



УДК 536.22

EXPERIMENTAL THERMAL CONDUCTIVITY DETERMINATION OF LIQUIDS AND SUBSTANCES WITH A PHASE TRANSITION

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ТЕПЛОПРОВІДНОСТІ РІДИН ТА РЕЧОВИН З ФАЗОВИМ ПЕРЕХОДОМ

Sklyarenko E.V. / Скляренко Є.В.

Ph.d. / к.т.н.

ORCID : 0000-0003-3952-6520

Ivanov S.O. / Іванов С.О.

Ph.d. / к.т.н.

ORCID : 0000-0002-2722-7323

Dekusha L.V. / Декуша Л.В.

Dsc, s.r. / д.т.н., с.н.с.

ORCID : 0000-0003-1881-0880

Vorobiov L.Y. / Воробійов Л.Й.

Dsc, s.r. / д.т.н., с.н.с.

ORCID : 0000-0001-7958-6996

SPIN: 6154-2069

*Institute of Engineering Thermophysics of NAS of Ukraine, 2a, M. Kapnist Str., Kyiv
Інститут технічної теплофізики НАН України, Київ, вул. М. Капніст, 2а, Київ*

Анотація. Стаття присвячена проблемі експериментального визначення теплопровідності рідин та речовин з фазовим переходом. Запропоновано шлях подальшого розвитку методу визначення теплопровідності у пласкому шарі в пристрої з двома тепломірами, для чого запропоновано у вимірювальній комірці розмістити горизонтальне оребріння на боковій стінці поза центральною зоною; передбачити резервуар для рідини, яка розширюється при нагріванні, та забезпечити підвищення тиску рідини у комірці. Це дозволяє позбутися впливу конвективного теплообміну вздовж бокової стінки комірки, розширити температурний діапазон вимірювань за рахунок підвищення температури кипіння, а також проводити дослідження як рідких, так і твердих матеріалів. Розроблено вимірювальний прилад для реалізації зазначеного методу.

Ключові слова: теплопровідність, рідини, речовини з фазовим переходом, теплообмін.

Вступ. В різноманітних технічних установках та технологічних процесах застосовують теплообмінні пристрої та теплоносії. Аналіз показує, що вагомим фактором удосконалення теплообмінних процесів є пошук і залучення нових матеріалів для теплоносіїв, які мають відповідні теплофізичні властивості. Визначення достовірних значень цих властивостей, зокрема, робочого діапазону температури, теплопровідності, температуропровідності і питомої теплоємності, є важливим фактором підвищення ефективності теплообміну в різних технічних пристроях і процесах. Так, знаючи дані про теплоємність та теплопровідність рідкого теплоносія можна проводити інженерні розрахунки нових теплообмінних систем, а також забезпечити надійність та безперейність роботи таких систем.

Станом на сьогодні не знайдено універсальних теоретичних моделей, які б дозволяли розраховувати теплофізичні властивості різних матеріалів в реальних умовах їх експлуатації, тому найбільш раціональним шляхом отримання даних про властивості рідких матеріалів та матеріалів з фазовим



перетворенням є експериментальні методи.

Якщо для визначення теплоємності широкого кола досліджуваних матеріалів існують готові технічні рішення, що реалізують різні методи дослідження, то визначення теплопровідності матеріалів регламентовано стандартами лише для твердих зразків [1, 2].

Необхідно зазначити, що експериментальні методи визначення теплопровідності рідин існують. Серед них найбільш часто застосовуються методи лінійного джерела теплоти (гарячого дроту або нагрітої нитки) [3...5], метод 3ω [6], метод коаксіальних циліндрів [7, 8], тощо, проте кожен з них має свої обмеження та недоліки. Разом із цим, відсутність доступних універсальних засобів, які б дозволяли досліджувати теплопровідність рідин та речовин з фазовим переходом в широкому температурному діапазоні вказують на необхідність розробки та створення спеціалізованого засобу вимірювання для визначення теплопровідності теплоносіїв, які застосовуються у різноманітних апаратах і пристроях.

