

УДК 536.223

Тимчик Г. С., д.т.н., професор, Вислоух С. П., к.т.н., доцент, Матвієнко С. М., асистент
Національний технічний університет України «Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського», Київ, Україна

КОНТРОЛЬ СКЛАДУ РЕЧОВИН ЗА ДОПОМОГОЮ «МЕТОДУ ТЕПЛОПРОВІДНОСТІ»

Досліджено визначення складу речовин шляхом контролю їх теплофізичних властивостей методом прямого підігріву термістора.

Для здійснення контролю складу наведених досліджуваних речовин обґрунтовано використання методу прямого підігріву термістора. Розглянуто причини виникнення похибки вимірювання запропонованим методом та визначені шляхи для її зменшення. Наведено результати експериментальних досліджень з контрольними матеріалами за допомогою розробленого приладу. Визначено напрямки підвищення точності та ефективності використання запропонованого методу при визначенні складу речовин. Встановлено, що в сумішах двох речовин зі зменшенням відношення значень теплопровідності цих речовин збільшується похибка вимірювання відсотка вмісту однієї речовини в іншій. Доведено можливість зменшення похибки вимірювання шляхом обробки накопичених даних при багаторазових спостереженнях. Розглянута можливість контролю вмісту неоднорідних речовин, а саме при випаданні осаду або розшаруванні досліджуваної суміші.

Вступ. Аналіз сучасних засобів неруйнівного контролю складу речовин експрес-методами в області приладобудування показує, що проблема підвищення оперативності і ефективності методів контролю їх складу є і залишається актуальною. Метод теплового неруйнівного контролю (зокрема «метод теплопровідності») застосовується для визначення складу газових сумішей (наприклад сумішей аргон — азот, водень — азот, гелій — азот, водень — аргон), в технологічних сумішах різного складу [1], метою розробки сучасних інноваційних охолоджуючих рідин (нанорідин) для систем охолодження високофорсованих теплоенергетичних пристроїв [2], експрес-діагностики поточного стану мастила двигуна внутрішнього згоряння [3], експрес-контролю летючих домішок в оліях енергетичного обладнання [4], при визначенні теплофізичних характеристик біотехнологічного сировини і сипучих матеріалів [5], при виборі раціональних технологічних параметрів переробки і концентрування крові великої рогатої худоби в харчовій промисловості [6], неруйнівного контролю вмісту зв'язуючої рідини в полімерно-композитних матеріалах на стадії їх виготовлення [7], при аналізі виробництва алкогольних продуктів [8], для виявлення дефектів в твердих матеріалах [9] тощо.

Одним експрес-методів визначення складу речовин є «метод теплопровідності», тобто визначення складу сумішей за значенням коефіцієнта теплопровідності досліджуваної суміші. При визначенні теплофізичних властивостей досліджуваних сумішей завдяки невеликим розмірам датчиків особливо ефективним в цьому випадку є застосування методу прямого підігріву термістора.

Постановка задачі. Метою роботи є дослідження можливості і оцінки ефективності застосування методу прямого підігріву термістора при вимірюванні коефіцієнта теплопровідності досліджуваних сумішей для здійснення контролю складу цих сумішей та оцінка точності вимірювання відсоткового вмісту речовин в суміші цим методом.

Визначення складу речовин «методом теплопровідності». Для визначення величини розподілу газових сумішей та розчинів часто використовують достатньо простий та найбільш розповсюджений метод аналізу складу суміші, заснований на залежності її коефіцієнта теплопровідності від концентрації компонентів суміші («метод теплопровідності») [1, 10].

В загальному випадку коефіцієнт теплопровідності суміші газів та рідин не є лінійною функцією її складу [10].

Точність, з якою може бути визначена зміна складу суміші, залежить від різниці коефіцієнтів теплопровідності компонентів, а тому, як правило, «метод теплопровідності» застосовується для аналізу складу сумішей, що складаються з компонентів, які значно відрізняються за теплопровідністю.

Матеріал чутливого елемента повинен мати значний температурний коефіцієнт опору та бути хімічно стійким (мати антикорозійне покриття). Ці вимоги задовольняють такі чутливі елементи, як платиновий провід та термістор.

