

УДК 53.082

Анатичук Л.І.¹, Гаврилюк М.В.¹, Лисько В.В.^{1,2}, Сенюк Ю.І.²

¹Інститут термоелектрики НАН і МОН України, вул. Науки, 1,
Чернівці, 58029, Україна;

²Чернівецький національний університет ім. Ю. Федьковича,
вул. М. Коцюбинського 2, Чернівці, 58012, Україна

ВИМІРЮВАННЯ ТЕРМОЕЛЕКТРИЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ МАТЕРІАЛІВ ПРИ ВИСОКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ

Наведені результати досліджень похибок, що виникають при вимірюванні термоелектричних властивостей матеріалів абсолютним методом в інтервалі температур 30 – 900 °С. Установлено, що основна похибка при вимірюваннях обумовлена радіаційним випромінюванням поверхні зразків. Установлено також, що при температурах 600 – 900 °С застосування градієнтних радіаційних екранів стає неефективним – похибка при вимірюваннях теплопровідності зростає до 25 – 30 %. Вивчена ефективність зниження похибки таких вимірювань шляхом застосування порошкових теплоізолюючих матеріалів. Встановлено, що їх використання в комбінації із градієнтними тепловими екранами дозволяє знизити величину похибок до 1.5 – 5.5 %. Приводиться опис експериментального пристрою, в якому використані ці способи зниження похибок.

Ключові слова: вимірювання, абсолютний метод, термоелектричні параметри, похибки.

Results of research on the errors arising in the measurement of thermoelectric properties of materials by the absolute method in the temperature range of 30 – 900 °C are presented. It is established that the main measurement error is due to radiation from the surface of samples. It is also established that at temperatures of 600 – 900°C the use of gradient radiation screens becomes inefficient, namely the error of thermal conductivity measurement increases to 25 – 30 %. The efficiency of reducing the error of such measurements through use of powder thermally insulating materials is studied. It is established that their application combined with gradient thermal screens allows reducing the value of errors to 1.5 – 5.5 %. An experimental device that employs these methods of errors reduction is described.

Key words: measurements, absolute method, thermoelectric parameters, errors.

Вступ

Загальна характеристика проблеми. Створення нових термоелектричних матеріалів, ефективних при підвищених температурах є однією з важливих задач термоелектрики [1-3]. Для її розв'язку необхідні методи та устаткування, якими вимірюються термоелектричні властивості матеріалів з, по можливості, високою точністю. У роботах [4-6] показано, що для забезпечення прийнятної точності вимірювань ефективним є абсолютний метод із застосуванням спеціальних градієнтних радіаційних екранів. При визначенні добротності матеріалу таким методом похибка при температурах до 500°C становить не більше 4.7%. При більш високих температурах застосування радіаційних екранів стає неефективним, похибки

вимірювань різко зростають.

Метою даної роботи є дослідження фізичних факторів, що приводять до зростання похибок при температурах до 900°C, знаходження шляхів зниження їх впливу на точність вимірювань, розробка точних методів вимірювання термоелектричних властивостей матеріалів і створення на їхній основі відповідного вимірювального устаткування.

Фізична, математична та комп'ютерна моделі

Модель містить циліндричний зразок довжиною l і діаметром d , еталонний нагрівач, термостат і екран з нагрівачем (рис. 1).

Температура термостата – T_0 , еталонного та екранного нагрівача – T_1 ; теплопровідність матеріалу зразка – κ_1 , еталонного нагрівача – κ_2 , екрана – κ_3 , нагрівача екрана – κ_4 ; коефіцієнт поглинання зразка – ε_1 , еталонного нагрівача – ε_2 , екрана – ε_3 , екранного нагрівача – ε_4 , термостата – ε_5 .

У моделі враховані: теплообмін випромінюванням між поверхнями зразка, екрана, нагрівачів і термостата; перенос тепла по зразку і екрану; теплообмін випромінюванням між екраном і термостатом.

Для знаходження розподілу температури у вимірювальному обладнанні необхідно розв'язати систему рівнянь теплопровідності для кожного з його елементів

$$\nabla(-\kappa_i \nabla T) = Q_i, \quad (1)$$

де Q_i – потужність внутрішніх джерел тепла.

