

УДК 001.53, 62-97

РАСПРОСТРАНЕНИЕ ТЕПЛА В ПЕЧИ ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНО-СКАНИРУЮЩЕГО КАЛОРИМЕТРА

Ю.В. Мощенский, А.С. Нечаев, И.В. Макаров

Самарский государственный технический университет
Россия, 443100, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244

Работа посвящена вопросам распространения тепла в печи дифференциально-сканирующего калориметра ДСК с учетом ее основных режимов работы и геометрических размеров. Приведены результаты эксперимента, проведенного для численного определения влияния эффекта излучения подложки на процесс передачи тепла от нагревателя к ячейкам с исследуемым веществом посредством эффекта теплопроводности. Получено уравнение теплопроводности подложки в печи ДСК с учетом изменения коэффициента теплопроводности воздушной прослойки между подложкой и крышкой печи под влиянием теплового излучения подложки на высоких температурных режимах работы устройства.

Полученное уравнение является основополагающим для математического описания объекта системы автоматического регулирования температуры подложки в печи, позволяющей обеспечить оптимальные показатели качества нагрева исследуемого вещества.

Ключевые слова: теплопроводность, излучение, перенос тепла, дифференциально-сканирующий калориметр, системный подход.

Измерение температуры фазового перехода вещества – довольно сложный процесс, требующий от исследователя серьезной подготовки и некоторого опыта проведения и обработки подобных экспериментов. Информация, полученная после обработки данных подобных экспериментов, может дать сведения о составе исследуемого вещества, его свойствах, степени «старения» и т. д.

Одним из методов, применяемых для получения такой информации о веществе, является метод дифференциально-термического анализа высокого разрешения, осуществляемый с помощью дифференциально-сканирующего калориметра (ДСК).

В ходе эксперимента получаемые с помощью ДСК значения температур могут быть довольно сильно искажены ввиду различных факторов, включая человеческий, нестационарность параметров окружающей среды, ошибки измерения и т. п. Исключение или, как минимум, адекватный учет подобных факторов является центральной задачей при создании информационно-измерительных систем.

Одним из перспективных направлений создания и совершенствования информационно-измерительных систем является использование программных продуктов, позволяющих с помощью заложенных в них алгоритмов обрабатывать полученную в ходе физического эксперимента информацию. Данные алгоритмы

Юрий Васильевич Мощенский (д.х.н.), заведующий кафедрой «Радиотехнические устройства».

Александр Сергеевич Нечаев (к.т.н.), старший преподаватель кафедры «Радиотехнические устройства».

Игорь Валерьевич Макаров, преподаватель.

создаются на основе аналитических расчетов, полученных путем корректного представления протекающих физических процессов в измерительной системе.

В работе [1] приведена схема устройства ДСК, в которой имеется устройство приема информации и управления температурой нагревателей. Для синтеза алгоритма управления температурой должны быть учтены особенности процесса нагрева вещества в печи путем переноса к нему тепла от нагревателей. Структура печки устройства ДСК приведена на рис. 1.

Из структуры печи видно, что от корпуса печи 3, в который встроены нагревательные элементы, температурный поток может передаваться металлической подложке 1 за счет теплопроводности в точках их соприкосновения, конвективного теплообмена посредством свободной конвекции вещества в пространстве между подложкой и крышкой 4, а также лучистого теплообмена. На рис. 1 также обозначены термопары 2, предназначенные для измерения температуры веществ, нагреваемых на подложке, и теплоизоляционный материал 5, необходимый для сохранения тепловой энергии снизу печи.

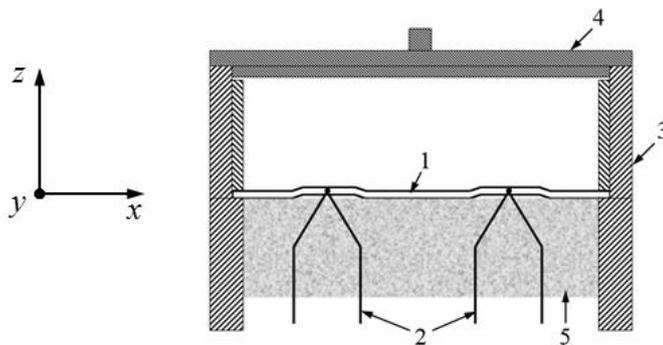


Рис. 1. Структурное представление печки ДСК

Представление процесса нагрева вещества в виде некоторой удобной для рассмотрения аналитической модели требует анализа ряда параметров, учитывающих основные факторы, влияющие на перенос тепла в печке, к которым можно отнести теплопроводность, излучение и конвекцию. Безусловно, модель должна отражать потери тепла, вызванные его отводом по концам термопар в окружающее пространство и т. п., а также зависимость различных физических параметров присутствующих в печке материалов от температуры, при которой проводятся эксперименты. Оговоренные выше факторы тем или иным образом взаимосвязаны между собой, на основании чего можно заключить, что синтез адекватной модели может быть осуществлен с применением способов системного подхода к решению рассматриваемой задачи.