Для контролю складу речовин шляхом вимірювання коефіцієнта теплопровідності вибрано метод прямого підігріву термістора, який має ряд переваг перед іншими існуючими методами вимірювання теплофізичних властивостей (ТФВ) [11]. Перш за все – це форма та малі розміри термістора, що значно зменшує та спрощує конструкцію вимірювального зонду і дозволяє вимірювати ТФХ досліджуваних матеріалів в об'ємі до 125 мм³. Сутність методу прямого підігріву термістора полягає в використанні явища його саморозігріву за рахунок протікання через нього електричного струму. Значення температури саморозігріву термістора буде залежати від навколишнього середовища, в якому він знаходиться, тобто від теплофізичних характеристик досліджуваного зразка, з яким він контактує.

Для вимірювання теплопровідності досліджуваних сумішей використовувався багатоканальний прилад для вимірювання теплопровідності рідин, що має шістдесят термісторних зондів. Детальний опис цього приладу та методика визначення коефіцієнта теплопровідності приведені в [12, 13]. Вимірювання теплопровідності досліджуваних сумішей здійснювалося при температурі +40±0,5°C.

Теплопровідність досліджуваних сумішей визначалася шляхом вимірювання температури розігріву термістора, зануреного в суміш. Розрахунок коефіцієнта теплопровідності здійснювався за формулою [12]:

$$\lambda_{o.p.} = \frac{P_T}{4\pi r(\Delta T_e - \Delta T_0) * \frac{1}{K_o}}, \quad (1)$$

де $\lambda_{o.p.}$ – коефіцієнт теплопровідності досліджуваної речовини, Вт/(мК); P_T – потужність термістора, Вт; r – радіус термістора, м; ΔT_e – температура розігріву термістора, що виміряна дослідною установкою, °C; ΔT_0 – температура саморозігріву термістора, що викликана наявністю оболонки та визначена за результатами тестів з використанням еталонних речовин, °C, K_o – коефіцієнт пропорційності, який визначається за результатами тестів з використанням еталонних речовин. Він характеризує чутливість термісторного зонду до значення теплопровідності досліджуваної речовин, яка його оточує. Детально, алгоритм розрахунку коефіцієнта теплопровідності досліджуваної речовин за температурою розігріву термістора та методика визначення поправок в розрахункові формули наведено в роботах авторів [12, 14].

Для визначення відносного складу компонентів в сумішах (розчинах), спочатку проводиться процедура калібрування приладу за допомогою сумішей, які мають відомий склад. В даному випадку в якості еталонних (сумішей з відомим складом компонентів) використовувалися: дистильована вода, 25% розчин етилового спирту в дистильованій воді, 60% розчин гліцерину в очищеній воді, 80% розчин гліцерину в очищеній воді, 85% розчин гліцерину в очищеній воді (розчин нашкірний 85%, медичний), 70% розчин етилового спирту в воді («Септол»), 75% розчин етилового спирту в воді, етиловий спирт медичний 96-Екстра (96% розчин етилового спирту в воді). Калібрування приладу при визначенні відносного складу компонентів в розчинах здійснювалося по довідниковим даним значень теплопровідності цих розчинів [15, 16].

В якості досліджуваних розчинів використовувалися розчини цукру, гліцерину та етилового спирту у дистильованій воді. Залежність теплопровідності розчинів від об'ємного вмісту гліцерину (1), етилового спирту (2) та цукру (3) в їх водяних розчинах (побудована за даним довідників [15, 16] – дрібні позначки, а даними тестових вимірювань – збільшені позначки) приведена на рис. 1. Виміряні значення на графіках зображено збільшеними ромбами (розчин гліцерину), трикутниками (розчин цукру) та колами (розчин етилового спирту).

