

УТИЦАЈ ТЕМПЕРАТУРНЕ НЕУНИФОРМНОСТИ НА КОМПОНЕНТЕ МЕРНЕ НЕСИГУРНОСТИ СПЕЦИФИЧНЕ ТОПЛОТЕ И СПЕЦИФИЧНЕ ЕЛЕКТРИЧНЕ ОТПОРНОСТИ КОД СТРУЈНО-ИМПУЛСНЕ МЕТОДЕ

Ивана Николић, Ненад Милошевић

Кључне речи : кондукција, зрачење, високе температуре, импулсна калориметрија, термофизичке особине, симулације, мерна несигурност

КРАТАК САДРЖАЈ

У овом раду представљен је утицај температурне неуниформности која се јавља на испитиваном узорку приликом одређивања специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности струјно-импулсном методом. Услед загревања узорка до високих температура пропуштањем јаког струјног импулса и затим хлађења узорка преко његових хладних крајева, долази до изражене неуниформне расподеле температуре по централном попречном пресеку и дуж ефективне зоне узорка. Ова неуниформност утиче на појаву одговарајућих компоненти мерне несигурности крајњих резултата, тј. вредности специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности. Симулацијом експеримента применом методе коначних елемената (FEM) комерцијалним софтвером COMSOL, извршена је анализа температурне расподеле за различите дужине и пречнике узорка од материјала волфрама, као и за различите брзине грејања узорка. Резултати анализе упућују на неопходност оптимизације експерименталних параметара, као што су брзина грејања и/или одабир димензија узорка, ради минимизације компонената мерне несигурности које су последица неуниформне температурне расподеле.

INFLUENCE OF A TEMPERATURE NONUNIFORMITY ON THE SPECIFIC HEAT AND SPECIFIC ELECTRIC RESISTANCE MEASUREMENT UNCERTAINTY IN THE PULSE CALORIMETRY

Keywords: heat conduction, heat radiation, high temperatures, pulse calorimetry, thermophysical properties, simulation, measurement uncertainty

ABSTRACT

This work presents the influence of a temperature non-uniformity of the sample under test during the measurement of the specific heat and specific electrical resistance by the pulse calorimetry. Due to the heating of the sample to high temperatures by a high intensity current pulse and the subsequent cooling over the sample cold ends, a nonuniform temperature distribution appears along the sample length and across the sample diameter. This non-uniformity produces corresponding components of the measurement uncertainty of final results, i.e., of the measured specific heat and specific electrical resistance values. By simulating the experiment using the finite element method (FEM) with the COMSOL commercial software, the analysis of the temperature distribution has been performed for different lengths and diameters of the sample of tungsten material, as well as for different heating speeds. The results of the analysis suggest an optimization of experimental parameters, such as that of the heating speed and/or the sample dimensions, in order to minimize the components of the measurement uncertainty resulting from the non-uniform temperature distribution.

УВОД

Експериментална метода за одређивање термофизичких особина електропроводних материјала на високим температурама је добро документована у литератури. Worthing [1] је још 1918. године установио методу директног електричног загревања узорка у облику танке жице или траке, док је ради минимизовања механичког стреса, хемијских реакција и губитака топлоте кондукцијом, Nathan [2] време грејања узорка значајно смањено и на тај начин дошао до температура фазних прелаза челика. Температура челика је мерена употребом термопарова, чији је утицај услед коначног одзива међутим имао за последицу непрецизно одређивање достигнуте температуре узорка као и грешку мерења достигнуте максималне температуре. Идеју за превазилажење овог проблема дао је Kollie [3, 4] увођењем брзог аквизиционог система за прикупљање експерименталних података, као и Добросављевић и Маглић [5, 6] који су на основу тих доприноса увели корекцију сигнала термопара. Прву поставку струјно-импулсне методе са бесконтактним мерењем температуре уз помоћ које су могле да се примене знатно веће брзине грејања узорка и загревање до температура које превазилазе температурни опсег рада термопарова поставио је Cezairliyan [7]. Иако се омогућеним повећањем брзине грејања смањује ефекат губљења топлоте кондукцијом при брзим транзијентним режимима рада, од неколико стотина микросекунди до пар милисекунди, у тим случајевима долази до поремећаја електричног поља унутар узорка, тзв. скин ефекат, који утиче на коначне термофизичке особине испитиваног материјала [8, 9]. Из тог разлога се ради проучавања неуниформне расподеле температуре узорка као последице губитака топлоте кондукцијом и зрачењем приступило нумеричком моделовању ове методе. Стога су Bussolino et al. [10] 2010. године моделовали дугачке дебеле жице волфрама у комерцијалном софтверу COMSOL пратећи појаву неуниформности температуре на танком, нормалном и дебелом узорку једнаких дужина за три различите брзине загревања. Као резултат истраживања добили су да се на свим узорцима и у свим условима мерења јавља температурни градијент по попречном пресеку узорка услед ефекта губитака топлоте зрачењем. Ефекат губитака топлоте кондукцијом у овој студији је занемарен. Сличну студију су поновили и 2013. године на узорку волфрама у облику тубе и дошли су до истих закључака [11]. Како је у пракси смањење ефективне дужине узорка ограничено због реалног односа сигнал-шум мерених електричних сигнала који утиче на повећање несигурности крајњих резултата специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности, у Институту Винча је 2022. године направљен и верификован теоријски модел струјно-импулсне методе који је поред ефекта губитака топлоте зрачењем, обухватио ефекат губитака топлоте кондукцијом од средине ка хладним крајевима узорка. Модел је направљен у комерцијалном софтверу COMSOL чији се рад заснива на решавању парцијално диференцијалних једначина методом коначних елемената (FEM).

