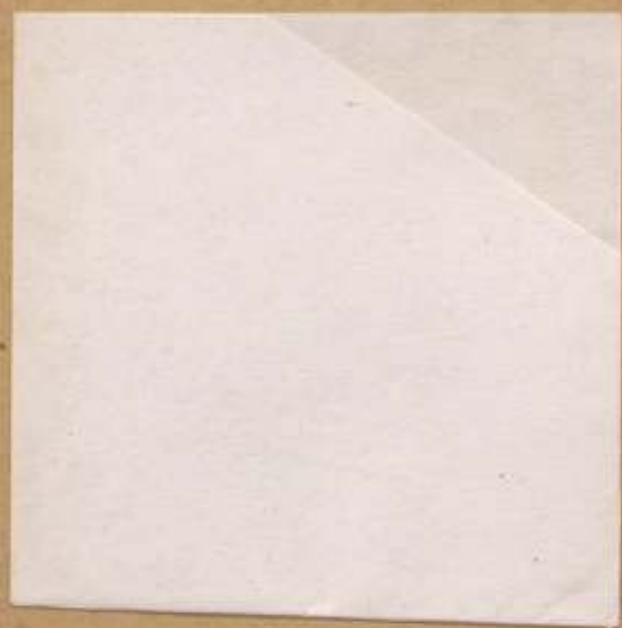


КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ, МЕР И ИЗМЕРИТЕЛЬНЫХ ПРИБОРОВ  
ПРИ СОВЕТЕ МИНИСТРОВ СССР  
**ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ  
ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ  
ИМ. Д. И. МЕНДЕЛЕЕВА**

**ИССЛЕДОВАНИЯ В ОБЛАСТИ  
ТЕПЛОВЫХ И ТЕМПЕРАТУРНЫХ  
ИЗМЕРЕНИЙ**

ТРУДЫ ИНСТИТУТОВ КОМИТЕТА  
ВЫПУСК 63 (123)

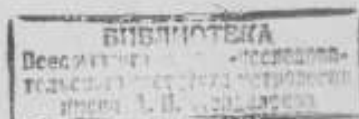
СТАНДАРТГИЗ  
МОСКВА—ЛЕНИНГРАД  
1982



*С. П. Рубин*

КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ, МЕР И ИЗМЕРИТЕЛЬНЫХ ПРИБОРОВ  
ПРИ СОВЕТЕ МИНИСТРОВ СССР

ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ  
МЕТРОЛОГИИ ИМ. Д. И. МЕНДЕЛЕЕВА



# ИССЛЕДОВАНИЯ В ОБЛАСТИ ТЕПЛОВЫХ И ТЕМПЕРАТУРНЫХ ИЗМЕРЕНИЙ

ТРУДЫ ИНСТИТУТОВ КОМИТЕТА

ВЫПУСК 63 (123)

*Под редакцией*  
канд. техн. наук *Б. Н. ОЛЕЙНИКА*

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
СТАНДАРТИЗ

МОСКВА — ЛЕНИНГРАД  
1962

*м 12452Б (Замера)*

Редакционный совет  
П. Н. Агалецкий, К. К. Аглинцев, Н. Н. Алек-  
сандрова, В. О. Арутюнов, С. В. Горбачевич,  
Е. Ф. Долинский, М. А. Жоховский, Л. М. Закс,  
В. В. Кандыба, Л. К. Каяк, И. И. Киренков,  
Д. К. Коллеров, Е. Т. Чернышев, К. П. Ши-  
роков, Е. Г. Шрамков, Б. М. Яновский

Ответственный редактор  
д-р техн. наук проф. **В. О. АРУТЮНОВ**

## ПРЕДИСЛОВИЕ

Настоящий сборник состоит из двух больших разделов — тепловых и температурных измерений.

В разделе, посвященном тепловым измерениям, представлены результаты работ, выполненных главным образом в лаборатории тепловых измерений ВНИИМ. Статьи этого раздела охватывают область калориметрических измерений, измерений коэффициентов температуропроводности и теплопроводности.

В статьях Б. Н. Олейника и А. Н. Гордова излагаются вопросы теории калориметрического опыта. В первой статье на основе учета реальной физической неоднородности калориметрической системы выводятся аналитические выражения, описывающие изменение температурного поля сложной системы во времени и устанавливающие взаимную связь между различными тепловыми процессами. В статье А. Н. Гордова рассматривается существенная для калориметрии задача об оценке величины погрешности, возникающей вследствие неполного учета влияния термической инерции термометра при обработке результатов измерений. Автор развивает идеи, изложенные им ранее в трудах ВНИИМ, вып. 25 (85), 1955 г. Анализ погрешностей калориметрических измерений посвящена статья В. Д. Микиной. В статье Л. Н. Калединой и В. С. Ускова сообщаются результаты работы по получению бензойной кислоты методом возгонки при пониженном давлении воздуха; бензойная кислота высокой чистоты позволяет обеспечивать градуировку прецизионных калориметров. Вопросам терморегулирования посвящена вторая статья В. Д. Микиной. Описание результатов анализа погрешностей теплосчетчика ТС-1 — первого в СССР промышленного прибора для измерения количества тепла, получаемого от теплоцентралей, дает М. Я. Гаммерман.

Три статьи Ю. А. Кириченко охватывают вопросы измерения коэффициентов температуропроводности. В первой, обзорной, статье автор предлагает детально разработанную классификацию методов и приводит достаточно полную библиографию. В двух других статьях затрагиваются вопросы измерений с помощью разработанного автором для твердых тел метода радиальных температурных волн. Результаты теоретических и экспериментальных исследований отдельных коэффициентов теплообмена тел простейшей геометрической формы на основе метода регулярного теплового режима обобщаются в статье Б. Н. Олейника и Е. С. Платунова. В статье Ю. С. Ипатова и других авторов сообщаются технические характеристики прибора для измерения коэффициентов теплопроводности плоских проводников тепла при комнатной температуре.

В разделе, посвященном температурным измерениям, представлены результаты исследований, в основном выполненных в отделе тепловых измерений ВНИИМ. Этот раздел начинается Положением о международной практической температурной шкале 1948 г. Редакция 1960 г., принятым XI Генеральной конференцией по мерам и весам в октябре 1960 г.

В статье И. И. Киренкова своевременно ставится весьма важный вопрос об единстве измерений и о методах осуществления температурной шкалы выше  $10\,000^\circ\text{C}$  и предлагаются конкретные пути решения поставленных задач. Статья В. В. Кандыбы посвящена также этому вопросу. Автор приводит классификацию высокотемпературных источников излучения в связи с возможностью их применения для построения шкалы высоких температур. В двух статьях К. С. Израилова описываются принципы действия и конструкция интерференционной и емкостной разделительных камер нового газового термометра ВНИИМ, применение которых позволило повысить точность газотермических измерений. В трех статьях Ф. З. Алиевой с сотрудниками приводятся результаты большой работы по созданию стабильных термометров сопротивления и новых мер сопротивления, которые позволили повысить точность измерения в области средних температур. Значительный интерес представляют исследования тройной точки воды.

В статьях А. Д. Бродского и В. И. Соловьева обсуждаются актуальные вопросы применения радиочастотных методов для измерения термодинамической температуры на основе температурной зависимости скорости распространения звука, тепловых шумов электрических сопротивлений и ядерного квадрупольного резонанса.

*Редактор*

Б. Н. ОЛЕЙНИК  
ВНИИМ

## ТЕМПЕРАТУРНЫЕ КРИВЫЕ КАЛОРИМЕТРИЧЕСКОГО ОПЫТА

*В статье изложена теория калориметрического опыта, учитывающая физическую неоднородность калориметрической системы, наличие постороннего внутреннего источника тепла и теплообмен с изотермической оболочкой; выводятся и анализируются аналитические выражения, описывающие изменения температурного поля калориметрической системы; уравнения температурных кривых выводятся для тел простейшей геометрической формы, моделирующих ядро калориметрической системы.*

Экспериментальные методы термохимии, применяемые для исследований химических реакций и физических процессов, при которых происходит выделение или поглощение тепла, позволяют производить измерения количества тепла с наименьшей относительной погрешностью, примерно  $\pm 0,01 \pm 0,02\%$  [1—3]. Одним из них является широко распространенный метод, который условно можно назвать методом калориметрической бомбы. Теоретической основой его является представление сложной калориметрической системы в виде однородного изотропного тела, которое участвует в теплообмене с изотермической оболочкой или же окружено адиабатической оболочкой. В калориметрической системе не возникают градиенты температурного поля [4, 5].

По-видимому, дальнейшее повышение точности калориметрических измерений возможно не только на базе экспериментальных усовершенствований, но и на основе развития теории метода. Одним из возможных перспективных направлений в развитии теории может оказаться такой подход к поставленной задаче, при котором учитываются физическая неоднородность реальной калориметрической системы, характерные особенности процессов теплообмена, специфические для разных частей калориметрической системы, и термическая инерция измерителей температуры. Известны немногочисленные попытки отдельных исследователей изучать калориметрический опыт сформулированным выше путем.

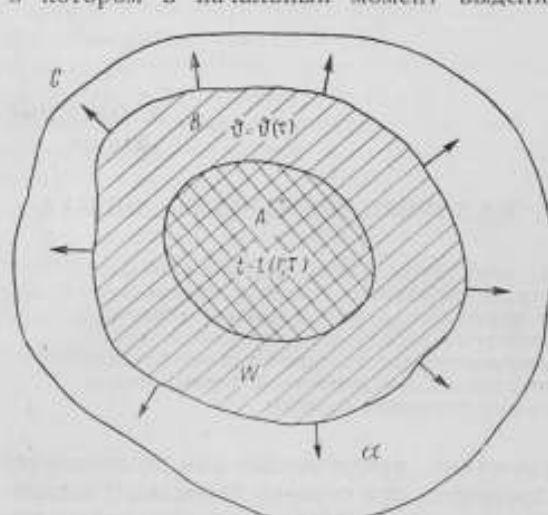
Так, А. Н. Гордов [6], изучая влияние термической инерции термометра на измерение подъема температуры в калориметрическом опыте, для трех основных периодов кривой изменения температуры составляет аналитические выражения зависимости температуры от времени и делает допущение, что калориметрическая бомба может быть моделирована с помощью неограниченного цилиндра. Результат работы сводится к доказательству зависимости показаний термометра от его термической инерции; автор приводит примеры численной оценки искажений, возникающих при измере-

нии двумя термометрами, которые имеют различные значения постоянной термической инерции.

Г. М. Кондратьев [7], рассматривая тепловые процессы, протекающие в массивном калориметре, выводит приближенное уравнение температурной кривой калориметрического опыта, учитывая теплообмен калориметра с окружающей средой.

В настоящей статье публикуется первое сообщение о теоретических исследованиях калориметрического опыта для водяного и массивного калориметров.

Калориметрическая система представляется в виде тела  $A$  (бомба), в котором в начальный момент выделяется некоторое количество тепла



Модель калориметрической системы.

$A$  — тело с температурой  $t = t(r, \tau)$ ;  $B$  — тело с температурой  $T = T(r)$ ;  $C$  — изотермическая оболочка с температурой  $T_j = \text{const}$ ;  $w = \text{const}$ ,  $a = \text{const}$ .

Энергия из тела  $A$  распространяется в тело  $B$  (вода или металл), находящееся в хорошем тепловом контакте с телом  $A$  и не имеющее градиентов температуры за весь период калориметрического опыта; тело  $B$  окружено изотермической или адиабатической оболочкой  $C$  и может иметь внутренний равномерно распределенный источник тепловой мощности. Для расчета реальных калориметрических систем существенное значение имеет форма тела  $A$  (бомбы). Бомба представляет собой пустотелое, неправильной формы тело, вероятно, близкое по геометрическим свойствам к шару и ограниченному цилиндру. Чтобы иметь возможность сравнивать экспериментальные температурные кривые калориметрического опыта с теоретически вычисленными, ниже рассматриваются тела трех простейших геометрических форм — шара, неограниченного цилиндра и неограниченной пластины. Если характеризовать геометрические свойства всех тел отношением их поверхности к объему, то любые возможные реальные тела будут находиться между неограниченной пластиной (минимальное отношение) и шаром (максимальное отношение). Для всех возможных (предельных) случаев процессов теплообмена рассматриваются задачи: а) с внутренним источником тепла и теплообменом с оболочкой (отсюда получается решение для случая, когда в системе отсутствует внутренний источник энергии); б) с внутренним источником тепла, но с адиабатической оболочкой (отсюда вытекает решение для случая, когда в системе отсутствует внутренний источник тепла и система помещена в адиабатическую оболочку).

#### Постановка задачи и общие обозначения для всех задач калориметрического опыта

Тело  $A$  (однородное, изотропное тело), поверхность которого обозначим  $S_A$ , может быть шаром, имеющим радиус  $R$ , неограниченным цилиндром с радиусом  $R$  или неограниченной пластиной с полутолщиной  $R$ . Температура в каждой точке тела является функцией координаты  $r$  и времени  $\tau$ ,



т. е.  $t = t(r, \tau)$ . В начальный момент времени  $t = t(r, 0) = t_0$ . Обозначим  $C_A$  полную теплоемкость тела  $A$  и  $\lambda$  — коэффициент теплопроводности. Тело  $B$  (однородное, изотропное) может иметь произвольную форму. Обозначим поверхность его  $S_B$ . В реальной калориметрической системе — это интенсивно перемешиваемая вода или металлический блок. Температурные градиенты в теле  $B$  отсутствуют, температура не зависит от координат, но является функцией времени, т. е.  $\vartheta = \vartheta(\tau)$ . В начальный момент времени  $\vartheta(0) = \vartheta_0$ . В теле  $B$  может действовать источник тепла постоянной мощности  $\omega$ . Полная теплоемкость этого тела  $C_B$ . Теплообмен между телами  $A$  и  $B$  осуществляется по закону  $t(R, \tau) = \vartheta(\tau)$ .

Тело  $B$  обменивается теплом с изотермической оболочкой, имеющей температуру  $t_i$ , по закону конвекции (коэффициент теплообмена  $\alpha$ ) или изолировано в тепловом отношении.

Введем следующие критериальные величины:

$$\varrho = \frac{r}{R} \text{ — относительная координата;}$$

$$Fo = \frac{a\tau}{R^2} \text{ — критерий Фурье (} a \text{ — коэффициент температуропроводности тела } A \text{);}$$

$$T(\varrho, Fo) = \frac{t(\varrho, Fo) - t_0}{t_i - t_0} \text{ — относительная температура тела } A \text{;}$$

$$\Theta(Fo) = \frac{\vartheta(Fo) - \vartheta_0}{t_i - \vartheta_0} \text{ — температура тела } B \text{ относительно начальной температуры тела } A \text{;}$$

$$T_i = \frac{t_i}{t_0} \text{ — температура оболочки относительно начальной температуры тела } A \text{;}$$

$$K_C = \frac{C_A}{C_B} \text{ — параметрический критерий теплоемкостей тел } A \text{ и } B \text{;}$$

$$K_\omega = \frac{R^2\omega}{a t_i C_B} \text{ — критерий тепловой мощности;}$$

$$K_\alpha = \frac{R^2\alpha S_B}{a C_B} \text{ — критерий теплоотдачи.}$$

Уравнения температурной кривой для случая с постоянно действующим источником тепла и при наличии теплообмена калориметрической системы с изотермической оболочкой

**Шар.** Дифференциальное уравнение теплопроводности для симметричной задачи имеет следующий вид:

$$\frac{\partial t(r, \tau)}{\partial \tau} = a \left[ \frac{\partial^2 t(r, \tau)}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial t(r, \tau)}{\partial r} \right] \quad (1)$$

$$(\tau > 0; 0 < r < R),$$

а начальные и граничные условия

$$t(r, 0) = t_0; \quad \vartheta(0) = \vartheta_0; \quad (2)$$

$$C_B d\vartheta(\tau) = -\lambda S_A \frac{\partial t(R, \tau)}{\partial r} d\tau + \omega d\tau + \alpha S_B [t_i - \vartheta(\tau)] d\tau = 0; \quad (3)$$

$$\vartheta(\tau) = t(R, \tau);$$

$$\frac{\partial t(0, \tau)}{\partial r} = 0; \quad t(0, \tau) \neq \infty. \quad (4)$$

Физический смысл граничного условия (3) состоит в том, что левая часть равенства представляет собой изменение теплосодержания тела  $B$

за счет тепла, поступающего из тела  $A$ , источника тепла  $w$  и тепла, получаемого (или отдаваемого) телом  $B$  от изотермической оболочки (правая часть равенства).

Напишем уравнение (1) и краевые условия (2) — (4) в критериальной форме

$$\frac{\partial T(q, Fo)}{\partial Fo} = \frac{\partial^2 T(q, Fo)}{\partial q^2} + \frac{2}{q} \cdot \frac{\partial T(q, Fo)}{\partial q} \quad (5)$$

$$(Fo > 0; 0 < q < 1),$$

$$T(q, 0) = 1; \quad \Theta(0) = \Theta_0; \quad (6)$$

$$\left. \begin{aligned} \frac{d\Theta(Fo)}{dFo} + 3K_C \frac{\partial T(1, Fo)}{\partial q} - K_w - K_a [T_l - \Theta(Fo)] &= 0; \\ \Theta(Fo) &= T(1, Fo); \end{aligned} \right\} \quad (7)$$

$$\frac{\partial T(0, Fo)}{\partial q} = 0; \quad T(0, Fo) \neq \infty. \quad (8)$$

Сформулированную задачу решим относительно функции  $\Theta(Fo)$ , которая определяет температурный ход калориметрического опыта.

Применяя преобразование Лапласа к уравнениям (5), (7) и (8), получим

$$sT(q, s) - 1 = \frac{\partial^2 T(q, s)}{\partial q^2} + \frac{2}{q} \cdot \frac{\partial T(q, s)}{\partial q}; \quad (9)$$

$$\left. \begin{aligned} (s + K_a)\Theta(s) - \Theta_0 + 3K_C \frac{\partial T(1, s)}{\partial q} - \frac{K_w}{s} - \frac{K_a T_l}{s} &= 0, \\ \Theta(s) &= T(1, s); \end{aligned} \right\} \quad (10)$$

$$\frac{\partial T(0, s)}{\partial q} = 0, \quad T(0, s) \neq \infty. \quad (11)$$

Решение уравнения (9) будем искать в виде

$$T(q, s) - \frac{1}{s} = M(s) \frac{\text{sh}(q\sqrt{s})}{q} + N(s) \frac{\text{ch}(q\sqrt{s})}{q},$$

где  $M(s)$  и  $N(s)$  — функции, определяемые из краевых условий задачи. Используя условие (11), получим  $N(s) = 0$  и

$$T(q, s) - \frac{1}{s} = M(s) \frac{\text{sh}(q\sqrt{s})}{q}. \quad (12)$$

Для нахождения  $M(s)$  решим совместно уравнения (10) и (12) и получим

$$M(s) = - \frac{s(1 - \Theta_0) + K_a(1 - T_l) - K_w}{s[(s - 3K_C + K_a)\text{sh}\sqrt{s} + 3K_C\sqrt{s}\text{ch}\sqrt{s}]}$$

Подставим выражение для  $M(s)$  в уравнение (12)

$$\frac{1}{s} - T(q, s) = \frac{[s(1 - \Theta_0) + K_a(1 - T_l) - K_w] \text{sh}(q\sqrt{s}) / (q\sqrt{s})}{\sqrt{s} [(s - 3K_C + K_a)\text{sh}\sqrt{s} + 3K_C\sqrt{s}\text{ch}\sqrt{s}]} = \frac{\Phi(s)}{\Psi(s)}, \quad (13)$$

где  $\Phi(s)$  и  $\Psi(s)$  являются обобщенными полиномами относительно  $s$ :

$$\frac{\Phi(s)}{\Psi(s)} = \frac{[s(1 - \Theta_0) + K_a(1 - T_l) - K_w] \left( 1 + q^2 \frac{s}{3!} + q^4 \frac{s^2}{5!} + \dots \right)}{s \left[ K_a + \left( \frac{1}{1!} + \frac{2}{3!} 3K_C + \frac{K_a}{3!} \right) s + \left( \frac{1}{3!} + \frac{4}{5!} 3K_C + \frac{K_a}{5!} \right) s^2 + \dots \right]}. \quad (14)$$

В соответствии с теоремой разложения будем иметь

$$1 - T(\varrho, Fo) = \frac{\Phi(0)}{\Psi'(0)} + \sum_{n=1}^{\infty} \frac{\Phi(s_n)}{\Psi'(s_n)} e^{s_n Fo}, \quad (15)$$

где  $s_n$  являются корнями  $\Psi(s) \neq 0$  (кроме  $s = 0$ ).

Из выражения (14) найдем, что

$$\frac{\Phi(0)}{\Psi'(0)} = 1 - T_i - \frac{K_w}{K_a}. \quad (16)$$

Производная  $\Psi'(s)$  равна

$$\Psi'(s) = \frac{1}{6K_C} [9K_C(1 + K_C)s + 3K_C K_a - (s + K_a)^2] \frac{\text{sh} \sqrt{s}}{\sqrt{s}}. \quad (17)$$

Подставим полученные выражения (16) и (17) в (15) и будем иметь:

$$T(\varrho, Fo) = T_i + \frac{K_w}{K_a} - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{6K_C [K_w - K_a(1 - T_i) + (1 - \theta_0)\mu_n^2]}{(\mu_n^2 - K_a)^2 + 9K_C(1 + K_C)\mu_n^2 - 3K_C K_a} \times \\ \times \frac{\sin \varrho \mu_n / \mu_n}{\sin \mu_n / \mu_n} e^{-\mu_n^2 Fo}, \quad (18)$$

где  $\mu_n$  являются корнями характеристического уравнения

$$\text{tg} \mu = 3K_C \frac{\mu}{\mu^2 + 3K_C - K_a}. \quad (19)$$

Уравнение (19) получено из уравнения  $\Psi(s) = 0$  при замене  $s = -\mu^2$  и применении равенств  $i \text{sh} \sqrt{s} = \sin(i\sqrt{s})$  и  $\text{ch} \sqrt{s} = \cos(i\sqrt{s})$ .

Изменение температуры  $\theta(Fo)$  тела  $B$  со временем найдем из выражения (18), считая  $\varrho = 1$ :

$$\theta(Fo) = T_i + \frac{K_w}{K_a} - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{6K_C [K_w - K_a(1 - T_i) + (1 - \theta_0)\mu_n^2]}{(\mu_n^2 - K_a)^2 + 9K_C(1 + K_C)\mu_n^2 - 3K_C K_a} e^{-\mu_n^2 Fo}. \quad (20)$$

Если в теле  $B$  отсутствует источник тепловой мощности ( $w = 0$ ), но происходит теплообмен между телом  $B$  и изотермической оболочкой, то уравнение (20) примет следующий вид:

$$\theta(Fo) = T_i - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{6K_C [(1 - \theta_0)\mu_n^2 - K_a(1 - T_i)]}{(\mu_n^2 - K_a)^2 + 9K_C(1 + K_C)\mu_n^2 - 3K_C K_a} e^{-\mu_n^2 Fo}, \quad (21)$$

где  $\mu_n$  являются корнями уравнения (19).