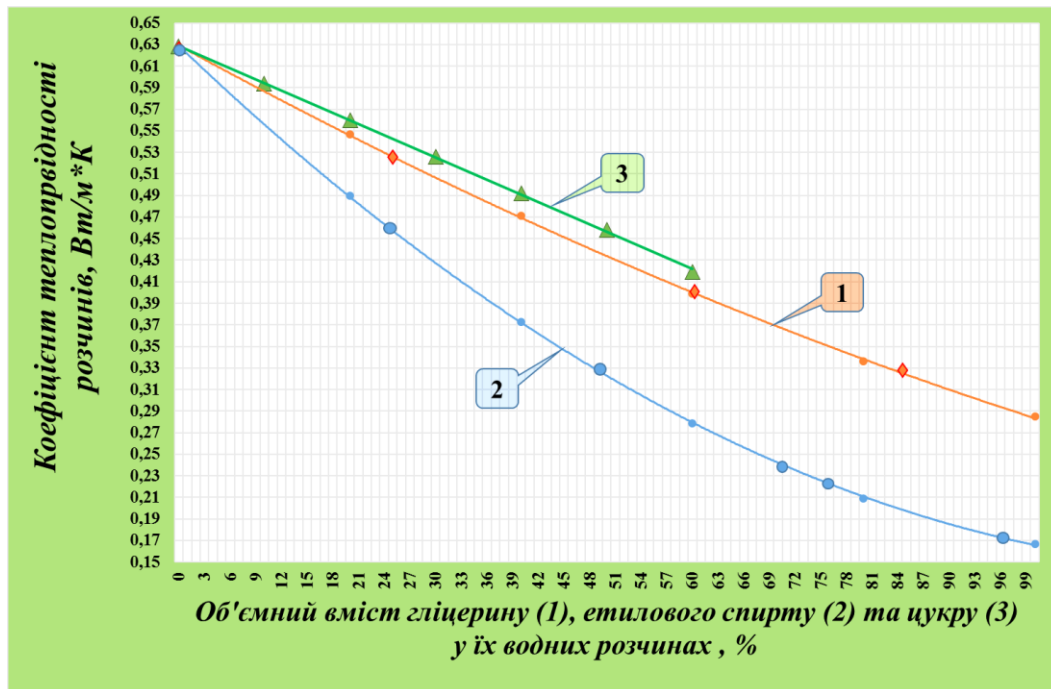


Рис. 1. Залежність теплопровідності розчинів від об'ємного вмісту гліцерину (1), етилового спирту (2) та цукру в їх водяних розчинах (побудована за даним довідників [15, 16] та даними тестових вимірювань)

Для обчислення похибки визначення об'ємного вмісту гліцерину (крива 1), етилового спирту (крива 2) та цукру(крива 2) в їх водяних розчинах необхідно по даним довідників побудувати залежність об'ємного вмісту гліцерину (рис. 2), етилового спирту (рис. 3) та цукру (рис. 4) від коефіцієнта теплопровідності розчину та визначити цю функцію залежності. Це необхідно для розрахунку абсолютної похибки, яка викликана похибкою аргументу $\Delta\lambda$, можна оцінити за величиною:

$$\Delta y = \left| f'(\lambda) \right| \cdot \Delta\lambda, \quad (2)$$

$y = f(\lambda)$ – функція залежності об'ємного вмісту від теплопровідності розчину;

$\Delta\lambda$ – похибка вимірювання приладом коефіцієнта теплопровідності;

Δy - похибка визначення об'ємного вмісту компонентів розчину.

Визначення об'ємного вмісту етилового спирту в його водяному розчині по теплопровідності розчину (побудована за даними довідників [15, 16]) і функція залежності наведені на рис. 2. Визначення об'ємного вмісту гліцерину в його водяному розчині по теплопровідності розчину (побудована за даними довідників [15, 16]) та функція залежності наведені на рис. 3. Визначення об'ємного вмісту цукру в його водяному розчині по теплопровідності розчину (побудована за даними довідників [15, 16]) та функція залежності наведені на рис. 4. Дані значень теплопровідності взяті при температурі $+40^\circ\text{C}$, оскільки вимірювання проводилися при температурі $+40 \pm 0,5^\circ\text{C}$.

Визначені за довідковими даними функції залежності об'ємного вмісту гліцерину, етилового спирту та цукру в їх водяних розчинах та їх похідні наведені в таблиці 1.

Таблиця 1. Визначені за довідковими даними функції залежності об'ємного вмісту гліцерину, етилового спирту та цукру в їх водяних розчинах та їх похідні [15, 16].

