

УДК 53.082

Анатычук Л.И.¹, Гаврилюк Н.В.¹, Лысько В.В.^{1,2}, Сенюк Ю.И.²

¹Институт термоэлектричества НАН и МОН Украины,
ул. Науки, 1, Черновцы, 58029, Украина;

²Черновицкий национальный университет им. Ю. Федьковича,
ул. М. Коцюбинского, 2, Черновцы, 58012, Украина

ИЗМЕРЕНИЕ ТЕРМОЭЛЕКТРИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ ПРИ ВЫСОКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ

Приведены результаты исследований погрешностей, возникающих при измерении термоэлектрических свойств материалов абсолютным методом в интервале температур 30–900 °С. Установлено, что основная погрешность при измерениях обусловлена радиационным излучением поверхности образцов. Установлено также, что при температурах 600–900 °С применение градиентных радиационных экранов становится неэффективным – погрешность при измерениях теплопроводности возрастает до 25–30 %. Изучена эффективность снижения погрешности таких измерений путем применения порошковых теплоизолирующих материалов. Установлено, что их использование в сочетании с градиентными тепловыми экранами позволяет снизить величину погрешностей до 1.5–5.5 %. Приводится описание экспериментального устройства, в котором использованы эти способы снижения погрешностей.

Ключевые слова: измерения, абсолютный метод, термоэлектрические параметры, погрешности.

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.

Введение

Общая характеристика проблемы. Создание новых термоэлектрических материалов, эффективных при повышенных температурах является одной из важных задач термоэлектричества [1-3]. Для ее решения необходимы методы и оборудование, которым измеряются термоэлектрические свойства материалов с, по возможности, высокой точностью. В работах [4-6] показано, что для обеспечения приемлемой точности измерений эффективным является абсолютный метод с применением специальных градиентных радиационных экранов. При определении добротности материала таким методом погрешность при температурах до 500 °С составляет не более 4.7 %. При более высоких температурах применение радиационных

экранов становится неэффективным, погрешности измерений резко возрастают.

Целью настоящей работы является исследование физических факторов, приводящих к возрастанию погрешностей при температурах до 900 °С, нахождение путей снижения их влияния на точность измерений, разработка точных методов измерения термоэлектрических свойств материалов и создание на их основе соответствующего измерительного оборудования.

Физическая, математическая и компьютерная модели

Модель содержит цилиндрический образец длиной l и диаметром d , эталонный нагреватель, термостат и экран с нагревателем (рис. 1).

Температура термостата – T_0 , эталонного и экранного нагревателя – T_1 ; теплопроводность материала образца – κ_1 , эталонного нагревателя – κ_2 , экрана – κ_3 , нагревателя экрана – κ_4 ; коэффициент поглощения образца – ε_1 , эталонного нагревателя – ε_2 , экрана – ε_3 , экранного нагревателя – ε_4 , термостата – ε_5 .

В модели учтены: теплообмен излучением между поверхностями образца, экрана, нагревателей и термостата; перенос тепла по образцу и экрану; теплообмен излучением между экраном и термостатом.

Для нахождения распределения температуры в измерительном устройстве необходимо решить систему уравнений теплопроводности для каждого из его элементов

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

где Q_i – мощность внутренних источников тепла.

Для решения этой задачи использован пакет прикладных программ COMSOL Multiphysics.

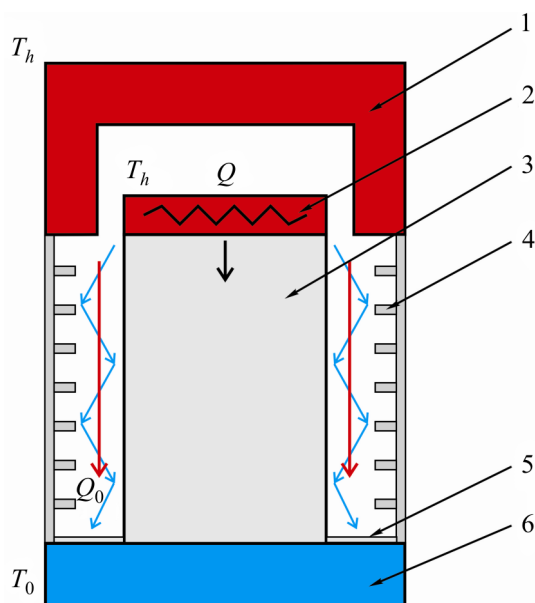


Рис. 1. Физическая модель устройства для измерения параметров термоэлектрического материала абсолютным методом. 1 – экранный нагреватель, 2 – эталонный нагреватель, 3 – исследуемый образец, 4 – экран с радиационными кольцами, 5 – отражатель, 6 – термостат.