**Неограниченный цилиндр.** Дифференциальное уравнение теплопроводности для симметричной задачи в критериальной форме имеет вид

$$\left. \begin{aligned} \frac{\partial T(\varrho, Fo)}{\partial Fo} &= \frac{\partial^2 T(\varrho, Fo)}{\partial \varrho^2} + \frac{1}{\varrho} \cdot \frac{\partial T(\varrho, Fo)}{\partial \varrho} \\ (Fo > 0; 0 < \varrho < 1), \end{aligned} \right\} \quad (22)$$

а начальные и граничные условия

$$T(q, 0) = 1; \quad \Theta(0) = \Theta_0; \quad (23)$$

$$\left. \begin{aligned} \frac{d\Theta(F_0)}{dF_0} + 2K_C \frac{\partial T(1, F_0)}{\partial q} - K_w - K_a [T_l - \Theta(F_0)] = 0 \\ \Theta(F_0) = T(1, F_0), \end{aligned} \right\} \quad (24)$$

$$\frac{\partial T(0, F_0)}{\partial q} = 0; \quad T(0, F_0) \neq \infty. \quad (25)$$

Применим преобразование Лапласа к уравнениям (22), (24) и (25) и, используя первое выражение из уравнения (23), получим

$$sT(q, s) - 1 = \frac{\partial^2 T(q, s)}{\partial q^2} + \frac{1}{q} \cdot \frac{\partial T(q, s)}{\partial q}; \quad (26)$$

$$\left. \begin{aligned} (s + K_a)\Theta(s) - \Theta_0 + 2K_C \frac{\partial T(1, s)}{\partial q} - \frac{K_w + K_a T_l}{s} = 0 \\ \Theta(s) = T(1, s); \end{aligned} \right\} \quad (27)$$

$$\frac{\partial T(0, s)}{\partial q} = 0; \quad T(0, s) \neq \infty. \quad (28)$$

Решение уравнения (26) будем искать в виде

$$T(q, s) - \frac{1}{s} = M(s) I_0(q\sqrt{s}) + N(s) K_0(q\sqrt{s}).$$

В соответствии с условием (28)  $N(s) = 0$  и

$$T(q, s) - \frac{1}{s} = M(s) I_0(q\sqrt{s}). \quad (29)$$

Коэффициент  $M(s)$  определим из уравнения (27)

$$M(s) = - \frac{s(1 - \Theta_0) + K_a(1 - T_l) - K_w}{s[(s + K_a)I_0(\sqrt{s}) + 2K_C \sqrt{s} I_1(\sqrt{s})]}.$$

Подставим полученное выражение в уравнение (29) и получим

$$\frac{1}{s} - T(q, s) = \frac{[s(1 - \Theta_0) + K_a(1 - T_l) - K_w] I_0(q\sqrt{s})}{s[(s + K_a)I_0(\sqrt{s}) + 2K_C \sqrt{s} I_1(\sqrt{s})]} = \frac{\Phi(s)}{\Psi(s)}, \quad (30)$$

где  $\Phi(s)$  и  $\Psi(s)$  являются обобщенными полиномами относительно  $s$ :

$$\frac{\Phi(s)}{\Psi(s)} = \frac{[s(1 - \Theta_0) + K_a(1 - T_l) - K_w] \left(1 + \frac{q^2}{2^2} s + \frac{q^4}{2^2 \cdot 4^2} s^2 + \dots\right)}{s \left[ K_a + \left(1 + K_C + \frac{K_a}{4}\right) s + \frac{1}{4} \left(1 + \frac{K_C}{2} + \frac{K_a}{16}\right) s^2 + \dots \right]}. \quad (31)$$

В соответствии с теоремой разложения найдем решение  $T(q, F_0)$ :

$$T(q, F_0) = 1 - \frac{\Phi(0)}{\Psi'(0)} - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{\Phi(s_n)}{\Psi'(s_n)} e^{s_n F_0}, \quad (32)$$

где  $s_n$  являются корнями уравнения  $\Phi(s) = 0$  (кроме корня  $s = 0$ ).

Из выражения (31) будем иметь

$$\frac{\Phi(0)}{\Psi'(0)} = 1 - T_l - \frac{K_w}{K_a}. \quad (33)$$

Из уравнения (30) найдем  $\psi'(s)$ , учитывая, что  $\psi(s) = 0$ ,

$$\psi'(s) = \frac{1}{4K_C} [4K_C(1+K_C)s - (s+K_\alpha)^2] J_0(\sqrt{s}). \quad (34)$$

Подставим выражения (33) и (34) в выражение (32):

$$T(\varrho, Fo) = T_i + \frac{K_w}{K_\alpha} - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{4K_C [K_w - K_\alpha(1-T_i) + (1-\Theta_0)\mu_n^2]}{(\mu_n^2 - K_\alpha)^2 + 4K_C(1+K_C)\mu_n^2} \times \\ \times \frac{J_0(\varrho\mu_n)}{J_0(\mu_n)} e^{-\mu_n^2 Fo}, \quad (35)$$

где  $\mu_n$  являются корнями характеристического уравнения

$$2K_C\mu J_1(\mu) + (\mu^2 - K_\alpha) J_0(\mu) = 0. \quad (36)$$

Уравнение (36) получено при подстановке  $J_0(\sqrt{s}) = J_0(i\sqrt{s})$  и  $iI_1(\sqrt{s}) = -J_1(i\sqrt{s})$  в уравнение  $\psi(s) = 0$  и замене  $s = -\mu^2$ .

Изменение температуры  $\Theta(Fo)$  тела  $B$  найдем из выражения (35), положив  $\varrho = 1$ ,

$$\Theta(Fo) = T_i + \frac{K_w}{K_\alpha} - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{4K_C [K_w - K_\alpha(1-T_i) + (1-\Theta_0)\mu_n^2]}{(\mu_n^2 - K_\alpha)^2 + 4K_C(1+K_C)\mu_n^2} e^{-\mu_n^2 Fo}. \quad (37)$$

При отсутствии источника энергии ( $w = 0$ ) выражение (37) будет иметь вид

$$\Theta(Fo) = T_i - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{4K_C [(1-\Theta_0)\mu_n^2 - K_\alpha(1-T_i)]}{(\mu_n^2 - K_\alpha)^2 + 4K_C(1+K_C)\mu_n^2} e^{-\mu_n^2 Fo}, \quad (38)$$

где  $\mu_n$  являются корнями уравнения (36).

**Неограниченная пластина.** Дифференциальное уравнение теплопроводности для симметричной задачи в критериальной форме имеет вид

$$\left. \begin{aligned} \frac{\partial T(\varrho, Fo)}{\partial Fo} &= \frac{\partial^2 T(\varrho, Fo)}{\partial \varrho^2} \\ (Fo > 0; \quad -\frac{1}{2} < \varrho < +\frac{1}{2}), \end{aligned} \right\} \quad (39)$$

а начальные и граничные условия

$$T(\varrho, 0) = 1; \quad \Theta(0) = \Theta_0; \quad (40)$$

$$\left. \frac{dT(\varrho, Fo)}{d\varrho} + K_C \frac{\partial T(1, Fo)}{\partial \varrho} - K_w - K_\alpha [T_i - \Theta(Fo)] = 0; \right\} \quad (41)$$

$$\Theta(Fo) = T(1, Fo);$$

$$\frac{\partial T(0, Fo)}{\partial \varrho} = 0; \quad T(0, Fo) = \infty. \quad (42)$$

Применим преобразование Лапласа к уравнениям (39), (41) и (42) и, учитывая условие (40), получим

$$sT(\varrho, s) - 1 = \frac{\partial^2 T(\varrho, s)}{\partial \varrho^2};$$

$$(s + K_\alpha)\Theta(s) - \Theta_0 + K_C \frac{\partial T(1, s)}{\partial \varrho} - \frac{K_w + K_\alpha T_i}{s} = 0; \quad (43)$$

$$\Theta(s) = T(1, s); \quad (44)$$

$$\frac{\partial T(0, s)}{\partial \varrho} = 0; \quad T(0, s) = \infty. \quad (45)$$

Решение уравнения (43) будем искать в виде

$$T(\varrho, s) - \frac{1}{s} = M(s) \operatorname{ch}(\varrho \sqrt{s}) + N(s) \operatorname{sh}(\varrho \sqrt{s}).$$

В соответствии с граничным условием (45)  $N(s) = 0$  и

$$T(\varrho, s) - \frac{1}{s} = M(s) \operatorname{ch}(\varrho \sqrt{s}). \quad (46)$$

Чтобы найти  $M(s)$ , решим совместно уравнения (44) и (46) и получим

$$M(s) = \frac{s(1 - \theta_0) + K_a(1 - T_l) - K_w}{s[(s + K_a) \operatorname{ch} \sqrt{s} + K_c \sqrt{s} \operatorname{sh} \sqrt{s}]}.$$

Подставим полученное выражение в уравнение (46)

$$\frac{1}{s} - T(\varrho, s) = \frac{[s(1 - \theta_0) + K_a(1 - T_l) - K_w] \operatorname{ch}(\varrho \sqrt{s})}{s[(s + K_a) \operatorname{ch} \sqrt{s} + K_c \sqrt{s} \operatorname{sh} \sqrt{s}]} = \frac{\Phi(s)}{\Psi(s)}. \quad (47)$$

где  $\Phi(s)$  и  $\Psi(s)$  являются обобщенными полиномами относительно  $s$

$$\frac{\Phi(s)}{\Psi(s)} = \frac{[s(1 - \theta_0) + K_a(1 - T_l) - K_w] \left(1 + \frac{\varrho^2}{2!} s + \frac{\varrho^4}{4!} s^2 + \dots\right)}{s \left[ (s + K_a) \left(1 + \frac{s}{2!} + \frac{s^2}{4!} + \dots\right) + K_c s \left(1 + \frac{s}{3!} + \frac{s^2}{5!} + \dots\right) \right]}. \quad (48)$$

В соответствии с теоремой разложения найдем решение  $T(\varrho, F_0)$

$$T(\varrho, F_0) = 1 - \frac{\Phi(0)}{\Psi'(0)} - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{\Phi(s_n)}{\Psi'(s_n)} e^{s_n F_0}. \quad (49)$$

где  $s_n$  являются корнями уравнение  $\Psi(s) = 0$  (кроме корня  $s = 0$ ).

Из выражения (48) найдем

$$\frac{\Phi(0)}{\Psi'(0)} = 1 - T_l - \frac{K_w}{K_a}. \quad (50)$$

Из уравнения (47) найдем  $\Psi'(s)$ , учитывая, что  $\Psi(s) = 0$ :

$$\Psi'(s) = \frac{1}{2K_c} [K_c(1 + K_c)s - (s + K_a)^2 - K_c K_a] \operatorname{ch} \sqrt{s}. \quad (51)$$

Подставим выражения (50) и (51) в уравнение (49) и будем иметь

$$T(\varrho, F_0) = T_l + \frac{K_w}{K_a} - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2K_c [K_w - K_a(1 - T_l) + (1 - \theta_0)\mu_n^2]}{(\mu_n^2 - K_a)^2 + K_c(1 + K_c)\mu_n^2 + K_c K_a} \times \\ \times \frac{\cos(\varrho, \mu_n)}{\cos \mu_n} e^{-\mu_n^2 F_0}. \quad (52)$$

где  $\mu_n$  являются корнями характеристического уравнения

$$K_c \mu \operatorname{tg} \mu + \mu^2 - K_a = 0. \quad (53)$$

Уравнение (53) получено при подстановке  $s = -\mu^2$  в уравнение  $\Psi(s) = 0$ .

Изменение температуры  $\Theta(F_0)$  тела  $B$  найдем из выражения (52), положив  $\varrho = 1$ ,

$$\Theta(F_0) = T_l + \frac{K_w}{K_a} - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2K_c [K_w - K_a(1 - T_l) + (1 - \theta_0)\mu_n^2]}{(\mu_n^2 - K_a)^2 + K_c(1 + K_c)\mu_n^2 + K_c K_a} e^{-\mu_n^2 F_0}. \quad (54)$$

Если  $\omega = 0$ , то

$$\Theta(Fo) = T_i - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2K_c [(1-\Theta_0)\mu_n^2 - K_c(1-T_i)]}{(\mu_n^2 - K_c)^2 + K_c(1+K_c)\mu_n^2 + K_c K_a} e^{-\mu_n^2 Fo}, \quad (55)$$

где  $\mu_n$  являются корнями уравнения (53).

Уравнения температурной кривой для случая с постоянно действующим источником и адиабатической оболочкой

Шар. Дифференциальное уравнение теплопроводности имеет вид

$$\left. \begin{aligned} \frac{\partial t(r, \tau)}{\partial \tau} &= a \left[ \frac{\partial^2 t(r, \tau)}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \cdot \frac{\partial t(r, \tau)}{\partial r} \right] \\ (\tau > 0; 0 < r < R). \end{aligned} \right\} \quad (56)$$

а начальные и граничные условия

$$t(r, 0) = t_0; \quad \theta(0) = \theta_0; \quad (57)$$

$$\left. \begin{aligned} C_B d\theta(\tau) &= -\lambda S_A \frac{\partial t(R, \tau)}{\partial r} d\tau + \omega d\tau; \\ \theta(\tau) &= t(R, \tau); \end{aligned} \right\} \quad (58)$$

$$\frac{\partial t(0, \tau)}{\partial r} = 0; \quad t(0, \tau) \neq \infty. \quad (59)$$

Представим выражения (56)–(59) в критериальной форме:

$$\frac{\partial T(q, Fo)}{\partial Fo} = \frac{\partial^2 T(q, Fo)}{\partial q^2} + \frac{2}{q} \cdot \frac{\partial T(q, Fo)}{\partial q} \quad (60)$$

$$(Fo > 0; 0 < q < 1);$$

$$T(q, 0) = 1; \quad \Theta(0) = \Theta_0; \quad (61)$$

$$\left. \begin{aligned} \frac{d\Theta(Fo)}{dFo} + 3K_c \frac{\partial T(1, Fo)}{\partial q} - K_w = 0; \\ \Theta(Fo) = T(1, Fo); \end{aligned} \right\} \quad (62)$$

$$\frac{\partial T(0, Fo)}{\partial q} = 0; \quad T(0, Fo) \neq \infty. \quad (63)$$

Применим преобразование Лапласа к уравнениям (60), (62) и (63) и получим

$$sT(q, s) - 1 = \frac{\partial^2 T(q, s)}{\partial q^2} + \frac{2}{q} \cdot \frac{\partial T(q, s)}{\partial q}; \quad (64)$$

$$s\Theta(s) - \Theta_0 + 3K_c \frac{\partial T(1, s)}{\partial q} - \frac{K_w}{s} = 0; \quad \Theta(s) = T(1, s); \quad (65)$$

$$\frac{\partial T(0, s)}{\partial q} = 0; \quad T(0, s) \neq \infty. \quad (66)$$

Решение уравнения (64) будем искать в виде

$$T(q, s) - \frac{1}{s} = M(s) \frac{\text{sh}(q \sqrt{s})}{q} + N(s) \frac{\text{ch}(q \sqrt{s})}{q}.$$

где  $M(s)$  и  $N(s)$  — функции, определяемые из краевых условий задачи. Используя условие (66), получим  $N(s) = 0$  и

$$T(q, s) - \frac{1}{s} = M(s) \frac{\text{sh}(q\sqrt{s})}{q}. \quad (67)$$

Чтобы найти  $M(s)$ , решим совместно уравнения (65) и (67) и получим

$$M(s) = - \frac{s(1 - \Theta_0) - K_w}{s^2 [(s - 3K_C) \text{sh} \sqrt{s}/\sqrt{s} + 3K_C \text{ch} \sqrt{s}]}$$

Подставим полученное выражение в уравнение (67) и будем иметь:

$$\frac{1}{s} - T(q, s) = \frac{[s(1 - \Theta_0) - K_w] \text{sh}(q\sqrt{s}/q\sqrt{s})}{s [(s - 3K_C) \text{sh} \sqrt{s}/\sqrt{s} + 3K_C \text{ch} \sqrt{s}]} = \frac{\Phi(s)}{\Psi(s)}, \quad (68)$$

где  $\Phi(s)$  и  $\Psi(s)$  являются обобщенным полиномом относительно  $s$ :

$$\frac{\Phi(s)}{\Psi(s)} = \frac{[s(1 - \Theta_0) - K_w] \left(1 + q^2 \frac{s}{3!} + q^4 \frac{s^2}{5!} + \dots\right)}{s^2 \left[1 + K_C + \frac{4(5 + 3K_C)}{5!} s + \frac{6(7 + 3K_C)}{7!} s^2 + \dots\right]}. \quad (69)$$

В соответствии с теоремой разложения будем иметь

$$1 - T(q, F_0) = \lim_{s \rightarrow 0} \left[ \frac{d}{ds} \left[ \frac{\Phi(s) s^2}{\Psi(s)} e^{s F_0} \right] \right] + \sum_{n=1}^{\infty} \frac{\Phi(s_n)}{\Psi'(s_n)} e^{s_n F_0}, \quad (70)$$

где  $s_n$  являются корнями уравнения  $\Psi(s) = 0$ , кроме  $s = 0$ .

Используя выражение (69), получим

$$\lim_{s \rightarrow 0} \left[ \frac{d}{ds} \left[ \frac{\Phi(s) s^2}{\Psi(s)} e^{s F_0} \right] \right] = \frac{1 - \Theta_0}{1 + K_C} + \left[ \frac{5 + 3K_C}{30(1 + K_C)^2} - \frac{q^2}{6(1 + K_C)} - \frac{F_0}{1 + K_C} \right] K_w. \quad (71)$$

Из уравнения (68) найдем  $\Psi'(s)$ , учитывая, что  $\Psi(s) = 0$ ,

$$\Psi'(s) = \frac{9K_C(1 + K_C) - s}{6K_C} \cdot \frac{\text{ch} \sqrt{s}}{\sqrt{s}}. \quad (72)$$

Подставим выражения (71) и (72) в решение (70); тогда

$$T(q, F_0) = \frac{\Theta_0 + K_C}{1 + K_C} + \left[ \frac{F_0}{1 + K_C} + \frac{q^2}{6(1 + K_C)} - \frac{5 + 3K_C}{30(1 + K_C)^2} \right] K_w - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{6K_C [K_w + \mu_n^2 (1 - \Theta_0)]}{[9K_C(1 + K_C) + \mu_n^2] \mu_n^2} \cdot \frac{\sin q\mu_n/q\mu_n}{\sin \mu_n/\mu_n} e^{-\mu_n^2 F_0}, \quad (73)$$

где  $\mu_n$  являются корнями характеристического уравнения

$$\text{tg} \mu = \frac{3K_C \mu}{3K_C + \mu^2}. \quad (74)$$

Уравнение (74) получено из уравнения  $\Psi(s) = 0$  при подстановке  $s = -\mu^2$  и использовании равенств

$$i \text{sh} \sqrt{s} = \sin(i\sqrt{s}) \quad \text{и} \quad \text{ch} \sqrt{s} = \cos(i\sqrt{s}).$$



Изменение температуры  $\Theta(Fo)$  тела  $B$  найдем из уравнения (73), положив  $q = 1$ ,

$$\Theta(Fo) = \frac{\Theta_0 + K_C}{1 + K_C} + \left[ \frac{Fo}{1 + K_C} + \frac{K_C}{15(1 + K_C)^2} \right] K_w - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{6K_C [K_w + \mu_n^2(1 - \Theta_0)]}{[9K_C(1 + K_C) + \mu_n^2] \mu_n^2} e^{-\mu_n^2 Fo} \quad (75)$$

Если источник тепловой мощности отсутствует ( $w = 0$ ), то решение можно записать в следующем виде:

$$\Theta(Fo) = \frac{\Theta_0 + K_C}{1 + K_C} - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{6K_C(1 - \Theta_0)}{9K_C(1 + K_C) + \mu_n^2} e^{-\mu_n^2 Fo} \quad (76)$$

где  $\mu_n$  являются корнями уравнения (74).

**Неограниченный цилиндр.** Дифференциальное уравнение теплопроводности для симметричной задачи в критериальной форме имеет вид

$$\left. \begin{aligned} \frac{\partial T(q, Fo)}{\partial Fo} &= \frac{\partial^2 T(q, Fo)}{\partial q^2} + \frac{1}{q} \cdot \frac{\partial T(q, Fo)}{\partial q} \\ (Fo > 0; 0 < q < 1), \end{aligned} \right\} \quad (77)$$

а начальные и граничные условия

$$T(q, 0) = 1; \quad \Theta(0) = \Theta_0; \quad (78)$$

$$\left. \begin{aligned} \frac{d\Theta(Fo)}{dFo} + 2K_C \frac{\partial T(1, Fo)}{\partial q} - K_w &= 0; \\ \Theta(Fo) &= T(1, Fo); \end{aligned} \right\} \quad (79)$$

$$\frac{\partial T(0, Fo)}{\partial q} = 0; \quad T(0, Fo) \neq \infty. \quad (80)$$

Применим преобразование Лапласа к уравнениям (77) и (79):

$$sT(q, s) - 1 = \frac{\partial^2 T(q, s)}{\partial q^2} + \frac{1}{q} \cdot \frac{\partial T(q, s)}{\partial q}; \quad (81)$$

$$\left. \begin{aligned} s\Theta(s) - \Theta_0 + 2K_C \frac{\partial T(1, s)}{\partial q} - \frac{K_w}{s} &= 0; \\ \Theta(s) &= T(1, s). \end{aligned} \right\} \quad (82)$$

Решение уравнения (81) представим в виде

$$T(q, s) - \frac{1}{s} = M(s)I_0(q\sqrt{s}) + N(s)K_0(q\sqrt{s}),$$

где  $M(s)$  и  $N(s)$  — функции, не зависящие от  $q$  и определяемые из граничных условий;

$I_0$  — модифицированная функция Бесселя первого рода нулевого порядка;

$K_0$  — модифицированная функция Бесселя второго рода нулевого порядка.

В соответствии с условием (80)  $N(s) = 0$  и

$$T(q, s) - \frac{1}{s} = M(s)I_0(q\sqrt{s}). \quad (83)$$

Коэффициент  $M(s)$  определим из граничных условий (82)

$$M(s) = -\frac{s(1-\Theta_0) - K_w}{s^{3/2}[V s I_0(\sqrt{s}) + 2K_C I_1(\sqrt{s})]}$$

Подставим выражение для  $M(s)$  в уравнение (83)

$$\frac{1}{s} - T(q, s) = \frac{[s(1-\Theta_0) - K_w] I_0(q\sqrt{s})}{s^{3/2}[V s I_0(\sqrt{s}) + 2K_C I_1(\sqrt{s})]} = \frac{\Phi(s)}{\Psi(s)}, \quad (84)$$

где  $\Phi(s)$  и  $\Psi(s)$  являются обобщенными полиномами относительно  $s$ :

$$\frac{\Phi(s)}{\Psi(s)} = \frac{[s(1-\Theta_0) - K_w] \cdot \left(1 + q^2 \frac{s}{2^2} + q^4 \frac{s^2}{2^2 \cdot 4^2} + \dots\right)}{s^2 \left[1 + K_C + \frac{1}{2^2} \left(1 + \frac{1}{2} K_C\right) s + \frac{1}{2^2 \cdot 4^2} \left(1 + \frac{1}{3} K_C\right) s^2 + \dots\right]} \quad (85)$$

В соответствии с теоремой разложения найдем  $T(q, F_0)$ :

$$1 - T(q, F_0) = \lim_{s \rightarrow 0} \left\{ \frac{d}{ds} \left[ \frac{\Phi(s) s^2}{\Psi(s)} e^{s F_0} \right] \right\} + \sum_{n=1}^{\infty} \frac{\Phi(s_n)}{\Psi'(s_n)} e^{s_n F_0}, \quad (86)$$

где  $s_n$  являются корнями уравнения  $\Psi(s) = 0$  (кроме корня  $s = 0$ ).