Суміш	Функція	Похідна
Розчин етилового спирту у воді	$Y = -666,67\lambda^3 + 1028,6\lambda^2 - 676,19\lambda + 184,4$	$Y' = -2000,01\lambda^2 + 2057,2\lambda - 676,19$
Розчин гліцерину у воді	$Y = -500\lambda^3 + 900\lambda^2 - 785\lambda + 263$	$Y' = -1500\lambda^2 + 1800\lambda - 785$
Розчин цукру у воді	$Y = 924,74\lambda^3 - 1525,2\lambda^2 + 539,39\lambda + 33,821$	$Y' = 2774,22\lambda^2 - 3050,4\lambda^2 + 539,39$

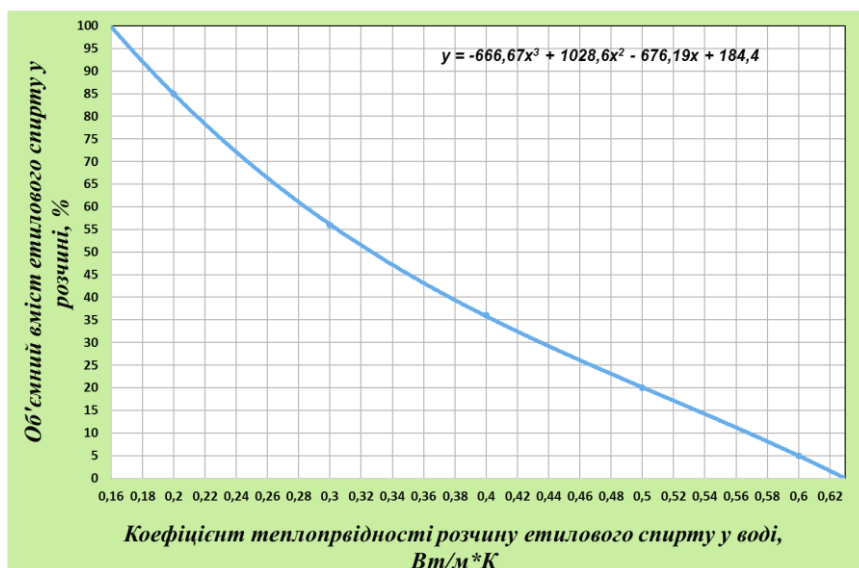


Рис. 2. Визначення об'ємного вмісту етилового спирту в його водному розчині за величиною теплопровідності розчину (побудована за даними довідників [15, 16])

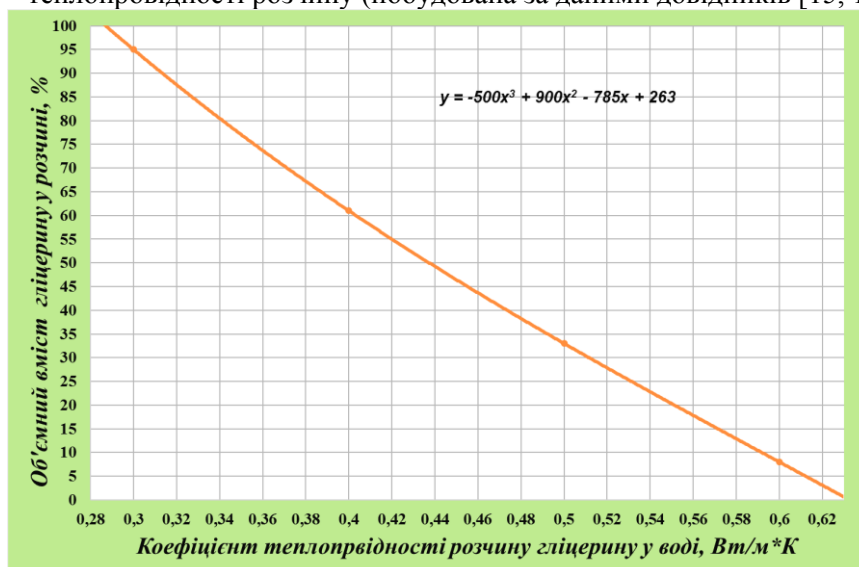


Рис. 3. Визначення об'ємного вмісту гліцерину в його водному розчині за величиною теплопровідності розчину (побудована за даними довідників [15, 16])

