



Анатычук Л.И.

**ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ
ИЗЛУЧЕНИЯ НА ТОЧНОСТЬ
ИЗМЕРЕНИЯ ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ
АБСОЛЮТНЫМ МЕТОДОМ**

Анатычук Л.И., Лысько В.В.

*(Институт термоэлектричества, ул. Науки, 1,
Черновцы, 58029, Украина)*



Лысько В.В.

- *Приведены результаты компьютерного моделирования теплообмена излучением между элементами конструкции измерительной установки и образцом при определении теплопроводности абсолютным методом. Определены погрешности, обусловленные излучением, в зависимости от степеней черноты образца, радиационного экрана, нагревателей образца и экрана и термостата, а также от расстояния между экраном и образцом. Определены условия минимизации влияния излучения на точность измерения теплопроводности.*

Введение

Точное определение свойств термоэлектрических материалов является важным для разработки качественных термоэлектрических устройств. Кроме того, для улучшения качества самих материалов необходимо иметь четкую связь между технологическими процессами при изготовлении материалов и полученными параметрами. Имеющиеся способы определения основных термоэлектрических свойств материалов (теплопроводности, электропроводности и термоЭДС) недостаточно точны. Суммарная погрешность в определении добротности известными методами может превышать 10 %, вследствие чего не представится возможным решать материаловедческие задачи: результаты воздействий на вещество могут оказаться меньшими, чем погрешность измерения.

Учитывая возможные величины погрешностей, наиболее сложным является процесс измерения теплопроводности в широком интервале температур. Традиционно для определения теплопроводности образцов правильной геометрической формы применяют абсолютный метод [1 – 3].

Основные источники погрешностей в измерении теплопроводности этим методом рассмотрены в работах [4, 5]. К ним можно отнести потери тепла с поверхности образца и нагревателя образца, погрешности измерительных приборов, погрешности в определении перепада температур на образце и др.

Влияние потерь тепла излучением рассмотрено в работах [6, 7]. Тепловые потери с поверхности образца становятся заметными уже при температуре 200 К, и их необходимо учитывать при определении теплопроводности. Для устранения переноса тепла излучением образец и нагреватель образца окружаются защитным экраном с нагревателем, мощность которого выбирается такой, чтобы температуры нагревателей образца и экрана были одинаковыми. Соответственно приблизительно одинаковыми будут и распределения температур вдоль образца и экрана. Объем между защитным экраном и образцом заполняется порошком с низкой теплопроводностью. Однако в этом случае необходимо вводить поправки на тепловой поток, протекающий параллельно образцу по изоляционному порошку.

Другой путь уменьшения погрешностей, связанных с влиянием излучения, – учет теплового потока излучением как поправку к общему потоку тепла, которое определяется как мощность нагревателя образца. Поскольку величина и температурная зависимость коэффициента

излучения образца точно неизвестна, то в работе [7] предложено на боковую поверхность образца наносить матовое чернение и, таким образом, приблизить коэффициент излучения образца к коэффициенту излучения абсолютно черного тела. Кроме того, необходимо учитывать коэффициент излучения элементов измерительной установки. Поэтому образец окружался серебряным полированным экраном и рассчитывался тепловой поток за счет передачи тепла через зазор между образцом и экраном при условии абсолютно преломляющей поверхности экрана и боковой поверхности образца, близкой по свойствам к абсолютно черному телу.

Для точного учета влияния излучения или его минимизации необходимо установить связь между свойствами элементов измерительной установки и образца и возможными погрешностями измерений.

Цель данного исследования – определение условий минимизации влияния излучения на точность измерения теплопроводности абсолютным методом.

1. Физическая, математическая и компьютерная модели

Исследуемый образец длиной l_1 и диаметром d_1 расположен между печью образца и термостатом, как это показано на рис. 1. Вокруг образца размещен радиационный экран с экранной печью, причем температуры на концах образца и экрана одинаковы.

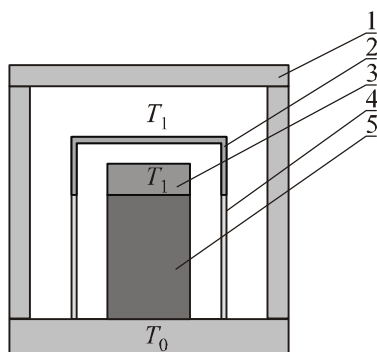


Рис. 1. Схема абсолютного метода измерения теплопроводности.

1 – термостат, 2 – экранная печь, 3 – печь образца, 4 – экран, 5 – образец.

Температура термостата – T_0 , печи образца и экранной печи – T_1 . Теплопроводности материала образца, печек и экрана: κ_1 – образца, κ_2 – печи образца, κ_3 – экрана, κ_4 – печи экрана. Степени черноты: ε_1 – образца, ε_2 – печи образца, ε_3 – экрана, ε_4 – печи экрана, ε_5 – термостата.