Используя уравнение (85), получим

$$\lim_{s \rightarrow 0} \left\{ \frac{d}{ds} \left[ \frac{\Phi(s) s^2}{\Psi(s)} e^{s F_0} \right] \right\} = \frac{1-\Theta_0}{1+K_C} + \left[ \frac{2+K_C}{8(1+K_C)^2} - \frac{q^2}{4(1+K_C)^2} - \frac{F_0}{1+K_C} \right] K_w \quad (87)$$

Из уравнения (84) найдем  $\Psi'(s)$ , учитывая, что  $\Psi(s) = 0$ :

$$\Psi'(s) = \frac{s[4K_C(1+K_C) - s] I_0(\sqrt{s})}{4K_C} \quad (88)$$

Подставим выражения (87) и (88) в (86) и получим

$$T(q, F_0) = \frac{\Theta_0 + K_C}{1 + K_C} + \left[ \frac{F_0}{1 + K_C} + \frac{q^2}{4(1 + K_C)^2} - \frac{2 + K_C}{8(1 + K_C)^2} \right] K_w - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{4K_C [K_w + \mu_n^2 (1 - \Theta_0)]}{[4K_C(1 + K_C) + \mu_n^2] \mu_n^2} \cdot \frac{J_0(q\mu_n)}{J_0(\mu_n)} e^{-\mu_n^2 F_0}, \quad (89)$$

где  $\mu_n$  являются корнями характеристического уравнения

$$2K_C J_1(\mu) + \mu J_0(\mu) = 0, \quad (90)$$

где  $J_0$  — функция Бесселя первого рода нулевого порядка;

$J_1$  — функция Бесселя первого рода первого порядка.

Уравнение (90) получено при подстановке  $I_0(\sqrt{s}) = J_0(i\sqrt{s})$  и  $iI_1(\sqrt{s}) = J_1(i\sqrt{s})$  в уравнение  $\Psi(s) = 0$  и замене  $s = -\mu^2$ .

Изменение температуры  $\Theta(F_0)$  тела  $B$  найдем из выражения (89), положив  $q = 1$ ,

$$\Theta(F_0) = \frac{\Theta_0 + K_C}{1 + K_C} + \left[ \frac{F_0}{1 + K_C} + \frac{K_C}{8(1 + K_C)^2} \right] K_w - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{4K_C [K_w + \mu_n^2 (1 - \Theta_0)]}{[4K_C(1 + K_C) + \mu_n^2] \mu_n^2} e^{-\mu_n^2 F_0}. \quad (91)$$

Если источник тепловой мощности отсутствует ( $K_w = 0$ ), то выражение (91) можно представить так:

$$\Theta(Fo) = \frac{\Theta_0 + K_C}{1 + K_C} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{4K_C(1 - \Theta_0)}{4K_C(1 + K_C) + \mu_n^2} e^{-\mu_n^2 Fo}, \quad (92)$$

где  $\mu_n$  являются корнями уравнения (90). Выражение (92) было ранее получено в работе [8].

**Неограниченная пластина.** Дифференциальное уравнение теплопроводности для симметричной задачи в критериальной форме имеет вид:

$$\frac{\partial T(q, Fo)}{\partial Fo} = \frac{\partial^2 T(q, Fo)}{\partial q^2} \quad (93)$$

$$\left( Fo > 0; \quad -\frac{1}{2} < q < \frac{1}{2} \right),$$

а начальные и граничные условия

$$T(q, 0) = 1; \quad \Theta(0) = \Theta_0; \quad (94)$$

$$\frac{d\Theta(Fo)}{dFo} + K_C \frac{\partial T(1, Fo)}{\partial q} - K_w = 0, \quad \Theta(Fo) = T(1, Fo); \quad (95)$$

$$\frac{\partial T(0, Fo)}{\partial q} = 0; \quad T(0, Fo) \neq \infty. \quad (96)$$

Применим преобразование Лапласа к уравнениям (93) и (95) и получим

$$sT(q, s) - 1 = \frac{\partial^2 T(q, s)}{\partial q^2}; \quad (97)$$

$$s\Theta(s) - \Theta_0 + K_C \frac{\partial T(1, s)}{\partial q} - \frac{K_w}{s} = 0; \quad \Theta(s) = T(1, s). \quad (98)$$

Решение уравнения (97) будем искать в виде

$$T(q, s) - \frac{1}{s} = M(s) \operatorname{ch}(q\sqrt{s}) + N(s) \operatorname{sh}(q\sqrt{s}),$$

где  $M(s)$  и  $N(s)$  — функции, не зависящие от  $q$  и определяемые из граничных условий.

В соответствии с условиями (96)  $N(s) = 0$  и

$$T(q, s) - \frac{1}{s} = M(s) \operatorname{ch}(q\sqrt{s}). \quad (99)$$

Коэффициент  $M(s)$  определим из граничных условий (98)

$$M(s) = - \frac{s(1 - \Theta_0) - K_w}{s^2 \left( \operatorname{ch} \sqrt{s} + K_C \frac{\operatorname{sh} \sqrt{s}}{\sqrt{s}} \right)}.$$

Подставим значение  $M(s)$  в уравнение (99) и получим

$$\frac{1}{s} - T(q, s) = \frac{[s(1 - \Theta_0) - K_w] \operatorname{ch}(q\sqrt{s})}{s^{3/2} (\sqrt{s} \operatorname{ch} \sqrt{s} + K_C \operatorname{sh} \sqrt{s})} = \frac{\Phi(s)}{\Psi(s)}, \quad (100)$$



где  $\Phi(s)$  и  $\psi(s)$  являются обобщенными полиномами относительно  $s$ :

$$\frac{\Phi(s)}{\psi(s)} = \frac{[s(1-\Theta_0) - K_w] \left(1 + q^2 \frac{s}{2!} + q^4 \frac{s^2}{4!} + \dots\right)}{s^2 \left[1 + K_C + \left(\frac{1}{2!} + \frac{1}{3!} K_C\right)s + \left(\frac{1}{4!} + \frac{1}{5!} K_C\right)s^2 + \dots\right]} \quad (101)$$

В соответствии с теоремой разложения решение  $T(q, Fo)$  имеет вид

$$1 - T(q, Fo) = \lim_{s \rightarrow 0} \left\{ \frac{d}{ds} \left[ \frac{\Phi(s) s^2}{\psi(s)} e^{s Fo} \right] \right\} + \sum_{n=1}^{\infty} \frac{\Phi(s_n)}{\psi'(s_n)} e^{s_n Fo}, \quad (102)$$

где  $s_n$  являются корнями уравнения  $\psi(s) = 0$  (кроме  $s = 0$ ).

Используя уравнение (101), получим

$$\lim_{s \rightarrow 0} \left\{ \frac{d}{ds} \left[ \frac{\Phi(s) s^2}{\psi(s)} e^{s Fo} \right] \right\} = \frac{1 - \Theta_0}{1 + K_C} + \left[ \frac{3 + K_C}{6(1 + K_C)^2} - \frac{q^2}{2(1 + K_C)} - \frac{Fo}{1 + K_C} \right] K_w \quad (103)$$

Из выражения (100) найдем  $\psi'(s)$ , учитывая  $\psi(s) = 0$ ,

$$\psi'(s) = \frac{s[K_C(1 + K_C) - s]}{2K_C} \operatorname{ch} \sqrt{s}. \quad (104)$$

Подставим выражения (103) и (104) в (102) и получим

$$T(q, Fo) = \frac{\Theta_0 + K_C}{1 + K_C} + \left[ \frac{Fo}{1 + K_C} + \frac{q^2}{2(1 + K_C)} - \frac{3 + K_C}{6(1 + K_C)^2} \right] K_w - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2K_C [K_w + \mu_n^2(1 - \Theta_0)]}{[K_C(1 + K_C) + \mu_n^2] \mu_n^2} \cdot \frac{\cos(q\mu_n)}{\cos \mu_n} e^{-\mu_n^2 Fo}, \quad (105)$$

где  $\mu_n$  являются корнями характеристического уравнения

$$\mu + K_C \operatorname{tg} \mu = 0. \quad (106)$$

Уравнение (106) выведено из уравнения  $\psi(s) = 0$  при замене переменной  $s = -\mu^2$  и при использовании равенств

$$i \operatorname{sh} \sqrt{s} = \sin(i \sqrt{s}) \quad \text{и} \quad \operatorname{ch} \sqrt{s} = \cos(i \sqrt{s}).$$

Изменение температуры  $\Theta(Fo)$  тела  $B$  найдем из выражения (105), приняв  $q = 1$ ,

$$\Theta(Fo) = \frac{\Theta_0 + K_C}{1 + K_C} + \left[ \frac{Fo}{1 + K_C} + \frac{K_C}{(1 + K_C)^2} \right] K_w - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2K_C [K_w + \mu_n^2(1 - \Theta_0)]}{[K_C(1 + K_C) + \mu_n^2] \mu_n^2} e^{-\mu_n^2 Fo}. \quad (107)$$

Если источник тепловой мощности отсутствует ( $K_w = 0$ ), то выражение (107) можно представить так:

$$\Theta(Fo) = \frac{\Theta_0 + K_C}{1 + K_C} - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2K_C(1 - \Theta_0)}{K_C(1 + K_C) + \mu_n^2} e^{-\mu_n^2 Fo}, \quad (108)$$

где  $\mu_n$  являются корнями уравнения (106).

Рассмотрим практическое приложение результатов решения задач калориметрического опыта.

1. Реальные тепловые процессы, протекающие в калориметре, всегда сопровождаются выделением тепла за счет трения мешалок и тепловыми потерями, возникающими при теплообмене с изотермической оболочкой.

Поэтому наиболее близкими к действительным должны быть результаты обработки калориметрического опыта с помощью уравнений, полученных в первой части решений задач, где учтены наиболее полно возможные тепловые процессы, протекающие в водяном изотермическом калориметре.

Все полученные уравнения, описывающие изменения температуры в калориметре с течением времени [(20), (21), (37), (38), (54), (55), (75), (76), (91), (92), (107) и (108)], могут быть применены как к начальному периоду калориметрического опыта, так и к главному и конечному. Наиболее результативным может быть применение к главному периоду опыта, когда требуется учесть теплообмен калориметра с окружающей средой. Эти уравнения описывают изменение температуры для любых возможных соотношений температур начала и конца опыта и температуры оболочки. Если температура оболочки остается всегда больше температуры конечного периода калориметрического опыта, то температура калориметра асимптотически будет приближаться к температуре оболочки. Это означает, что в решениях задач под знаком сумм должны быть множители только одного знака и притом положительные. Часто калориметрический опыт протекает так, что температурные кривые имеют максимум (при этом температура калориметра в начале опыта меньше температуры оболочки, а затем ее превышает). В этом случае под знаком сумм коэффициенты должны быть знакопеременны (в тех решениях, которые учитывают теплообмен калориметрической системы с изотермической оболочкой).

Для удобства пользования полученными формулами представим все решения в следующем виде:

$$\Theta(F_0) = \Theta_\infty - \sum_{n=1}^{\infty} A_n e^{-\mu_n^2 F_0},$$

где  $\Theta_\infty = T_i + \frac{K_w}{K_a}$  — для выражений, учитывающих теплообмен с оболочкой;

$\Theta_\infty = \frac{\theta_0 + K_C}{1 + K_C}$  — для адиабатического процесса без внутреннего источника тепла;

$\Theta_\infty = \frac{\theta_0 + K_C e}{1 + K_C} + f(F_0, K_w)$  — для адиабатического процесса с внутренним источником тепла.

Функция  $f(F_0, K_w)$  определяется из выражений (75), (91) и (107).

Выражение для коэффициента  $A_n$  зависит от  $\Theta(F_0)$ . Например из выражения (20) следует, что

$$A_n = \frac{6K_C [K_w + (1 - \theta_0)\mu_n^2 - K_a(i - T_i)]}{(\mu_n^2 - K_a)^2 + 2K_C(1 + K_C) - 3K_C K_a}.$$

Аналогичные выражения можно получить и для других случаев.

Рассмотрим решение (20) для шара. Из решения характеристического уравнения (19) следует, что корни  $\mu_n$  находятся между собой в соотношении  $\mu_1 < \mu_2 < \dots < \mu_n < \dots$ , где  $n \rightarrow \infty$ . Следовательно, для ограниченного числа членов из ряда (20) может быть справедливо неравенство

$$[(1 - \theta_0)\mu_n + K_w] < K_a(1 - T_i), \quad (109)$$

где  $n = 1, 2, 3, \dots, j$ , но для  $n = j + 1, j + 2, \dots, \infty$ :

$$[(1 - \theta_0)\mu_n + K_w] > K_a(1 - T_i). \quad (110)$$

Неравенства (109) и (110) доказывают возможность описать температурные кривые с максимумами.

Уравнение (20) для этого случая можно написать так:

$$\Theta(Fo) = T_i + \frac{K_w}{K_u} + \sum_{n=1}^j |A_n| e^{-\mu_n^2 Fo} - \sum_{n=j+1}^{\infty} A_n e^{-\mu_n^2 Fo}. \quad (111)$$

Положение максимума температурной кривой в системе координат  $\Theta(Fo)$  и  $Fo$  может быть определено из следующего равенства:

$$\sum_{n=1}^j \mu_n^2 |A_n| e^{-\mu_n^2 Fo^*} = \sum_{n=j+1}^{\infty} \mu_n^2 A_n e^{-\mu_n^2 Fo^*}, \quad (112)$$

где  $Fo^*$  — критерий Фурье, соответствующий максимальному значению  $\Theta_{max} = \Theta(Fo^*)$ .

Выражения (111) и (112) будут справедливы также для неограниченного цилиндра и неограниченной пластины.

2. Из уравнений температурных кривых видно, что с течением времени процесс регуляризуется. В первые моменты времени, когда сказывается влияние всех членов ряда, изменение температуры происходит по сложному закону. Затем в какой-то момент времени можно считать, что процесс может быть описан с определенной погрешностью первым членом ряда

$$\Theta(Fo) = \Theta_{\infty} - A_1 e^{-\mu_1^2 Fo'},$$

где  $Fo'$  — критерий Фурье для моментов времени, когда можно считать процесс вступившим в стадию регуляризации.

Критерий  $Fo'$  можно определить из следующего выражения:

$$Fo' = \frac{1}{\mu_2^2 - \mu_1^2} \ln \left( \frac{A_2}{\beta A_1} \right),$$

где  $\beta$  — отношение второго члена ряда в решении к первому.

3. Одной из важных задач в калориметрии является задача определения момента времени, когда калориметрический опыт можно полагать законченным. Считается, что равномерное изменение температуры в конечном периоде (постоянство «хода» температуры) является критерием, позволяющим судить об окончании опыта. Однако очевидно, что погрешность измерений зависит от того, какова продолжительность опыта при определении теплового значения калориметра с помощью электрической энергии и при определении теплового эффекта изучаемого процесса. Эта зависимость определяется тем, что различная продолжительность опыта для двух экспериментов приведет к тому, что неравномерность температурного поля будет разной. Это явится причиной возникновения систематической погрешности. Но и при одинаковой продолжительности опыта в двух экспериментах можно наблюдать различие их температурных кривых. Следовательно, количественная оценка изменения температуры после окончания опыта позволит сделать заключение относительно возможных погрешностей калориметрического опыта, которые могут возникнуть по указанной выше причине.

Рассмотрим на примере задачи для шара, каким образом можно произвести количественную оценку изменения температуры вследствие влияния только тепла изучаемого процесса.

Предельная температура, к которой стремится калориметрическая система за счет только тепла интересующей нас реакции, может быть вычислена из выражения (76)

$$\Theta_{\infty} = \frac{\Theta_0 + K_C}{1 + K_C}. \quad (113)$$

Теоретически выражение (113) справедливо для  $Fo \rightarrow \infty$ . Следовательно, для реальных процессов необходимо задаться таким моментом времени, когда температура в калориметре отличается от  $\Theta_\infty$  на определенную небольшую величину. Для этого случая, ограничиваясь первым членом ряда (76), будем иметь

$$A_1 e^{-\mu_1^2 Fo^*} = \eta \frac{\Theta_0 + K_C}{1 + K_C} \quad (114)$$

где  $\eta$  — коэффициент, равный отношению первого члена ряда (76) к  $\Theta_\infty$ . С другой стороны, выражение (114) позволяет вычислить степень температурного «недохода» системы ( $\eta$ ) до предельного состояния, зная  $Fo$  для конкретного калориметрического опыта.

Выражение (114) позволяет приближенно вычислять  $Fo^*$  или  $\eta$ , так как в этом случае теория процесса, протекающего в калориметре, не учитывает источников тепловой мощности и теплообмен с оболочкой. Если учесть эти реальные явления, искажающие температурный ход калориметра, то можно прийти к следующему равенству:

$$\frac{\Theta_0 + K_C}{1 + K_C} - (A_1 e^{-\mu_1^2 Fo^*}) = T_i + \frac{K_w}{K_a} - (A_1 e^{-\mu_1^2 Fo^*}) + \Delta\Theta(Fo^*), \quad (115)$$

где в левой части равенства в скобках — величина, определяемая из выражения (76), а в правой части — определяемая из выражения (20);  $\Delta\Theta(Fo^*)$  — поправка на теплообмен.

4. Известно, что количество тепла  $\Theta$  в изучаемой реакции вычисляется следующим образом:

$$Q = H (\Delta\Theta + \Delta\tau), \quad (116)$$

где  $H$  — тепловое значение калориметра:  $H = (C_A + C_B) t_0$ ;

$\Delta\Theta$  — подъем температуры в главном периоде;

$\Delta\tau$  — поправка на температуру, учитывающая побочные тепловые процессы.

Поправка на температуру  $\Delta\tau$  складывается из двух частей:

$$\Delta\tau = \Delta\tau_1 + \Delta\tau_2,$$

где  $\Delta\tau_1$  — учитывает влияние внутренних источников тепла;

$\Delta\tau_2$  — учитывает теплообмен с изотермической оболочкой.

Количество тепла, выделившееся за время главного периода за счет источника тепла,

$$q_1 = H \cdot |\Delta\tau_1| = \omega \Delta\tau,$$

где  $\Delta\tau$  — продолжительность главного периода, а  $\omega$  — мощность теплового источника.

Из последнего выражения вытекает, что

$$-\Delta\tau_1 = \frac{\omega \Delta\tau}{H} = \frac{K_w Fo}{1 + K_C} \quad (117)$$

Количество тепла, которое калориметрическая система получает от оболочки или отдает ей, определяется выражением

$$q_2 = \alpha S_B \int_{\tau_0}^{\tau_k} [t_i - \theta(\tau)] d\tau = H \cdot |\Delta\tau_2|,$$

откуда

$$-\Delta\tau_2 = \frac{\alpha S_B}{H} \int_{\tau_0}^{\tau_k} [t_i - \theta(\tau)] d\tau. \quad (118)$$

Интеграл уравнения (118) для любых случаев теплообмена (и характера температурных кривых) имеет следующий вид:

$$\Delta\varphi_2 = \frac{K_w Fo}{1 + K_C} \left[ 1 - \frac{K_a}{K_w \cdot Fo} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{A_n}{\mu_n^2} (1 - e^{-\mu_n^2 Fo}) \right]. \quad (119)$$

Из выражений (117) и (119) можно получить следующее выражение для поправки на температуру:

$$\Delta\varphi = \Delta\varphi_1 + \Delta\varphi_2 = -\frac{K_a}{1 + K_C} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{A_n}{\mu_n^2} (1 - e^{-\mu_n^2 Fo}). \quad (120)$$

Из выражения (120) следует, что поправка на температуру определяется интенсивностью теплопередачи  $K_a$  между калориметрической системой и изотермической оболочкой, соотношением теплоемкостей  $K_C$  калориметрической бомбы и воды в калориметрическом стакане и продолжительностью главного периода  $Fo$ .

Кроме этого, на величину температурной поправки влияют размер  $R$  и величина коэффициента температуропроводности  $a$  калориметрической бомбы, которые определяют критерий Фурье  $Fo$ ; коэффициенты  $A_n$  зависят от мощности источника тепла  $K_w$  и тем самым определяют зависимость поправки  $\Delta\varphi$  от  $K_w$ .

Зависимость температурной поправки на теплообмен от мощности теплового источника, находящегося в калориметрической системе, не учитывается в классической теории калориметрического опыта [4, 5]. Более того, из рассмотренной теории вытекает, что и поправка на теплообмен  $\Delta\varphi_2$ , обусловленная конвекцией и излучением и количественно определяемая коэффициентом теплоотдачи  $\alpha$ , также зависит от мощности источника тепла  $K_w$ , как это вытекает из выражения (119). Этот факт также не находил отражения в классической теории калориметрического опыта. Наоборот, известно противоположное утверждение, что любой посторонний тепловой процесс, при котором количество тепла, попадающего в калориметр, пропорционально времени, не приводит к искажению значения суммарной поправки на теплообмен [4].

Из выражения (120) вытекает, что температурная поправка зависит от длительности главного периода  $Fo$ , но она не возрастает безгранично при  $Fo \rightarrow \infty$ . Предельное значение  $\Delta\varphi_{\infty}$  равно

$$\Delta\varphi_{\infty} = \lim_{Fo \rightarrow \infty} \Delta\varphi = \frac{K_a}{1 + K_C} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{A_n}{\mu_n^2}. \quad (121)$$

При сравнении различных режимов работы калориметра, при изучении влияния конструктивных изменений или же при сравнительной оценке различных типов калориметров можно пользоваться следующим критерием:

$$K_{\varphi} = \frac{\Delta\varphi_{\infty} - \Delta\varphi}{\Delta\varphi_{\infty}}. \quad (122)$$

Критерий  $K_{\varphi}$  изменяется от 0 до 1, что соответствует идеальному случаю, когда опыт заканчивается почти мгновенно ( $K_{\varphi} = 1$ ), и самому неблагоприятному, при котором калориметрический опыт завершается при  $Fo \rightarrow \infty$  ( $K_{\varphi} = 0$ ).

5. Для построения теоретических температурных кривых следует вычислить ряд коэффициентов, которые могут быть определены из калориметрического опыта.



Для определения относительных температур можно вычислить  $t_0$  по формуле

$$t_0 = t_n + \frac{Q}{C_A}$$

где  $t_n$  — первый отсчет температуры в главном периоде калориметрического опыта;

$Q$  — количество тепла, выделившееся в бомбе в результате химической реакции или какого-либо физического процесса.

Чтобы вычислить критерии  $K_w$  и  $K_a$ , следует вначале определить величины  $w$  и  $\alpha S_B$ .

В начальном периоде количество тепла  $q_n$ , поступающее в калориметр за счет внутреннего источника тепла  $w$  и за счет теплообмена с оболочкой  $\alpha$ , равно

$$q_n = H' \Delta \theta_n = w \Delta \tau_n + \alpha S_B [t_i - \bar{\theta}_n] \Delta \tau_n, \quad (123)$$

где  $H'$  — тепловое значение калориметра:  $H' = C_A + C_B$ ;

$\Delta \theta_n$  — подъем температуры;

$\bar{\theta}_n$  — средняя температура начального периода;

$\Delta \tau_n$  — длительность начального периода.

Уравнение, аналогичное (123), можно составить и для конечного периода

$$q_n = H' \Delta \theta_k = w \Delta \tau_n + \alpha S_B [t_i - \bar{\theta}_k] \Delta \tau_k. \quad (124)$$

Уравнение (124) справедливо для случая, когда практически тепло в тело  $B$  не поступает из тела  $A$ . Уравнения (123) и (124) решаются относительно  $w$  и  $\alpha S_B$ .