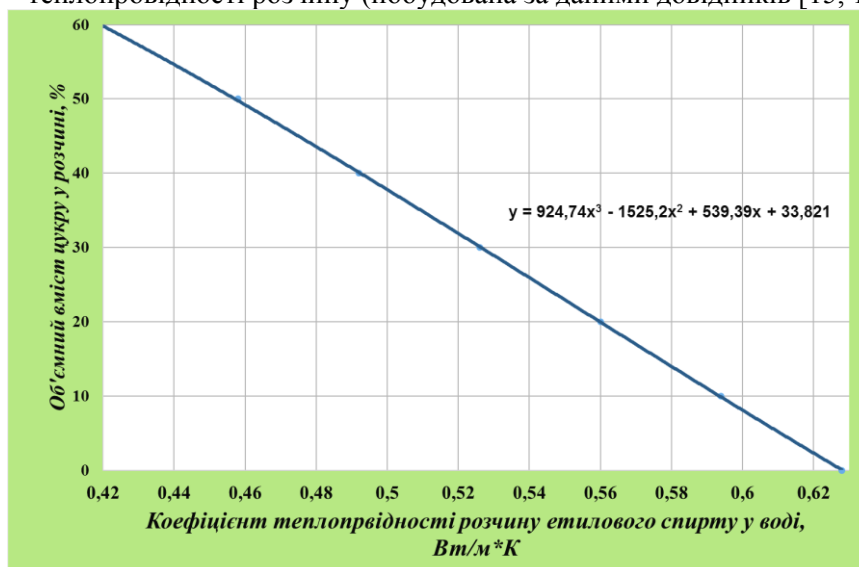


Рис. 4. Визначення об'ємного вмісту цукру в його водному розчині за величиною теплопровідності розчину (побудована за даними довідників [15, 16])

Абсолютна похибка визначення об'ємного вмісту гліцерину (крива 1), етилового спирту (крива 2) та цукру (крива 3) в їх водяних розчинах, розрахована за даними довідників при вимірюванні теплопровідності, наведена на рис. 5.

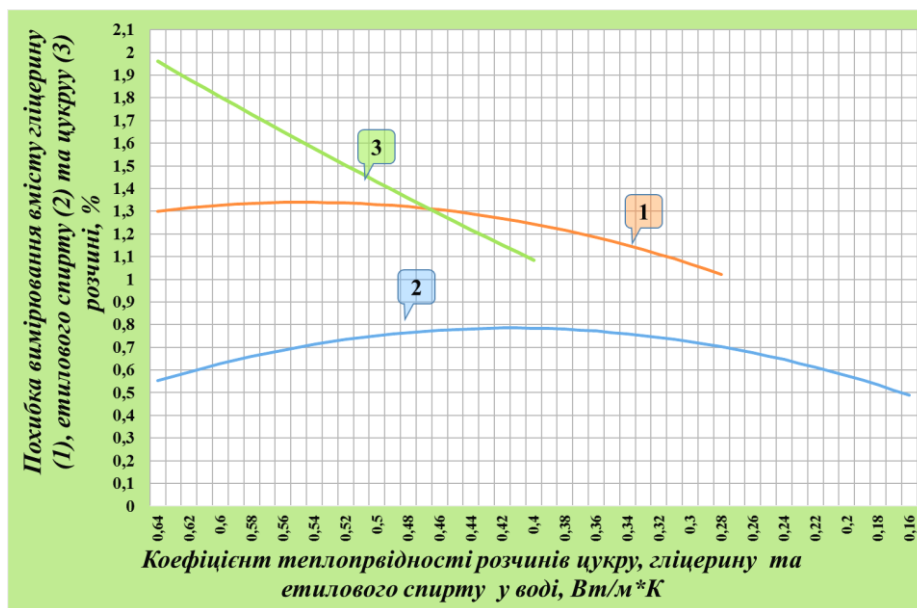


Рис. 5. Графіки величини похибок визначення гліцерину (1), об'ємного вмісту етилового спирту (2) та цукру (3) в їх водяних розчинах в залежності від теплопровідності розчину при вимірюванні теплопровідності

Аналіз похибки вимірювання при різних режимах роботи приладу (при збільшенні терміну сеансу вимірювання, або при одночасному вимірюванні багаточисельних зразків однієї і тієї ж досліджуваної рідини) детально приведено в роботі авторів [17].