Граничные условия, учитывающие теплообмен излучением между элементами измерительной системы

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

где σ – постоянная Стефана-Больцмана, G – поток тепла излучением

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

G_m – поток тепла от других элементов устройства, F_{amb} – фактор поля зрения, равный части поля зрения, которая не подпадает под действие других поверхностей, T_{amb} – температура в далеко удаленной точке в направлениях, включенных в F_{amb} . Коэффициент G_m , который зависит от взаимного расположения поверхностей, рассчитывается путем введения в компьютерную модель дополнительной переменной J , которая задается уравнением

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

Результаты исследований влияния излучения на точность измерений теплопроводности при повышенных температурах

При расширении рабочего диапазона температур измерений роль излучения будет возрастать. На рис. 2 приведены значения погрешностей δk при определении теплового потока через образец в зависимости от температуры измерений для различных значений коэффициента поглощения поверхностей образца и эталонного нагревателя. Видно, что даже при использовании радиационных колец на экране и отражателя на термостате, погрешности достигают 25 – 30 %.

Полученные результаты свидетельствуют о необходимости принятия дополнительных мер для уменьшения неконтролируемых потерь тепла излучением с поверхности измеряемого образца.

Одной из таких мер может быть использование порошковых теплоизолирующих материалов, которыми заполняется пространство между образцом и радиационным экраном. Одним из таких материалов может быть перлит. Теплопроводность перлита в интервале температур 30 – 900 °С приведена на рис. 3.

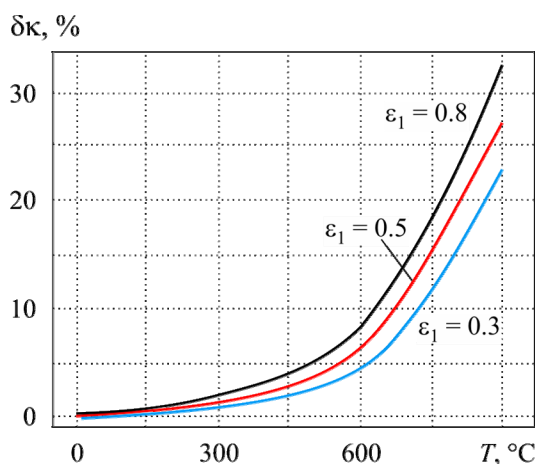


Рис. 2. Температурные зависимости погрешностей в определении теплопроводности для разных значений степени черноты образца.

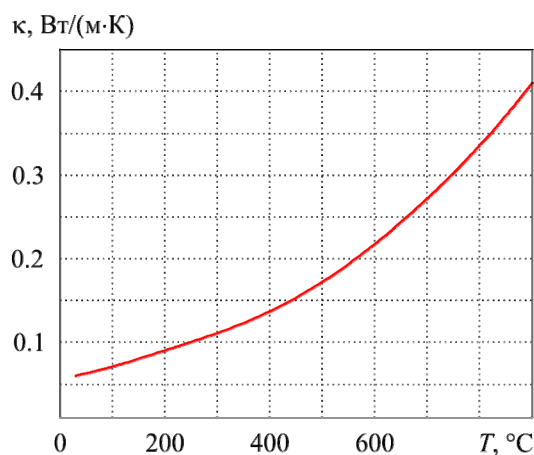


Рис. 3. Теплопроводность перлита в интервале температур 30 – 900 °С.

Компьютерным моделированием были проведены исследования погрешностей измерений для модели, приведенной на рис. 4.