Для розв'язання цієї задачі використаний пакет прикладних програм COMSOL Multiphysics.

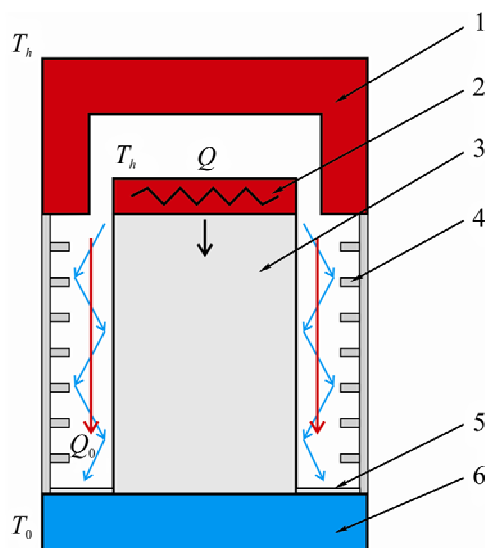


Рис. 1. Фізична модель пристрою для вимірювання параметрів термоелектричного матеріалу абсолютним методом. 1 – екранний нагрівач, 2 – еталонний нагрівач, 3 – досліджуваний зразок, 4 – екран з радіаційними кільцями, 5 – відбивач, 6 – термостат.

Граничні умови, що враховують теплообмін випромінюванням між елементами вимірювальної системи

$$q = \varepsilon_i(G - \sigma T^4), \quad (2)$$

де σ – постійна Стефана-Больцмана, G – потік тепла випромінюванням

$$G = G_m + F_{amb}\sigma T_{amb}^4, \quad (3)$$

G_m – потік тепла від інших елементів пристрою, F_{amb} – фактор поля зору, рівний частині поля зору, яка не підпадає під дію інших поверхонь, T_{amb} – температура в далеко віддаленій точці в напрямках, включених в F_{amb} . Коефіцієнт G_m , який залежить від взаємного розташування поверхонь, розраховується шляхом введення в комп'ютерну модель додаткової змінної J , яка задається рівнянням

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

Результати досліджень впливу випромінювання на точність вимірювань теплопровідності при підвищених температурах

При розширенні робочого діапазону температур вимірювань роль випромінювання буде зростати. На рис. 2 наведені значення похибок δk при визначенні теплового потоку через зразок залежно від температури вимірювань для різних значень коефіцієнта поглинання поверхонь зразка та еталонного нагрівача. Видно, що навіть при використанні радіаційних кілець на екрані та відбивача на термостаті, похибки досягають 25 – 30 %.

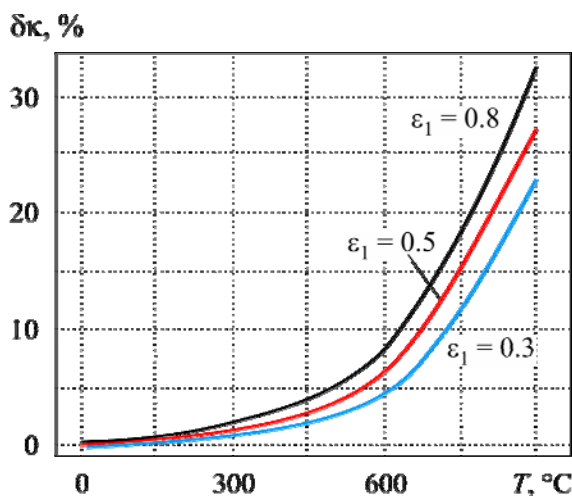


Рис. 2. Температурні залежності похибок у визначенні теплопровідності для різних значень ступеня чорноти зразка.

Отримані результати свідчать про необхідність вживання додаткових заходів для зменшення неконтрольованих втрат тепла випромінюванням з поверхні вимірюваного зразка.

Одним з таких заходів може бути використання порошкових теплоізолюючих матеріалів, якими заповнюється простір між зразком і радіаційним екраном. Одним з таких матеріалів може бути перліт. Теплопровідність перліту в інтервалі температур 30 – 900°C наведена на рис. 3.