Серед вимог до такого засобу вимірювання можна виділити універсальність у дослідженні зразків різної в'язкості та з можливістю компенсації перепадів об'єму зразка при фазових переходах, низький вплив конвективної складової теплообміну при дослідженні, широкий діапазон визначення теплопровідності та температури експлуатації. Значення коефіцієнту теплопровідності для рідин займають проміжне місце між значенням для твердих тіл та газів, і знаходиться в межах $\lambda = 0,09 \dots 0,7 \text{ Вт}/(\text{м}\cdot\text{К})$, що ілюструє рисунок 1 [8, 9].



Рисунок 1 - Діапазон значень теплопровідності різних матеріалів [8, 9].



Доволі широкі межі теплопровідності матеріалів обумовлені впливом різноманіття їх структури, хімічного складу, наявності домішок (зокрема вологості), термодинамічних параметрів та інших факторів.

Так, з підвищенням температури, для більшості рідин (за винятком рідин з водневими зв'язками) коефіцієнт теплопровідності зменшується. У рідин же з водневими зв'язками, спостерігається додаткове перенесення теплоти за рахунок утворення цих зв'язків, що супроводжується виділенням чи поглинанням теплоти. Тому рідини з водневими зв'язками мають більшу густину, питому теплоємність, та більшу температуропровідність і теплопровідність [8].

Основний текст.

За результатами аналізу методів дослідження теплопровідності рідин зроблено висновок про те, що одним з найбільш перспективних методів визначення теплопровідності рідких матеріалів та матеріалів з фазовим переходом є відомий стаціонарний метод пластини з використанням двох тепломірів [2], який потребує адаптації для дослідження рідких зразків. Серед його ключових переваг – можливість отримувати дискретні значення теплопровідності з плином часу, що дозволяє відслідковувати зміну теплопровідності зразка при фазовому переході, можливість суттєво знизити вплив конвективної складової теплообміну на результат вимірювання та можливість проведення калібрування приладу за стандартними (еталонними) зразками твердих матеріалів.

Метою роботи є розвиток стаціонарного методу вимірювання теплопровідності з двома тепломірами та розроблення засобу вимірювання теплопровідності рідин.

В основі стаціонарного методу вимірювання теплопровідності з двома тепломірами лежить забезпечення проходження через досліджуваний зразок з плоскими паралельними поверхнями стаціонарного теплового потоку, що направлений перпендикулярно до плоских поверхонь зразка. Якщо відомо густину теплового потоку, який проходить через зразок, температуру поверхонь зразка та його товщину, теплопровідність зразка можна визначити за формулою:

$$\lambda = \frac{h_{zp}}{\Delta T/q} \quad (1)$$

де: h_{zp} - товщина досліджуваного зразка; ΔT - різниця температур на поверхнях зразка; q - густину теплового потоку, що проходить через поверхні зразка.

Густину теплового потоку визначають за допомогою перетворювачів теплового потоку (тепломірів), які встановлені з двох сторін зразка, причому їх поверхні перпендикулярні тепловому потоку. Густину теплового потоку для кожного з тепломірів визначають за формулою:

$$q = k \cdot E \quad (2)$$

де: k - коефіцієнт перетворення тепломіра (визначається шляхом градування); E – сигнал тепломіра.



Незважаючи на методичну простоту експерименту, на практиці метод стикається з певними труднощами створення одномірного температурного поля в дослідному зразку і визначенні ізотермічних перерізів, в яких з достатньою точністю, можливо визначити температурний градієнт та проникаючий питомий тепловий потік. Для спрощення цієї проблеми вимірювання проводять в стаціонарному тепловому режимі. Крім того, недоліком стаціонарного методу є тривалість встановлення в зоні вимірювання стаціонарного теплового режиму.

Будова приладу. Для створення засобу дослідження теплопровідності рідин та матеріалів з фазовим переходом, який би реалізовував метод вимірювання теплопровідності з двома тепломірами та задовольняв встановлені вище вимоги, було розроблено узагальнений концепт приладу, схему якого наведено на рисунку 2.