ЕКСПЕРИМЕНТАЛНА ПОСТАВКА, ТЕОРИЈСКИ МОДЕЛИ РЕЗУЛТАТИ СИМУЛАЦИЈА

Експериментална поставка струјно-импулсне методе развијена у Институту Винча има следећи принцип рада: узорак у облику жице загрева се до високих температура пропуштањем кратког струјног импулса реда величине од неколико стотина милисекунди до пар секунди, док се хлађење узорка обезбеђује одржавањем његових крајева на температури блиској температури амбијента. У току проласка струјног импулса кроз узорак бележе се експериментални подаци јачине струје, пада напона на ефективном делу узорка, апсолутна температура на централном делу узорка, као и температура сјаја. Апсолутна температура узорка мери се интристично завареним термопаровима одговарајућег типа у зависности од жељених температурних опсега. Посебном обрадом наведених сигнала долази се до вредности специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности

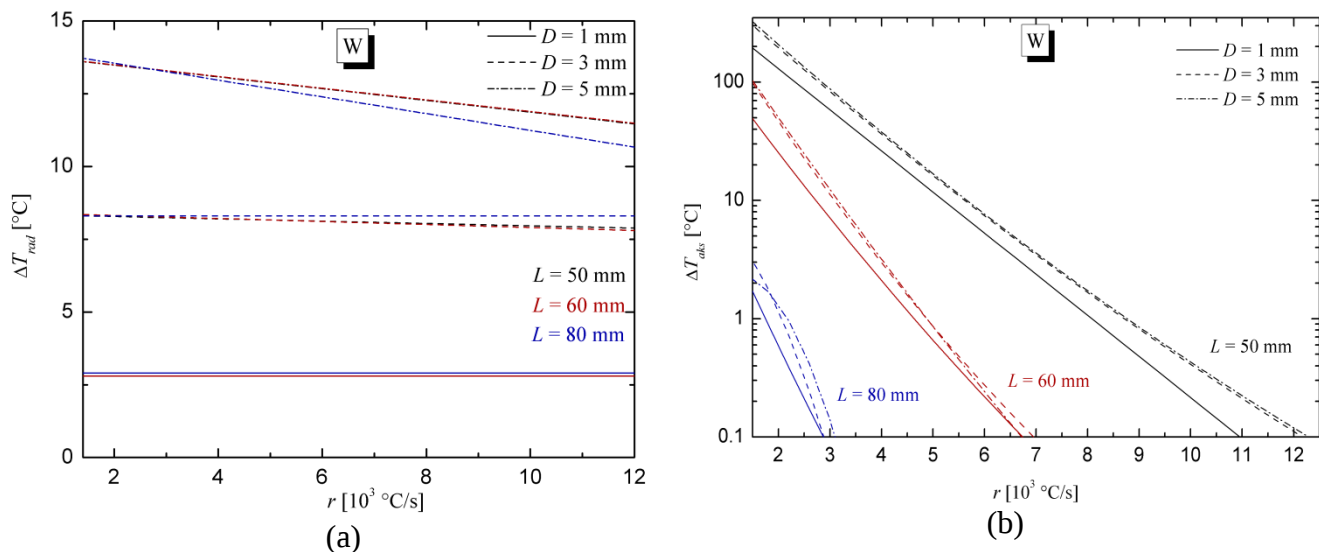
испитиваног материјала применом апроксимације дуге танке жице која занемарује утицај губљења топлоте кондукцијом и конвекцијом [12].