Комп'ютерним моделюванням були проведені дослідження похибок вимірювань для моделі, наведеної на рис. 4.

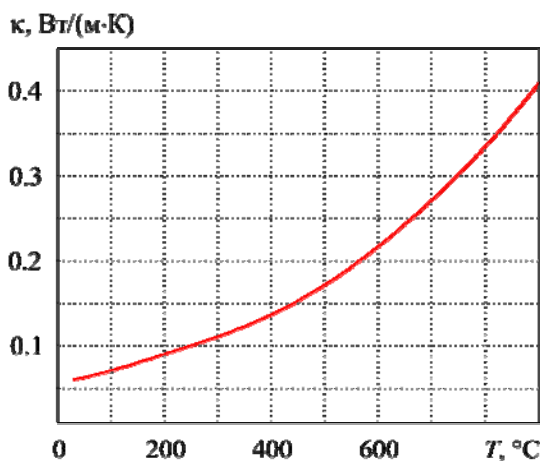


Рис. 3. Теплопровідність перліту в інтервалі температур 30 – 900 °С.

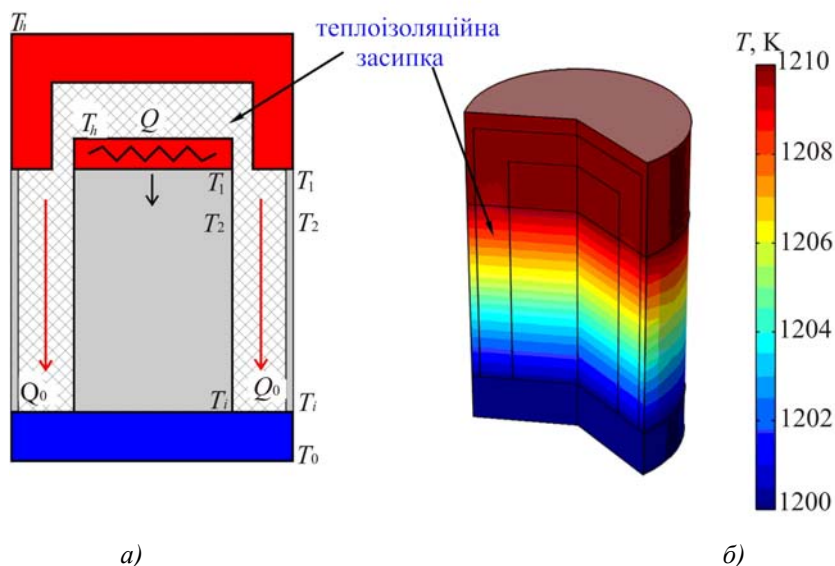


Рис. 4. Використання перліту для зменшення втрат тепла випромінюванням
 а) фізична модель; б) розподіл температури, отриманий за допомогою COMSOL Multiphysics.

Результати моделювання показані у вигляді температурних залежностей похибок вимірювання теплопровідності $\delta\kappa$ для різних значень теплопровідності зразка (рис. 5).

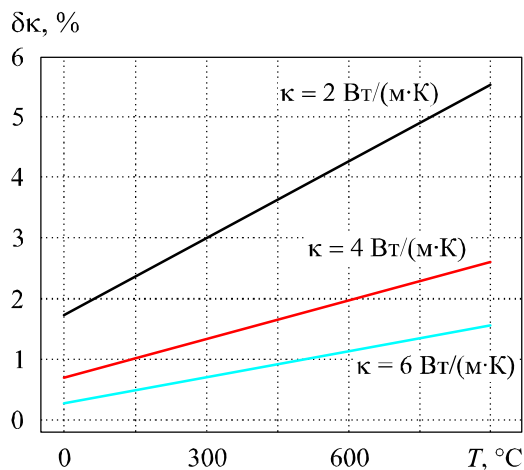


Рис. 5. Вплив теплоізоляційної засипки на похибки вимірювання теплопровідності.

Як видно, використання теплової ізоляції дозволяє зменшити похибки вимірювання к до 1.5-5.5 %.