В литературных источниках [2, 3] указано, что в малогабаритных замкнутых пространствах, где нагрев осуществляется вертикальными стенками, конвективным переносом тепла можно пренебречь и считать распространение тепла посредством теплопроводности и излучения основным. Данное утверждение вполне справедливо для печки ДСК.

Уравнение, описывающее процесс изменения температуры в подложке печки посредством теплопроводности, может быть получено из общего уравнения теплопроводности однородного цилиндрического тела с учетом структурной особенности печки. Поскольку при нагреве корпуса печки температура передается подложке, лежащей своими границами на внутренней стенке печи, а высота

подложки намного меньше ее радиуса, то можно предположить, что тепловой поток, идущий от границ подложки к ее центру, является одномерным (равным по высоте $\left(\frac{\partial q_z}{\partial z} = 0\right)$). Считая форму подложки идеально круглой и принимая передачу тепла подложки от стенки печи равномерной по всей площади их соприкосновения, можно допустить, что тепло распространяется в зависимости от одной пространственной координаты r , тогда общее уравнение теплопроводности запишется в виде одномерного уравнения

$$\frac{\partial T(r,t)}{\partial t} = a \left(\frac{\partial^2 T(r,t)}{\partial^2 r} + \frac{1}{r} \frac{\partial T(r,t)}{\partial r} \right) + \frac{q_0}{C\rho}, \quad (1)$$

$$0 \leq r \leq R,$$

где $T(r,t)$ – температура подложки, зависящая от пространственной и временной координат; a – коэффициент температуропроводности; q_0 – тепловой поток, вызванный внутренними источниками тепла; C и ρ – теплоемкость и плотность материала подложки соответственно; R – радиус подложки.

Краевые условия для дифференциального уравнения в частных производных (1) запишутся в виде

$$\begin{cases} T(r,0) = T_0(r), & 0 \leq r \leq R; \end{cases} \quad (1.1)$$

$$\begin{cases} \lambda \frac{\partial T(R,t)}{\partial r} = q(t), & t > 0; \end{cases} \quad (1.2)$$

$$\begin{cases} \frac{\partial T(0,t)}{\partial r} = 0; & t > 0. \end{cases} \quad (1.3)$$

Здесь $T_0(r)$ – температура подложки в начальный момент времени; λ – коэффициент теплопроводности подложки; $q(t)$ – тепловой поток на границе подложки.

Граничное условие (1.3) является условием симметрии, позволяющим ограничиться рассмотрением температурного поля на отрезке $[0; R]$ вместо $[-R; R]$. В качестве управляющего воздействия здесь используется сосредоточенное на поверхности $r = R$ граничное управление по плотности внешнего теплового потока $q(t)$ [4].

Уравнение (1) учитывает наличие внутренних источников тепла, чем для данного объекта может являться процесс теплового излучения, а также передачи тепла посредством теплопроводности через воздушный слой от подложки к крышке.

Анализ литературных источников [5, 6] показал, что перенос тепла излучением описывается многопараметрическими выражениями, проводящими связь между свойствами излучающей и поглощающей поверхностей, окружающей среды, геометрическими размерами объектов и т. п., причем все они в большей или меньшей степени зависят от температуры поверхностей. В общем случае для рассматриваемой системы уравнение результирующего теплового потока может быть представлено в виде

$$q_{изл} = a_{12}(\lambda_{изл}, \varphi) \cdot c \cdot \left[\left(\frac{T_1}{100} \right)^4 - \left(\frac{T_2}{100} \right)^4 \right], \quad (2)$$

где T_1 и T_2 – соответственно температуры первой и второй поверхностей, причем $T_1 > T_2$; c – коэффициент излучения серого тела; $a_{12}(\lambda_{изл}, \varphi)$ – приведенная поглощающая способность системы, зависящая от диапазона длин волн излучения $\lambda_{изл}$, диапазона углов падения излучения к поверхностям φ и выражающаяся через поглощающие способности первой ($a_1(\lambda_{изл}, \varphi)$) и второй ($a_2(\lambda_{изл}, \varphi)$) поверхностей следующим образом:

$$a_{12}(\lambda_{изл}, \varphi) = \frac{a_1(\lambda_{изл}, \varphi) \cdot a_2(\lambda_{изл}, \varphi)}{a_1(\lambda_{изл}, \varphi) + a_2(\lambda_{изл}, \varphi) - a_1(\lambda_{изл}, \varphi) \cdot a_2(\lambda_{изл}, \varphi)}. \quad (3)$$

Здесь под первой и второй поверхностями понимаются цилиндрическая стенка нагревателя и подложка соответственно.