Ради верификације теоријског модела и потребе овог истраживања извршена су експериментална мерења на узорку волфрама дужине 200,7 mm и дебљине 3,7 mm. Добијени полиноми специфичне топлоте, специфичне електричне отпорности и укупне хемисферне емисивности волфрама у функцији температуре узети су као улазни параметри теоријског модела у циљу дефинисања материјала узорка.

Детаљи теоријског модела су приказани у Реф. [13]. Виртуални експерименти су рађени на узорцима волфрама дужине 50 mm, 60 mm, 80 mm и пречницима 1 mm, 3 mm, 5 mm. Дужина ефективне зоне узорка је била 20 mm, као типична ефективна дужина при експерименталним условима рада. У свим виртуалним експериментима максимална достигнута температура загревања је била 2500 °C. Жељена температура у виртуалним експериментима достигана је бирањем различитих интензитета пада напона дуж целог узорка, са различитим дужинама трајања, као једног од улазних параметара теоријског модела. Посматран је и анализиран ефекат губитака топлоте кондукцијом и зрачењем, услед којих долази до температурне неуниформности дуж ефективног дела узорка, по његовој аксијалној оси ΔT_{aks} , као и температурне неуниформности по његовом попречном пресеку, ΔT_{rad} , респективно, где су ΔT_{aks} и ΔT_{rad} представљале апсолутне разлике максималне и минималне температуре у поменутих просторним доменима узорка.

Резултати температурне неуниформности по попречном пресеку узорка волфрама за све три дужине и сва три пречника у зависности од брзине загревања r , приказани су на Сл. 1 [13]. Са Сл. 1а може се уочити да температурна неуниформност по попречном пресеку узорка драстично расте са повећањем пречника узорка, док на њу повећање дужине узорка практично не утиче. Такође може се уочити да повећање брзине грејања узорка има јако слаб утицај на промену неуниформности температуре за све дужине, осим за дужину од 80 mm, где долази до благог пада неуниформности са порастом брзине грејања. Температурна неуниформност се појавила код свих димензија узорка на свим брзинама загревања, а најмање изражена неуниформност по попречном пресеку се показала код најтањих узорака, што је био очекиван резултат пратећи претходна истраживања.

Са друге стране, на Сл. 1б је приказана температурна неуниформност волфрама по његовом ефективном делу у функцији брзине грејања. Уочава се да аксијална неуниформност драматично расте са смањењем укупне дужине узорка, а иста неуједначеност подједнако опада са порастом брзине загревања, без обзира на пречник узорка [13]. Дакле, са повећањем дужине узорка температурна неуниформност по аксијалном делу узорка ишчезава тако да се може рећи да постоји нека критична дужина узорка, у случају волфрама дужина од 80 mm за коју би се могло сматрати да утицај температурне неуниформности на поменутом делу узорка неће имати утицаја на добијање коначних величина специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности. Такође, са смањењем пречника узорка долази до опадања температурне неуниформности услед ефекта кондукције код узорака свих дужина, док повећањем брзине загревања за све димензије узорка ефекат поменутог температурног градијента практично нестаје. Узимајући у обзир величине неуниформности и по аксијалној и по радијалној оси узорка, може се потврдити да је апроксимација дуге танке жице оправдана само код дугачких и танких узорака, тј. у случају волфрама критичне вредности дужине би биле 80 mm, а дебљине 1 mm. Исто тако, имајући у виду да температурна расподела унутар узорка зависи од карактеристика материјала као што су специфична топлота, специфична електрична отпорност, хемисферна емисивност, топлотна проводност, коефицијент линеарног ширења итд., за сваки материјал је потребно извршити анализу температурне неуниформности у просторном домену узорка не би ли се правилно проценила величина губитака топлоте услед кондукције и зрачења и његовог утицаја на коначне резултате мерених термофизичких величина.