Опис конструкції вимірювального блоку

Отримані результати використані при розробці вимірювального блоку установки для визначення термоелектричних властивостей матеріалів в інтервалі температур 30 – 900 °С (рис. 6).

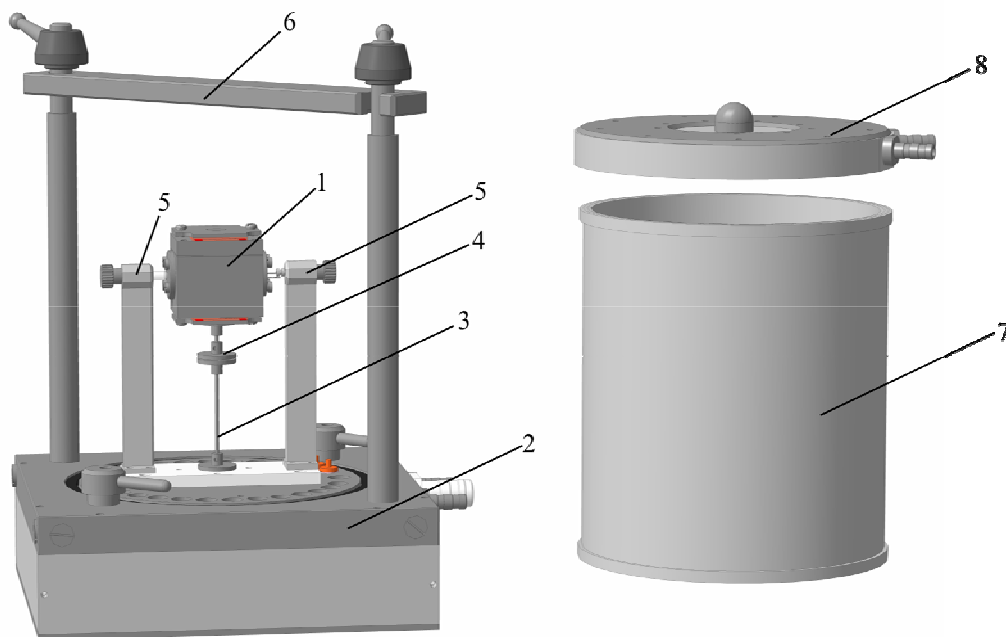


Рис. 6. Вимірювальний блок установки для визначення термоелектричних властивостей матеріалів.

- 1 – вимірювальний пристрій, 2 – основа вимірювального блоку з водяним охолодженням,
- 3 – стійка вимірювального термостата, 4 – тепловий ключ термостата,
- 5 – пристрій для притискування зразка, 6 – притискний пристрій вакуумного ковпака,
- 7, 8 – кришка вакуумного ковпака з водяним охолодженням.

Досліджувані зразок розміщується всередині вимірювального пристрою та притискається разом з нагрівачем до посадкового майданчика (рис. 7).

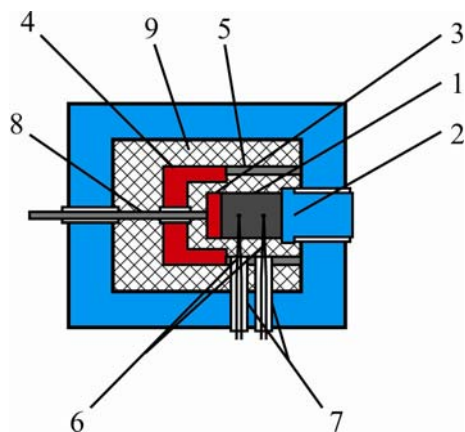


Рис. 7. Схема вимірювального пристрою. 1 – досліджувані зразок, 2 – посадковий майданчик, 3 – еталонний нагрівач, 4 – захисний нагрівач, 5 – екран, 6 – термопари, 7 – пристрій для притискування зразка, 8 – теплові ключі, 9 – теплоізоляційна засипка.

Для зменшення похибок при вимірюваннях використовуються теплові ключі та порошковий термоізоляційний матеріал, яким заповнюється вільний простір всередині вимірювального пристрою.