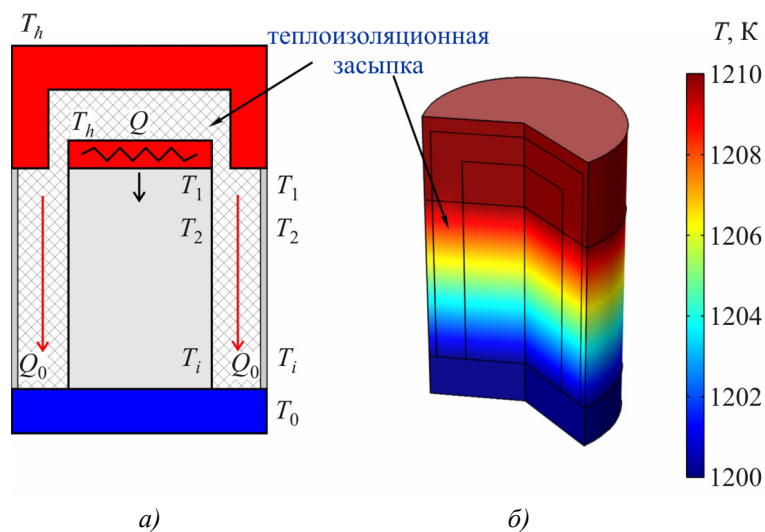


Рис. 4. Использование перлита для уменьшения потерь тепла излучением а) физическая модель; б) распределение температуры, полученное при помощи COMSOL Multiphysics.

Результаты моделирования показаны в виде температурных зависимостей погрешностей измерения теплопроводности $\delta\kappa$ для различных значений теплопроводности образца (рис. 5).

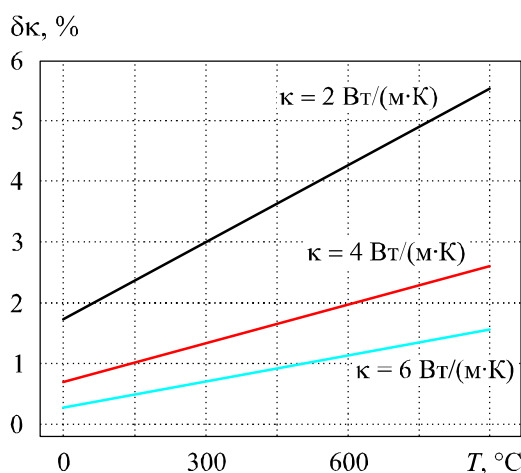


Рис. 5. Влияние теплоизоляционной засыпки на погрешности измерения теплопроводности.

Как видно, использование тепловой изоляции позволяет уменьшить погрешности измерения κ до 1.5 – 5.5.

Описание конструкции измерительного блока

Полученные результаты использованы при разработке измерительного блока установки для определения термоэлектрических свойств материалов в интервале температур 30 – 900 °С (рис. 6).

Исследуемый образец размещается внутри измерительного устройства и прижимается вместе нагревателем к посадочной площадке (рис. 7).

Для уменьшения погрешностей при измерениях используются тепловые ключи и порошковый термоизоляционный материал, которым заполняется свободное пространство внутри измерительного устройства.

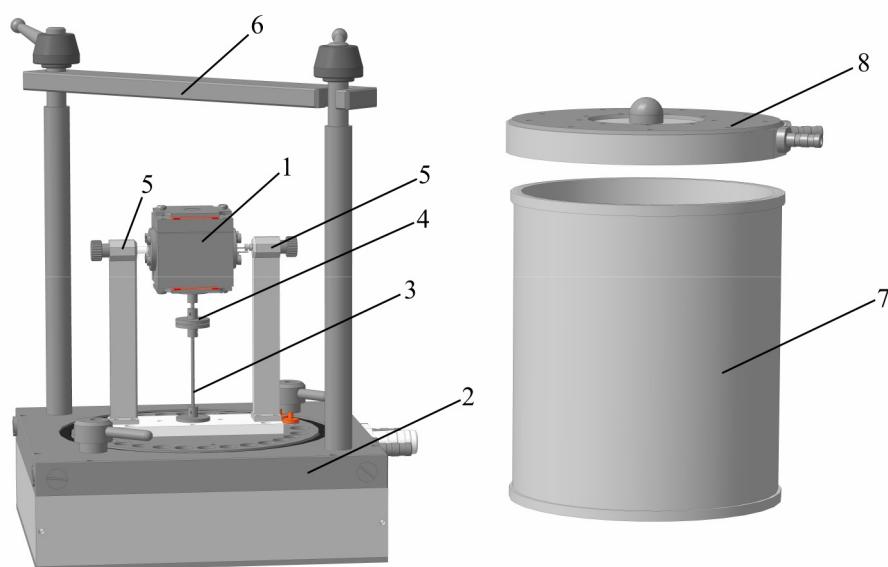


Рис. 6. Измерительный блок установки для определения термоэлектрических свойств материалов.

- 1 – измерительное устройство, 2 – основание измерительного блока с водяным охлаждением,
3 – стойка измерительного термостата, 4 – тепловой ключ термостата,
5 – устройство для прижима образца, 6 – прижимное устройство вакуумного колпака
7, 8 – крышка вакуумного колпака с водяным охлаждением.