Слика 1. Неуједначености температура узорка волфрама у функцији од брзине загревања на 2500 °C и то: а) по централном попречном пресеку узорка, б) по аксијалној оси узорка, дуж ефективне зоне

УТИЦАЈ ТЕМПЕРАТУРНЕ НЕУНИФОРМНОСТИ НА КОМПОНЕНТЕ МЕРНЕ НЕСИГУРНОСТИ СПЕЦИФИЧНЕ ТОПЛОТЕ И СПЕЦИФИЧНЕ ЕЛЕКТРИЧНЕ ОТПОРНОСТИ

Имајући у виду, да су улазне величине модела, специфична топлота и електрична отпорност описане у облику полинома, као функције температуре, из добијених резултата аксијалне и радијалне расподеле температуре у оквиру ефективне зоне узорка, на једноставан начин се може доћи до процене несигурности специфичне топлоте и електричне отпорности услед губитака топлоте кондукцијом, односно зрачењем, по следећим једначинама:

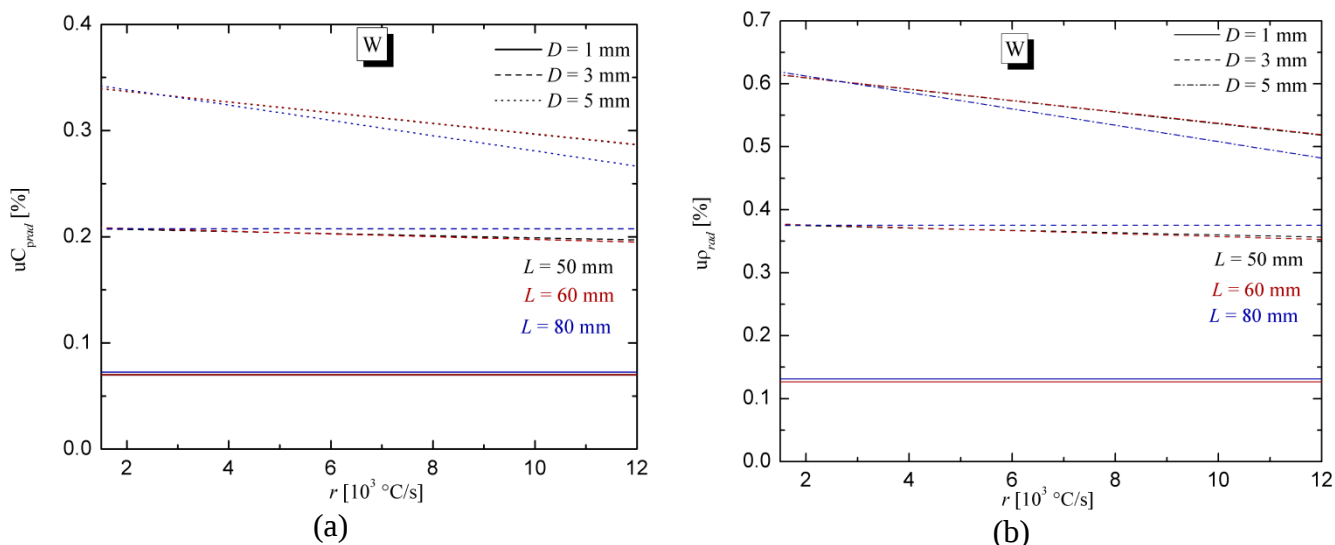
$$uC_p^{rad}(T_i) = \left. \frac{\partial c_p}{\partial T} \right|_{T=T_i} \cdot \Delta T_i^{rad} \quad (1)$$

$$uC_p^{aks}(T_i) = \left. \frac{\partial c_p}{\partial T} \right|_{T=T_i} \cdot \Delta T_i^{aks} \quad (2)$$