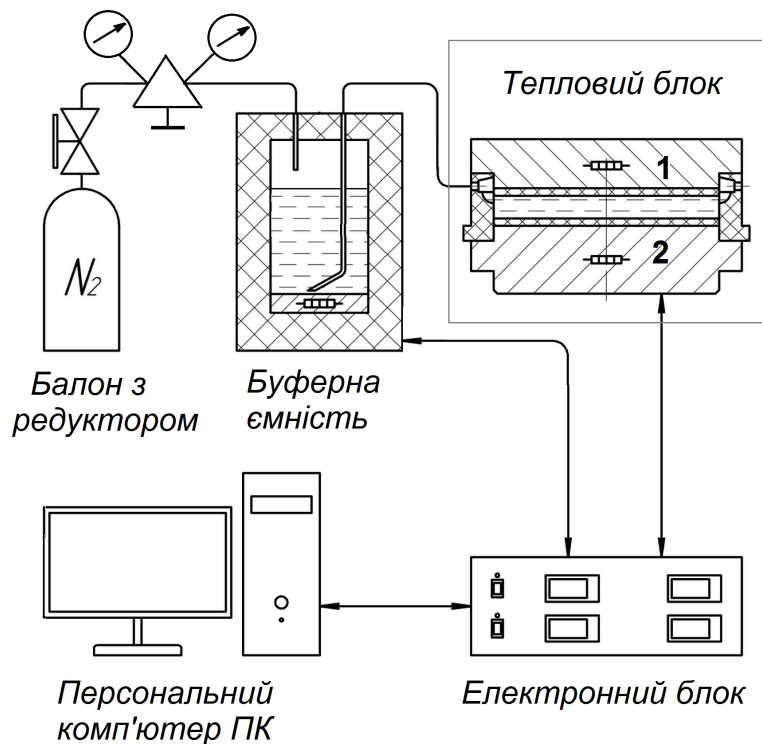


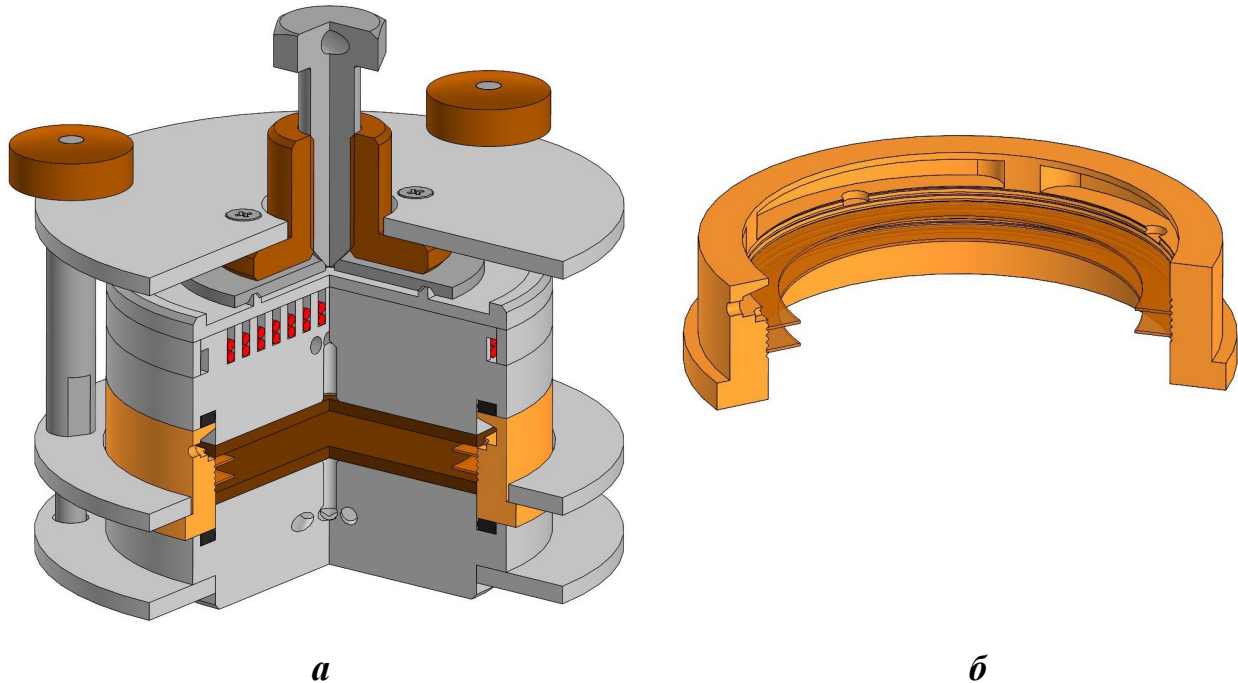
Рисунок 2 - Узагальнена схема приладу для дослідження теплопровідності рідин та речовин з фазовим переходом.