Учен теплообмен излучением между образцом, экраном, печками образца и экрана, теплоперенос теплопроводностью по образцу и экрану, теплообмен экрана излучением с термостатом.

Для нахождения распределения температуры необходимо решить уравнение теплопроводности

$$\nabla(-\kappa \cdot \nabla T) = Q, \quad (1)$$

где κ – теплопроводность, ∇T – градиент температуры, Q – величина потока тепла.

Граничные условия, которые учитывают теплообмен излучением между элементами конструкции измерительной установки:

– боковая поверхность образца

$$r = \frac{d}{2}, z \in [0; l]: q = \varepsilon_1(G_1 - \sigma T^4); \quad (2)$$

– боковая поверхность печки образца

$$r = \frac{d}{2}, z \in [l; l + l_2]: q = \varepsilon_2(G_2 - \sigma T^4); \quad (3)$$

– верхняя поверхность печки образца

$$r \in \left[0; \frac{d}{2}\right], z = l + l_2: q = \varepsilon_2(G_3 - \sigma T^4); \quad (4)$$

– внутренняя поверхность экрана

$$r = \frac{d}{2} + \Delta R, z \in [0; l]: q = \varepsilon_3(G_4 - \sigma T^4); \quad (5)$$

– внутренние поверхности печи экрана

$$r = \frac{d}{2} + \Delta R, z \in [l; l + l_2]: q = \varepsilon_4(G_5 - \sigma T^4); \quad (6)$$

$$r \in \left[0; \frac{d}{2} + \Delta R\right], z = l + l_2 + \Delta R: q = \varepsilon_4(G_6 - \sigma T^4); \quad (7)$$

– внешние поверхности печи экрана

$$r = \frac{d_4}{2}, z \in [l; l + l_4]: q = \varepsilon_4(G_7 - \sigma T^4); \quad (8)$$

$$r \in \left[0; \frac{d}{2} + \Delta R\right], z = l + l_4: q = \varepsilon_4(G_8 - \sigma T^4), T = T_0 + \Delta T; \quad (9)$$

– внешняя поверхность экрана

$$r = \frac{d_3}{2}, z \in [0; l]: q = \varepsilon_3(G_9 - \sigma T^4); \quad (10)$$

– поверхность термостата между образцом и экраном

$$r \in \left[\frac{d}{2}; \frac{d}{2} + \Delta R\right], z = 0: q = \varepsilon_5(G_{10} - \sigma T^4); \quad (11)$$

– поверхности термостата с внешней стороны от экрана

$$r \in \left[\frac{d_3}{2}; \frac{d_5}{2}\right], z = 0: q = \varepsilon_5(G_{11} - \sigma T^4); \quad (12)$$

$$r \in \left[0; \frac{d_5}{2}\right], z = l_5: q = \varepsilon_5(G_{12} - \sigma T^4); \quad (13)$$

$$r = \frac{d_5}{2}, z \in [0; l_5]: q = \varepsilon_5(G_{13} - \sigma T^4); \quad (14)$$

– внешняя поверхность термостата

$$r \in \left[0; \frac{d_5}{2} + h_5\right], z = -h_5: T = T_0; \quad (15)$$

$$r \in \left[0; \frac{d_5}{2} + h_5\right], z = l_5 + h_5: T = T_0; \quad (16)$$

$$r = \frac{d_5}{2} + h_5, z \in [-h_5; l_5 + h_5]: T = T_0. \quad (17)$$

где d_1, l_1 – диаметр и длина образца; d_2, l_2 – диаметр и длина печки образца; d_3, l_3 – внешний диаметр и длина экрана; d_4, l_4 – диаметр и длина печи экрана; d_5, l_5, h_5 – внутренний диаметр, длина и толщина термостата; ΔR – расстояние между образцом и экраном; ε_{1-5} – степени черноты поверхностей; σ – постоянная Стефана-Больцмана; G – входной тепловой поток

излучением для каждой отдельной границы:

$$G = G_m + F_{amb} \sigma T_{amb}^4, \quad (18)$$

где G_m – величина излучения от других границ элементов измерительной установки и образца; F_{amb} – фактор поля зрения, равный внизу поля зрения, которое не подпадает под действие других поверхностей; T_{amb} – температура в далеко расположенной точке в направлениях, включенных в F_{amb} .

Решение уравнения (1) с граничными условиями (2)–(17) представляет собой чрезвычайно сложную задачу, которая, если и может быть решена аналитически, то полученные решения будут иметь слишком сложный вид, и не будут подвергаться дальнейшему анализу. Поэтому для нахождения распределений температуры и тепловых потоков в измерительной системе использован пакет прикладных программ COMSOL Multiphysics. Учитывая симметрию задачи, расчеты проводились для 2 d -модели с осевой симметрией. Полученные решения уравнения теплопроводности в образце и элементах конструкции измерительной установки не имеют такой универсальности, которую имели бы аналитические решения, но все же дают возможность решать конкретные оптимизационные задачи для измерительных установок, предназначенных для определения теплопроводности образцов заданной геометрической формы и размеров в заданном интервале температур.

