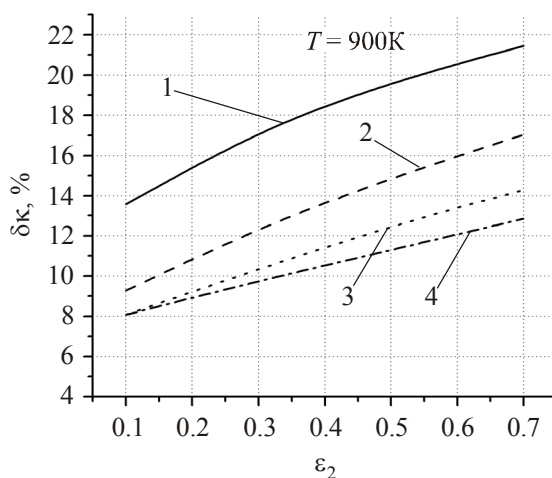


Рис. 13. Залежності похибки у визначенні теплопровідності від ступеня чорноти пічки зразка для різних значень ступенів чорноти екрана, пічки екрана та термостата. ($\varepsilon_3 = \varepsilon_4 = \varepsilon_5$: 1 – 0.1, 2 – 0.3, 3 – 0.5, 4 – 0.7)

3.4. Вплив теплопровідності зразка

На рис. 14 показано, як змінюється похибка вимірювань зі зміною теплопровідності досліджуваного зразка, якщо значення ступенів чорноти зразка та елементів конструкції вимірювальної установки відомі ($\varepsilon_1 = 0.8$; $\varepsilon_2 = 0.5$; $\varepsilon_3 = 0.5$; $\varepsilon_4 = 0.5$; $\varepsilon_5 = 0.5$).

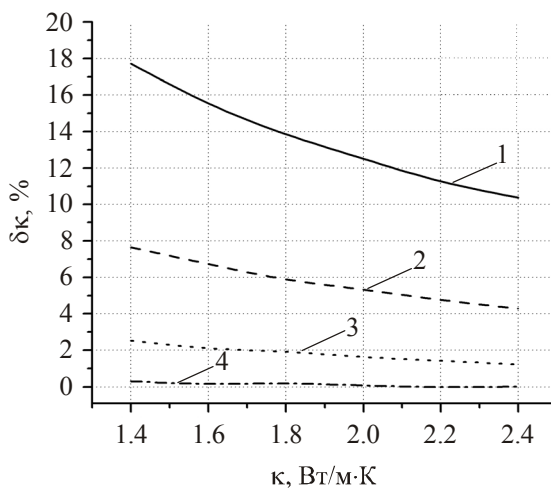


Рис. 14. Залежності похибки у визначенні теплопровідності від величини теплопровідності зразка для різних значень температури термостата. (1 – $T = 900$ K; 2 – $T = 700$ K; 3 – $T = 500$ K; 4 – $T = 300$ K).

Таким чином, вплив випромінювання на результати вимірювань найвідчутніший для поганих провідників тепла. З ростом теплопровідності зразка цей вплив зменшується.

3.5. Вплив відстані між зразком та екраном

Для встановлення впливу відстані між зразком та екраном на точність визначення теплопровідності здійснено дослідження похибок вимірювання та отримано їх температурні залежності для різних значень ступенів чорноти зразка, пічки зразка, екрана, пічки екрана та термостата із відстанями між зразком та екраном від 1 мм до 2 мм. Залежності похибки у

визначенні теплопровідності від відстані ΔR між зразком та екраном для різних значень температур термостата показано на рис. 15, 16. Теплопровідність зразка $2 \text{ Вт}/(\text{м}\cdot\text{К})$, діаметр зразка 8 мм , довжина – 12 мм . Як видно з графіків, ці залежності мають лінійний характер.

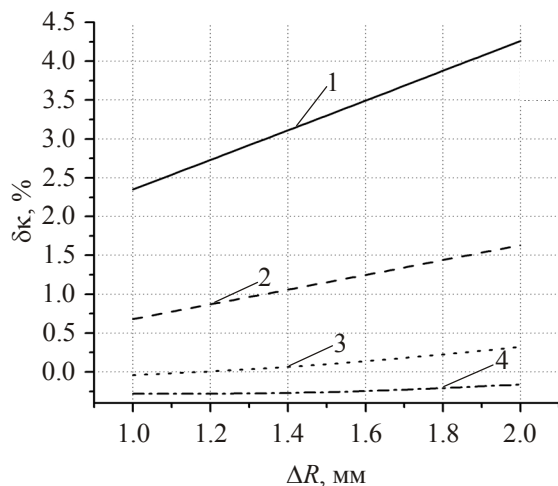


Рис. 15. Залежності похибок у визначенні теплопровідності від відстані між зразком та екраном ΔR для різних значень температури термостата (ступені чорноти: $\varepsilon_1 = 0.3$; $\varepsilon_2 = 0.1$; $\varepsilon_3 = 0.5$; $\varepsilon_4 = 0.5$; $\varepsilon_5 = 0.5$).