Робоча камера теплового блоку приладу утворена трьома основними елементами: нагрівником (1), холодильником (2) та боковою стінкою, що утворюють порожнину, яка заповнюється досліджуваним зразком. Додатковими елементами на схемі показано заповнений газом (азотом) балон з редуктором та манометрами і буферну ємність, які забезпечують встановлення необхідного тиску у робочій камері шляхом подачі в буферну ємність інертного газу, що дає можливість вимірювати теплопровідність при температурі вищій, ніж температура кипіння при атмосферному тиску, компенсує зміну об'єму зразка в робочій камері за зміни температури дослідження. Якщо зміна об'єму незначна, або відсутня – пристрій може працювати без буферної ємності при атмосферному тиску. Крім того, прилад оснащено також електронним блоком та персональним комп'ютером. Електронний блок забезпечує регулювання



(підтримання) заданих значень температури усіх елементах теплового блоку та перетворення показів первинних перетворювачів температури та теплового потоку у послідовний код, який передається на персональний комп'ютер для оброблення інформації.

Будову робочої камери приладу показано на рисунку 3 (а).



Рисунк 3 - Робоча камера приладу (а) та її бокова стінка (б).

Нагрівник розташований у верхній частині робочої камери та виготовлено з високотеплопровідного матеріалу. До його складу входять, власне, сам електронагрівник з незалежним регулюванням температури, термометр опору для регулювання температури нагрівника, та перетворювач теплового потоку типу допоміжної стінки [10] з охоронною зоною (далі ПТП) в поверхню якого вмонтовано термопару для контролю температури верхньої поверхні зразка. Нагрівник виконано достатньо масивним, щоб забезпечити рівномірне температурне поле в зоні розташування ПТП.

Холодильник (2) знаходиться в нижній зоні робочої камери. Холодильник оснащено ПТП з вмонтованою термопарою, при чому геометричні, теплові та метрологічні характеристики ПТП нагрівника та холодильника максимально схожі. Протилежна поверхня холодильника має шліфовану поверхню, яка в робочому положенні контактує з нагрівником системи регулювання температури холодильника, яка буде описана нижче.

Бічна стінка рисунок 3 (б) виконана як окремий елемент робочої камери та слугує для забезпечення паралельності поверхонь нагрівника та холодильника, а також задає висоту робочої камери. Використання бічних стінок різної висоти дозволяє змінювати конфігурацію робочої камери та розширити коло досліджуваних матеріалів. Бічна стінка виконана з низькотеплопровідного матеріалу для забезпечення одномірного вертикального теплового потоку, має отвір для подачі досліджуваного зразка, а у внутрішній її частині передбачено декілька порожнин, які компенсують зміну об'єму зразка при вимірюванні. На внутрішній



поверхні бічної стінки в зоні безпосереднього контакту зі зразком виконані проточки в яких можна розмістити тонкі кільця з поліімідної плівки, які суттєво знижують конвекцію в комірці та сприяють зниженню впливу крайових ефектів на результат вимірювання. Кільця виконані таким чином, щоб їх внутрішній діаметр був за межами чутливої зони ПТП, а кількість кілець визначається висотою бічної стінки та в'язкістю зразка.

Нагрівник, холодильник та бічна стінка збираються таким чином, щоб ПТП нагрівника та холодильника безпосередньо контактували з досліджуваним зразком, та утворювали окрему герметичну робочу камеру, яка утримується зібраною затискним пристроєм (рис.3 а), що складається з трьох стійок та центрального затискного гвинта. Разом із затискним пристроєм робоча камера може бути вилучена з теплового блоку для обслуговування або заміни зразка без відключення інших елементів теплового блоку приладу.

Більш детально будову теплового блоку показано на рисунку 4.

Крім, власне, робочої камери, тепловий блок складається з нижньої бази та кришки. На нижню базу блоку встановлюється холодильник робочої камери приладу. База має вигляд масивної високотеплопровідної колони циліндричної форми, в проточках якої вмонтовано електронагрівник з незалежним регулюванням температури та контрольні перетворювачі температури.