Коэффициент G_m , зависящий от взаимного расположения поверхностей, рассчитывается введением в компьютерной модели дополнительной переменной J , которая задается уравнением

$$J = (1 - \varepsilon) \{ G_m(J) + F_{amb} \sigma T_{amb}^4 \} + \varepsilon \sigma T^4, \quad (19)$$

решаемого совместно с уравнением теплопроводности.

2. Результаты компьютерного моделирования распределений температуры и тепловых потоков

На рис. 2. изображены типичные распределения температуры и тепловых потоков в образце и элементах конструкции измерительной установки.

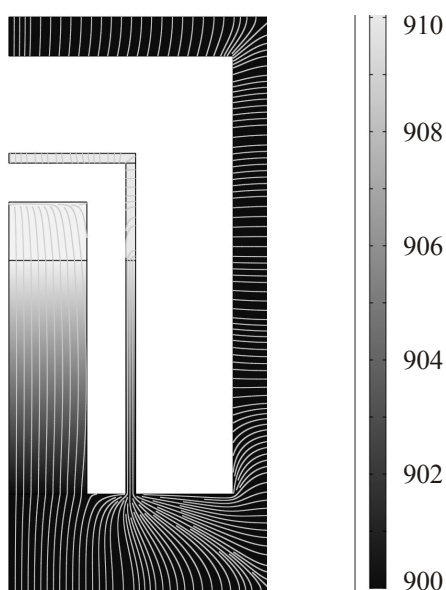


Рис. 2. Распределение температуры и тепловых потоков теплопроводностью в образце и элементах конструкции измерительной установки.

Распределение тепловых потоков излучением с поверхности образца, экрана, печи образца и экранной печи приведены на рис. 3. Величина стрелки характеризует величину плотности потока тепла, направлением стрелки обозначено поглощение или излучение тепла.

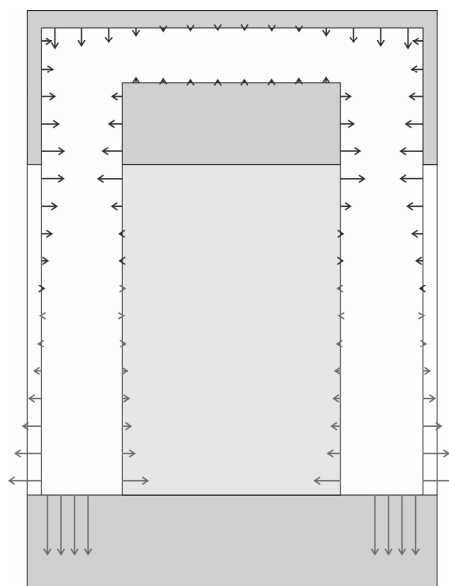


Рис. 3. Распределение потоков тепла излучением в образце, экране и печах образца и экрана.

Как видно из рис. 3, даже в случае, когда температуры нагревателей образца и экрана, а также распределения температур вдоль образца и экрана, являются одинаковыми, имеет место передача тепла от верхних частей образца и экрана, а также нагревателей образца и экрана, к термостату и нижним частям образца и экрана. Величины этих потоков приведены на рис. 4, 5 (для типичных размеров образца длиной 12 мм и диаметром 8 мм с теплопроводностью 2 Вт/(м·К), и достоверных степеней черноты образца $\epsilon_1 = 0.8$, печей, термостата и экрана $\epsilon_2 = \epsilon_3 = \epsilon_4 = \epsilon_5 = 0.5$).

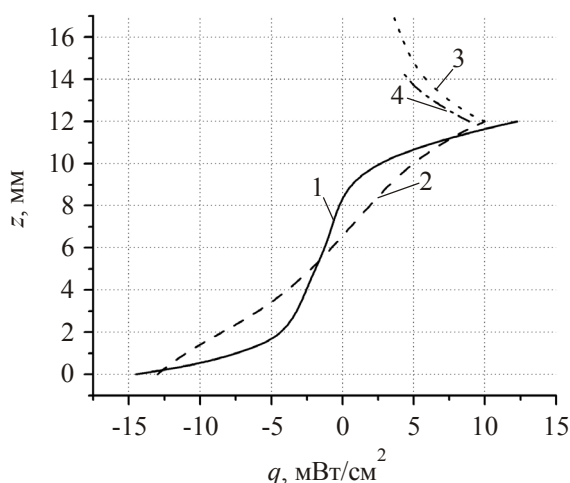


Рис. 4. Плотности потока тепла излучением с поверхности образца, экрана и боковой поверхности печей. 1 – излучение с поверхности образца; 2 – излучение с поверхности экрана; 3 – излучение с поверхности экранной печи; 4 – излучение с поверхности печи образца.