Зная  $w$ , легко вычислить  $K_w$ , но для определения  $K_a$  необходимо предварительно оценить отношение  $\frac{R^2}{a}$ .

Вследствие того, что калориметрическая бомба не имеет определенной формы и ее коэффициент температуропроводности как правило не известен с достаточной точностью, необходимо воспользоваться методом последовательного приближения.

Из характеристического уравнения, примерно оценив величину  $K_a$ , вначале вычисляют коэффициенты  $\mu_n$ , а затем и  $A_n$ , что позволяет определить уравнение температурной кривой. Из этого уравнения можно определить отношение  $\frac{R^2}{a}$ , если его написать для какой-либо фиксированной точки, например для температуры последнего отсчета главного или конечного периода. Затем процедуру вычисления следует повторить, используя при определении  $\mu_n$  и  $A_n$  полученное значение  $K_a$ .

### Выводы

1. Построение теории калориметрического опыта на основе учета возможно большего числа характерных свойств реальной калориметрической системы позволяет установить закономерности изменений температурного поля сложной системы. Эти закономерности учитывают взаимную связь между различными тепловыми процессами.

2. Аналитические выражения, описывающие изменение температурного поля калориметра, позволяют анализировать конкретные калориметрические системы.

3. Изложенная теория применима к изучению тепловых процессов, протекающих в водяном калориметре, и с более грубым приближением — для металлического калориметра.

4. В последующих публикациях будут приведены результаты сравнения теоретических и экспериментальных данных для водяного калориметра ВНИИМ.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Coops J., Adriaanse N., van Nes, Absolute heat of combustion of benzoic acid, *Recueil des Travaux Chimiques des Pays-Bas*, v. 75, 1956, p. 237.
2. Свентославский В. В., Сравнительные физико-химические измерения, *Успехи химии*, т. XXVII, вып. 10, 1958.
3. Meetham A. R., Nicholls I. A., Aneroid bomb calorimeter for determining the heat of combustion of thermochemical standart benzoic acid *Proceedings Royal Society*, № 1286, v. A256, 1960.
4. Попов М. М., Термометрия и калориметрия, Изд. МГУ, 1954.
5. *Experimental thermochemistry, Measurement of heat of Reaction*, edited by Frederick D. Rossini, Interscience Publishers, inc., New York, 1956.
6. Гордов А. Н., Применение теории теплообмена к исследованию калориметрического опыта, *Труды ВНИИМ*, вып. 25 (85), 1955.
7. Кондратьев Г. М., Металлический шаровой блок-калориметр смешения, свободно охлаждаемый, Исследования в области тепловых измерений и приборов, *Сборник статей ЛИТМО*, вып. 21, 1957.
8. Финкельштейн В. И. и Халатников К. М., Охлаждение цилиндра в хорошо перемешиваемой жидкости, *Сборник, посвященный семидесятилетию академика А. Ф. Иоффе*, Изд. АН СССР, 1950.

Поступила в редакцию  
13/II 1961 г.

А. Н. ГОРДОВ  
ВНИИМ

### О ВЛИЯНИИ ТЕРМИЧЕСКОЙ ИНЕРЦИИ ТЕРМОМЕТРА НА РЕЗУЛЬТАТЫ КАЛОРИМЕТРИЧЕСКОГО ОПЫТА

*В статье рассмотрен вопрос о степени влияния термической инерции термометра на результаты калориметрических измерений при различной форме кривой в главном периоде. Показана несостоятельность некоторых положений, ранее применявшихся в калориметрической практике.*

Стремление повысить точность калориметрических измерений приводит к необходимости критического анализа применяемых в настоящее время методов обработки их и, прежде всего, методов введения так называемой «поправки на теплообмен».

Современные методы вычисления поправки на теплообмен основываются на том, что ход температуры в начальном и конечном периодах опыта близок к линейному. Это обстоятельство позволило сформулировать [1] положение о том, что влияние термической инерции термометра не зависит от формы кривой изменения температуры калориметра в главном периоде, а определяется только перепадом температуры в калориметре.

Предположение о линейности хода температуры в начальном и конечном периодах опыта противоречит не только теоретическим соображениям о характере теплообмена калориметра с окружающей средой, но и опытным данным. Действительно, надежно проведенные измерения хода температуры в начальном и конечном периодах опыта всегда дают кривые, отклоняющиеся от прямых и представляющие собой отрезки экспонент. Поэтому возникает необходимость оценки величины погрешности, возникающей при калориметрических измерениях вследствие недостаточного учета существующими методами обработки этих измерений влияния термической инерции термометра. Такую задачу и поставил перед собой автор данной статьи.

Необходимо отметить, что многие современные методы градуировки калориметров основаны на применении образцовых веществ или процессов. В настоящее время калориметр в большинстве случаев играет роль компарирующего прибора, и, следовательно, неточный учет поправок будет относиться главным образом к остаточным погрешностям, возникающим вследствие различия в характерах процессов при градуировке калориметра и при его эксплуатации.

Строгий учет влияния термической инерции термометра в калориметре становится обязательным в двух случаях: 1) при определении теплового

эффекта образцового процесса, например при определении теплоты горения бензойной кислоты; 2) при выборе метода градуировки калориметра для изучения того или иного процесса.

В работе автора [2] было показано, что изменение температуры  $t$  калориметра в главном периоде опыта при быстро протекающей реакции (или в калориметре смешения) может быть характеризовано выражением

$$t = t_{\infty} + (t_n - t_{\infty}) (e^{-k(\tau - \tau_2)} - e^{-(k+\kappa)(\tau - \tau_1)}), \quad (1)$$

а в начальном периоде

$$t = t_{\infty} - (t_{\infty} - t_0) e^{-k(\tau - \tau_0)}. \quad (2)$$

В конечном же периоде опыта температура калориметра характеризуется выражением

$$t = t_{\infty} + (t_n - t_{\infty}) e^{-k(\tau - \tau_2)}, \quad (3)$$

где  $t_{\infty}$  — так называемая «конвергентная» температура, к которой стремится температура калориметра в начальном и конечном периодах. Кроме того, при  $\tau = \tau_2$  будет  $t = t_{\infty}$  (рис. 1);

$t_n$  — установившееся значение температуры калориметра при условии отсутствия его теплообмена с окружающими телами;

$k$  — темп охлаждения калориметра;

$\kappa$  — показатель экспоненты нагрева калориметра в главном периоде.

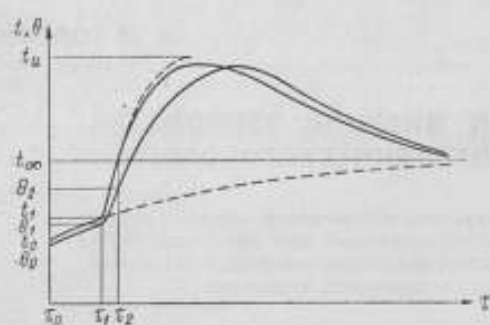


Рис. 1.

Тогда, как показано в работе [2], изменение средней объемной температуры цилиндрического термодатчика, находящегося в условиях хорошего перемешивания в рабочей жидкости калориметра, будет описано выражением

$$\Theta(\tau) = t_{\infty} + 2(t_n - t_{\infty}) \times \left[ \frac{J_1(H_1 R)}{H_1 R J_0(H_1 R)} e^{-k(\tau - \tau_2)} - \frac{J_1(H_2 R)}{H_2 R J_0(H_2 R)} e^{-(k+\kappa)(\tau - \tau_1)} - \frac{2(\beta + \psi)}{\psi(\psi - 1)} e^{-\kappa(\beta + \psi)(\tau - \tau_1)} \right], \quad (4)$$

где  $H_1 R = \mu \sqrt{\frac{\beta}{\beta + \psi}}$ ;  $H_2 R = \mu \sqrt{\frac{\beta + 1}{\beta + \psi}}$ ;

$$\psi = \frac{\mu^2 a}{\kappa R^2} - \frac{k}{\kappa}; \quad \beta = \frac{k}{\kappa}; \quad \mu = 2,4;$$

$a$  — коэффициент температуропроводности термодатчика;  
 $R$  — его радиус;

$J_0(x)$  и  $J_1(x)$  — функции Бесселя первого рода соответственно нулевого и первого порядка.

Для конечного периода опыта второй и третий члены в квадратной скобке формулы (4) обращаются в нуль, и поэтому выражение для изменения средней объемной температуры термодатчика в конечном периоде принимает вид

$$\Theta(\tau) = t_{\infty} + 2(t_n - t_{\infty}) \frac{J_1(H_1 R)}{H_1 R J_0(H_1 R)} e^{-k(\tau - \tau_2)}. \quad (5)$$

Температура же термодатчика в начальном периоде характеризуется выражением

$$\Theta(\tau) = t_{\infty} + 2(t_{\infty} - t_0) \frac{J_1(H_2 R)}{H_2 R J_0(H_2 R)} e^{-k(\tau - \tau_0)}. \quad (6)$$

Заметим, что в случае применения в калориметре ртутного стеклянного термометра с цилиндрическим резервуаром формулы (4)—(6) будут характеризовать изменение показаний термометра, исправленных его инструментальными поправками.

Напомним, что по существующей методике [1] обработки результатов калориметрических измерений подъем температуры  $\Delta t$  в калориметре определяется по формуле

$$\Delta t = \theta_n - \theta_0 - k' \left[ \frac{\theta_n + \theta_n}{2} + \sum_1^{n-1} \theta - n\theta_0 \right] + nv_0. \quad (7)$$

где  $k' = \frac{v_n - v_0}{\theta_n - \theta_0}$ ;

$v_n$  и  $v_0$  — средние скорости изменения температуры калориметра соответственно в конечном и начальном периодах опыта;

$\theta_n$  и  $\theta_0$  — средние значения температур калориметра соответственно в конечном и начальном периодах;

$\theta_n$  — первый отсчет термометра в конечном периоде;

$\theta_0$  — последний отсчет термометра в начальном периоде;

$n$  — число отсчетов в главном периоде опыта.

Величина  $k'$  имеет тот же физический смысл, что и величина  $k$  в выражениях (1) — (6). Поэтому их числовые значения должны быть равны.

При линейном ходе температур в начальном и конечном периодах опыта скорости  $v_0$  и  $v_n$ , найденные по показаниям термометра, будут характеризовать и скорости изменения температуры в калориметре. Так как изменения температуры калориметра в начальном и конечном периодах являются отрезками экспоненты, то в действительности определяемые по показаниям термометра значения  $v_0$  и  $v_n$  будут зависеть от того, какие участки начального и конечного периодов использованы для их определения. Кроме того, найденные таким способом значения  $v_0$  и  $v_n$  не будут характеризовать соответствующие скорости изменения температуры калориметра.

Действительно, как для начального, так и для конечного периодов из выражений (2), (3), (5) и (6) непосредственно следует, что

$$\frac{d\theta}{d\tau} / \frac{dt}{d\tau} = \frac{2J_1(H_1R)}{H_1R J_0(H_1R)} > 1.$$

Так, например, для  $k = 0,18 \text{ ч}^{-1}$  и значений постоянной термической инерции термометра  $\epsilon = 10 \text{ сек}$  и  $\epsilon = 60 \text{ сек}$  эта дробь равна соответственно 1,0004 и 1,0022.

Таким образом, используемые в выражении для  $k'$  величины  $v_0$  и  $v_n$ , определяемые по показаниям термометра, всегда будут иметь завышенные значения.

Произведем теперь оценку систематических погрешностей, возникающих при вычислении подъема температуры  $\Delta t$  с помощью формулы (7) в случае использования при измерениях термометров с различной термической инерцией.

Для этой цели были рассчитаны по формулам (4) — (6) показания термометров с различной термической инерцией для значений  $k$  и  $\epsilon$ , приведенных в табл. 1. При этом было принято, что показания термометров снимались

Таблица 1

Пример №	1	2	3	4	5
$k, \text{ ч}^{-1}$	36	36	36	72	72
$\epsilon, \text{ сек}$	60	30	10	30	10

через интервалы в 30 сек и  $t_{\infty} = 20^{\circ}\text{C}$ ,  $t_{\infty} - t_1 = 2^{\circ}\text{C}$ ,  $t_1 = 19^{\circ}\text{C}$  и  $k = 0,18 \text{ мин}^{-1}$ .

Кривые изменения показаний термометра в главном периоде для этих пяти примеров даны на рис. 2, а числовые значения, относящиеся к начальным и конечным периодам для тех же примеров, приведены в табл. 2 и 3.

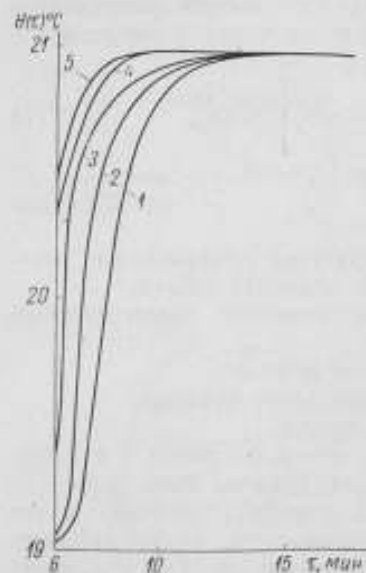


Рис. 2.

На рис. 2 наглядно видно влияние термической инерции термометра на форму кривой изменения температуры в главном периоде опыта при различных значениях темпа нагрева калориметра. Числовые значения показаний термометра в конечном периоде, приведенные в табл. 3, позволяют отметить следующее обстоятельство. Если сравнивать показания термометра в конечном периоде в примерах № 2 и 4, а также в примерах № 3 и 5, соответствующих одинаковым значениям постоянной термической инерции термометра, то можно заметить, что влияние темпа нагрева калориметра (определяемого, прежде всего, скоростью реакции) сказывается на показаниях термометра значительно дольше, чем это принято считать. Обычно принимают, что конечный период опыта, характеризующийся равномерным снижением показаний термометра, наступает через 2—3 мин после максимального показания. Однако, как это вытекает из данных рис. 2 и табл. 2 и 3, если точность

отсчета термометра составляет десятитысячные доли градуса, то для исключения влияния формы кривой главного периода на показания термометра в конечном периоде необходимо этот интервал времени увеличить по крайней мере до 7—8 мин.

Таблица 2

Время, мин и сек	Значения $\theta$ ( $t$ ) $^{\circ}\text{C}$ в начальном периоде в примерах		
	№ 1	№ 2 и 4	№ 3 и 5
0—30	18,9829	18,9841	18,9847
1—00	18,9844	18,9856	18,9862
1—30	18,9859	18,9871	18,9877
2—00	18,9874	18,9886	18,9892
2—30	18,9883	18,9900	18,9906
3—00	18,9903	18,9915	18,9921
3—30	18,9918	18,9930	18,9936
4—00	18,9933	18,9945	18,9951
4—30	18,9948	18,9960	18,9966
5—00	18,9963	18,9975	18,9981
5—30	18,9978	18,9990	18,9996

На основании данных табл. 2 и рис. 2 по формуле (7) были произведены вычисления темпа охлаждения калориметра  $k'$  и подъема температуры  $\Delta t$  в калориметре для всех пяти примеров. Результаты вычислений приведены в табл. 4.

Расхождение числовых значений  $k'$  для разных примеров и отклонение их от исходного значения ( $k = 0,18$ ) находятся за пределами погрешности вычислений, вызванной округлением результатов, и может быть объяснено

Таблица 3

Время, мин и сек	Значения $\theta$ (t) °C в конечном периоде в примерах				
	№ 1	№ 2	№ 3	№ 4	№ 5
19—00	20,9618	20,9609	20,9604	20,9613	20,9607
19—30	20,9605	20,9596	20,9591	20,9599	20,9593
20—00	20,9592	20,9582	20,9576	20,9584	20,9578
20—30	20,9577	20,9568	20,9563	20,9570	20,9564
21—00	20,9565	20,9555	20,9549	20,9556	20,9550
21—30	20,9551	20,9540	20,9535	20,9541	20,9535
22—00	20,9537	20,9526	20,9521	20,9527	20,9521
22—30	20,9523	20,9513	20,9517	20,9513	20,9507
23—00	20,9509	20,9497	20,9492	20,9497	20,9422
23—30	20,9495	20,9483	20,9478	20,9483	20,9478
24—00	20,9481	20,9469	20,9464	20,9469	20,9464

Таблица 4

Пример №	1	2	3	4	5
$k', \text{с}^{-1}$	0,176	0,177	0,177	0,178	0,178
$\Delta t, \text{°C}$	1,9864	1,9929	1,9941	1,9953	1,9975

только недостатками общепринятой методики обработки calorиметрических измерений. Что касается расчетных значений подъема температуры  $\Delta t$  в calorиметре, то числа, приведенные в табл. 4, позволяют сделать следующие выводы.

1. Все вычисленные значения подъема температуры оказываются существенно ниже исходного значения  $2^\circ\text{C}$ , принятого для всех примеров. Это расхождение для разных случаев меняется от 0,1 до 0,8%, т. е. настолько велико, что пренебрегать им не представляется возможным. Введение поправки на термическую инерцию термодатчика по формуле, предложенной в литературе [1], существенно не меняет положения дела, так как эта поправка в данных условиях составляет  $0,005^\circ\text{C}$  для постоянной термической инерции  $\epsilon = 60 \text{ сек}$  и  $0,001^\circ\text{C}$  для  $\epsilon = 10 \text{ сек}$ . Следует признать, что введение этой поправки не исключает влияния термической инерции термометра на результаты определения подъема температуры в calorиметре и, следовательно, необходимо пересмотреть применяемый метод обработки результатов calorиметрических измерений.

2. Сравнение значений подъема температуры  $\Delta t$  для примеров № 2 и 3 со значениями  $\Delta t$  для примеров № 4 и 5 показывает, что форма кривой показаний термометра в главном периоде существенно сказывается на результатах определения величины температурного интервала.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Попов М. М., Термометрия и calorиметрия, Изд. МГУ, 1954.
2. Гордов А. Н., О применении теории теплообмена к исследованию calorиметрического опыта, Труды ВНИИМ, вып. 25 (85), 1954.

Поступила в редакцию  
13/II 1961 г.

В. Д. МИКИНА  
ВНИИМ

### О ПОГРЕШНОСТЯХ ПОВЕРКИ КАЛОРИМЕТРОВ

*В статье дан анализ погрешностей градуирования калориметров в соответствии с поверочной схемой для них. Приведен расчет погрешностей градуирования отдельно для калориметра 1-го разряда, 2-го разряда и для рабочих калориметров.*

Поверка калориметров для определения теплот сгорания жидких и твердых топлив и органических веществ осуществляется в соответствии со схемой поверки калориметров, утвержденной Советом ВНИИМ.

Поверочная схема для калориметров предусматривает три измерительных звена, различающихся по назначению и по точности поверки (градуирования): образцовые калориметры 1-го разряда, образцовые калориметры 2-го разряда и рабочие калориметры\*. Наивысшим звеном в поверочной схеме является образцовый калориметр 1-го разряда. Он служит для абсолютных измерений теплоты сгорания чистой бензойной кислоты, которая является термохимическим стандартным веществом и используется для градуирования (определения теплового значения) калориметров 2-го разряда. Рабочие калориметры градуируются по бензойной кислоте, теплота сгорания которой определяется на калориметрах 2-го разряда.

Поверочная схема предусматривает погрешность определения теплового значения калориметра 1-го разряда, равную  $\pm 0,01\%$  (средняя квадратичная погрешность ряда) или  $\pm 0,03\%$  (предельная погрешность). Рассмотрим источники погрешностей при измерении на калориметре 1-го разряда и определим возможную точность измерений теплоты сгорания стандартной бензойной кислоты.

Существуют два метода определения теплового значения калориметра — абсолютный и относительный.

При абсолютном методе определения теплового значения калориметра источником вводимого в него тепла является электрический ток.

При относительном методе тепло вводится в калориметр путем сжигания в нем образца стандартного вещества с известной теплотой сгорания. По своей сущности абсолютный метод является в термохимических измерениях первичным. Однако его применение ограничивается тем, что этот метод по сравнению с измерениями относительным методом требует усложнения как конструкции калориметрической установки, так и калориметрического опыта.

\* 18. Поверочная схема для калориметров, «Поверочные схемы», Стандартгиз, 1960, стр. 38.



Поэтому абсолютный метод определения теплового значения калориметра используется в наивысшем звене калориметрических измерений, т. е. при измерениях на калориметре 1-го разряда, где его применение оправдывается требованием точности измерений.

Относительный метод применяется во всех остальных звеньях калориметрических измерений: при определении теплового значения калориметров 2-го разряда и рабочих калориметров по чистой бензойной кислоте.

Техника калориметрии достигла к настоящему времени такого уровня, что в отдельных случаях возможно измерять теплоту сгорания чистой бензойной кислоты с точностью, близкой к 0,01% [1—5]. Эта точность является сейчас наивысшей при оценке первичных стандартных образцов чистой бензойной кислоты абсолютным методом.

Для определения теплот сгорания веществ с высокой точностью в большинстве случаев применяются изотермические калориметры, в которых температура наружной оболочки поддерживается постоянной в пределах нескольких тысячных долей градуса  $\pm (0,001 - 0,005 \text{ град})$ .

Бомба в таких калориметрах помещена в хорошо перемешиваемую воду, которая по теплоемкости составляет основную их часть. И только один калориметр, построенный в 1959 г. в Англии [1] для проведения метрологических работ, существенно отличается от обычного водного калориметра. В нем сосуд с водой и бомбой заменен массивной бомбой, помещенной в вакуум. По точности этот калориметр не уступает водным калориметрам, применяемым для аттестации стандартных образцов бензойной кислоты.

Очевидно, чтобы получить наивысшую точность измерений, необходимо учесть все факторы, которые могут раздельно или в комбинации влиять на их результат.

Погрешность, возникающая при передаче значения единицы тепловой энергии (джоуля) от одного звена измерений (более точного) к другому (менее точному), обуславливается главным образом погрешностью аппаратуры и методов измерений, чистота же бензойной кислоты во внимание не принимается, так как она обычно достаточно высока (ниже это будет показано подробнее).

Расчетная формула для определения теплоты сгорания  $Q$  имеет следующий вид:

$$Q = \frac{W \Delta t}{g}, \quad (1)$$

где  $W$  — тепловое значение калориметра;

$\Delta t$  — температурный подъем в калориметрической системе, обусловленный теплотой, выделенной при сжигании исследуемого вещества, и  $g$  — вес образца.

Согласно выражению (1) погрешность конечного результата — определения теплоты сгорания бензойной кислоты — зависит от погрешности измерения теплового значения калориметра, от погрешности измерения подъема температуры в калориметрическом опыте и от погрешности, возникающей при взвешивании навески бензойной кислоты. Предварительные рассмотрения результатов калориметрических измерений во ВНИИМ со статистической точки зрения показали, что серию наблюдений по калориметрическим измерениям можно считать распределенной по нормальному закону или по весьма близкому к нормальному. Поэтому можно оценивать точность этих измерений по исправленному эмпирическому среднему квадратичному отклонению

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}},$$

где  $x_i$  — отдельные измерения;  
 $\bar{x}$  — среднее из  $n$  наблюдений.