В реальных условиях пространство над подложкой заполняет воздушная среда или некое газообразное вещество, выделяемое во время эксперимента. Количество поглощаемой газом энергии зависит от числа находящихся в данном объеме микрочастиц газа. Последнее пропорционально толщине газового слоя, характеризуемой длиной пути электромагнитной волны, парциальному давлению газа и его температуре, причем как поглощение, так и излучение газовой среды происходят не на всем диапазоне частот излучения, а в зависимости от особенностей газа. Учет всех оговоренных параметров для описания процесса переноса тепла излучением в рассматриваемом устройстве ДСК с помощью аналитического выражения представляет крайне сложную задачу, не решаемую однозначно.

На основании проделанного анализа, а также особенностей устройства и эксплуатации устройства ДСК было сделано допущение, что влияние излучения на процесс распространения тепла в печке можно считать зависящим только от изменения температуры ее нагрева, а остальные параметры могут быть представлены в виде постоянных коэффициентов.

Для количественной оценки влияния излучения и теплоотвода от подложки к крышке посредством теплопроводности слоя газа на распространение тепла в печке ДСК был произведен ряд экспериментов, заключающихся в определении изменения динамических показателей теплопроводности подложки при различных рабочих температурах ее нагрева. Обработанные реализации некоторых снятых с датчика температуры сигналов приведены на рис. 2. На рис. 2 $f(T)$ – функция, отражающая принятое ячейкой тепловое воздействие в нормированном виде.

Анализ экспериментальных данных показал, что уменьшение количества теплоты, принимаемой ячейкой от нагревателя, зависит от температуры нагрева печки по закону, представленному на рис. 3.

На рис. 3 $K(f)$ характеризует коэффициент передачи тепла ячейке в нормированном виде. Экспериментально полученные данные были аппроксимированы полиномом седьмой степени с погрешностью, не превышающей 0,5 %, что позволяет использовать его в качестве аналитической характеристики для дальнейшего анализа.

Уменьшение $K(f)$ с ростом температуры свидетельствует об уменьшении термического сопротивления прослойки воздуха между подложкой и крышкой, а следовательно, и об увеличении коэффициента теплопроводности воздуха с увеличением температуры его нагрева.

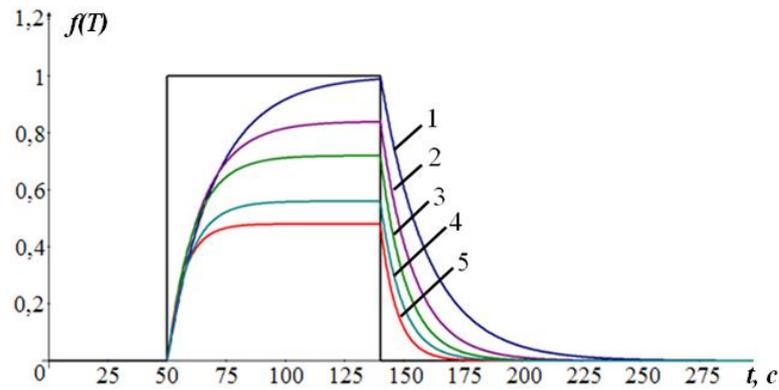


Рис. 2. Экспериментально снятые сигналы при различных температурах подложки:
 1 – 57 °C ; 2 – 150 °C ; 3 – 300 °C ; 4 – 400 °C ; 5 – 500 °C