$$uC_p(T_i) = \sqrt{uC_p^{rad}(T_i)^2 + uC_p^{aks}(T_i)^2} \quad (3)$$

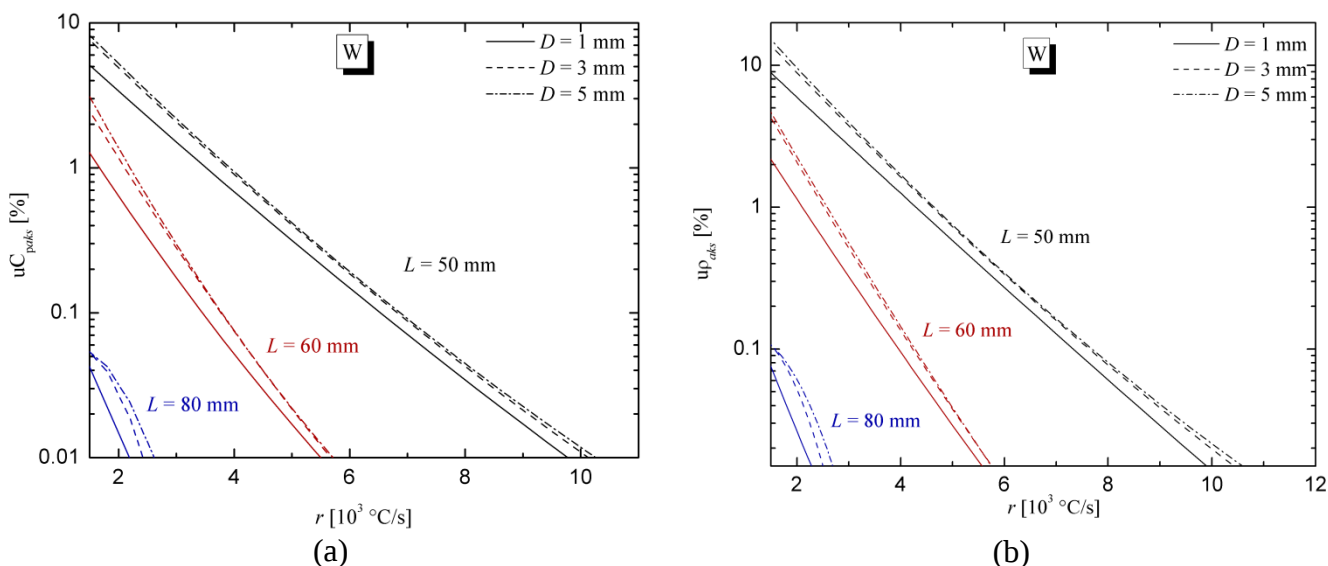
где T_i представља жељену температуру загревања, индекси aks и rad се односе на аксијалну (z) и радијалну (r) осу узорка, респективно, док су ΔT_i^{aks} и ΔT_i^{rad} температурни градијенти по аксијалној и радијалној оси узорка унутар ефективне зоне, при максимално достигнутој температури T_i . Температурни градијенти ΔT_i^{aks} , ΔT_i^{rad} су последица губитака топлоте, са доминацијом губитака кондукцијом и зрачењем, респективно. На сличан начин се, на основу једначина (1-3), могу проценити и поменуте компоненте мерне несигурности специфичне електричне отпорности.

Са Сл 2. се може видети да је компонента мерне несигурности специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности волфрама, као последице температурних градијената по радијалној оси узорка, најизраженија код најкраћих и најдебљих узорака. Са порастом пречника узорка, при фиксној дужини, компонента радијалне мерне несигурности специфичне топлоте се приметно повећава и благо линеарно опада са брзином загревања, за све пречнике, осим за узорак чији је пречник $D = 1$ mm, код кога је радијална компонента мерне несигурности специфичне топлоте готово константна величина у функцији брзине загревања, за све дужине узорка. Такође код узорка волфрама се показује да су компонента мерне несигурности специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности готово занемарљиве код свих дужина узорака чији је пречник једнак 1 mm.



Слика 2. Компонената несигурности термофизичких особина на 2500 °C услед неуједначености температурног поља по радијалној оси узорка волфрама у функцији од брзине загревања и то:
а) за специфичну топлоту и б) специфичну електричну отпорност,