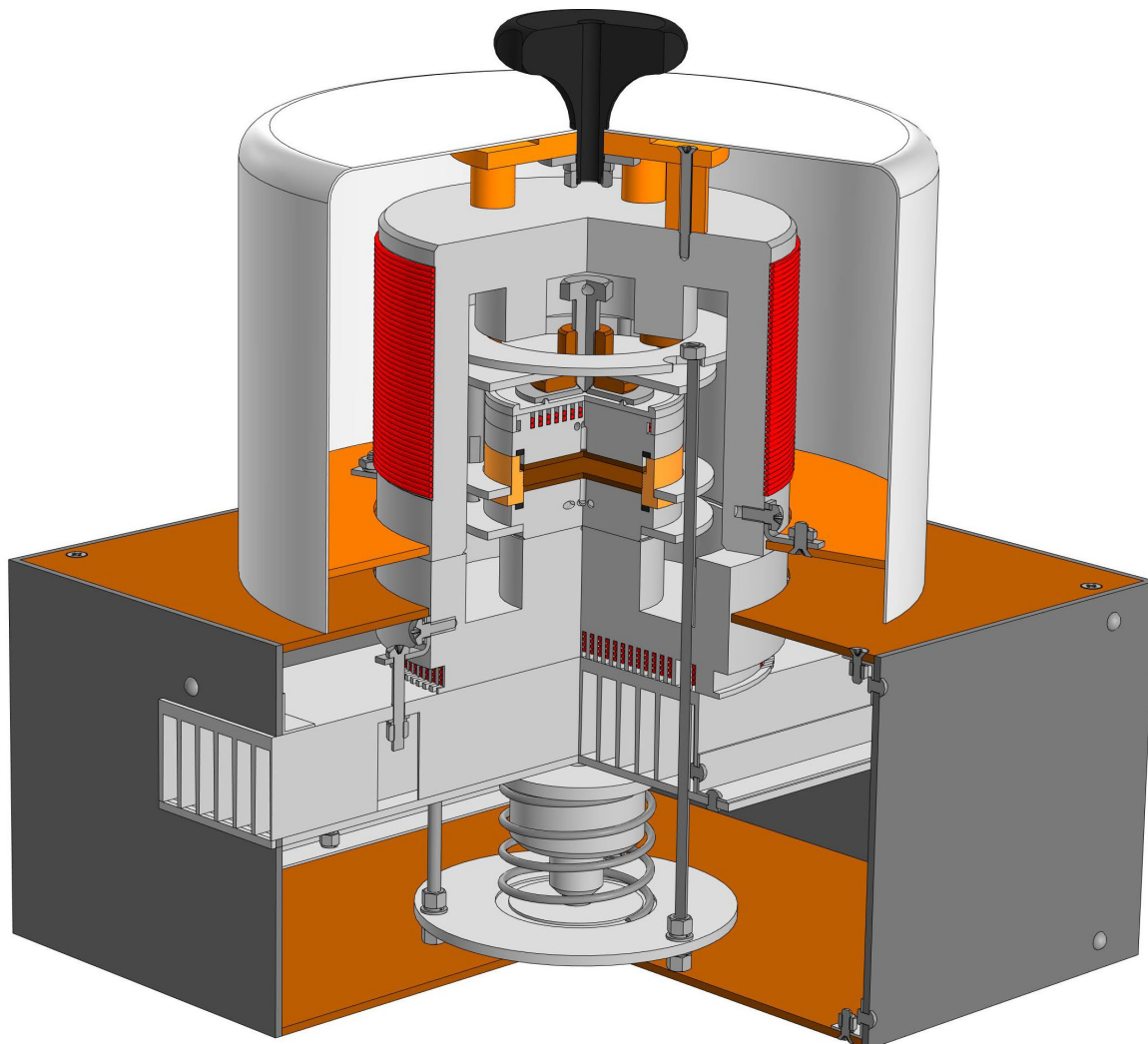


Рисунок 4 - Тепловий блок приладу.



Для зменшення контрастного теплового опору холодильник робочої камери встановлюється на базу з використанням додаткових теплопровідних мастил (термопаста, кремній-органічне мастило, тощо).

Механічно база зв'язана з масивним радіатором, ребра якого виходять за межі корпусу бази, що забезпечує ефективне охолодження всього блоку та підвищує ефективність термостабілізації робочої камери. В окремих випадках для швидкого зниження температури бази передбачено окремий блок активного охолодження у вигляді навісної батареї вентиляторів, які протягують повітря через ребра радіатора.