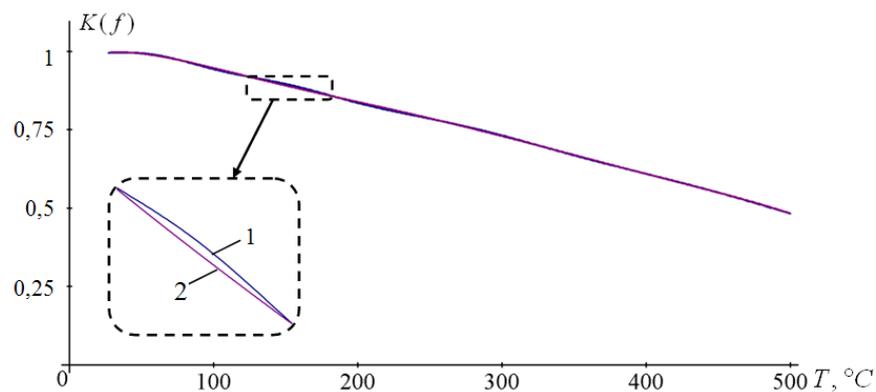


Рис. 3. Зависимость принимаемого ячейкой количества теплоты от температуры нагрева:
 1 – экспериментально полученные данные;
 2 – функция аппроксимации экспериментальных данных

В источнике [7] на основании справочных данных предлагается уравнение изменения коэффициента теплопроводности воздуха в зависимости от температуры его нагрева при давлении 0,1 МПа, которое имеет вид

$$\lambda_c \cdot 10^3 = -0,9474 + 11,961 \left(\frac{T}{100} \right) - 2,3632 \left(\frac{T}{100} \right)^2 + 0,8406 \left(\frac{T}{100} \right)^3 - 0,1747 \left(\frac{T}{100} \right)^4 + 1,904 \cdot 10^{-2} \left(\frac{T}{100} \right)^5 - 1,035 \cdot 10^{-3} \left(\frac{T}{100} \right)^6 + 2,228 \cdot 10^{-5} \left(\frac{T}{100} \right)^7. \quad (4)$$

По экспериментально полученной зависимости термического сопротивления было получено выражение, характеризующее связь изменения теплопроводности воздуха от температуры нагрева печи:

$$\lambda_{\text{э}} = 2,686 - 17,964 \left(\frac{T}{100} \right) + 37,228 \left(\frac{T}{100} \right)^2 - 25,406 \left(\frac{T}{100} \right)^3 + 9,347 \left(\frac{T}{100} \right)^4 - 1,873 \left(\frac{T}{100} \right)^5 + 0,191 \left(\frac{T}{100} \right)^6 - 7,716 \cdot 10^{-3} \left(\frac{T}{100} \right)^7. \quad (5)$$

Графический вид функций (4) и (5) представлен на рис. 4, из которого видно, что между ними имеются расхождения. Численный анализ данных характеристик показал, что до значения температуры $410 \text{ }^\circ\text{C}$ расхождение между ними не превышает 10 %. Это дает основание предположить, что до температуры нагрева печи $410 \text{ }^\circ\text{C}$ основную роль тепловых потерь в устройстве ДСК играет увеличение коэффициента теплопроводности воздушного пространства между подложкой и крышкой.

При температуре $> 410 \text{ }^\circ\text{C}$ расхождение полученных зависимостей возрастает, так, например, при $T = 500 \text{ }^\circ\text{C}$ расхождение составляет 23,5 %, что уже весьма существенно. Исходя из этого можно заключить, что при температурах нагрева печи выше $410 \text{ }^\circ\text{C}$ заметную роль начинает играть тепловое излучение подложки.

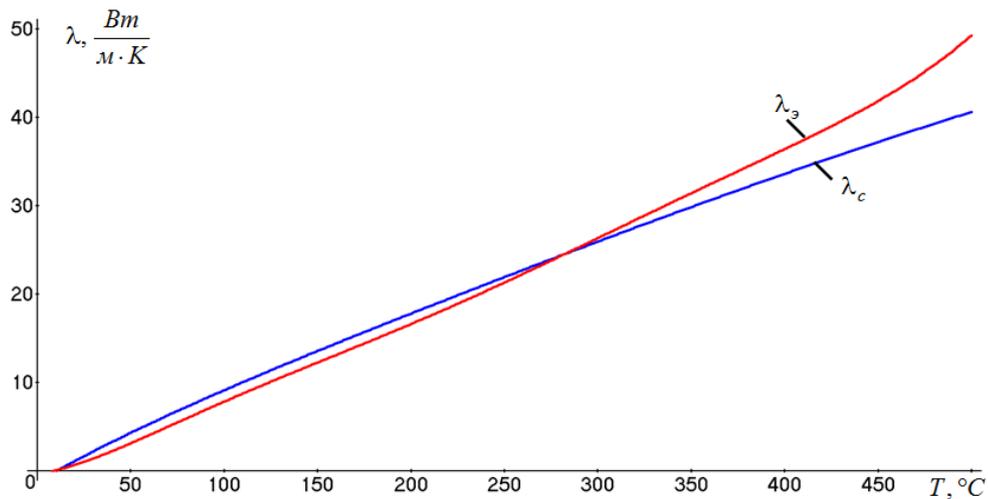


Рис. 4. Графики зависимостей коэффициентов теплопроводности воздушной прослойки от температуры нагрева печи