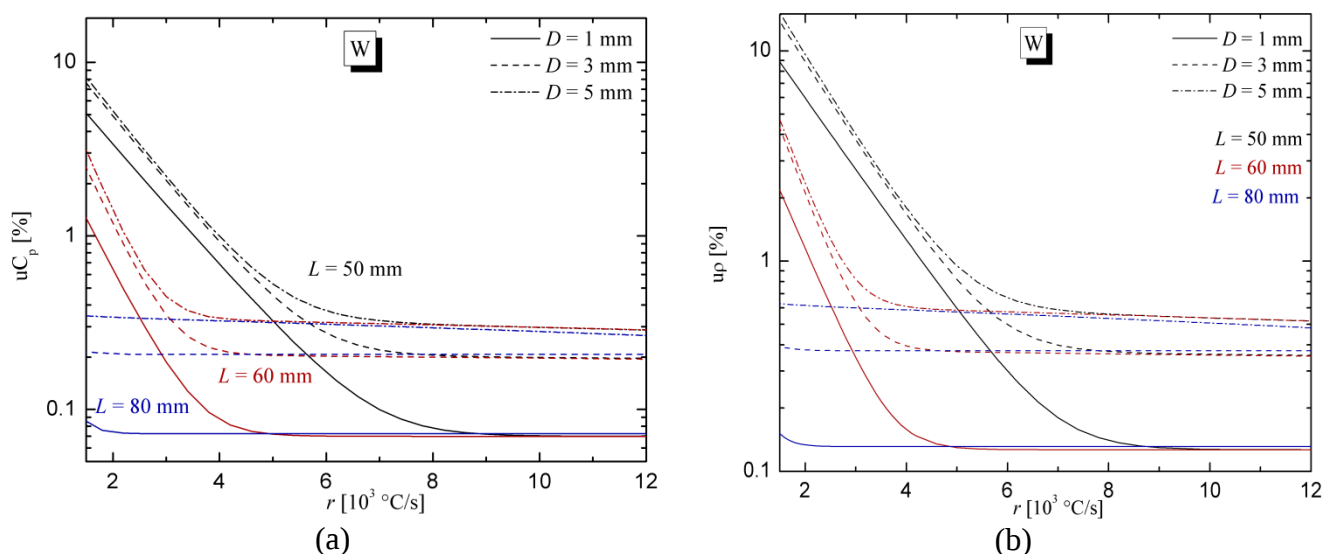
Посматрајући утицај температурне неуниформности по аксијалној оси узорка унутар ефективне зоне на поменуте компоненте мерне несигурности, на Сл. 3 се може уочити њихов драстичан скок са смањењем дужине узорка, док повећање пречника утиче на њихов благи раст. Такође, може се уочити да свака дужина узорка има критичну брзину грејања на којој ове компоненте несигурности ишчезавају. Међутим, за дужину узорка од 80 mm, и ове компоненте мерне несигурности су готово занемарљиве.



Слика 3. Компонената несигурности термофизичких особина на 2500 °C услед неуједначености температурног поља по аксијалној оси узорка волфрама у функцији од брзине загревања и то:
а) за специфичну топлоту и б) специфичну електричну отпорност

Удружен ефекат губитака топлоте услед кондукције и зрачења на разматране мерне несигурности специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности волфрама приказане на Сл.3. указују на доминацију ефекта губитака кондукцијом при нижим брзинама грејања, док при њиховом повећању ефекат губитака зрачењем постаје доминантнији. Предложена критична брзина грејања узорка волфрама би могла бити 5000 °C/s, при којој би у случају поређења са брзином

грејања од 1400 °C/s за одабир најкритичније геометрије узорка најмање дужине и највеће дебљине, смањено компоненту мерне несигурности специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности са 9 % на 0,5 % и са 15 % на 0,8 %, респективно. Такође, повећањем дужине узорка компоненте несигурности опадају, посебно у области нижих брзина загревања. Са смањењем дебљине узорка компоненте мерне несигурности исто тако опадају у области ниских брзина грејања, док при већим брзинама загревања оне узимају готову једнаку вредност за све пречнике узорка. Дакле, као критична дужина узорка волфрама могла би се узети вредност од 80 mm. Апроксимација дуге танке жице која искључује ефекат губитака топлоте услед кондукције, по добијеним резултатима би могла бити оправдана само за узорак дужине 80 mm и дебљине 1 mm при свим брзинама загревања. За брзине грејања веће од 5000 °C/s, апроксимација дуге танке жице би могла бити оправдана за све разматране дебљине узорка дужине 80 mm.



Слика 3. Компонента несигурности термофизичких особина на 2500 °C услед комбинованог ефекта неједначености температурног поља по радијалној и аксијалној оси узорка волфрама у функцији од брзине загревања и то: а) за специфичну топлоту и б) за специфичну електричну отпорност

Увођењем критичних вредности параметра брзине грејања, дужине и дебљине узорка омогућава се оптимизација мерења сходно карактеристикама експерименталних поставки. Приликом оптимизације се узима у обзир брзина аквизиционог система експерименталне поставке, као и брзина одзива мерења апсолутне температуре узорка, односно брзине одзива примењеног термопара. Бирање дужине ефективне зоне узорка такође може смањити компоненте несигурности, али до одређене мере због смањења односа сигнал-шум мереног сигнала пада напона. На крају, одабир геометрије узорка зависи и од цене материјала који се испитује, као и израде самих узорка.