Під радіатором знаходиться підпружинена вісь з трьома направляючими. За допомогою неї робоча камера встановлюється на базу та утримується на ній під нормованим тиском, що гарантує надійний тепловий контакт з базою. Така конструкція дозволяє вивільнити робочу камеру для обслуговування чи заміни зразка вручну без застосування інструментів.

Порожнини між базою та зовнішнім корпусом заповнені теплоізолятором.

Кришка теплового блоку виконана у вигляді масивного високотеплопровідного циліндра з порожниною, в якій знаходиться робоча камера. Зовнішня поверхня циліндра оснащена електронагрівником з незалежним регулюванням, який виконує роль активної теплової ізоляції та забезпечує одномірний тепловий потік. Порожнина між циліндром та зовнішнім корпусом кришки заповнено теплоізолятором, а кріплення зовнішнього корпусу кришки виконано з використанням теплових бар'єрів.

Методика підготовки та вимірювань.

За допомогою затискного пристрою робочої камери закріплюються холодильник та бічна стінка, утворюючи комірку для заповнення досліджуванним зразком. Висота досліджуваного зразку визначається висотою обраної бічної стінки. На бічну стінку встановлюються поліімідні кільця, а сама комірка заповнюється зразком з врахуванням зміни об'єму протягом вимірювання. після чого зверху комірки встановлюється нагрівник та вся камера затискається центральним гвинтом затискача до герметичного стану.

Робоча камера зі зразком встановлюється на базу теплового блоку та фіксується на ній пружинним механізмом, після чого база з робочою камерою закривається верхньою кришкою з активною теплоізоляцією.

На регуляторах температури нагрівника та холодильника задається обрані значення температури, а на захисному нагрівнику встановлюється температура, яка є середнім значенням між температурою нагрівника та холодильника, що мінімізує втрати теплоти через бокові стінки робочої камери та зменшує вплив зовнішніх факторів на результат вимірювання [11]. Різниця температури між нагрівником та холодильником, зазвичай, складає 5...10 К.

Час встановлення стаціонарного теплового стану в робочій камері контролюється за показами ПТП, які мають залишатися незмінними щонайменше 30 хвилин.

Після встановлення стаціонарного режиму реєструються покази ПТП та термопар, які визначають температуру поверхонь зразка та тепловий потік, який проходить крізь зразок. Теплопровідність визначається за формулою:



$$\lambda = \frac{h_{зр}}{\frac{2 \cdot (T_{в} - T_{н})}{(q_{в} + q_{н})} - R_{к}} \quad (3)$$

де $h_{зр}$ - висота зразка, як визначається боковою стінкою, [м]; $T_{в}$ і $T_{н}$ - температури верхньої і нижньої поверхонь зразка відповідно [К]; $q_{в}$ і $q_{н}$ - поверхнева густина теплового потоку, який проходить через верхню і нижню поверхні зразка, відповідно, [Вт/м²]; $R_{к}$ - контактний тепловий опір між спаєм термопари та поверхнею зразка [К·м²/Вт], значення якого визначається при градуванні приладу.

Виміряні дані будуть актуальними для температури віднесення, яка визначається як середнє значення між температурою верхньої та нижньої поверхонь зразка.

Після проведення вимірювань на нагрівниках теплового блоку встановлюються параметри температури для наступної точки дослідження. Результатом вимірювання буде графік залежності теплопровідності матеріалу від температури.

Визначення метрологічних характеристик приладу може відбуватись шляхом дослідження еталонної речовини з попередньо відомими параметрами теплопровідності. Еталонною речовиною може виступати круглий зразок кварцового скла марки КВ з паралельними плоскими гранями та діаметром, що відповідає діаметру комірки.

Таким чином, розвинуто теоретичні засади побудови засобів вимірювання теплопровідності рідких теплоносіїв та речовин, які змінюють фазовий стан, а саме запропоновано у вимірювальній комірці приладу, який працює за методом плаского шару з двома тепломірами, розмістити горизонтальне оребріння на боковій стінці поза центральною зоною, передбачити резервуар для рідини, яка розширюється при нагріванні, та забезпечити підвищення тиску рідини у комірці. Це дозволяє позбутися впливу конвективного теплообміну вздовж бокової стінки комірки, розширити температурний діапазон вимірювань за рахунок підвищення температури кипіння, а також проводити дослідження як рідких, так і твердих матеріалів, що забезпечує можливість калібрування приладу за твердими еталонними зразками теплопровідності.