Если результат измерения  $Q$  есть функция  $\Delta t$ ,  $W$  и  $g$ , то при условии независимости измерений этих величин, среднее квадратичное отклонение результата  $s_Q$  выразится следующим образом:

$$s_Q = Q \sqrt{\left(\frac{s_W}{W}\right)^2 + \left(\frac{s_{\Delta t}}{\Delta t}\right)^2 + \left(\frac{s_g}{g}\right)^2}, \quad (2)$$

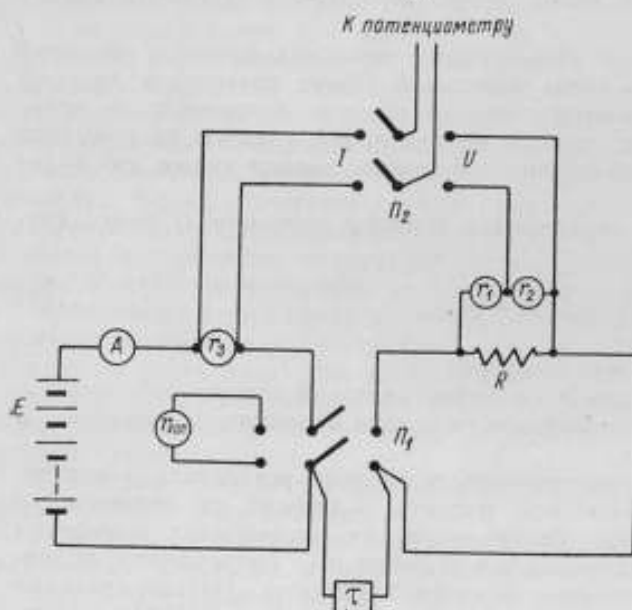
где  $s_W$ ,  $s_{\Delta t}$  и  $s_g$  — средние квадратичные погрешности измерения: теплового значения калориметра, температуры и взвешивания — соответственно.

Рассмотрим погрешности определения средних величин теплового значения калориметра, температуры и навески для калориметра 1-го разряда.

#### Погрешность определения теплового значения калориметра 1-го разряда абсолютным методом

Для градуирования калориметра абсолютным методом в сосуд помещают электрический нагреватель  $R$  (см. рисунок), который питается от цепи батарей  $E$ .

Для стабилизации напряжения батарей  $E$  ее предварительно включают в цепь «холостой» катушки  $r_{\text{хол}}$  на 30—40 мин. Ток в цепи нагревателя  $R$  измеряется с помощью последовательно включенной катушки  $r_3$ , напряжение с которой подается на переключатель  $\Pi_2$  потенциометра.



Электрическая схема абсолютного градуирования калориметра.

Напряжение на нагревателе делится двумя параллельно включенными катушками  $r_1$  и  $r_2$  в таком соотношении, чтобы с катушки  $r_2$  подавалось на переключатель потенциометра  $\Pi_2$  напряжение около 1 в. Время подключения батарей в цепь нагревателя измеряется хроноскопом  $\tau$ , включающимся одновременно со включением батарей.

Тепловое значение калориметра определяется выражением

$$W = \frac{IU\tau}{\Delta t}; \quad (3)$$

где  $I$  — ток в цепи нагревателя;  
 $U$  — напряжение на нагревателе;  
 $\tau$  — время подачи электрической энергии в цепь нагревателя;  
 $\Delta t$  — температурный подъем воды калориметра, обусловленный электрической энергией, введенной в калориметр.

Ток и напряжение определяются соотношениями:

$$I = \frac{k_I}{r_3} \cdot \frac{r_1 + r_2}{r_1 + r_2 + R}; \quad (4)$$

$$U = k_e \frac{r_1 + r_2}{r_2}, \quad (5)$$

где  $k_I$  — показание потенциометра при измерении потенциала «токовой» катушки  $r_3$ ;

$k_e$  — показание потенциометра при измерении потенциала катушки  $r_2$ .

Исходные данные для вычисления теплоты электрического тока, задаваемой в калориметр, выражаются в омах, вольтах и секундах; температурный подъем выражается в градусах Цельсия. Однако иногда температурный подъем выражают в единицах условных шкал без перевода этих единиц в градусах международной практической или термодинамической температурной шкалы. Это возможно только в том случае, когда как опыты сжигания исследуемого вещества, так и опыты градуирования проводятся в строго одинаковых температурных пределах, для чего в калориметр задают в обоих случаях, по возможности, одинаковое количество тепла.

По аналогии с выражением (2) для погрешности измерения теплового значения калориметра  $W$ , исходя из формулы (3), запишем

$$s_W = W \sqrt{\left(\frac{s_I}{I}\right)^2 + \left(\frac{s_U}{U}\right)^2 + \left(\frac{s_\tau}{\tau}\right)^2 + \left(\frac{s_{\Delta t}}{\Delta t}\right)^2}. \quad (6)$$

Оценим величину каждого члена подкоренного выражения.

#### Измерение силы тока

Сила тока в нагревателе вычисляется с помощью выражения (4).

Сопротивления  $r_1$ ,  $r_2$ ,  $r_3$  являются образцовыми катушками 2-го ряда, поверенными с погрешностью  $\pm 0,001\%$ . Сопротивления  $r_1$  и  $r_2$  поверяются каждое отдельно и, кроме того, суммарно ( $r_1 + r_2$ ).

Проверка потенциометров производится также с погрешностью  $\pm 0,001\%$ .

Пользуясь тем же законом сложения средних квадратичных отклонений, что и для оценки теплового значения калориметра, среднюю квадратичную погрешность для значения силы тока можно выразить следующим образом:

$$s_I = I \sqrt{\left(\frac{s_{(r_1+r_2)}}{r_1+r_2} \cdot \frac{R}{r_1+r_2+R}\right)^2 + \left(\frac{s_{k_I}}{k_I}\right)^2 + \left(\frac{s_{r_2}}{r_2} \cdot \frac{1}{r_3}\right)^2}. \quad (7)$$

Подставляя в выражение (7) \* относительные погрешности проверок сопротивлений и потенциометра и численные значения величин, получаем

$$s_I = I \sqrt{6 \cdot 10^{-14} + 1 \cdot 10^{-10} + 2,6 \cdot 10^{-10}} = 2 \cdot 10^{-5} I.$$

Следовательно, измерение силы тока производится с погрешностью  $\pm 2 \cdot 10^{-3}\%$ , причем наибольшее влияние оказывает погрешность проверки катушки  $r_3$ .

\* Равенство (7) получено, исходя из выражения полного дифференциала от значения силы тока

$$\Delta I = \frac{\partial I}{\partial (r_1+r_2)} \Delta (r_1+r_2) + \frac{\partial I}{\partial r_3} \Delta r_3 + \frac{\partial I}{\partial k_I} \Delta k_I,$$

где  $\Delta I$ ;  $\Delta (r_1+r_2)$ ;  $\Delta r_3$ ;  $\Delta k_I$  соответствуют  $s_I$ ;  $s_{(r_1+r_2)}$ ;  $s_{r_3}$ ;  $s_{k_I}$ .

## Измерение напряжения

Величина потенциала нагревателя определяется выражением

$$U = k_e \frac{r_1 + r_2}{r_2}.$$

По аналогии с выражением (7) среднее квадратичное отклонение для значения напряжения будет иметь вид:

$$s_U = U \sqrt{\left[ \frac{s_{r_1}}{r_1} \left( \frac{r_1}{r_1 + r_2} \right) \right]^2 + \left( \frac{s_{k_e}}{k_e} \right)^2 + \left[ \frac{s_{r_2}}{r_2} \left( \frac{r_1}{r_1 + r_2} \right) \right]^2};$$

подставляя в приведенное выражение численные значения соответствующих величин, получаем

$$s_U = U \sqrt{1 \cdot 10^{-14} + 1 \cdot 10^{-10} + 1 \cdot 10^{-14}} = 1 \cdot 10^{-5} U.$$

Таким образом, погрешность измерения напряжения составляет  $\pm 1 \cdot 10^{-5} \%$ .

## Измерение времени

Хроноскоп, с помощью которого измеряется время, питается от пьезокварцевого генератора 1-го разряда частотой 1000 гц и позволяет отсчитывать тысячные доли секунды. При измеряемом интервале времени в 150 сек относительная погрешность составит не более  $\pm 1 \cdot 10^{-3} \%$ .

## Измерение температуры

Для того чтобы погрешность измерения температуры при градуировании калориметра была соизмерима с погрешностью от измерений других величин (тока, напряжения, времени), необходимо, чтобы температура измерялась с погрешностью не более  $\pm 2 \cdot 10^{-3} \%$ , что соответствует  $\pm 5 \cdot 10^{-5}$  град. Задача измерения температуры с указанной точностью несколько облегчается тем, что в калориметрических измерениях необходимо фиксировать не абсолютное значение температуры, а разность начальной и конечной температуры калориметра. При этом условии исключается ряд ошибок, например ошибка от смещения нуля термометра, ошибка от изменения цены деления. Это справедливо только в том случае, когда изменения не происходят в течение одного цикла измерений (градуирование и определение теплоты сгорания).

При высокоточных калориметрических измерениях пользуются как ртутно-стеклянными термометрами [4, 6], так и платиновыми термометрами сопротивления [3, 5].

При измерениях платиновым термометром сопротивления необходима мостовая схема, обеспечивающая точность измерения изменения сопротивления  $\pm (2-4) \cdot 10^{-3} \%$  [или, что то же,  $\pm (5-10) \cdot 10^{-5}$  град]. Такую точность дает специальный калориметрический мост УМК-1, созданный во ВНИИМ. Индикатором служит гальванометр Ф116/1.

Можно показать, что поправка на нагрев платинового термометра сопротивления током и поправка на тепловую инерцию термометра практически не скажутся на результате вследствие того, что измеряется разность температур. Поправка на нагрев определяется уравнением [7]

$$\lg Q = \lg C_2 + 2 \lg i, \quad (8)$$

где  $Q$  — нагрев термометра;

$C_2$  — коэффициент пропорциональности;

$i$  — ток термометра.

Как видно из уравнения (8), величина перегрева остается во время измерений постоянной и на разности температур не скажется.

Покажем, как влияет на измерение тепловая инерция термометра, которая описывается выражением [8]

$$\delta t = \lambda v,$$

где  $\delta t$  — отставание в показаниях термометра;

$\lambda$  — тепловая инерция термометра;

$v$  — температурный ход среды, в которую помещен термометр.

Начальная и конечная температуры опыта выразятся следующим образом:

$$t_n = t_{т.н} + \lambda v_n; \quad t_k = t_{т.к} + \lambda v_k,$$

где  $t_n$  и  $t_k$  — истинные температуры среды соответственно в начальный и конечный периоды измерений;

$t_{т.н}$  и  $t_{т.к}$  — показания термометров в начальный и конечный периоды;

$v_n$  и  $v_k$  — начальный и конечный температурный ход среды.

Измеряемая разность

$$t_k - t_n = t_{т.к} + \lambda v_k - t_{т.н} - \lambda v_n = t_{т.к} - t_{т.н} + \lambda (v_k - v_n).$$

Если разность  $(v_k - v_n)$  в течение цикла измерений из двух серий (градуирование и измерение теплоты сгорания) изменится не более чем на 50%, то инерция термометра не скажется на результате.

Измерение температуры ртутно-стеклянным термометром усложняется по сравнению с измерением платиновым термометром сопротивления трудностью отсчета и учетом большого количества поправок. Обычно цена деления ртутно-стеклянного термометра лежит в пределах  $0,006 \div 0,01$  град. Заданная точность измерения  $\pm (5 \cdot 10^{-5} + 1 \cdot 10^{-4})$  град может быть обеспечена в этом случае при отсчетах до  $1/30 - 1/100$  одного деления термометра (с помощью окуляр-микрометра зрительной трубы или сетки в фокусе окуляра трубы). Чтобы глаз мог различить передвижение ртути по капилляру столь точно, необходимо линейное увеличение зрительной трубы около  $50\times$ , считая разрешающую способность глаза в данном случае 0,3 мм. Зрительная труба, спроектированная во ВНИИМ, имеет увеличение  $45\times$ , так что точность отсчета близка к  $\pm 1 \cdot 10^{-4}$  град.

Рассмотрим поправки к показаниям ртутно-стеклянного термометра.

а) Поправка на выступающий столбик ртути составляет около 0,003 град.

Только при поддержании температуры в комнате с точностью  $\pm 0,01$  град можно поправку не вносить, так как в этом случае колебания ее составят около  $\pm 1,5 \cdot 10^{-5}$  град. Поскольку практически такая точность поддержания температуры комнаты трудно осуществима, поправку на выступающий столбик ртути следует вносить в каждое измерение.

б) С изменением внешнего давления на  $\pm 1$  мм рт. ст. показание термометра изменяется на  $\pm 1,4 \cdot 10^{-4}$  град. Поправка на внешнее давление не скажется на отсчете разности температур, если в течение опыта давление изменится не более чем на  $\pm 0,5$  мм рт. ст.

Таким образом, измерение температурного подъема ртутно-стеклянным термометром в настоящее время гарантируется с точностью не выше  $\pm 1 \cdot 10^{-4}$  град, или  $\pm 5 \cdot 10^{-3}\%$ . По этой причине точность результата измерения теплового значения, вычисляемая по приведенному выше выражению (6), не может быть выше  $\pm 5 \cdot 10^{-3}\%$ . Подставив значения частных погрешностей в выражение (6), получим

$$s_w = W \sqrt{\left(\frac{s_U}{U}\right)^2 + \left(\frac{s_I}{I}\right)^2 + \left(\frac{s_\tau}{\tau}\right)^2 + \left(\frac{s_{\Delta t}}{\Delta t}\right)^2} = \\ = W \sqrt{1 \cdot 10^{-10} + 4 \cdot 10^{-10} + 4 \cdot 10^{-10} + 25 \cdot 10^{-10}} = 5,5 \cdot 10^{-5} W.$$

Из последнего выражения следует, что наибольшее влияние на суммарную погрешность оказывает погрешность измерения температуры.

Некоторое влияние на суммарную погрешность оказывает также взвешивание сосуда с водой, однако эта погрешность ( $\pm 3,5 \cdot 10^{-3}\%$ ) скажется на воспроизводимости измерений и снизится при повторении calorиметрических опытов. Воспроизводимость измерений при электрическом градуировании, которая зависит от конструкции calorиметра и выполнения необходимых условий измерений, составляет в лучшем случае  $\pm (3,5 + 5) \cdot 10^{-3}\%$  [1, 2, 5].

Суммарную погрешность измерений теплового значения calorиметра с учетом воспроизводимости можно записать в виде

$$S_W = W \sqrt{s_W^2 + r_W^2}, \quad (9)$$

где  $r_W$  — воспроизводимость измерений теплового значения;

$s_W$  — погрешность опытов электрического градуирования.

Подставим в выражение (9) значения  $s_W$  и  $r_W$  и получим

$$S_W = W \sqrt{(5,5 \cdot 10^{-3})^2 + (5 \cdot 10^{-3})^2} = 7 \cdot 10^{-3} W,$$

или

$$S_W = \pm 7 \cdot 10^{-3}\%.$$

#### Погрешность определения теплоты сгорания стандартной бензойной кислоты на calorиметре 1-го разряда

Тепловое значение calorиметра  $W$ , полученное при градуировании, должно быть исправлено при использовании в расчете теплоты сгорания с учетом различий в условиях обоих опытов. По своей специфике электрический опыт градуирования отличается от опыта сжигания в следующем:

- а) в первом случае в бомбе не происходит процесса горения;
- б) энергия выделяется в нагревательной катушке гораздо медленнее, чем при сгорании бензойной кислоты;
- в) теплота выделяется в опыте градуирования вне бомбы, а в опыте сжигания — внутри нее.

Распределение температур по calorиметру будет несколько различаться в обоих опытах. Попытка оценить это различие в распределении температур [5] дала поправку в  $0,05\%$  с погрешностью определения ее  $\pm 6 \cdot 10^{-3}\%$ . В другом случае [1] поправка составила  $\pm 0,03\%$  и определялась с погрешностью  $\pm 1,5 \cdot 10^{-3}\%$ . Большую поправку в работе [5] можно объяснить неудачной конструкцией нагревателя, выполненного в виде пластины, а не катушки, надеваемой на бомбу, как сделано в работе [1]. Содержимое бомбы, температурный интервал, режим опыта, не связанные со спецификой каждого из опытов, должны выдерживаться строго идентичными.

Величина навески бензойной кислоты, используемая в расчете, измеряется с погрешностью  $\pm 2 \cdot 10^{-3}\%$ . Погрешность при расчете поправок к измерениям (на теплоту тока запада, теплоту образования в бомбе азотной кислоты, на давление кислорода в бомбе, на учет разного теплового состояния проводов в двух опытах) составляет суммарно не более  $\pm 7 \cdot 10^{-4}\%$  [5].

Воспроизводимость измерений теплоты сгорания бензойной кислоты, полученная на совершенной аппаратуре [1, 2, 5], составляет около  $\pm 5 \cdot 10^{-3}\%$ .

Суммарная погрешность измерения теплоты сгорания образцов бензойной кислоты складывается не только из погрешностей измерения теплового значения температуры и взвешивания навески, но также и из воспроизводимости опытов сжигания и из погрешностей оценки поправок:

$$S_Q = QV \sqrt{S_W^2 + s_{\Delta t}^2 + s_{\xi}^2 + r_Q^2 + s_p^2}, \quad (10)$$

где  $r_Q$  — воспроизводимость опытов со сжиганием бензойной кислоты;  
 $s_p$  — относительная погрешность определения поправок.

Подставляя в выражение (10) численные значения соответствующих величин, получим

$$S_Q = Q \sqrt{(7 \cdot 10^{-4})^2 + (5 \cdot 10^{-4})^2 + (2 \cdot 10^{-4})^2 + (5 \cdot 10^{-4})^2 + (0,7 \cdot 10^{-4})^2} = 0,0001Q,$$

или

$$S_Q = \pm 0,01\%.$$

Важнейшим условием высокой воспроизводимости calorиметрических измерений (не хуже  $\pm 5 \cdot 10^{-3}\%$ ) является правильность оценки температурной поправки на теплообмен calorиметрической системы с ее оболочкой и окружающей средой. Поправка на теплообмен составляет значительную величину по сравнению с измеряемым интервалом температуры (порядка 1% и выше). Это обстоятельство требует от исследователей очень внимательного ее рассмотрения. Теплообмен calorиметрической системы с окружающей средой и с оболочкой обусловлен наличием лученспускания, теплопроводности, конвекции, которые описываются тремя разными физическими законами.

Существует несколько выражений для оценки поправки на теплообмен, основывающихся на теплообмене при следующих «идеальных» условиях:

1. Количество тепла, потерянного или приобретенного за счет теплообмена, должно оставаться пропорциональным разности температур в продолжение опыта. Это условие выполняется только для передачи тепла путем теплопроводности.

Наличие испарения и конденсации совершенно искажает закон теплообмена, а следовательно, эти два фактора должны быть устранены.

2. Температура должна устанавливаться в системе мгновенно, без градиентов: тогда температура стенок сосуда, через которые совершается основная часть теплообмена, равна измеряемой температуре воды (или металла) сосуда.

В связи с изложенным, требования к конструкции calorиметра выражаются следующим образом:

1) должно быть обеспечено быстрое выравнивание температуры calorиметра после введения в него тепла;

2) должен быть обеспечен возможно медленный и постоянный теплообмен с оболочкой и окружающей средой;

3) calorиметр должен быть герметизирован, чтобы устранить испарение.

При обсуждении погрешности calorиметрических измерений следует специально остановиться на обсуждении вопроса о чистоте и свойствах бензойной кислоты, служащей для передачи единицы количества тепла.

#### Чистота и свойства бензойной кислоты

Стандартное вещество для термохимических измерений по своим свойствам должно отвечать следующим требованиям:

- 1) оно должно легко получаться в чистом виде;
  - 2) быть химически стойким;
  - 3) не обладать высокой летучестью;
  - 4) легко прессоваться в таблетки;
  - 5) легко зажигаться и полностью сгорать в бомбе.
- В качестве стандартных были опробованы несколько органических веществ [9]: нафталин, бензойная кислота, янтарная кислота и другие. Опыт показал преимущества бензойной кислоты по сравнению с другими изученными веществами.

В 1922 г. Международная химическая конференция в Лионе формально приняла в качестве термодимического стандартного вещества чистую бензойную кислоту. Если вычислить взвешенное среднее из работ по определению теплоты сгорания бензойной кислоты, опубликованных в 1934—1960 гг. [1, 5], то получим теплоту сгорания бензойной кислоты для «нормальных бомбовых условий» ( $26\,434,3 \pm 3,4$ ) *дж/г* при взвешивании бензойной кислоты в пустоте. Величина  $\pm 3,4$  *дж/г* есть случайная погрешность результата (среднее взвешенное), полученная из случайных погрешностей всех отдельных измерений.

В СССР для практических измерений при указанных выше условиях рекомендовано значение теплоты сгорания бензойной кислоты, равное 26 434 *дж/г*.

Чистота бензойной кислоты устанавливается титрованием образца, определением точки затвердевания ее [10] или определением двуоксида углерода, образующейся при сжигании известной массы образца [11], кулонометрическим титрованием [2], методом измерений теплоемкости при температуре ниже точки плавления [10].

Перечисленные выше методы обеспечивают определение чистоты бензойной кислоты до нескольких тысячных долей процента. Незначительное количество примесей допустимо при условии, что партия бензойной кислоты совершенно однородна и отдельные пробы весьма близки друг к другу.

Купе, Адриенсе, Нес [2] установили, что теплота сгорания любых из выпускаемых Национальным бюро стандартов (США) стандартных образцов бензойной кислоты весьма незначительно отличается от теплоты сгорания специально очищенных образцов.

Стойкость бензойной кислоты доказана Вивером [13], который установил, что она разлагается только при температуре выше  $150^\circ\text{C}$ .

Шваб и Вичер [10] наблюдали очевидное окисление бензойной кислоты при  $200^\circ\text{C}$ , а также медленную обратимую диссоциацию ее в бензойный ангидрид и воду при температуре  $135^\circ\text{C}$ . Однако они заключили, что бензойная кислота достаточно стойка и во время ее изготовления и при использовании для сжигания. Эти же авторы тщательно исследовали гигроскопичность бензойной кислоты. Стандартный образец в обычных условиях содержал от 0,0015 до 0,0018% влаги. После 6 недель выдержки при 90% относительной влажности и  $23^\circ\text{C}$  содержание влаги не увеличилось. Джессап [3] градуировал калориметр одним и тем же образцом бензойной кислоты, но выдержанным при разных условиях: одна проба была взята из вновь открытой бутылки, вторая — из открытой бутылки, выдержанной на воздухе в течение года, а третья — из бутылки, выдержанной в течение года при 79% относительной влажности.

Три результата, полученных при определении теплоты сгорания, оказались достаточно близкими. Отсюда можно заключить, что бензойная кислота удовлетворяет требованию негигроскопичности. Летучесть бензойной кислоты была проверена выдержкой брикета в 1,5 г при температуре от  $29$  до  $32^\circ\text{C}$  в течение трех недель [3]. Относительная потеря оказалась равной 0,01%, или 0,15 мг в день. В результате ошибка от потери бензойной кислоты не скажется, если брикет использовать сразу после взвешивания. Однако летучесть бензойной кислоты находится на грани допустимой и следует избегать условий, способствующих потере вещества.

На специальном прессе можно легко изготовить из бензойной кислоты брикеты и в таком виде хранить ее. Вес брикетов можно затем подгонять до требуемого.