Распределения температуры вдоль образца и экрана и их отклонение от линейного распределения приведены на рис. 6.

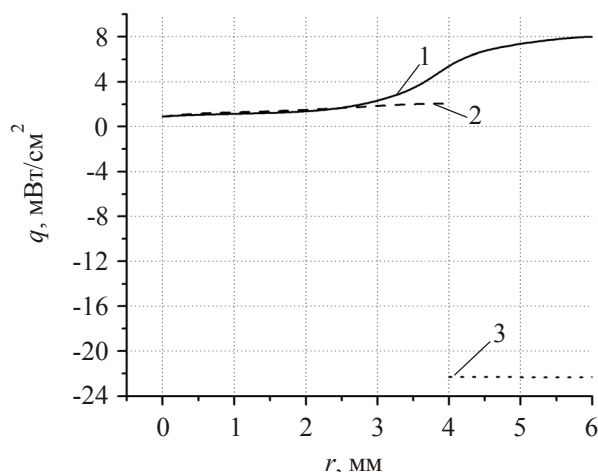


Рис. 5. Плотности потока тепла излучением с поверхности печей и термостата.
 1 – излучение с поверхности экранной печи; 2 – излучение с поверхности печи образца;
 3 – излучение с поверхности термостата.

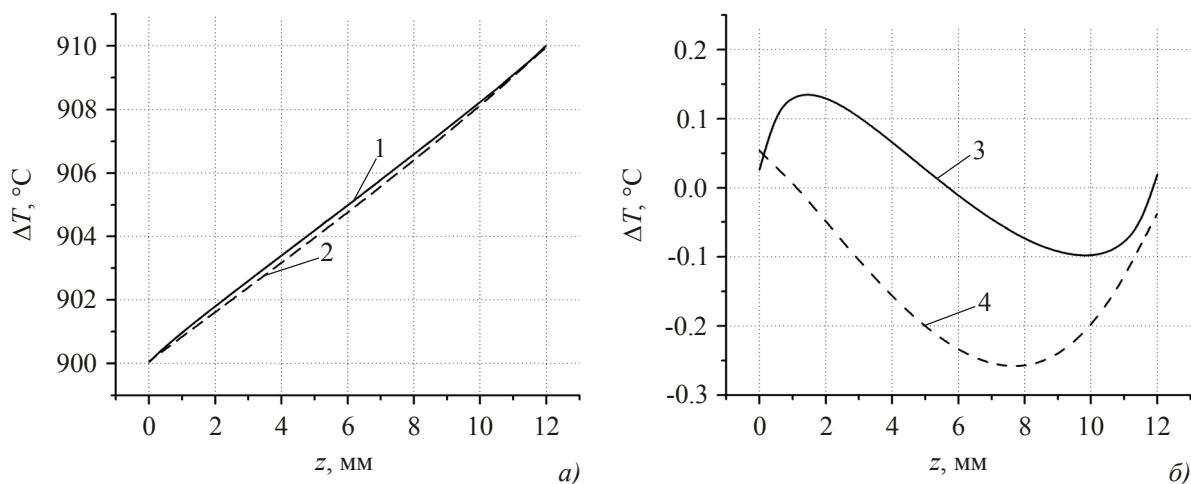


Рис. 6. Распределение температуры вдоль образца и экрана (а)
 и их отклонение от линейного распределения (б). 1, 3 – образец, 2, 4 – экран.

3. Результаты исследования влияния излучения на точность измерения теплопроводности и их анализ

С использованием разработанной компьютерной модели получены распределения в образце и элементах конструкции измерительной установки, предназначенной для определения теплопроводности в интервале температур 300 – 900 К на образцах типичных размеров – длиной 12 мм и диаметром 8 мм. Исследована зависимость погрешностей измерения теплопроводности от степеней черноты образца, экрана, нагревателей образца и экрана, и термостата, а также от расстояния между образцом и экраном и теплопроводности образца. Результаты исследования приведены ниже. При необходимости компьютерная модель дает возможность воспроизведения эти результатов для других интервалов температур и размеров образцов.

3.1. Влияние степеней черноты экрана и экранной печи

На рис. 7, 8 показаны зависимости погрешностей в определении теплопроводности от степеней черноты экрана и нагревателя экрана для следующих значений свойств образца и элементов конструкции измерительной установки: теплопроводность образца 2 Вт/(м·К), длина

образца 12 мм, диаметр 8 мм, расстояние между образцом и экраном 2 мм, степени черноты – $\varepsilon_1 = 0.8$; $\varepsilon_2 = 0.5$; $\varepsilon_5 = 0.5$.