Согласно проделанному анализу и при условии того, что коэффициент температуропроводности зависит от теплопроводности как $a = \lambda / C_p$, выражение (1) можно записать в виде

$$\frac{\partial T(r,t)}{\partial t} = \frac{\lambda_{\text{э}}}{C_p} \left(\frac{\partial^2 T(r,t)}{\partial r^2} + \frac{1}{x} \frac{\partial T(r,t)}{\partial r} \right). \quad (6)$$

Выражение (6) включает в себя зависящий от рабочих температур печи ДСК коэффициент теплопроводности и может служить основанием для синтеза алгоритма программного продукта, предназначенного корректно обрабатывать

полученные с информационно-измерительной системы данные. Также равенство (6) является основополагающим уравнением для математического описания объекта системы автоматического регулирования температуры подложки в печи для обеспечения оптимальных показателей качества нагрева исследуемого вещества.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Патент 116238 U1 Российская Федерация, МПК G 01 N 25/00. Устройство для дифференциального термического анализа энергонасыщенных веществ / Мощенский Ю.В., Макаров И.В., Нечаев А.С. Федотов С.В.; заявитель и патентообладатель ФГБОУ ВПО Самарский гос. техн. ун-т. – № 2012102547; заявл. 25.01.2012; опубл. 20.05.2012, Бюл. № 14. – 3 с.
2. *Kuehner J.P.* Velocity measurements in the free convection flow above a heated horizontal cylinder / Joel P. Kuehner, John R. Pflug, F. Andrew Tessier Jr., Ali M. Hamed, Franco J. Moiso Marin // *International Journal of Heat and Mass Transfer*. – 2012. – № 55. – С. 4711–4723.
3. *Ali S.A.* Transition of free convection flow between two isothermal vertical Plates / Ali S. Alzwayi, Manosh C. Paul // *International Journal of Heat and Mass Transfer*. – 2014. – № 76. – С. 307–316.
4. *Ранопорт Э.Я.* Структурное моделирование объектов и систем управления с распределенными параметрами. – М.: Высшая школа, 2003. – 299 с.
5. *Блох А.Г.* Теплообмен излучением: Справочник / А.Г. Блох, Ю.А. Журавлев, Л.Н. Рыжков. – М.: Энергоатомиздат, 1991. – С. 432.
6. *Цветков Ф.Ф., Григорьев Б.А.* Тепломассообмен: Учеб. пособие для вузов. – 2-е изд., испр. и доп. – М.: Изд-во МЭИ, 2005. – 550 с.
7. Справочник по теплопроводности жидкостей и газов / Н.Б. Варгафтик, Л.П. Филиппов, А.А. Тарзиманов, Е.Е. Тоцкий. – М.: Энергоатомиздат, 1990. – 352 с.

Статья поступила в редакцию 7 марта 2015 г.

HEAT DISTRIBUTION IN DIFFERENTIAL SCANNING CALORIMETER FURNACE

Yu. V. Moschensky, A.S. Nechaev, I.V. Makarov

Samara State Technical University
244, Molodogvardeyskaya st., Samara, 443100, Russian Federation

The paper deals with the issues of heat distribution in the DSC furnace with consideration of its basic operation modes and geometrical dimensions. The paper lists the results of experiments conducted for numerical determination of the influence of the radiation of the substrate on the process of heat transfer from the heater to the cells with the test substance through the effect of heat conduction. An equation of heat conduction of the substrate in the oven with consideration of change of the ratio of heat conduction of the air layer between the substrate and the oven cover with consideration of the influence of the thermal radiation of the substrate at high temperature operation modes. The resulting equation is fundamental for mathematical description of the object of the automatic substrate temperature control which allows to provide the best indices of heating quality of the test substance.

Keywords: thermal conductivity, radiation, heat transfer, differential scanning calorimeter, a systematic approach.

*Yury V. Moschensky (Dr. Sci. (Chem.)), Professor.
Alexander S. Nechaev (Ph.D. (Techn.)), Senior Lecture.
Igor V. Makarov, Lecturer.*