Необходимым условием правильного выполнения опыта является полнота сгорания бензойной кислоты с образованием двуоксида углерода и воды. При оптимальных условиях бензойная кислота сгорает полностью, однако



иногда после сжигания можно обнаружить в бомбе небольшое количество сажи. Результаты таких опытов обычно отбрасываются. На полноту сгорания могут повлиять форма, масса и положение тигля в бомбе. Ряд исследователей [11] отметил отсутствие несгоревшего углерода. Хафмен [14] установил, что эффект неполноты сгорания бензойной кислоты был в пределах ошибок измерений. Купс сообщил, что в его экспериментах периодически появлялась сажа. Следовательно, можно отметить, что бензойная кислота сгорает полностью до образования двуокиси углерода и воды при надлежащих условиях, но необходимо всегда помнить о возможности неполноты сгорания.

Таким образом, бензойная кислота по чистоте и своим свойствам является достаточно надежным веществом для передачи в термодимических измерениях значения единицы количества тепла.

#### Определение теплового значения калориметров относительным методом

Определение теплового значения калориметров относительным методом на калориметрах 2-го разряда и рабочих калориметрах с использованием образцов стандартного вещества может быть выполнено с высокой степенью точности при условии:

- 1) наличия совершенной аппаратуры;
- 2) воспроизведения в данных измерениях тех условий, при которых производилась оценка теплоты сгорания стандартного вещества.

Для сравнения условий измерений на различных калориметрах Вошборн [15], а позднее Джессап [3] выработали «стандартные условия» для термодимических измерений и дали рекомендации по приведению частных условий к стандартным.

Эти стандартные условия можно сформулировать следующим образом:

- 1) перед опытом устанавливается температура калориметра  $25^{\circ}\text{C}$ . Конечное состояние системы приводится также к  $25^{\circ}\text{C}$ ;
- 2) давление кислорода в бомбе при  $25^{\circ}\text{C}$  должно быть  $30\text{ атм}$ ;
- 3) число граммов воды в бомбе должно быть в три раза больше числа литров, выражающих объем бомбы;
- 4) число граммов бензойной кислоты должно быть в три раза больше числа литров, выражающих объем бомбы.

Согласно поверочной схеме погрешность определения теплового значения калориметров 2-го разряда должна составлять  $\pm 0,03\%$  (средняя квадратичная погрешность ряда) или  $\pm 0,1\%$  (предельная погрешность).

Рассмотрим возможную погрешность измерения теплового значения калориметра  $W_{\text{отн}}$  2-го разряда. Тепловое значение вычисляется по следующему выражению:

$$W_{\text{отн}} = \frac{Q_{\text{б.к.}}}{\Delta t}, \quad (11)$$

где  $Q_{\text{б.к.}}$  — теплота горения стандартной бензойной кислоты;

$g$  — вес брикета бензойной кислоты;

$\Delta t$  — температурный подъем, обусловленный теплом, выделившимся при сжигании бензойной кислоты.

По аналогии с формулой (6), напишем для средней квадратичной погрешности измерения теплового значения выражение

$$s_{W_{\text{отн}}} = W_{\text{отн}} \sqrt{\left(\frac{s_Q}{Q}\right)^2 + \left(\frac{s_g}{g}\right)^2 + \left(\frac{s_{\Delta t}}{\Delta t}\right)^2}. \quad (12)$$

Численные значения величин в подкоренном выражении определены на стр. 37, подставляя их, получим

$$S_{W_{отн}} = W_{отн} \sqrt{(1 \cdot 10^{-4})^2 + (2 \cdot 10^{-4})^2 + (5 \cdot 10^{-5})^2} = 1,1 \cdot 10^{-4} W_{отн},$$

или

$$S_{W_{отн}} = \pm 1,1 \cdot 10^{-2} \%,$$

Если принять воспроизводимость рассматриваемых измерений (при выполнении условий, указанных на стр. 37) равной воспроизводимости измерения теплоты сгорания стандартной бензойной кислоты ( $\pm 5 \cdot 10^{-3} \%$ ) на калориметрах 1-го разряда, то полная погрешность измерения теплового значения калориметра 2-го разряда  $S_{W_{отн}}$  определяется по аналогии с выражением (9) так:

$$S_{W_{отн}} = W_{отн} \sqrt{s_{W_{отн}}^2 + r_{W_{отн}}^2}$$

и получает значение

$$S_{W_{отн}} = W_{отн} \sqrt{(1,1 \cdot 10^{-4})^2 + (5 \cdot 10^{-5})^2} = 1,2 \cdot 10^{-4} W_{отн},$$

или

$$S_{W_{отн}} = \pm 1,2 \cdot 10^{-2} \%,$$

Теплота сгорания стандартной бензойной кислоты, измеренная на калориметре 2-го разряда, определяется по равенству

$$Q_{II} = \frac{W_{отн} \Delta t}{g},$$

где  $W_{отн}$  — тепловое значение калориметра, определенное по стандартной бензойной кислоте с известной теплотой сгорания.

Погрешность измерения теплоты сгорания чистой бензойной кислоты на калориметре 2-го разряда опишется по аналогии с выражением (10) следующим образом:

$$S_{Q_{II}} = Q_{II} \sqrt{S_{W_{отн}}^2 + s_{\Delta t}^2 + s_g^2 + r_Q^2 + s_p^2}, \quad (13)$$

где обозначения в подкоренном выражении те же самые, что и в выражении (10).

Подставляя численные значения величин, получаем погрешность определения теплоты сгорания на образцовом калориметре 2-го разряда, равную

$$S_{Q_{II}} = Q_{II} \sqrt{(1,2 \cdot 10^{-4})^2 + (5 \cdot 10^{-5})^2 + (2 \cdot 10^{-5})^2 + (5 \cdot 10^{-5})^2 + (0,7 \cdot 10^{-5})^2} = \\ = Q_{II} \cdot 1,4 \cdot 10^{-4}$$

или

$$S_{Q_{II}} = \pm 1,4 \cdot 10^{-2} \%,$$

Таким образом, возможная погрешность поверки калориметров 2-го разряда относительным методом может быть снижена до  $\pm 0,014 \%$ , что в 2,5 раза ниже погрешности, указанной в поверочной схеме.

#### Поверка рабочих калориметров

Последнее звено поверочной схемы осуществляется с помощью рабочих калориметров в научных и промышленных термохимических лабораториях. Погрешность поверки рабочих калориметров определяется выражением (12), которое является общим для всех случаев вычисления погрешности поверок калориметров относительным методом.

Величина погрешности в выражении (12) определяется членом  $s_{\Delta t}$ , зависящим от точности измерения температуры. Остальные члены сказываются

на суммарной погрешности незначительно. Обычные калориметрические ртутно-стеклянные термометры (типа Бекмана), используемые в рабочих калориметрах, позволяют производить измерения с точностью не выше  $\pm 0,001$  град. При этом относительная погрешность измерения температуры возрастает до  $\pm 0,05\%$ , а суммарная погрешность равна

$$S_{W_{\text{отн}}} = W \sqrt{(1,2 \cdot 10^{-4})^2 + (5 \cdot 10^{-4})^2 + (1 \cdot 10^{-4})^2} = \\ = 5,2 \cdot 10^{-4} W$$

или

$$S_{W_{\text{отн}}} = \pm 5 \cdot 10^{-2} \%$$

Таким образом, и для рабочих калориметров возможная ошибка поверки ниже указанной в поверочной схеме ( $\pm 0,1\%$  средняя квадратичная ошибка ряда или  $\pm 0,3\%$  предельная ошибка).

Ошибка измерения тепла, выделившегося при сгорании вещества с неизвестной теплотой сгорания, по аналогии с выражением (13), запишется следующим образом:

$$S_{Q_{III}} = Q_{III} \sqrt{S_{W_{\text{отн}}}^2 + s_{\Delta t}^2 + s_g^2 + r_w^2 + r_Q^2 + s_p^2},$$

где  $Q_{III}$  — среднее значение вычисленной теплоты сгорания вещества;  
 $S_{W_{\text{отн}}}$  — погрешность измерения теплового значения калориметра;  
 $s_{\Delta t}$  — погрешность измерения температуры в опыте сжигания вещества;  
 $s_g$  — погрешность взвешивания вещества;  
 $r_w$  — воспроизводимость опытов по определению теплового значения;  
 $r_Q$  — воспроизводимость измерений теплоты сгорания вещества;  
 $s_p$  — погрешность определения поправок калориметрического опыта сжигания вещества и опыта по определению теплового значения.

В каждом частном случае формула для погрешности  $S_{Q_{III}}$  может несколько видоизменяться в связи со спецификой калориметрического опыта.

### Выводы

1. Поверочная схема предусматривает погрешность поверки калориметра 1-го разряда, соответствующую лучшим современным измерениям. Для калориметров 2-го разряда возможная погрешность определения теплового значения калориметра может быть более чем в два раза ниже погрешности, приведенной в поверочной схеме. Поверка рабочих калориметров также может быть произведена с погрешностью, значительно меньшей погрешности, указанной в поверочной схеме.

2. Практическая реализация высокой точности измерений на рабочем калориметре в настоящее время не осуществима вследствие того, что промышленность не выпускает соответствующих калориметров.

3. При передаче значения единицы количества тепла следует предусмотреть выпуск образцов бензойной кислоты двух стандартов, один из которых должен служить для поверки образцовых калориметров 2-го разряда и прецизионных рабочих калориметров, а другой — для поверки обычных рабочих калориметров, предназначенных для массовых измерений теплот сгорания различных топлив.

Требования к чистоте бензойной кислоты двух стандартов должны быть в соответствии с погрешностями поверки калориметров 2-го разряда и рабочих калориметров.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Metham A. R., Nickolls I. A., Proc. of the Royal Society, № 1286, v. 5, 1960, p. 256.
2. Coops J., Adriaanse N., van Nes, Recueil des Travaux chimiques des Pays-Bas., v. 75, 1956, p. 237.
3. Jessup R. S., J. Res. Natl. Bur. Stand., v. 29, 1942, p. 147.
4. Coops J., van Nes, Kentie K., Dienske J., Res. Trav. chim. Pas.-Bas., v. 66, 1947, pp. 113—142.
5. Challoner A. K., Gundry H. A., Meetham A. R., Trans. Royal Soc. London, v. A247, 1955, p. 553.
6. Roth W. A., Doerke, Z. Phys. chem., v. 179, 1937, p. 450.
7. Кульбуш Г. П., Электрические пирометры, Госэнергоиздат, 1932.
8. Кондратьев Г. М., Отставание термометров и измерение нестационарных температур, Труды ВИС, вып. 10 (26), 1936; О некоторых типичных проявлениях тепловой инерции, Труды ВНИИМ, вып. 2 (47), 1941; Универсальный метод определения константы термической инерции термометров и пирометров, Труды ВНИИМ, вып. 4 (59), 1947.
9. Dickinson H. C., Bull. Natl. Bur. Standard, v. 11, 1915, p. 189.
10. Schwab F. W., Wicher E., J. Res. NBS, v. 25, 1940, p. 747.
11. Jessup R. S., Green C. B., J. Res. NBS, v. 13, 1934, p. 469.
12. John K. Taylor and Stanley W. Smith, J. Res. NBS, v. 63A, Sept.—Oct., 1959, pp. 153—159.
13. Weaver, J. Am. Chem. Soc., v. 35, 1913, p. 1309.
14. Huffman H. M., J. Am. Chem. Soc., v. 60, 1938, p. 1171.
15. Washburn E. W., J. Res. NBS, v. 10, 1938, p. 525.
16. Experimental Thermochemistry New-York, 1956.
17. Rossini T. D., Deming, J. Wash. Acad. Sci., v. 29, 1939, p. 216.

Поступила в редакцию

3/III 1961 г.

Л. Н. КАЛЕДИНА, В. С. УСКОВ

ВНИИМ

## О ПОЛУЧЕНИИ БЕНЗОЙНОЙ КИСЛОТЫ ДЛЯ КАЛОРИМЕТРИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ

*В статье изложены предварительные результаты исследований по разработке методов и аппаратуры для очистки бензойной кислоты до наивысшей чистоты и ее аттестации.*

В соответствии с поверочной схемой тепловое значение калориметра 1-го разряда должно быть определено со средней квадратичной погрешностью  $\pm 0,01\%$ . Это может быть обеспечено при электрическом методе его градуирования, позволяющем определить истинное значение теплоты сгорания бензойной кислоты, предназначенной для поверок калориметров 2-го разряда и рабочих калориметров с погрешностью  $\pm 0,03\%$  и  $\pm 0,1\%$  соответственно.

Следовательно, требования к чистоте бензойной кислоты, применяемой для поверки калориметров 2-го разряда, должны быть таковы, чтобы примеси в ней снижали теплоту сгорания не более чем на  $0,01\%$ . При определении теплоты сгорания органических соединений погрешность измерений может достигать  $\pm 0,02\%$ , поэтому определение теплового значения калориметров, предназначенных для этих целей, должно производиться с погрешностью меньшей, чем калориметров 2-го разряда, и составлять приблизительно  $\pm 0,01\%$ .

Таким образом, бензойная кислота, предназначенная для градуирования калориметров, с помощью которых производятся точные измерения, должна иметь чистоту не ниже  $99,995\%$ .

### Аппаратура и метод очистки бензойной кислоты

Для получения бензойной кислоты с примесями менее  $0,005\%$  был разработан метод возгонки ее при пониженном давлении воздуха, теоретические основы которого опубликованы в работе [1]. В 1940 г. в Национальном бюро стандартов (НБС) США была неудачная попытка очистить бензойную кислоту путем возгонки в вакууме. Но при этом было высказано предположение, что лучшие результаты могут быть получены при возгонке в условиях более высокого остаточного давления воздуха [2].

Принципиальная схема разработанной во ВНИИМ аппаратуры изображена на рис. 1. Процесс очистки состоял в следующем.

1,5 кг исходной бензойной кислоты, чистой 99,9%, загружали в реторту 8, разогреваемую нагревателем 6. Одно из отверстий реторты соединяли с трубкой, ведущей к вакуумметру 5, а горловину — с крышкой кристаллизатора 9. После включения нагревателей 6 и 10, когда температура в реторте достигала  $140 \pm 150^\circ \text{C}$ , а в кристаллизаторе  $70 \pm 80^\circ \text{C}$ , включали форвакуумный насос 15 и медленно открывали трехходовой кран 14. Когда остаточное давление в системе достигало  $25 \pm 30$  мм рт. ст., медленно открывали кран 4 для подачи в реторту очищенного воздуха.

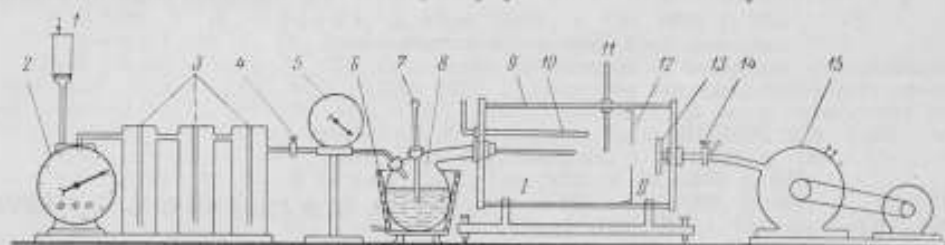


Рис. 1. Схема аппарата для очистки бензойной кислоты.

1 и 13 — фильтры; 2 — газные часы; 3 — промывные колонки; 4 и 14 — краны; 5 — вакуумметр; 6 и 10 — нагреватели; 7 и 11 — термометры; 8 — реторта; 9 — кристаллизатор; 12 — экран; 15 — форвакуумный насос.

При температуре в реторте  $140 \pm 150^\circ \text{C}$  упругость пара бензойной кислоты близка к  $15 \pm 25$  мм рт. ст., тогда как в кристаллизаторе, имеющем температуру  $70 \pm 80^\circ \text{C}$ , эта упругость падает примерно до 1,5 мм рт. ст. Минеральные и малолетучие органические примеси бензойной кислоты в основном задерживались или осмолались в реторте, а легколетучие испарялись и, оставаясь в газовой фазе, проходили через кристаллизатор и фильтр в форвакуумную систему. Основная масса паров бензойной кислоты кристаллизовалась в виде крупных стреловидных кристаллов в первой зоне I кристаллизатора, имеющего повышенную температуру. Во второй зоне II оседали кристаллы бензойной кислоты меньшего размера, а на фильтре 13 — небольшое количество мелкой порошкообразной кислоты.

Процесс возгонки заканчивался при наличии остатка около четвертой части массы исходной кислоты.

#### Определение чистоты бензойной кислоты

Погрешность определения чистоты бензойной кислоты, имеющей 0,005% и меньше примесей, должна быть существенно меньше этой величины.

При использовании бензойной кислоты в качестве образцового вещества при градуировании калориметров, применяемых для определения теплоты сгорания органических веществ, достаточно, чтобы чистота кислоты была определена с погрешностью  $\pm(0,002 \div 0,003)\%$ .

Для оценки чистоты бензойной кислоты могут применяться сравнительные методы, основанные на определении точки затвердевания ее или измерения теплоемкости вблизи точки затвердевания [2]. Чувствительность этих методов может удовлетворить указанным выше требованиям, однако такие методы не являются абсолютными. Надежность результатов увеличивается при сравнительных измерениях с образцами бензойной кислоты, имеющими «нулевое загрязнение» [1]. В 1959 г. в НБС разработан метод определения чистоты бензойной кислоты и других соединений «кулонометрическим титрованием» [3]. Погрешность этого метода оценивается авторами в  $\pm 0,003\%$ . Классический аналитический метод титрования не уступает по точности «кулонометрическому титрованию».

Абсолютное определение примесей в бензойной кислоте, полученной в лаборатории тепловых измерений ВНИИМ по методу возгонки при пониженном давлении, производили путем определения минеральных примесей озолоением и весовым титрованием. Исходная бензойная кислота содержала около 0,05% минеральных примесей; после первой возгонки количество их снижалось до 0,002%, а после второй возгонки (для крупных кристаллов) оставалось менее 0,001% примесей.

При титровании точную навеску брикетированной бензойной кислоты, близкую к 5 г, растворяли в 100 г смеси спирта с водой. Полученный раствор титровали водным раствором гидрата окиси бария до нейтрального состояния по фенолфталеину с последующим точным определением веса израсходованного на это титрование раствора гидрата окиси бария.

Зная только истинный вес гидрата окиси бария, затраченного на титрование неопределенной навески бензойной кислоты, можно вычислить количество бензойной кислоты, отвечающей нейтральной и эквивалентной точкам титрования. Зная точную навеску бензойной кислоты, взятую для титрования, можно вычислить количество нетитрующихся в ней примесей.

Навеску бензойной кислоты около 5 г взвешивали на микровесах, которые позволяют измерять с погрешностью  $\pm 0,00005$  г, что соответствует относительной погрешности измерений  $\pm 0,001\%$ . При взвешивании около 250 г раствора гидрата окиси бария на аналитических весах, имеющих погрешность  $\pm 0,0004$  г, соответствующая относительная погрешность не превышала  $\pm 0,0002\%$ .

При титровании бензойной кислоты последняя капля раствора гидрата окиси бария окрашивает индикатор в различные оттенки от бледно- до ярко-розового цвета. Погрешность результатов титрования при этом достигает  $\pm 0,01\%$ , так как одна капля весом около 0,03 г по отношению к 250 г раствора составляет 0,012%.

Для повышения точности измерения тем же весовым методом производилось обратное титрование избыточной капли раствора гидрата окиси бария 0,01 н. раствором бензойной кислоты до момента полного обесцвечивания фенолфталеина. Таким приемом можно снизить погрешность измерения при титровании до  $\pm 0,001\%$ .

При выполнении настоящей работы были применены следующие реактивы:

- 1) вода дистиллированная свежей перегонки;
- 2) гидрат окиси бария марки ЧДА;
- 3) спирт этиловый ректификат, дважды перегнанный в аппарате из пирекса;
- 4) бензойная кислота, дважды возогнанная, фракция крупных кристаллов;
- 5) фенолфталеин марки ЧДА;
- 6) серная кислота марки ХЧ с удельным весом  $1,83 \pm 1,835$  г/см<sup>3</sup>, выпуска 1958 г.

Для титрования бензойной кислоты была использована аппаратура, исключаяющая влияние углекислоты воздуха на точность результатов измерений. На этой же установке была определена истинная концентрация раствора гидрата окиси бария абсолютным весовым методом. Схема установки изображена на рис. 2.

Чтобы удалить следы углекислоты, всю систему очистки воздуха и титрования продували лишь перед первым опытом, для чего несколько раз представляли бутылки 4 и 5 на высоту 500 мм.

Для последующих наполнений весовой бюретки 10 раствором гидрата окиси бария достаточно было извлечь иглу титрования из пробки колбы 11 и присоединить ее к сифону 9, сняв предохранительный колпачок с иглы сифона.

Титровальную колбу 11 давлением очищенного воздуха наполняли растворителем бензойной кислоты, состоящим из 30 г воды, 70 г этилового спирта, двух капель раствора гидрата окиси бария и трех капель фенолфталеина. Указанную смесь перед загрузкой брикетов бензойной кислоты нейтрализовали в колбе 11 0,01 н. раствором бензойной кислоты, которую вводили каплями шприцем 13 до обесцвечивания фенолфталеина. Закрыв кран

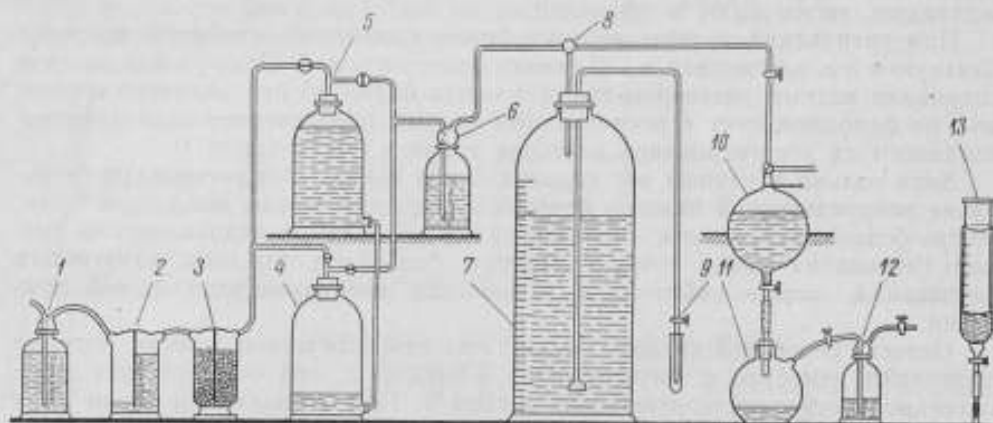


Рис. 2. Установка для титрования бензойной кислоты.

1, 2 и 3 — сосуды для поглощения  $\text{CO}_2$ ; 4 и 5 — бутылки для подачи очищенного воздуха; 6 и 12 — контрольные дроссели; 7 — бутылка с титровальным раствором; 8 — трехходовой кран; 9 — сифон с фильтром; 10 — весовая бюретка; 11 — титровальная колба; 13 — шприц с краном и иглой.