Для запобігання перегріву зовнішньої поверхні приладу у вимірювальний блок також засипається теплоізолюючий матеріал.

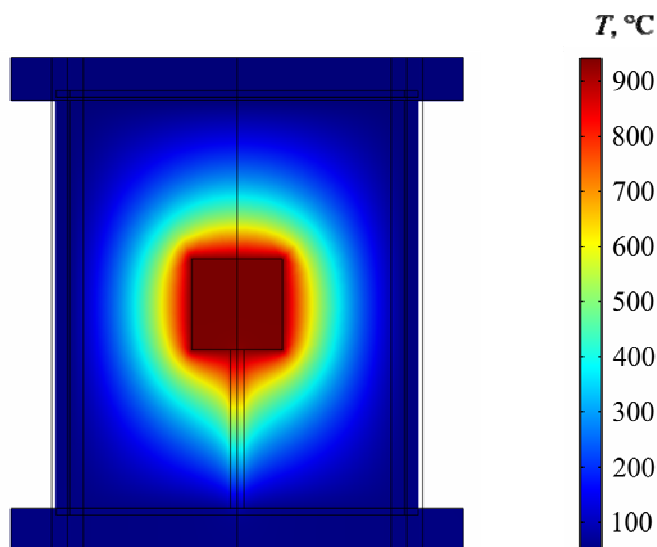


Рис. 8. Розподіл температури всередині пасивного термостата.

На рис. 8 показаний розподіл температури у вимірювальному блоці, отриманий комп'ютерним моделюванням. Проведені комп'ютерні дослідження дозволили визначити необхідні потужності фонових, еталонного та захисного нагрівачів і оптимізувати конструкцію блоку для досягнення ізотермічних умов всередині вимірювального пристрою, де розміщений зразок. Крім того, були визначені величини похибок вимірювань інших термоелектричних параметрів для розробленої конструкції вимірювального блоку, які для термоЕРС становлять ~ 1.5 %, електропровідності ~ 1.5 %, термоелектричної добротності ~ 10 %.

Висновки

1. Досліджені похибки при вимірюваннях теплопровідності абсолютним методом при температурах до 900 °C. Встановлено, що використання тільки радіаційних екранів для мінімізації втрат тепла з поверхні зразка приводить до похибок 25 – 30 %.
2. Розраховані величини похибок при вимірюванні теплопровідності у випадку використання теплоізоляційної засипки. Для розглянутої моделі вимірювального пристрою вони становлять 1.5 – 5.5 %.
3. Розроблена вимірювальна установка та визначені величини похибок для неї, які при температурі до 900 °C становлять: для теплопровідності ~ 5 %, термоЕРС ~ 1.5 %, електропровідності ~ 1.5 %, термоелектричної добротності ~ 10 %.

Література

1. T. Caillat, A. Borshchevsky, J.-P. Fleurial, Search for New High Temperature Thermoelectric Materials, *SAE Technical Paper* 929424 (1992).

2. Jin-Cheng Zheng, Recent Advances on Thermoelectric Materials, *Front. Phys. China* 3 (3), 269 – 279 (2008).
3. J.R. Sootsman, D.Y. Chung, and M.G. Kanatzidis, New and Old Concepts in Thermoelectric Materials, *Angewandte Chemie International Edition* 48 (46), 8616 – 8639(2009).
4. Анатичук Л.І. Установка для вимірювання властивостей термоелектричного матеріалу / Л.І. Анатичук, М.В. Гаврилюк, В.В. Лисько // Термоелектрика. – 2010. – № 3. С. 41 – 49.
5. Патент України № 71614. МПК (2012.01) G01R 27/00. Устрійство для определения электропроводности, теплопроводности и термоЭДС термоэлектрических материалов / Анатичук Л.І., Лисько В.В. – № u201113846 заявл. 24.11.2011; опубл. 25.07.2012, Бюл. № 14.
6. Анатичук Л.І. Дослідження впливу випромінювання на точність вимірювання теплопровідності абсолютним методом / Л.І. Анатичук, В.В. Лисько // Термоелектрика. – 2012. – № 1. – С. 67 – 76.

Надійшла до редакції 20.12.2013.