Для предотвращения перегрева внешней поверхности прибора в измерительный блок также засыпается теплоизолирующий материал.

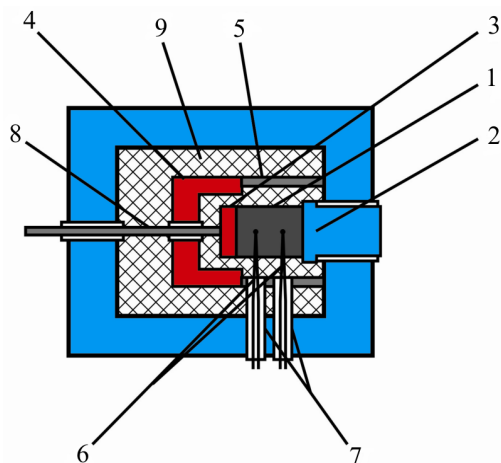


Рис. 7. Схема измерительного устройства. 1 – исследуемый образец, 2 – посадочная площадка,
3 – эталонный нагреватель, 4 – защитный нагреватель, 5 – экран, 6 – термопары,
7 – устройство для прижима образца, 8 – тепловые ключи, 9 – теплоизоляционная засыпка.

На рис. 8 показано распределение температуры в измерительном блоке, полученное компьютерным моделированием. Проведенные компьютерные исследования позволили определить необходимые мощности фоновых, эталонного и защитного нагревателей и оптимизировать конструкцию блока для достижения изотермических условий внутри измерительного устройства, где размещен образец. Кроме того, были определены величины погрешностей измерений остальных термоэлектрических параметров для разработанной конструкции измерительного блока, которые для термоЭДС составляют ~ 1.5 %, электропроводности ~ 1.5 %, термоэлектрической добротности ~ 10 %.

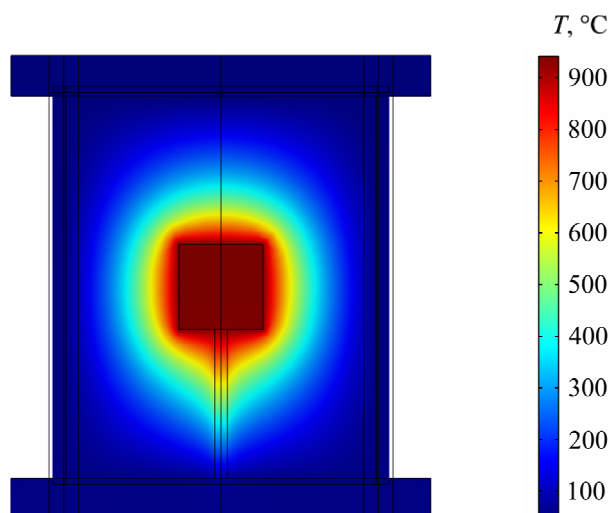


Рис. 8. Распределение температуры внутри пассивного термостата.

Выводы

1. Исследованы погрешности при измерениях теплопроводности абсолютным методом при температурах до 900 °С. Установлено, что использование только радиационных экранов для минимизации потерь тепла с поверхности образца приводит к погрешностям до 25 – 30 %.
2. Рассчитаны величины погрешностей при измерении теплопроводности в случае использования теплоизоляционной засыпки. Для рассмотренной модели измерительного устройства они составляют 1.5 – 5.5 %.
3. Разработана измерительная установка и определены величины погрешностей для нее, которые при температуре до 900 °С составляют: для теплопроводности ~ 5 %, термоЭДС ~ 1.5 %, электропроводности ~ 1.5 %, термоэлектрической добротности ~ 10 %.

Литература

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. Анатычук Л.И. Установка для измерения свойств полупроводникового термоэлектрического материала / Л.И. Анатычук, Н.В. Гаврилюк, В.В. Лысько // Термоэлектричество. – 2010. – № 3. С. 43 – 51.
5. Патент Украины № 71614. МПК (2012.01) G01R 27/00. Устройство для определения электропроводности, теплопроводности и термоЭДС термоэлектрических материалов / Анатычук Л.И., Лысько В.В. – № u201113846 заявл. 24.11.2011; опубл. 25.07.2012, Бюл. № 14.
6. Анатычук Л.И. Исследование влияния излучения на точность измерения теплопроводности абсолютным методом / Л.И. Анатычук, В.В. Лысько // Термоэлектричество. – 2012. – № 1. – С. 70 – 80.

Поступила в редакцию 20.12.2013.