шприца, последние капли раствора выжимали из резиновой трубки, соединяющей отросток крана с иглой титрования. Так как внутренний канал иглы титрования был покрыт тонким слоем парафина, капли получались мелкими, а раствор, оставшийся в канале, поднимался в верхнюю часть резиновой трубки, обеспечивая чистоту наружной и внутренней поверхности иглы. При расчетах исходили из следующих данных:

Плотность ( $\text{г/см}^3$ ):	
разновесов стальных	7,9
» алюминиевых	2,7
стекла бюретки	2,25
тигля Шотта из стекла	2,25
» из кварца	2,21
осадка сернистого бария	4,499
брикетов бензойной кислоты	1,32
раствора гидрата окиси бария	1,007
0,01 н. раствора бензойной кислоты	1,000
Атомный вес:	
углерода	12,011
водорода	1,0080
кислорода	16,0000
бария	137,36
серы	32,066
Растворимость сернистого бария в 100 г воды (г):	
при температуре 0° С	0,00017
» » 20° С	0,00023
» » 25° С	0,00024
Константа диссоциации 0,1 н. раствора бензойной кислоты при 20° С ( $\text{г-ион/л}$ )	
	$6,3 \cdot 10^{-8}$
Средняя влажность помещения	
	60%

Результаты каждого взвешивания приводились к значению соответствующего веса в пустоте. Поправки на приведение веса к пустоте вычислялись на основании результатов измерения температуры витрины весов,



влажности и давления воздуха в помещении и температуры используемого ртутного барометра.

Рассмотрим результаты определения абсолютного значения концентрации водного раствора гидрата окиси бария. Для наполнения весовой бюретки раствором гидрата окиси бария бутылку, содержащая раствор, была соединена герметично с системой очистки воздуха от углекислоты.

Точно взвешенный с помощью весовой бюретки раствор гидрата окиси бария  $g_r$  по каплям вливали в нагретый до  $90^\circ\text{C}$  слабый раствор серной кислоты. Осадок сернокислого бария вместе с электролитом выдерживали при этой температуре  $2,5 \pm 3$  ч и после испытания полноты осаждения его промывали для удаления избытка серной кислоты. В результате предварительной сушки при  $100^\circ\text{C}$  осадок сернокислого бария спекался и его переносили из стакана в кварцевый тигель, а небольшой остаток (около  $0,1$  г) с промывной водой переносили в тигель Шотта № 4. Кварцевый тигель предварительно прокалывали при  $700^\circ\text{C}$ , а тигель Шотта сушили при  $350 \pm 400^\circ\text{C}$  до постоянного веса. Аналогично прокалывали и сушили тигли, содержащие осадок сернокислого бария  $g_c$ . Так как при последнем взвешивании тиглей поправку  $\Delta_1$  на приведение веса к пустоте следует отнести к двум веществам, имеющим различную плотность, но взвешенным совместно одними разновесами, то эту поправку вычисляли с учетом плотности обоих веществ. В результаты вносили также поправку  $\Delta_2$  на растворимость осадка сернокислого бария в фильтрате, содержащем следы серной кислоты в промывной воде.

В табл. 1 представлены результаты определения абсолютного значения концентрации раствора гидрата окиси бария (в г) весовым методом (где  $g_i$  — истинный вес сернокислого бария). Концентрация гидрата окиси бария была  $0,162677$  г-экв/л. Для удобства дальнейших измерений и вычислений в табл. 1

Таблица 1

Дата 1960 г.	$g_r$	$g_c$	$\Delta_1$	$\Delta_2$	$g_i$	$T_1$
7/VI	252,3516 <sub>5</sub>	4,79102 <sub>9</sub>	-0,001120	+0,001300	4,79120 <sub>8</sub>	0,0198655
4/VII	252,7477 <sub>5</sub>	4,79838 <sub>0</sub>	-0,001130	+0,001696	4,79894 <sub>8</sub>	0,0198664
Среднее						0,0198660

приведена величина «условного титра»  $T_1$ , которая соответствует количеству чистой бензойной кислоты (в г), оттитровываемой 1 г раствора гидрата окиси бария указанной концентрации. Воспроизводимость условного титра составляет  $\pm 0,002\%$ .

При определении весового соотношения между раствором гидрата окиси бария и  $0,01$  н. раствором бензойной кислоты, предназначенной для обратного титрования, наблюдалось уменьшение чувствительности индикатора.

Изменение окраски фенолфталеина от одной капли  $0,01$  н. раствора бензойной кислоты наиболее четко отмечается визуальным путем в колбе, содержащей  $350$  г дистиллированной воды, тогда как для такого же объема раствора, содержащего  $10$  г соли бензойнокислого бария, это изменение становится заметным от 2-3 капель такого же раствора бензойной кислоты.

В табл. 2 представлены результаты определения соотношения между весовым количеством раствора гидрата окиси бария  $g_r$  и весовым количеством  $0,01$  н. раствора бензойной кислоты  $g_0$ , затраченных в процессе нейтрализации.

Таблица 2

Опыт №	Дата	$\epsilon_r$	$\epsilon_0$	$\frac{\epsilon_r}{\epsilon_0}$	$\sigma$
10	7/IV	0,54678	9,12120	0,05995	-0,00082
11	8/IV	0,46110	7,81753	0,05898	+0,00015
12		0,40321	6,90167	0,05842	+0,00071
13	9/IV	0,47097	7,93000	0,05939	-0,00026
14		0,43166	7,33203	0,05887	+0,00026
15		0,45650	7,64758	0,05969	-0,00056
16	11/IV	0,42588	7,30631	0,05829	+0,00084
17	12/IV	0,39667	6,75734	0,05870	+0,00043
18		0,48904	8,29194	0,05898	+0,00015
19		0,55370	9,35157	0,05921	-0,00008
20	13/IV	0,60680	10,24674	0,05922	-0,00009
21		0,42065	7,02197	0,05990	-0,00077
Среднее				0,05913	0,00042

Из этой таблицы следует, что 1 г 0,01 н. раствора бензойной кислоты оттитровывает 0,05913 г раствора гидрата окиси бария.

В соответствии с полученными отклонениями  $q$  от среднего значения отношения  $g_r/g_0$  (-0,00082 и +0,00084) можно считать, что максимальная погрешность воспроизведения в этих измерениях достигает  $\pm 0,00084$  для 0,6 г раствора гидрата окиси бария. Если указанную погрешность отнести к реальному количеству раствора гидрата окиси бария, затрачиваемому при определении чистоты бензойной кислоты, то погрешность результата обратного титрования ее будет не более  $\pm 0,0004\%$ .

Таким образом, на основании полученных определений концентрации титровального раствора гидрата окиси бария и соотношения между этой концентрацией и концентрацией слабого раствора бензойной кислоты, приготовленной для обратного титрования, можно определить чистоту бензойной кислоты или всю сумму нетитрующихся в ней примесей.

Для этой цели было произведено титрование около 5 г кристаллов бензойной кислоты, растворенных в спирте с водой. Титрование производилось раствором гидрата окиси бария (около 252 г) с последующим обратным титрованием, как указано выше.

Весовое количество 0,01 н. бензойной кислоты, израсходованной для обратного титрования, было пересчитано на весовое количество раствора гидрата окиси бария с помощью найденного соотношения 0,05913 и исключено из общего веса как поправка  $-\Delta_r$ . Результаты титрования бензойной кислоты для определения ее чистоты приведены в табл. 3. В ней величины  $T_2$  условного титра являются отношением количества бензойной кислоты, взятой для титрования, к количеству гидрата окиси бария, затраченного на титрование, или весовое количество исследуемой кислоты (в г), оттитровываемой 1 г раствора гидрата окиси бария.

Из теории титрования известно, что при смещении эквивалентных количеств слабой кислоты и сильного основания в растворе будут находиться не только продукты реакции (например, в данном случае, бензойнокислый барий), но и некоторая часть не вступивших во взаимодействие молекул бензойной кислоты и ионов OH, т. е. налицо будет реакция гидролиза.

Таблица 3

Опыт №	Дата 1960 г.	$\epsilon_T$	$-\Delta\epsilon$	$\epsilon_T - \Delta\epsilon$	$\epsilon_0$	$T_1$	$\sigma$
12	6/V	251,91994	-0,063017	251,85692	5,00432	0,0198696	+0,0000002
13	7/V	251,93229	-0,081311	251,85098	5,00428	0,0198700	-0,0000002
14	9/V	251,93984	-0,073667	251,86617	5,00453	0,0198697	+0,0000001
15	11/V	251,93311	-0,085314	251,84780	5,00422	0,0198700	-0,0000002
16	12/V	251,95844	-0,101469	251,85697	5,00419	0,0198691	+0,0000007
17	13/V	251,90333	-0,065621	251,83771	5,00412	0,0198704	-0,0000006
18	18/V	251,92480	-0,076490	251,84831	5,00428	0,0198702	-0,0000004
Среднее						0,0198698	0,0000003 или 0,001 <sub>3</sub> %

Средняя квадратичная погрешность этого ряда измерений равна

$$\Delta_1 = \pm \sqrt{\frac{\sum e^2}{n-1}} = \pm 0,00000018, \text{ или } \pm 0,001\%.$$

где  $n$  — число опытов.

Раствор бензойной кислоты при действии сильного основания станет нейтральным от количества гидрата окиси бария, меньшего чем это нужно, а при эквивалентном количестве реагирующих веществ он будет уже явно щелочным. Однако при точном титровании важно дойти не до нейтральной, а до эквивалентной точки. Для слабых кислот, таких, как, например, бензойная, при сильном основании фенолфталеин дает показание начала нейтральности при  $P_H 8$ , тогда как эквивалентность достигается при  $P_H 8,9$ .

Таким образом в нашем титровании бензойной кислоты с обратным титрованием ее до обесцвечивания фенолфталеина достигается не эквивалентная точка ( $P_H 8,9$ ), а нейтральная ( $P_H 8$ ). Для внесения поправки на систематическое недотитрование бензойной кислоты было использовано уравнение [4]

$$\frac{[C_6H_5COO'] \cdot [H^+]}{[C_6H_5COOH]} = K,$$

где  $K$  — константа диссоциации 0,1 н. раствора бензойной кислоты, равная  $6,3 \cdot 10^{-5}$  г·ион/л для  $20^\circ C$ ;

$[C_6H_5COO']$  — концентрация бензоат-ионов, подвергнувшихся нейтрализации, или  $(100 - \Delta x)$  %;

$[H^+]$  — концентрация водородных ионов в конце титрования, равная  $1 \cdot 10^{-8}$  г·ион/л;

$[C_6H_5COOH]$  — концентрация бензойной кислоты, не подвергнувшейся нейтрализации,  $\Delta x$  %.

Подставляя известные значения величин в приведенное уравнение, получим поправку

$$\frac{(100 - \Delta x) \cdot 10^{-8}}{\Delta x} = 6,3 \cdot 10^{-5}, \text{ или } \Delta x = 0,0159\%.$$

Эту поправку следует внести в результаты титрования, приведенные в табл. 3, считая за 100% результаты абсолютного значения (табл. 1). Таким образом условный титр (табл. 3) после внесения поправки принимает значение 0,0198666.

Полученное значение условного титра для результатов титрования бензойной кислоты с примесями отличается от условного титра, вычисленного из абсолютных определений для бензойной кислоты без примесей, на 0,0000006, или 0,003%.

Эту разность следует отнести за счет наличия в испытуемой бензойной кислоте 0,003% нетитрующихся примесей, а чистоту ее принять равной 99,997%.

Рассмотрим погрешности, полученные в результате определения чистоты бензойной кислоты методом весового титрования. Исходя из чувствительности весов и наибольшей погрешности определения массы гирь, применявшихся при взвешиваниях, погрешность одного взвешивания на аналитических весах была принята в среднем равной  $\pm 0,0004$  г, а на микровесах  $\pm 0,00005$  г. При указанном допущении средняя квадратичная погрешность одного определения концентрации гидрата окиси бария составит  $\Delta_2 = \pm 0,001_0\%$ ; одного определения соотношения растворов гидрата окиси бария и бензойной кислоты  $\Delta_3 = \pm 0,000_0\%$  и одного определения чистоты бензойной кислоты  $\Delta_4 = \pm 0,001_0\%$ . В соответствии с приведенными величинами средняя квадратичная погрешность всех операций весового титрования  $S_1$  с учетом воспроизводимости процесса титрования  $\Delta_1 = 0,001_0$  составит

$$S_1 = \pm \sqrt{\Delta_1^2 + \Delta_2^2 + \Delta_3^2 + \Delta_4^2} = \pm 0,002_3\%.$$

Погрешность, вычисленная из экспериментальных данных воспроизводимости всех операций титрования, составит

$$S_2 = \pm 0,002_0\%.$$

Таким образом, результаты определения чистоты бензойной кислоты, полученной методом двукратной возгонки при пониженном давлении воздуха (фракции крупных кристаллов), укладываются в  $(99,997 \pm 0,003)\%$ .

### Выводы

Метод возгонки при пониженном давлении воздуха позволяет получить бензойную кислоту высокой чистоты. Установлено, что исходная бензойная кислота чистотой 99,9% после ее очистки путем двукратной возгонки достигает чистоты 99,997%.

Оценка чистоты бензойной кислоты методом весового титрования может быть произведена с погрешностью  $\pm 0,003\%$ .

Аппаратура для очистки бензойной кислоты проста, обладает надежностью в работе и позволяет осуществлять многократную возгонку и отбор фракций. Производительность очистки кислоты составляет 0,07 кг/ч.

### ЛИТЕРАТУРА

1. Россини Ф., Мейер Б., Стрейф А., Углеводороды нефти, Гостоптехиздат, 1957.
2. Frank W., Schwab and Wichers E., J. of Res. NBS, v. 25, № 6, 1940, pp. 747—757.
3. John N., Taylor and Smith S., J. of Res. NBS, Phys. Chem., v. 63A, 1959, pp. 153—159.
4. Алексеевский Е. В., Гольц Р. К., Мусакии А. И., Количественный анализ, Химиздат, 1948, стр. 221—241.

Поступила в редакцию  
21/11 1961 г.

М. Я. ГАММЕРМАН

Консультант ВНИИМ

### ТЕПЛОСЧЕТЧИК ТС-1

*В статье описывается конструкция счетчика типа ТС-1 (прибора для измерения количества тепла) и испытательного стенда для проверки теплосчетчиков; приводятся данные о некоторых погрешностях измерений*

В связи с развитием теплофикации увеличилась необходимость в инструментальном учете количества тепла, расходуемого при работе обогревательных устройств. Для решения этой задачи были сконструированы специальные приборы — теплосчетчики.

Выпускаемые в настоящее время теплосчетчики в зависимости от назначения можно подразделить на три группы [1, 2]:

1. Теплосчетчики для энергетических установок, вырабатывающих тепловую энергию, и для крупных потребителей. Приборам этой группы свойственны высокая точность измерений, наличие записывающих устройств, учет больших количеств теплоносителя. Характерным прибором является немецкий теплосчетчик фирмы «Хальвакс и Моркель». Для измерения разности температур этот прибор имеет термометры сопротивления, для измерения расхода воды — ртутный расходомер. В приборе применены электрические перемножающие и суммирующие устройства. Прибор показывает мгновенный расход тепла, расход тепла и воды за определенный промежуток времени, производит запись количества измеряемого тепла.

2. Теплосчетчики для средних и малых объектов потребления (типа жилых зданий). Погрешность измерений приборов этой группы больше, чем у первой, они рассчитаны на средние и малые расходы и, как правило, не зависят от внешних источников питания.

Характерным прибором этой группы может служить швейцарский теплосчетчик Акваметро-Саппель. Измерение разности температур осуществляется в нем с помощью жидкостного термометра, измерение расхода воды — с помощью водомера с магнитной муфтой. Перемножение и суммирование происходит механически с помощью специально профилированных зубчатых барабанов и рычагов. Прибор измеряет количество тепла, расход воды и мгновенную разность температур.

3. Теплосчетчики третьей группы служат для измерения тепла, выделяющегося на одном нагревателе. Их отличают низкая точность, простота и дешевизна. Характерный прибор этой группы — тепло-

счетчик фирмы «Бруната», использующий для измерения количества тепла испарения жидкости.

До недавнего времени в Советском Союзе теплосчетчики не производили. Оригинальная идея теплосчетчика была предложена еще в 30-х годах Л. К. Якимовым, однако должного конструктивного воплощения она не получила.

На основе этой идеи на Таллинском заводе контрольно-измерительных приборов в 1957—1958 гг. был разработан первый в СССР промышленный образец теплосчетчика типа ТС-1, являющегося типичным представителем второй группы.

### Принцип действия и упрощенный расчет прибора

Количество тепла  $Q$ , выделяемое теплоносителем в энергетической установке за промежуток времени  $\tau$ , можно выразить формулой

$$Q = c\gamma \int_0^{\tau} V (t_n - t_o) d\tau = c \int_0^{\tau} G (t_n - t_o) d\tau, \quad (1)$$

где  $c$  — удельная теплоемкость воды;

$\gamma$  — удельный вес воды;

$t_n$  — температура подаваемой (поступающей к установке) воды;

$t_o$  — температура обратной воды (отдавшей часть тепла в установке);

$V$  — объем и  $G$  — масса воды, прошедшей через установку.

В соответствии с уравнением (1) прибор для измерения количества тепла должен содержать устройство для определения расхода воды, для определения разности температур и множително-интегрирующее устройство.

Для использования существующего парка водосчетчиков и удобства контроля и монтажа описываемый теплосчетчик конструктивно расчленен на два самостоятельных узла: одним из них является общезвестный водосчетчик для горячей воды, другой узел, описываемый в настоящей статье, называется теплосчетчиком ТС-1 (рис. 1).

Функция измерения расхода воды, таким образом, осуществляется скоростным водосчетчиком, поскольку скорость вращения его стрелок пропорциональна расходу воды. Теплосчетчик измеряет расход по скорости вращения стрелки водосчетчика.

Кроме того, в теплосчетчике находится устройство для измерения разности температур и множително-интегрирующее.

Теплосчетчик ТС-1 с помощью дифференциального dilatометрического термометра измеряет разность температур подаваемой и обратной воды, перемножает эти разности на мгновенный расход воды и интегрирует (суммирует) полученные произведения во времени.

Рассмотрим работу отдельных узлов теплосчетчика.

1. Дифференциальный dilatометрический термометр, схематически изображенный на рис. 2, состоит из двух трубок 1 и 2, жестко закрепленных на стенке 3. Трубки заполняются водой, поступающей от соответствующих трубопроводов, и температура трубок изменяется в соответствии с изменениями температуры воды в трубопроводах. Под влиянием изменения температуры разность линейных удлинений трубок воздействует на короткий рычаг 4 рычажной системы и вызывает смещение относительно неподвижного указателя 7 закрепленной на конце длинного рычага 5 пластины 6 с нанесенной на ней шкалой разности температур.

Таким образом, принцип работы дифференциального dilatометрического термометра состоит в измерении разности тепловых деформаций трубок, вызванных изменением температуры циркулирующей в них воды.

Трубку, по которой циркулирует подаваемая вода, будем в дальнейшем именовать для краткости трубкой подаваемой воды, а трубку, по которой циркулирует обратная вода, — трубкой обратной воды.

Выведем уравнение работы дифференциального dilatометрического термометра. В соответствии с принципом его работы можно написать следующее уравнение:

$$\Delta l = \Delta l_n - \Delta l_o, \quad (2)$$

где  $\Delta l$  — разность удлинений трубок;  
 $\Delta l_n$  и  $\Delta l_o$  — тепловая деформация трубки подаваемой и обратной воды соответственно.



Рис. 1. Теплосчетчик ТС-1.

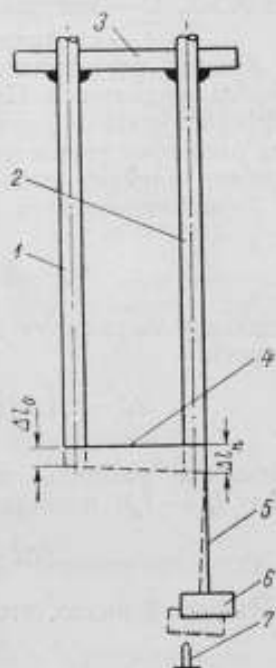


Рис. 2. Схема дифференциального dilatометрического термометра.

Тепловая деформация трубок подаваемой и обратной воды равна

$$\left. \begin{aligned} \Delta l_n &= \alpha_n l_n (t_n - t_n), \\ \Delta l_o &= \alpha_o l_o (t_o - t_n), \end{aligned} \right\} \quad (3)$$

где  $l_n$  и  $l_o$  — длина трубки подаваемой и обратной воды соответственно;  
 $\alpha_n$  и  $\alpha_o$  — коэффициент линейного удлинения трубки подаваемой и обратной воды соответственно;  
 $t_n$  — начальная температура.

Введем теперь следующие упрощающие предположения:

а) при начальной температуре  $t_n$  длина трубки подаваемой воды равна длине трубки обратной воды:

$$l_n = l_o = L \text{ при } t_n = t_o = t_n;$$

б) температура, принимаемая трубками, равна температуре циркулирующей в трубках воды, а коэффициенты линейного расширения трубок одинаковы.

Указанные предположения несколько изменяют количественную оценку процесса, но дают правильную качественную картину.

Подставляя значения  $\Delta l_n$  и  $\Delta l_o$  из уравнений (3) в выражение (2) и принимая во внимание предположения а) и б), получим

$$\Delta l = L [\alpha_n (t_n - t_o) - \alpha_o (t_o - t_n)]. \quad (4)$$

В уравнении (4)  $\alpha_n \neq \alpha_o$ , так как температурные интервалы, в которых происходят тепловые деформации трубок, не равны.

Средний коэффициент линейного расширения определяется как функция температуры вида

$$\alpha = A + B\bar{t} + C\bar{t}^2 + \dots, \quad (5)$$

где  $A, B, C$  — постоянные;

$\bar{t}$  — средняя температура интервала.

Каждая последующая постоянная в формуле (5) примерно в 1000 раз меньше предыдущей. По условиям работы разность температур, измеряемая дифференциальным дилатометрическим термометром, не превосходит 100 град. Для расчетов с точностью 0,1% в этом случае достаточно ограничиться двумя первыми членами ряда (5).

Трубки термометра сделаны из одного материала, поэтому

$$\alpha_n = A + B \frac{t_n - t_o}{2}; \quad \alpha_o = A + B \frac{t_o - t_n}{2}.$$

Подставим выражения для  $\alpha_n$  и  $\alpha_o$  в формулу (4) и после преобразований получим

$$\Delta l = L \left[ A (t_n - t_o) + \frac{B}{2} (t_n^2 - 2t_n t_o + 2t_o t_n - t_o^2) \right].$$

Обозначая разность температур подаваемой и обратной воды через  $\Delta t$  ( $\Delta t = t_n - t_o$ ), последнее выражение можно написать в следующем виде:

$$\Delta l = \left[ LA + \frac{LB}{2} (t_n + t_o - 2t_n) \right] \Delta t. \quad (6)$$

Из рис. 2 видно, что смещение  $a$  шкалы относительно указателя равно

$$a = \Delta l \frac{R}{e},$$

где  $R$  — длина большего рычага;

$e$  — длина меньшего рычага.

Подставляя  $\Delta l$  из выражения (6) в последнее выражение, будем иметь

$$a = \frac{ARL}{e} \Delta t + \frac{BRL}{2e} \Delta t (t_n + t_o - 2t_n). \quad (7)$$

Поскольку  $A, B, L, R, e$  для каждого изготовленного и отрегулированного термометра постоянны, перепишем выражение (7) в следующем виде

$$a = [A_1 + B_1 (t_n + t_o - 2t_n)] \Delta t, \quad (8)$$

где

$$A_1 = \frac{ARL}{e} \quad \text{и} \quad B_1 = \frac{BRL}{2e}.$$

Выражение (8) представляет собой уравнение работы дифференциального дилатометрического термометра теплосчетчика ТС-1.



2. Множительно-интегрирующее устройство, схема которого изображена на рис. 3, состоит из фрикционного диска 1, находящегося на оси 4, ведущего колеса 2, роликового счетчика 3, поводка 6 и пальца 5.