При дослідженні теплопровідності молока з різним ступенем жирності виявлено, що з ростом вмісту жирів теплопровідність молока зменшується і таким чином можна контролювати вміст жирів за значенням теплопровідності молока [13]. Графік залежності теплопровідності молока від його жирності наведені на рис. 6. Розміщення вимірювального зонда в пробірці з зразком молока показано на рис. 8

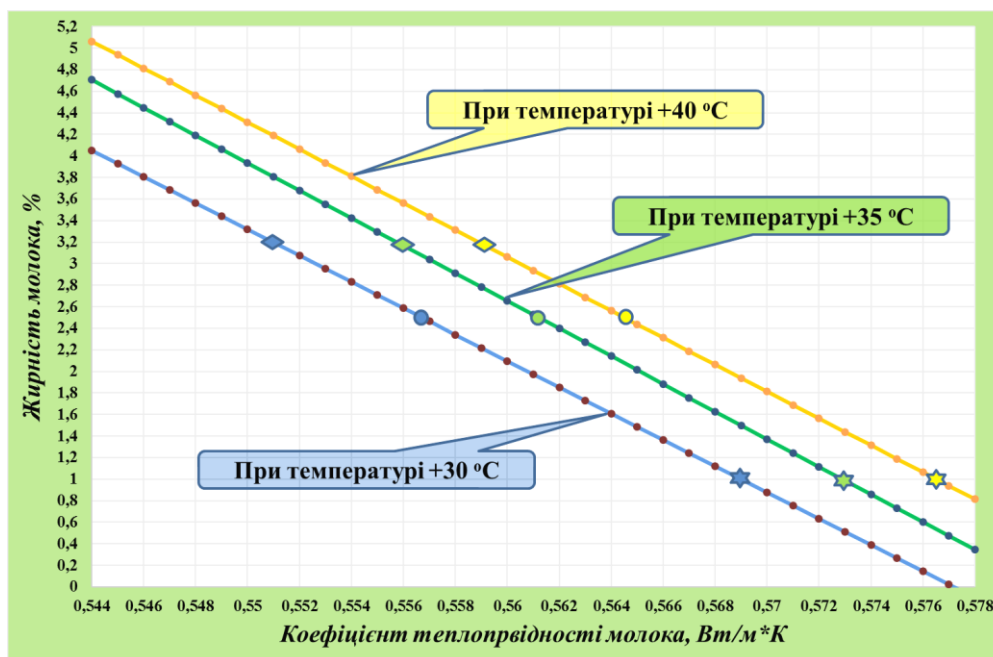


Рис. 6. Залежність теплопровідності молоко від вмісту жирів

Часто при контролі складу речовин з різною метою необхідно контролювати склад сумішей, вміст яких є неоднорідним, тобто вони можуть мати декілька шарів з різними теплофізичними характеристиками. Такими речовинами є біологічні матеріали, наприклад, кров. Як відомо, біологічні матеріали змінюють свої властивості в часі та при зміні їх температури, тому дослідження їх характеристик треба проводити з врахуванням цих обставин з використанням відповідних методик. Кров, по-перше має властивість згортатися, а, по-друге, при змішуванні її з речовинами, які запобігають згортанню крові, з певним часом розділяється на плазму та важкі фракції (рис. 7).

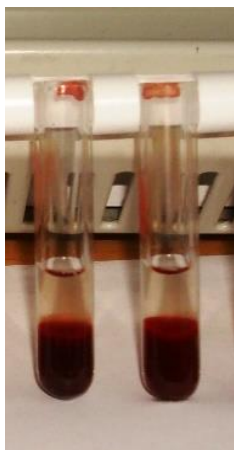


Рис. 7. Вигляд розшарування крові людини



Рис. 8. Вигляд пробірок з молоком при дослідженні його теплопровідності

При дослідженнях крові [13] виявлено, що з часом в ній відбувається осідання більш важких ферментів (еритроцитів, лейкоцитів, та ін.), що приводить до розшарування суміші і як наслідок до спотворення результатів вимірювання. На дно пробірки осідають найважчі клітини крові – еритроцити. Над шаром еритроцитів видно тоненьку смужку білого кольору (рис. 7). Це лейкоцити і кров'яні пластинки. Зверху відстоюється рідина жовтого кольору – плазма крові.

Проведені вимірювання показали, що дослідження неоднорідності крові та її сумішей шляхом контролю теплопровідності таких речовин можливе при умові контролю положення зонда відносно поверхні. Висновки про склад досліджуваних сумішей, які необхідні при дослідженнях, можна зробити на основі порівняльного аналізу ТФХ досліджуваної суміші на різній глибині занурення зонда, в даному випадку верхнього та нижнього шарів (розчину плазми і розчину еритроцитів).