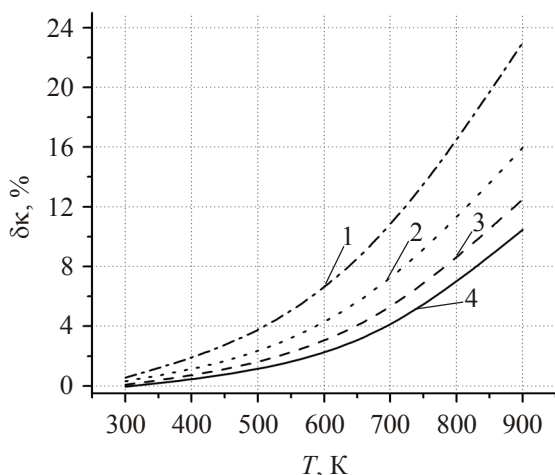


Рис. 7. Температурные зависимости погрешностей в определении теплопроводности для разных степеней черноты экрана и экранной печи ($\varepsilon_3 = \varepsilon_4$: 1 – 0.1, 2 – 0.3, 3 – 0.5, 4 – 0.7).

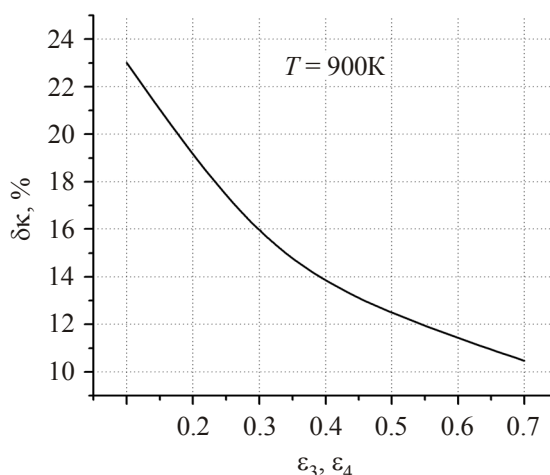


Рис. 8. Зависимость погрешности в определении теплопроводности от степеней черноты экрана и экранной печи.

Как видно из рис. 7, 8, погрешности в определении теплопроводности для больших значений степеней черноты экрана и печи экрана будут иметь меньшие значения. Поэтому для снижения этих погрешностей поверхности экрана и печи экрана нужно выбирать по возможности с большими степенями черноты.

3.2. Влияние степени черноты термостата

На рис. 9, 10 приведена зависимость погрешностей в определении теплопроводности от степени черноты термостата для следующих значений параметров образца и элементов конструкции измерительной установки: теплопроводность образца 2 Вт/(м·К), длина образца 12 мм, диаметр 8 мм, расстояние между образцом и экраном 2 мм, степени черноты – $\varepsilon_1 = 0.1$; $\varepsilon_2 = 0.1$; $\varepsilon_3 = 0.5$; $\varepsilon_4 = 0.5$.

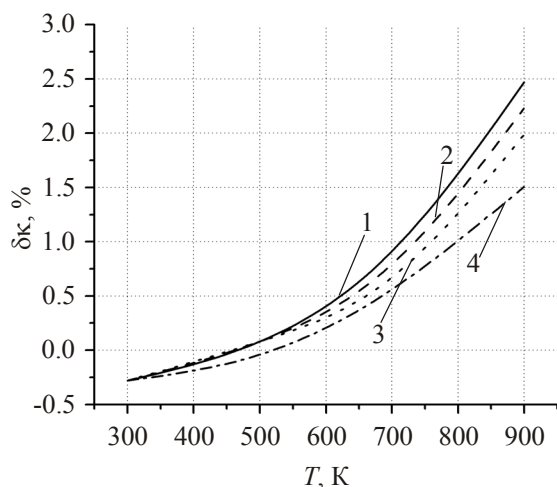


Рис. 9. Температурные зависимости погрешностей в определении теплопроводности для разных значений степени черноты термостата. (ε_5 : 1 – 0.7, 2 – 0.5, 3 – 0.3, 4 – 0.1)

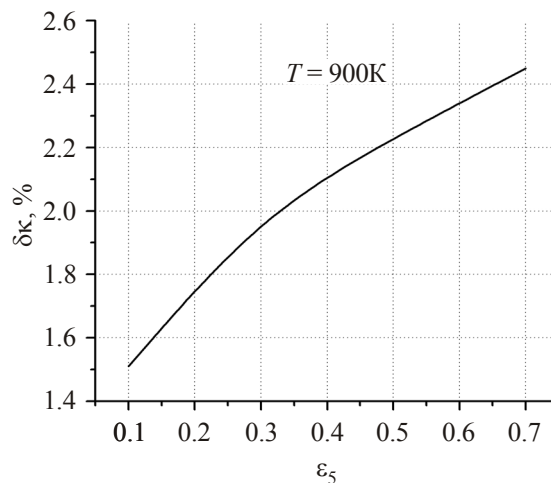


Рис. 10. Зависимость погрешности в определении теплопроводности от степени черноты термостата.