ЗАКЉУЧАК

На основу резултата извршених симулација струјно-импулсне методе на материјалу од волфрама, показано је да димензије узорка, брзина импулсног грејања и дужина ефективне зоне узорка могу значајно утицати на величину температурне неједначености узорка приликом његовог загревања, а самим тим и на компоненте мерне несигурности специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности. Из тог разлога, за сваки испитивани електропроводни материјал би требало прво извршити сличне симулације и сходно резултатима приступити одабору идеалних параметра узорка и експеримента. Код испитивања непознатих нових материјала у широком температурном опсегу, било за потребе индустрије или истраживања, овај

модел доприноси допуни буџета мерне несигурности код одређивања специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности и, самим тим, већој поузданости добијених резултата.

ЛИТЕРАТУРА

- [1] Worthing A.G., Atomic heats of tungsten and of carbon at incandescent temperatures, *Phys. Rev.*, Vol. 12, No. 3, p. 199-225, 1918.
- [2] Nathan A.M., A dynamic method for measuring the specific heat of metals, *J. Appl. Phys.*, Vol. 22, p. 234-235, 1951.
- [3] Kollie T., Specific heat determinations by pulse calorimetry utilizing a digital voltmeter for data acquisition, *Rev. Sci. Instr.*, Vol. 38, No. 10, p. 1452-1463, 1967.
- [4] Thomas G. Kollie, Specific Heat Determinations by Pulse Calorimetry Utilizing a Digital Voltmeter for Data Acquisition, *Review of Scientific Instruments*, Vol. 38, pp. 1452, 1967, <https://doi.org/10.1063/1.1720561>
- [5] Dobrosavljević A.S., Maglić K.D., Pulse heating method for specific heat and electrical resistivity measurement in the range 300 to 1400 K, “Advanced Course in Measurement Techniques in Heat and Mass Transfer”, Eds. Soloukhin R.I. and Afgan N. (Hemisphere, Washington DC, USA), pp. 411-420, 1985.
- [6] Dobrosavljević A.S., Maglić K.D., Evaluation of a direct pulse heating method for measurement of specific heat and electric resistivity in the range 300-1900 K, *High Temp. High Press.*, Vol. 21, p. 411-421, 1989.
- [7] Cezairliyan A., Morse M.S., Berman H.A., Beckett C.W., High-speed (subsecond) measurement of heat capacity, electrical resistivity, and thermal radiation properties of molybdenum in the range 1900 to 2800 K, *J. Res. Natl. Bur. Stand.*, Vol. 74A, No. 1, p. 65-92, 1970.
- [8] G Lohöfer, Neuniform Electric Fields in Pulse Heated Wire, *International Journal of Thermophysics*, Vol. 14., No.3, pp. 471-483, 1993.
- [9] Christopher Donaghy-Spargo, Alton Horsfall, Transient skin effect in power electronic applications, *The Journal of Engineering*, The 9th International Conference on Power Electronics, Machines and Drives (PEMD 2018), July 2018, eISSN 2051-3305, doi: 10.1049/joe.2018.8132
- [10] Bussolino G.C., Annino G., Ferrari C., Righini F., Virtual Experiments by Pulse Heating Techniques: Cylindrical Tungsten Specimens, *Int. J. Thermophys.*, Vol. 32, p. 2716-2726, DOI 10.1007/s10765-011-1098-4, 2011.
- [11] Bussolino, Righini F., Virtual Experiments by Pulse Heating Techniques: Tubular Tungsten Specimens, *Int. J. Thermophys.* Vol. 34, p. 78-92, DOI 10.1007/s10765-012-1182-4, 2013.
- [12] K. D. Maglić, A. Cezairliyan, and V.E. Peletsky, *Compendium of Thermophysical Property Measurement Methods Vol. 1, Survey of Measurement Techniques*, Plenum Press, New York and London, 1984, ISBN 0-306-41424-4
- [13] Nikolić Ivana D., Milošević Nenad D., Petričević Slobodan J., Temperature Nonuniformity due to Heat Conduction and Radiation in the Pulse Calorimetry Technique, *Thermal Science*, 2022, <https://doi.org/10.2298/TSCI220115037N>