1 – $T = 900 \text{ K}$; 2 – $T = 700 \text{ K}$; 3 – $T = 500 \text{ K}$; 4 – $T = 300 \text{ K}$

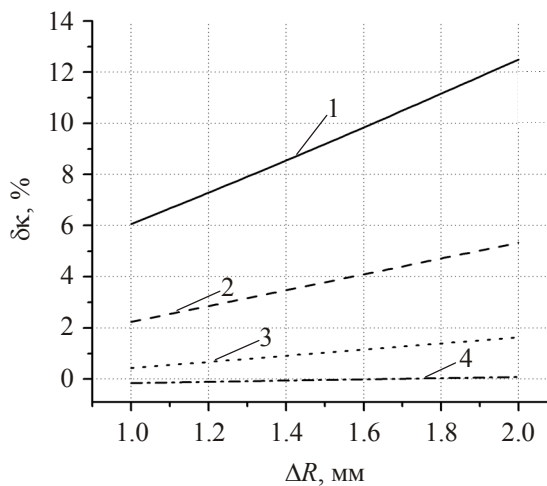


Рис. 16. Залежності похибок у визначенні теплопровідності від відстані між зразком та екраном ΔR для різних значень температури термостата (ступені чорноти: $\varepsilon_1 = 0.8$; $\varepsilon_2 = 0.5$; $\varepsilon_3 = 0.5$; $\varepsilon_4 = 0.5$; $\varepsilon_5 = 0.5$).

Як видно з рис. 15 – 16, залежності похибок у визначенні теплопровідності від відстані між зразком мають лінійний характер для різних робочих температур та властивостей поверхонь зразка й елементів конструкції вимірювальної установки. Слід зазначити також, що зі збільшенням відстані між зразком та екраном похибки у визначенні теплопровідності лінійно зростають, тому екран потрібно розміщувати настільки близько до зразка, як це дає можливість конструкція вимірювальної установки.

Виходячи с таких результатів, наприклад, для вимірювань теплопровідності матеріалів на основі *Bi-Te*, використовувались значення ступенів чорноти: $\varepsilon_1 = 0.1$; $\varepsilon_2 = 0.1$; $\varepsilon_3 = 0.9$; $\varepsilon_4 = 0.9$; $\varepsilon_5 = 0.1$ та відстань між екраном і зразком $\Delta R = 1 \text{ мм}$. Похибка у вимірюваннях теплопровідності, що пов'язана з теплообміном випромінюванням, для таких значень не перевищує 0.4% в інтервалі температур $300 - 800 \text{ K}$.

Висновки

1. Встановлено, що навіть у випадку, коли температури нагрівників зразка та екрана, а також розподіли температур вздовж зразка та екрана, однакові, наявна істотна передача тепла від верхніх частин зразка, екрана та нагрівників зразка і екрана до нижніх частини зразка, екрана і термостата. За відсутності спеціальних заходів, спрямованих на зменшення такого переносу тепла, похибки у визначенні теплопровідності можуть сягати 15% .

2. Розроблено комп'ютерну модель переносу тепла випромінюванням для визначення похибок у вимірюванні теплопровідності за наявності радіаційного екрана.

3. Отримано температурні залежності похибок у визначенні теплопровідності від ступенів чорноти зразка, пічки зразка, екрана, пічки екрана та термостата. Для типових розмірів вимірювальних зразків встановлено, що найбільш суттєвий вклад в похибку вносять ступені

чорноти зразка та пічки зразка. При цьому значення ступенів чорноти зразка та пічки зразка необхідно вибрати якомога менші, а екрана та пічки екрана – за можливостями більші.

4. Отримано температурні залежності похибок у визначенні теплопровідності для різних відстаней між зразком та екраном. Встановлено, що така залежність має лінійний характер, а похибка вимірювання теплопровідності зменшується зі зменшенням відстані між екраном та зразком.

5. Визначено умови, що дають можливість мінімізувати вплив випромінювання на точність визначення теплопровідності під час вимірювань зразків матеріалів з *Bi-Te*. Похибка вимірювань теплопровідності, що пов'язана з теплообміном випромінюванням, у випадку, коли вжито рекомендованих заходів, не перевищує 0.4% .

Література

1. Анатичук Л.И. Термоэлементы и термоэлектрические устройства / Л.И. Анатичук // К.: Наук. думка, 1978.
2. Методы измерения характеристики термоэлектрических материалов и преобразователей / А.С. Охотин, А.С. Пушкарский, Р.П. Боровикова [та ін.] // М. : Наука. – 1974. – 167с.
3. Moore J.P. Precision measurement of the thermal conductivity, electrical resistivity, and Seebeck coefficient from 80 to 400 K and their application to pure molybdenum / J.P. Moore, R.K. Williams, R.S. Graves // Rev. Sci. Instrum. – 1974. – 45. – №1. – P.p. 87-95.
4. Anatyshuk L.I. Precise measurement of cooling thermoelectric material parameters: methods, arrangements and procedures / L.I. Anatyshuk, S.V. Pervozvansky, V.V. Razinkov // Proc. of the 12th Intern. conf. thermoelectrics. – Japan. – 1993. – P.p. 553-564.
5. Анатичук Л.І. Установка для вимірювання властивостей напівпровідникового термоелектричного матеріалу / Л.І. Анатичук, М.В. Гаврилюк, В.В. Лисько // Термоелектрика. – 2010. – №3.
6. Петров А.В. Методики измерения теплопроводности полупроводников при высоких температурах. Термоэлектрические свойства полупроводников / А.В. Петров // Изд. АН СССР М-Л. – 1963. – I, II. – С.27-35.
7. Девяткова Е.Д. Плавленый кварц как образцовый материал при измерении теплопроводности / Е.Д. Девяткова, А.В. Петров, И.А. Смирнов [та ін.] // ФТТ. – Т.2. – 1960. – №4. – С. 738-746.

Надійшла до редакції 23.01.2012.