Таким образом, свойства поверхности термостата в отличие от свойств экрана и печи экрана влияют на точность определения теплопроводности противоположным образом: для больших значений степени черноты термостата погрешности будут большими.

3.3. Влияние степени черноты образца и печи образца

Зависимости погрешностей в определении теплопроводности для разных значений степени черноты образец показан на рис. 11, 12. Теплопроводность образца: 2 Вт/(м·К), длина образца 12 мм, диаметр 8 мм, расстояние между образцом и экраном 2 мм, степени черноты: $\varepsilon_2 = 0.1$; $\varepsilon_3 = 0.5$; $\varepsilon_4 = 0.5$ $\varepsilon_5 = 0.5$.

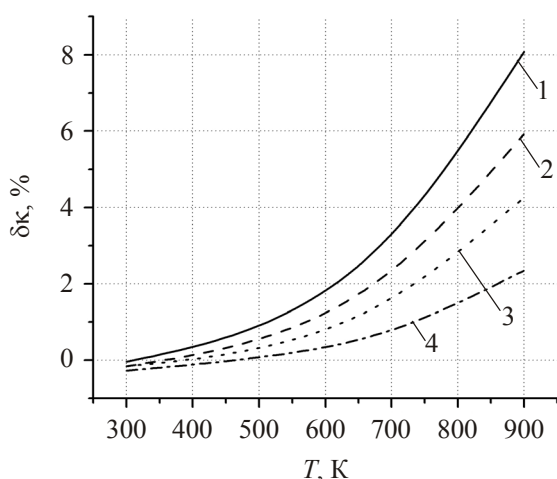


Рис. 11. Температурные зависимости погрешностей в определении теплопроводности для разных значений степени черноты образца. (ε_1 : 1 – 0.8, 2 – 0.5, 3 – 0.3, 4 – 0.1).

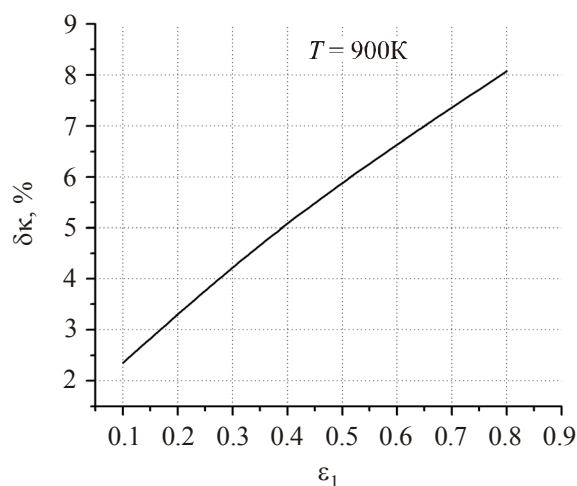


Рис. 12. Зависимость погрешности в определении теплопроводности от степени черноты образца.

Зависимость погрешности в определении теплопроводности от степени черноты печи образца для разных значений степеней черноты экрана, печи экрана и термостата показана на рис. 13. Теплопроводность образца: 2 Вт/(м·К), длина образца 12 мм, диаметр 8 мм, расстояние между образцом и экраном 2 мм, степень черноты образца $\varepsilon_1 = 0.8$.

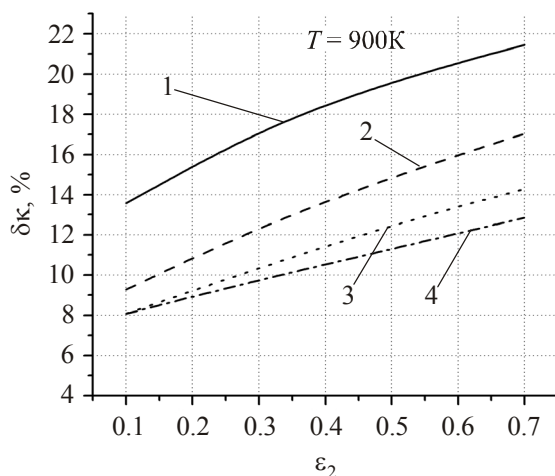


Рис. 13. Зависимость погрешности в определении теплопроводности от степени черноты печи образца для разных значений степеней черноты экрана, печи экрана и термостата. ($\varepsilon_3 = \varepsilon_4 = \varepsilon_5$: 1 – 0.1, 2 – 0.3, 3 – 0.5, 4 – 0.7).

Итак, как показали результаты компьютерных исследований для поверхностей образца и печи образца с большими значениями степеней черноты, погрешности при определении теплопроводности, которые связаны с теплообменом излучением, будут иметь большие значения. Поэтому степени черноты образца и печи образца, как и степень черноты термостата, необходимо выбирать по возможности меньшими.