Висновки

1. З одержаних в результаті досліджень даних можна зробити висновок, що точність, з якою може бути визначено об'ємний вміст сумішей, залежить від різниці коефіцієнтів теплопровідності компонентів. Так, в даному випадку, похибка визначення об'ємного вмісту гліцерину та цукру в їх водних розчинах більша, ніж похибка визначення об'ємного вмісту етилового спирту. Для дотримання необхідної точності при вимірюваннях необхідно в залежності від значень різниці коефіцієнтів теплопровідності компонентів вибрати алгоритм і режим досліджень.

2. При контролі складу біологічних матеріалів необхідно враховувати їх властивість змінювати свій стан фракцій з часом. Так, кров та її розчини з часом розділяється на більш легкі фракції (плазма) розчину, які залишається в верхній частині посудини та більш важкі фракції розчину (форменні) – в нижній частині. Метод прямого підігріву термістора дозволяє проводити контроль складу таких речовин в малих об'ємах на різних глибинах і фіксувати момент розділу речовини на компоненти. Метод дозволяє визначити рівень межі розподілу та теплофізичні на різних рівнях розподілу. Це дуже важливо не тільки при визначенні ТФХ біологічних матеріалів, а також, наприклад, для контролю технологічного процесу створення нанорідин з заданими характеристиками.

Література

1. Дивин А. Г. Методы и средства измерения состава и свойств веществ: учебное пособие для студентов высших учебных заведений / А. Г. Дивин, С. В. Пономарев. – Тамбов: Изд-во ФГБОУ ВПО «ТГТУ», 2014. – 104 с.
2. Жаров А.В. Экспериментальный метод измерения теплопроводности наножидкости / А.В. Жаров, Н. Г. Савинский, А. А. Павлов, А. Н. Евдокимов // *Фундаментальные исследования*, – № 8, 2014
3. Шмельков Д. А. Устройство для определения относительной вязкости нефтепродуктов и показателя динамики их нагрева / Д. А. Шмельков, Р. Г. Нигматуллин, Л. Ш. Шустер // *Вестник УГАТУТ: МАШИНОСТРОЕНИЕ*, – № 8 (53), – 2012, – С. 126–128
4. Шангин, В. В. Метод и устройство экспресс-контроля летучих примесей в маслах энергетического оборудования / В. В. Шангин, В. Г. Бухман, П. В. Скрипов, А. А. Старостин // *Известия вузов. Проблемы энергетики*, – 2010, – № 7-8. – С. 152–158
5. Шокина Ю.В. Метод определения теплофизических характеристик слоя сыпучих сред с элементами импульсного теплового контроля / Ю.В. Шокина, А.Б. Власов, Г.О. Шокин // *Вестник ВГУИТ*, №1, – 2015, – С. 63-69
6. Антипов С. Т. Исследование реологических и теплофизических характеристик крови крупного рогатого скота / С. Т. Антипов, В. Ю. Овсянников, А. А. Корчинский, А. А. Смирных // *Вестник ВГУИТ*, – 2017, – Т. 79. № 3, – С. 26–30
7. Постнов В. И. Неразрушающие методы контроля содержания связующих в препрегах и ПКМ (обзор) / В. И. Постнов, О. Л. Бурхан, А. Э. Рахматуллин, С. М. Качура // *Труды ВИАМ*. 2013, – №12, – 6 с.
8. Гаврилова Е. Л. Физико-химические методы анализа производства алкогольсодержащей продукции / Н. И. Шаталова, М. Н. Сайфутдинова, П. А. Гуревич // *Учебное пособие: Казань. Издательство КНИТУ*, – 2013
9. Нестерук Д. А. Тепловой контроль и диагностика / Д. А. Нестерук, В. П. Вавилов // *Учебное пособие для подготовки специалистов I, II, III уровня*. – Томск, 2007, – 104 с.
10. Шашков А. Г. Фактор термодиффузии газовых смесей: методы определения / А. Г. Шашков, В. Б. Василенко, А. Ф. Золотухина. – Минск: Белорусская наука, 2007.
11. M. F. van Gelder A thermistor based method for measurement of thermal conductivity and thermal diffusivity of moist food materials at high temperatures: Dissertation of Doctor of Philosophy in Biological Systems Engineering / Maarten F. van Gelder. – Blacksburg, Virginia, 1998. – 160 p.
12. Matvienko, S. Increasing accuracy of measuring thermal conductivity of liquids by using the direct heating thermistor method / Sergey Matvienko, Sergey Vysloukh, Oleksandr Martynchyk // *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*. – 2016. – Vol. 4, N 5(82). - P. 20-30. – Way of Access : DOI : 10.15587/1729-4061.2016.75459.
13. Tymchik G. Investigation Thermal Conductivity of Biological Materials by Direct Heating Thermistor Method / G. Tymchik, S. Vysloukh, N. Tereshchenko, S. Matvienko. – 2018 IEEE 38th International Conference on ELECTRONICS AND NANOTECHNOLOGY (ELNANO), April 24-26, 2018, – Kyiv, Ukraine. – pp. 429-434
14. Matvienko S. Determination thermal and physical characteristics of liquids using pulse heating thermistor method / S. Matvienko, S. Vysloukh, O. Martynchyk // *International Journal of Engineering Research and Science*. – 2016. – Vol.2, Iss. 5. – P.250-258; ISSN №2395-6992.
15. Справочник по теплопроводности газов и жидкостей / Н. Б. Варгафтик, Л.П. Филиппов, А. А. Тарзиманов, Е. Е. Тоцкий. – М.: Энергоатомиздат, – 1990. – 352 с.
16. Гинзбург А. С. Теплофизические характеристики пищевых продуктов. Справочник / А. С. Гинзбург, М. А. Громов, Г. И. Красовская. М.: Пищевая промышленность, 1980. – 288 с.
17. Матвієнко С. М. Підвищення точності вимірювання теплопровідності рідин методом прямого підігріву термістора / Матвієнко С. М., Вислоух С. П. // *Наукові вісті НТУУ "КПІ"*. – 2016. – № 6. – С. 85–93.