Станом на сьогодні проводяться випробування та дослідження характеристик приладу для вимірювання теплопровідності рідких матеріалів та речовин з фазовим переходом.

Висновки.

Запропоновано подальший розвиток стаціонарного методу вимірювання теплопровідності у пласкому шарі з двома тепломірами для дослідження теплопровідності рідин та речовин з фазовим переходом. Розроблено рекомендації до створення спеціалізованого засобу вимірювання теплопровідності рідин та запропоновано конструктивне рішення для створення приладу, що реалізує адаптований метод та може бути застосований в



теплоенергетиці для дослідження параметрів теплоносіїв і теплоаккумулюючих матеріалів.

Література

1. ДСТУ Б В.2.7-105-2000. Матеріали і вироби будівельні. Метод визначення теплопровідності і термічного опору при стаціонарному тепловому режимі.
2. ISO 8301:1991. Thermal insulation. Determination of steady-state thermal resistance and related properties. Heat flow meter apparatus.
3. Salim S.G.R. Thermal conductivity measurements using the transient hot-wire method: a review/ Measurement Science and Technology, V. 33, N. 12. DOI 10.1088/1361-6501/ac90df.
4. Подледнева Н. А., Краснов В.А., Магомадов Р.С. Определение коэффициентов теплопроводности и температуропроводности за один опыт методом линейного источника теплоты постоянной мощности. / Вестник АГТУ №2(56), 2013. - с.50-55.
5. Alcocer G. Determination of the Thermal Conductivity by Using the Hot Wire Method: Theory, Simulation and Experiment/ Mediterranean Journal of Basic and Applied Sciences (MJBAS) Volume 4, Issue 3, Pages 110-135, July-September 2020
6. Thermal Conductivity Measurements Using the 3-Omega Technique: Application to Power Harvesting Microsystems / David de Koninck; Thesis of Master of Engineering, McGill University, Montréal, Canada, 2008. – 106 с.
7. Цедерберг, Н.В. Теплопроводность газов и жидкостей. — М. : Госэнергоиздат, 1963. — 470 с.
8. Калінчак В.В., Орловська С.Г., Черненко О.С. Фізика теплопровідності та експериментальні методи визначення коефіцієнту теплопровідності речовин. Одеський національний університет імені І.І.Мечникова, Одеса, 2012 – 52с.
9. Гільчук А.В., Халатов А.А. Теорія теплопровідності. Частина 1. Навчальний посібник. К: НТУУ «КПІ ім. Сікорського», 2017 – 86 с.
10. Теплометрия: теория, метрология, практика: монография в 3 книгах. / Т.Г. Грищенко, Л.В. Декуша, Л.И. Воробьев (и др.); под. ред. Т. Г. Грищенко Кн.1: Методы и средства измерения теплового потока ; Киев: ИТТФ НАН Украины, 2017.- 438 с.
11. Теплометрия: теория, метрология, практика. Монография в трех книгах. / Т.Г. Грищенко, Л.В. Декуша, Л.И. Воробьев (и др.); под ред. .Г. Грищенко. Кн. 3: Теплометрическая аппаратура для решения прикладных задач : в 2 томах. Том 1. – К.: ИТТФ НАН Украины, 2018.– 433с.

Abstract. The article is devoted to the problem of experimental determination of thermal conductivity of liquids and substances with a phase transition. A way of further development of the method of determining thermal conductivity in a flat layer in a device with two thermometers is proposed, for which it is proposed to place horizontal ribs on the side wall outside the central zone in the measuring cell; to provide a reservoir for the fluid that expands when heated and to provide an increase in fluid pressure in the cell. This allows you to get rid of the influence of convective heat exchange along the side wall of the cell, to expand the temperature range of measurements due



to the increase in the boiling point, and also to conduct research on both liquid and solid materials. A measuring device has been developed for the implementation of the specified method.

Key words: *thermal conductivity, liquids, substances with a phase transition, heat exchange.*

Стаття підготовлена в рамках наукової роботи №: 1.7.1.896 "Розвиток методів та засобів підвищення екологоенергетичної ефективності в газотурбобудуванні та теплоенергетиці"

Стаття відправлена: 06.06.2023 г.