3.4. Влияние теплопроводности образца

На рис. 14 показано, как меняется погрешность измерений с изменением теплопроводности исследуемого образца, если значения степеней черноты образца и элементов конструкции измерительной установки известны ($\varepsilon_1 = 0.8$; $\varepsilon_2 = 0.5$; $\varepsilon_3 = 0.5$; $\varepsilon_4 = 0.5$; $\varepsilon_5 = 0.5$).

Таким образом, влияние излучения на результаты измерений наиболее ощутимо для плохих проводников тепла. С ростом теплопроводности образца это влияние уменьшается.

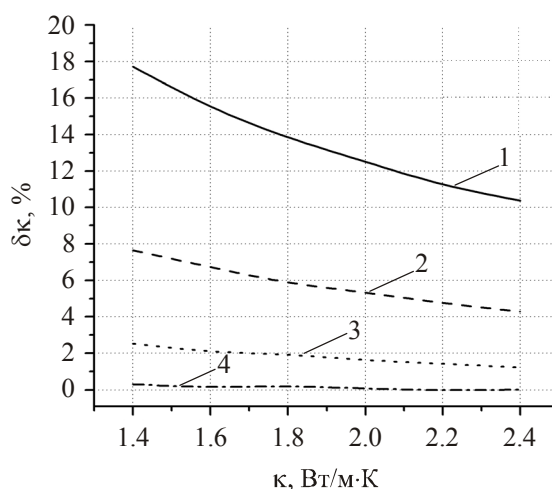


Рис. 14. Зависимости погрешности в определении теплопроводности от величины теплопроводности образца для разных значений температуры термостата.

(1 – $T = 900$ K; 2 – $T = 700$ K; 3 – $T = 500$ K; 4 – $T = 300$ K).

3.5. Влияние расстояния между образцом и экраном

Для определения влияния расстояния между образцом и экраном на точность измерения теплопроводности проведены исследования погрешностей измерения и получены их температурные зависимости для разных значений степеней черноты образца, печи образца, экрана, печи экрана и термостата с расстояниями между образцом и экраном от 1 мм до 2 мм. Зависимости погрешностей в определении теплопроводности от расстояния ΔR между образцом и экраном для разных значений температур термостата показаны на рис. 15, 16. Теплопроводность образца 2 Вт/(м·К), диаметр образца 8 мм, длина – 12 мм. Как видно из графиков, эти зависимости имеют линейный характер.

Как видно из рис. 15 – 16, зависимости погрешностей в определении теплопроводности от расстояния между образцом и экраном имеют линейный характер для разных рабочих температур и свойств поверхностей образца и элементов конструкции измерительной установки. Следует отметить также, что с увеличением расстояния между образцом и экраном погрешности в определении теплопроводности линейно возрастают, поэтому экран нужно размещать настолько близко к образцу, насколько дает возможность конструкция измерительной установки.

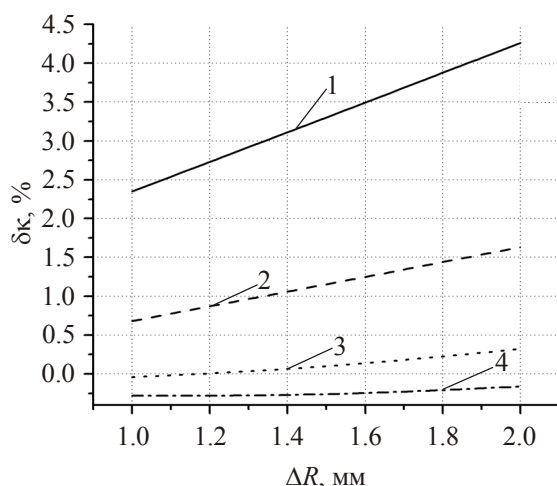


Рис. 15. Зависимости погрешностей в определении теплопроводности от расстояния между образцом и экраном ΔR для разных значений температуры термостата (степени черноты: $\varepsilon_1 = 0.3$; $\varepsilon_2 = 0.1$; $\varepsilon_3 = 0.5$; $\varepsilon_4 = 0.5$; $\varepsilon_5 = 0.5$).
1 – $T = 900 \text{ К}$; 2 – $T = 700 \text{ К}$; 3 – $T = 500 \text{ К}$; 4 – $T = 300 \text{ К}$.