Тымчик Г. С., Выслоух С. П., Матвиенко С. Н.

Национальный технический университет Украины «Киевский политехнический институт имени Игоря Сикорского»

КОНТРОЛЬ СОСТАВА ВЕЩЕСТВ С ПОМОЩЬЮ «МЕТОДА ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ»

Исследовано определение состава веществ путем контроля их теплофизических свойств методом прямого подогрева термистора.

Для осуществления контроля состава приведенных исследуемых веществ обоснованно использовать метод прямого подогрева термистора. Рассмотрены причины возникновения погрешности измерения предложенным методом и определены пути для ее уменьшения. Представлены результаты экспериментальных исследований с контрольными материалами с помощью разработанного прибора. Определено направление по повышению точности и эффективности использования предложенного метода при определении состава веществ. Доказано, что в смесях двух веществ с уменьшением отношения значений теплопроводности этих веществ увеличивается погрешность измерения процента содержания одного вещества в другом. Доказана возможность уменьшения погрешности измерения путем обработки накопленных данных при многократных наблюдениях. Рассмотрена возможность контроля содержания неоднородных веществ, а именно, при выпадении осадка или расслоении исследуемой смеси.

Ключевые слова: *неразрушающий контроль, состав веществ, теплопроводность, метод прямого подогрева термистора.*

Tymchik G., Vysloukh S., Matvienko S.

National Technical University of Ukraine "Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute"

CONTROL OF SUBSTANCES COMPOSITION BY METHOD OF HEAT CONDUCTIVITY

Considered questions for investigation of the possibility to determining the composition of substances by controlling their thermophysical properties by direct heating thermistor method.

It is reasonable to use the direct heating method of the thermistor to control the composition of the test substances. The reasons for the error in the measurement by the proposed method are considered and the ways to reduce it are determined. The resulted results of experimental researches with control materials by means of the device on the basis of direct heating thermistor method. Directions have been determined to increase the accuracy and effectiveness of the proposed method in determining the composition of substances. It is proved that in the mixtures of two substances with a decrease in the ratio of the values of the thermal conductivity of these substances, the error in measuring the percentage for content of one substance in another increases. Shown the possibility of reducing the measurement error by processing the accumulated data during multiple observations. is Considered the possibility of controlling the content of inhomogeneous substances, namely, in the case of precipitation or separation of the test mixture.

Key words: *non-destructive testing, composition of substances, thermal conductivity, direct heating thermistor method.*

Стаття надійшла до редакції 16.05.2018.