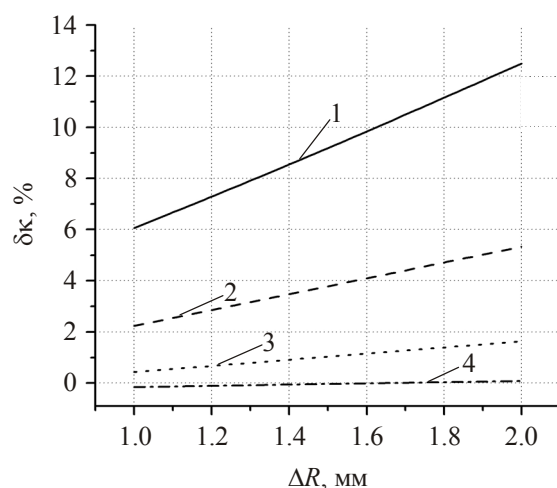


Рис. 16. Зависимости погрешностей в определении теплопроводности от расстояния между образцом и экраном ΔR для разных значений температуры термостата (степени черноты: $\varepsilon_1 = 0.8$; $\varepsilon_2 = 0.5$; $\varepsilon_3 = 0.5$; $\varepsilon_4 = 0.5$; $\varepsilon_5 = 0.5$).
1 – $T = 900 \text{ К}$; 2 – $T = 700 \text{ К}$; 3 – $T = 500 \text{ К}$; 4 – $T = 300 \text{ К}$.

Исходя из таких результатов, например, для измерений теплопроводности материалов на основе *Bi-Te*, использовались значения степеней черноты: $\varepsilon_1 = 0.1$; $\varepsilon_2 = 0.1$; $\varepsilon_3 = 0.9$; $\varepsilon_4 = 0.9$; $\varepsilon_5 = 0.1$ и расстояние между экраном и образцом $\Delta R = 1 \text{ мм}$. Погрешность в измерениях теплопроводности, которая связана с теплообменом излучением, для таких значений не превышает 0.4% в интервале температур 300 – 800 К.

Выводы

1. Определено, что даже в случае, когда температуры нагревателей образца и экрана, а также распределения температур вдоль образца и экрана, одинаковы, имеется существенная передача тепла от верхних частей образца, экрана и нагревателей образца и экрана к нижним частям образца, экрана и термостата. При отсутствии специальных мер, направленных на

уменьшение такого переноса тепла, погрешности в определении теплопроводности могут достигать 15 %.

2. Разработана компьютерная модель переноса тепла излучением для определения погрешностей в измерении теплопроводности при наличии радиационного экрана.

3. Получены температурные зависимости погрешностей в определении теплопроводности от степеней черноты образца, печи образца, экрана, печи экрана и термостата. Для типичных размеров измерительных образцов определено, что наиболее существенный вклад в погрешность вносят степени черноты образца и печи образца. При этом значение степеней черноты образца и печи образца необходимо выбирать по возможности меньше, а экрана и печи экрана – по возможности больше.

4. Получены температурные зависимости погрешностей в определении теплопроводности для разных расстояний между образцом и экраном. Определено, что такая зависимость имеет линейный характер, а погрешность измерения теплопроводности уменьшается с уменьшением расстояния между экраном и образцом.

5. Определены условия, которые дают возможность минимизировать влияние излучения на точность определения теплопроводности во время измерений образцов материалов с *Bi-Te*. Погрешность измерений теплопроводности, которая связана с теплообменом излучением, в случае, когда использованы рекомендованные меры, не превышает 0.4 %.

Литература

1. Анатычук Л.И. Термоэлементы и термоэлектрические устройства / Л.И. Анатычук // К.: Наук. думка, 1978, 768 с.
2. Методы измерения характеристики термоэлектрических материалов и преобразователей / А.С. Охотин, А.С. Пушкарский, Р.П. Боровикова [и др.] // М.: Наука. – 1974. – 167 с.
3. Moore J.P. Precision measurement of the thermal conductivity, electrical resistivity, and Seebeck coefficient from 80 to 400 K and their application to pure molybdenum / J.P. Moore, R.K. Williams, R.S. Graves // Rev. Sci. Instrum. – 1974. – 45. – № 1. – pp. 87 – 95.
4. Anatyshuk L.I. Precise measurement of cooling thermoelectric material parameters: methods, arrangements and procedures / L.I. Anatyshuk, S.V. Pervozvansky, V.V. Razinkov // Proc. of the 12th Intern. conf. thermoelectrics. – Japan. – 1993. – pp. 553 – 564.
5. Анатычук Л.И. Установка для вимірювання властивостей напівпровідникового термоелектричного матеріалу / Л.И. Анатычук, М.В. Гаврилюк, В.В. Лысько // Термоелектрика. – 2010. – № 3. С. 41-49.
6. Петров А.В. Методики измерения теплопроводности полупроводников при высоких температурах. Термоэлектрические свойства полупроводников / А.В. Петров // Изд. АН СССР М-Л. – 1963. – I, II. – С. 27 – 35.
7. Девяткова Е.Д. Плавный кварц как образцовый материал при измерении теплопроводности / Е.Д. Девяткова, А.В. Петров, И.А. Смирнов [и др.] // ФТТ. – Т.2. – 1960. – № 4. – С. 738 – 746.

Поступила в редакцию 23.01.2012.