Скорость вращения колеса 2, находящегося во фрикционном сцеплении с диском, определяется расстоянием колеса от центра диска и скоростью вращения последнего. Таким образом, этот механизм представляет собой лобовой фрикционный вариатор.

Принцип работы множительно-интегрирующего устройства теплосчетчика состоит в определении с помощью счетчика 3 числа оборотов колеса, мгновенная скорость которого пропорциональна произведению разности температур на расход воды.

Выведем уравнение работы множительно-интегрирующего устройства. Если пренебречь тем обстоятельством, что зона контакта колеса с диском представляет собой площадку, а также наличием проскальзывания, то можно записать

$$v_k = v_d,$$

где  $v_k$  — скорость точки касания колеса;  
 $v_d$  — скорость точки диска, в которой происходит касание.

Эти скорости соответственно равны

$$v_k = r\omega_k \text{ и } v_d = a\omega_d,$$

где  $a$  — расстояние от центра диска до точки касания колеса;

$\omega_k$  и  $\omega_d$  — угловая скорость колеса и диска соответственно;

$r$  — радиус колеса.

Тогда

$$r\omega_k = a\omega_d \text{ и } \omega_k = \frac{a\omega_d}{r}.$$

Угол  $\varphi$  поворота ведущего колеса за время  $\tau$  будет равен

$$\varphi = \int_0^{\tau} \omega_k d\tau = \int_0^{\tau} \frac{a\omega_d}{r} d\tau = \frac{1}{r} \int_0^{\tau} a\omega_d d\tau. \quad (9)$$

Определение угла поворота производится по роликовому счетчику. Показание счетчика  $Q_\tau$  будет равно

$$Q_\tau = \varphi_2 - \varphi_1. \quad (10)$$

где  $\varphi_1$  и  $\varphi_2$  — соответственно начальное и конечное значение угла поворота  $\varphi$ , выраженное в долях оборотов роликов роликового счетчика.

Показания счетчика будут пропорциональны количеству тепла, если величины, входящие в подынтегральную часть выражения (9) будут: одна — функцией разности температур, другая — расхода. Действительно, счетчик с ведущим колесом закреплен на конце большого рычага дифференциального термометра, благодаря чему расстояние  $a$  колеса от центра диска пропорционально разности температур подаваемой и обратной воды; в то же время скорость фрикционного диска, связанного через поводок и палец с большой стрелкой водосчетчика, равна скорости вращения большой стрелки, т. е. пропорциональна расходу воды.

Подставляя значение  $a$  из выражения (8) в выражение (9), получим уравнение

$$\varphi = \frac{1}{r} \int_0^{\tau} [A_1 + B_1(t_n + t_o - 2t_u)] \Delta t \omega_d d\tau. \quad (11)$$

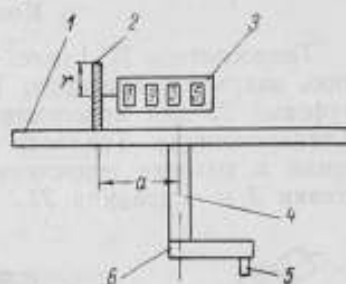


Рис. 3. Схема множительно-интегрирующего устройства.

Подставив выражение (11) в выражение (10), получим после преобразований уравнение работы теплосчетчика ТС-1

$$Q_T = [A_2 n_d + \bar{B}_2 n_d (\bar{t}_n + \bar{t}_o - 2t_n)] \Delta t, \quad (12)$$

где

$$A_2 = \frac{A_1}{\tau}; \quad B_2 = \frac{B_1}{\tau};$$

$n_d = \omega_d \tau$  — число оборотов диска;

$\bar{t}_n, \bar{t}_o$  — соответственно средняя за время измерений температура подаваемой и обратной воды.

Постоянные  $A_2$  и  $B_2$  для теплосчетчика рассчитаны так, чтобы показания прибора получались в тепловых единицах, что значительно облегчает использование прибора.

### Конструкция теплосчетчика

Теплосчетчик ТС-1 (рис. 4) представляет собой сварную рамную конструкцию, закрытую кожухом. Трубки термометра теплосчетчика оканчиваются муфтами 22 для присоединения к импульсным линиям, подводящим воду к теплосчетчику. Теплосчетчик имеет соединительное кольцо 16 для закрепления в головке водосчетчика. Рама теплосчетчика состоит из передней стенки 3 и основания 21.

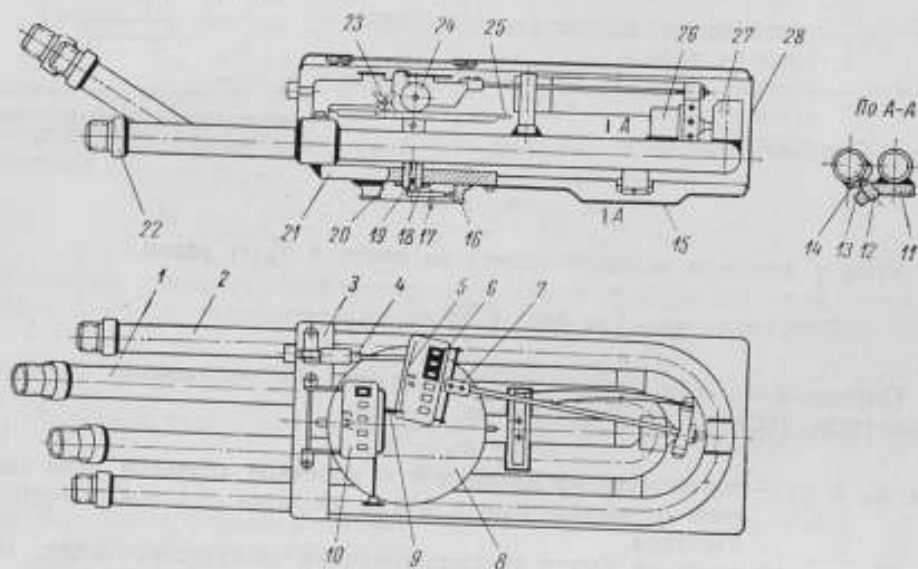


Рис. 4. Схема теплосчетчика.

К стенке 3 приварены две U-образные трубки дилатометрического термометра. К трубке подаваемой воды 1 приварены хомуты 11 и призмодержатель 26, в который запрессована двойная призма. К трубке обратной воды 2 приварены два воротника 14 и держатель упора 27. Стержень 7, являющийся большим рычагом рычажной системы, выполнен из двух шарнирно соединенных частей, что позволяет прибору выдерживать перегрузки. Изменяя длину малого рычага, можно регулировать показания теплосчетчика. На конце стержня находится счетчик тепла 6 с ведущим колесом 24.

Механизм теплосчетчика закрыт кожухом. Дно 15 и корпус 28 кожуха соединены шарнирно. Кожух крепится к основанию теплосчетчика винтами, имеющими отверстия для пломбирования.

Для фиксирования положения подвижных частей при транспортировке предусмотрен арретир 4, состоящий из стержня и винта. Арретир завинчивается в кронштейн через отверстие в кожухе. При этом конец стержня арретира входит в отверстие на корпусе счетчика тепла и запирает его.

В процессе работы задний упор 2 (рис. 5), смещаясь относительно двойной призмы 6 ввиду различной тепловой деформации трубок, передает движение качающейся промежуточной призмы 3. Последняя своей вершиной входит во впадину подушки 4, которая установлена в паз двойной подушки 5. Подушки могут качаться вокруг двойной призмы. Расстояние между точками контакта подушек с призмами является коротким рычагом рычажной системы, длину которого можно регулировать при помощи винтов 1, а длинным рычагом — стержень 7.

Для создания непрерывного контакта между звеньями кинематической цепи служит пружина 8, опирающаяся на неподвижный упор 9.

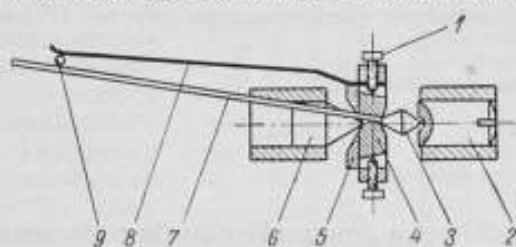


Рис. 5. Кинематическая схема призмного угла.

Параллельность движения труб обеспечивается двумя подшипниками, которые состоят из закаленных винтов-подшипников 12 (рис. 4), ввернутых в хомут трубки 1, и заклепок-подшипников 13, впрессованных в воротники трубки 2.

Стабильное положение заднего упора обеспечивается краской, а винтов-подшипников — стяжными болтами с гайками. Диапазон движения стержня определяется положением ограничителя.

К основанию 21 гайкой прикреплена втулка передачи 20. В подшипниках втулки передачи вращается валик передачи 19, на нем находится планка 18, в которой винтом закреплен палец 17. Вылет пальца можно регулировать. Палец служит для передачи вращения фрикционному диску от большой стрелки водосчетчика. Валик передачи запрессован в бобышку фрикционного диска. На держатель наложено матированное стекло, закрепленное прижимным кольцом. Между стеклом и держателем находится фетровая прокладка.

На ободе фрикционного диска 8 находятся два выступа-толкателя 25, набегающих при вращении диска на лучи звездочки 23, которая является ведущим звеном счетчика воды 10. К счетчику прикреплена неподвижная стрелка 9, а на циферблате счетчика тепла нанесена шкала разностей температур 5.

Выпускаемый теплосчетчик имеет для счетчиков количества тепла и воды цену деления, рассчитанную на случай установки с водосчетчиком, у которого один оборот большой стрелки соответствует пропуску  $0,1 \text{ м}^3$  воды. В случае использования водосчетчиков, у которых один оборот большой стрелки соответствует 1 или  $10 \text{ м}^3$  воды, следует в отсчет вводить коэффициент 10 или 100, т. е. при одном обороте большой стрелки входящего в комплект водосчетчика, соответствующем пропуску  $0,1 \text{ м}^3$  воды, показания счетчиков тепла и воды следует умножить на 1, при  $1,0 \text{ м}^3$  умножить на 10 и при  $10,0 \text{ м}^3$  умножить на 100.

#### Техническая характеристика теплосчетчика ТС-1

1. Температура воды в сети теплоносителя, °С: подаваемой	30—150
обратной	30—70
2. Максимальное эксплуатационное давление в сети теплоносителя, кгс/см <sup>2</sup>	12
3. Пределы измерения разности температур $\Delta t$ подаваемой и обратной воды, град	0—100
4. Шкала разности температур, град: цена деления	2
погрешность показаний	$\pm 2$
5. Верхний предел показаний счетчика: воды, м <sup>3</sup>	10 000
тепла, Гкал	1 000
6. Максимальная погрешность показаний счетчика тепла при $\Delta t = 20 \rightarrow 100$ град (без водосчетчика), %	$\pm 4^*$
7. Погрешность показаний при $\Delta t = 0 \rightarrow 20$ град не нормируется	—
8. Счетчик выдерживает кратковременную нагрузку $\Delta t$ , град: положительную	+ 120
отрицательную	- 20
9. Габаритные размеры, мм: длина со штуцером	515
высота » »	165
ширина	145
10. Вес (кг), не более	6

Теплосчетчик работает в комплекте с любым объемным или скоростным водосчетчиком для горячей воды.

#### Испытательный стенд ИСТ-3Э

Экспериментальные работы по изучению погрешностей теплосчетчика производились на специальном стенде ИСТ-3Э, сконструированном и построенном на заводе.

Испытательный стенд ИСТ-3Э представляет собой двухконтурный циркуляционный термостат, снабженный блоками условного расхода. Регулировка температуры воды в контурах независимая. Стенд позволяет создавать в теплосчетчике температурные режимы, соответствующие возникающим в процессе эксплуатации.

Как отмечено выше, измерение расхода воды при эксплуатации теплосчетчика производится комплектным водосчетчиком. Во время испытаний на стенде вместо водосчетчика работает блок условного расхода, стрелка которого вращает фрикционный диск теплосчетчика. Возможность точного измерения количества оборотов стрелки блока условного расхода позволяет значительно уменьшить погрешность в определении условного количества тепла.

Испытания на стенде производятся путем сравнения количества тепла, измеренного теплосчетчиком, с условным количеством тепла, рассчитанным при перемножении разности температур воды в контурах на условный расход.

Испытательный стенд состоит из: а) гидравлической системы; б) системы электрооборудования; в) блоков условного расхода; г) электронного терморегулятора.

Стенд, схематически изображенный на рис. 6, содержит два конструктивно одинаково выполненных контура, в каждом из которых можно поддерживать стабильную температуру в диапазоне от 30 до 150° С. Разность температур воды в контурах соответствует разности температур подаваемой и обратной воды во время работы теплосчетчика.

\* По специальному заказу прибор может быть изготовлен с повышенной точностью ( $\pm 2,5\%$ ) и расширенными пределами измерения.

Каждый контур состоит из термостатирующего бачка 1, к которому патрубками 10 с помощью накидных гаек присоединяется испытываемый теплосчетчик 9. В получающихся таким образом замкнутых контурах (при закрытых кранах) вода не кипит при температурах, доходящих до 150° С.

Необходимый температурный режим в контурах создается электронагревателями 4, помещенными в медных стаканах. Эти медные стаканы впаяны в верхние крышки термостатирующих бачков. При температуре от 30 до 50° С используются охладители 5.

Циркуляция воды в замкнутом контуре обеспечивается центробежным насосом 7. Вода от него поступает в термометрический стакан, в котором расположена медная гильза 12, заполненная маслом. В гильзу погружается до уровня измеряемой отметки термометр 13. Измерения производятся термометрами с ценой деления 0,1 град. Пройдя стакан, вода по патрубкам подводится к трубкам теплосчетчика и возвращается в бачок.

Стенд снабжен рядом вспомогательных устройств: индикаторами 11 уровня воды в бачках, манометрами 2, предохранительными клапанами 3 и кранами.

Регулировка температуры производится электронным терморегулятором, чувствительным элементом которого является термистор 6, расположенный у всасывающего отверстия центробежного насоса. Если температура в контуре становится ниже заданной, терморегулятор включает сильноточное реле, закорачивающее дополнительное сопротивление в цепи нагревателей; благодаря этому ток через нагреватели увеличивается, и температура поднимается. Колебания температуры воды в контурах при работе терморегулятора не превышают  $\pm 0,1$  град. Блок условного расхода 8 обеспечивает скорость вращения фрикционного диска 2 об/мин (эквивалентно расходу 12 м<sup>3</sup>/ч для водосчетчика калибром 40 мм) и точную остановку после заданного числа оборотов.

Работа на стенде производится следующим образом. Подключив теплосчетчик и установив заданный температурный режим в контурах, записывают начальные показания счетчиков тепла и воды теплосчетчика, после чего включают блок условного расхода. Во время работы этого блока записывают показания термометров, измеряющих температуру воды в контурах, с периодичностью 1 отсчет в минуту. Когда цикл работы блока закончится, вновь записывают показания счетчиков тепла и воды и производят необходимые расчеты.

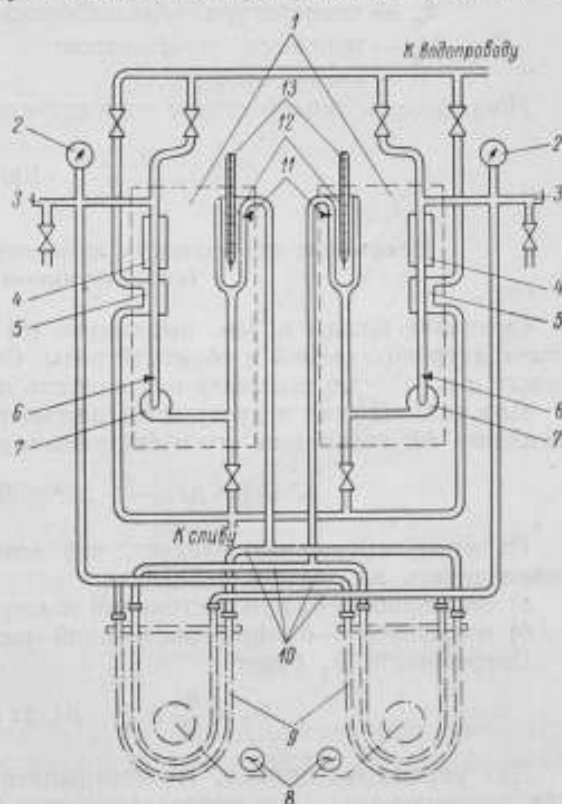


Рис. 6. Схема стенда ИСТ-3Э.

Условное количество тепла определяется по формуле

$$Q_y = 0,1m \left( \frac{\sum_1^n t_{ni}}{n} + \delta_{\tau_1} - \frac{\sum_1^n t_{oi}}{n} + \delta_{\tau_2} \right),$$

где  $m$  — число оборотов блока условного расхода;  
 $t_{ni}$  — температура подаваемой воды;  
 $t_{oi}$  — температура обратной воды;  
 $\delta_{\tau_1}, \delta_{\tau_2}$  — поправки термометров;  
 $n$  — число отсчетов.

Погрешность теплосчетчика определяется по формуле

$$\delta = \frac{Q_{\tau} - Q_y}{Q_y} \cdot 100 | \% |.$$

#### Некоторые погрешности измерений количества тепла теплосчетчиком ТС-1

Смещение шкалы  $a$  [см. выражение (8)] определяет значение разности температур подаваемой и обратной воды. Отсутствие линейной зависимости между  $a$  и  $\Delta t$  будет вызывать погрешность при измерении количества тепла.

Для анализа этих погрешностей рассмотрим уравнение (6), определяющее величину  $\Delta l$ ; перепишем его в следующем виде:

$$\Delta l = LA \Delta t + \frac{BL}{2} \Delta t^2 + BL \Delta t (t_o - t_n).$$

Из этого выражения следует, что возникающую погрешность можно подразделить на две составляющие:

- а) погрешность  $\delta_1$  при постоянной температуре обратной воды  $t_o = \text{const}$ ;
  - б) погрешность  $\delta_2$  при постоянной разности температур  $\Delta t = \text{const}$ .
- Погрешность  $\delta_1$  будет

$$\delta_1 = \frac{BL}{2} \Delta t^2 + BL \Delta t (t_o - t_n).$$

Для упрощения примем, что коэффициент линейного расширения  $\alpha = A$  при температуре  $t_o$ , что справедливо при  $t_o = t_n$ . Тогда

$$\delta_1 = \frac{BL}{2} \Delta t^2,$$

т. е. при постоянной температуре обратной воды погрешность  $\delta_1$  пропорциональна квадрату разности температур подаваемой и обратной воды.

В табл. 1 приводятся данные о свойствах некоторых материалов, пригодных для изготовления труб дилатометрического термометра.

Таблица 1

Материал	$A \cdot 10^6$	$B \cdot 10^6$	$\alpha_{20}^{100} \cdot 10^6$
Ст. 10	10,8	0,02	11,6
Ст. 20	10,8	0,02	11,1
Ст. 30X	13,48	-0,002	13,4
Медь М3	16,1	0,008	16,5

На рис. 7 приведены расчетные зависимости значений  $\delta_1$  при использовании различных материалов для dilatометрического термометра с линейной шкалой ( $L = 200$  мм).

Погрешность  $\delta_2$  при постоянной разности температур подаваемой и обратной воды определим, вычислив разность линейных удлинений трубок, когда  $t_{n1} - t_{o1} = t_{n2} - t_{o2}$ :

$$\delta_2 = \Delta l_1 - \Delta l_2 = AL \Delta t + \frac{BL}{2} \Delta t^2 + BL \Delta t (t_{o1} - t_n) - AL \Delta t - \\ - \frac{BL}{2} \Delta t^2 - BL \Delta t (t_{o2} - t_n) = BL \Delta t (t_{o1} - t_{o2}).$$

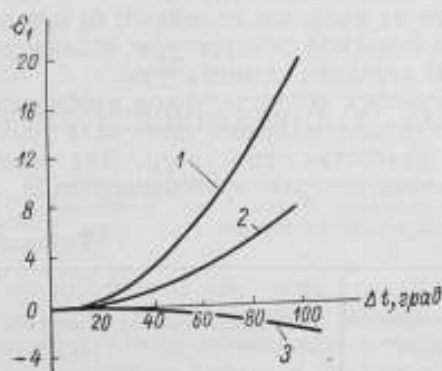


Рис. 7. График зависимости  $\delta_1 = f(\Delta t)$  при  $t_o = \text{const}$ .

1 — Ст. 10; 2 — техническая медь; 3 — Ст. 30X.

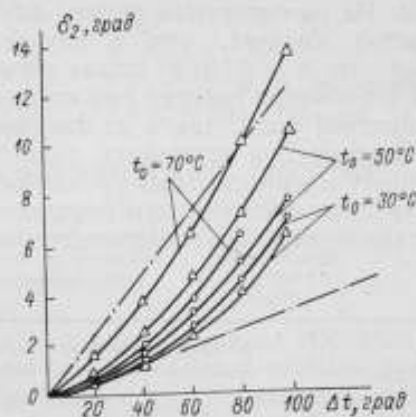


Рис. 8. Погрешности показаний теплосчетчика.

$\Delta$  — расчетные кривые;  $\circ$  — фактические кривые; — — — границы поля допуска.

Как видно из этого выражения,  $\delta_2$  пропорциональна разности температур обратной воды и зависит от постоянной  $B$  в выражении для коэффициента линейного расширения (5).

На рис. 8 приведены расчетные и фактические кривые погрешностей  $\delta_2$  dilatометрического дифференциального термометра теплосчетчика ТС-1, у которого трубки изготовлены из Ст. 10.

По техническим условиям температура обратной воды, измеряемая теплосчетчиком, может лежать в пределах от 30 до 70° С. Из рис. 8 видно, что значения погрешности измерения количества тепла для нормально действующего прибора должны лежать в области, ограниченной снизу кривой  $t_o = 30^\circ \text{C}$  и сверху  $t_o = 70^\circ \text{C}$ .

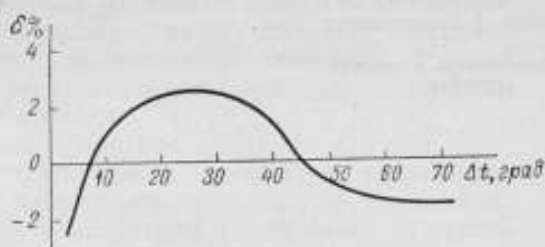


Рис. 9. Кривая погрешностей показаний тепломера Якимова [3].

В литературе [3] встречается кривая погрешностей показаний тепломера Якимова (рис. 9). Этот тепломер также имел dilatометрический дифференциальный термометр. Следовательно, как показывают приведенные выше расчеты и эксперименты с теплосчетчиком ТС-1, значения погрешностей

измерения количества тепла должны лежать в области, ограничиваемой кривыми погрешностей при минимальной и максимальной температуре обратной воды, и не могут описываться одной кривой.

### Заключение

1. Разработанный и выпускаемый Таллинским заводом измерительных приборов теплосчетчик типа ТС-1 является первым в СССР промышленным прибором для измерения количества тепла, которое расходуется в системах, снабжаемых из теплоцентралей.

Внедрение теплосчетчиков будет содействовать упорядочению учета количества тепла и расчетов с потребителями.

2. Из рассмотрения работы dilatометрического дифференциального термометра следует, что, в случае применения для трубок материалов, у которых  $\alpha = f(t)$ : а) шкала термометра не является линейной; б) показания термометра зависят как от разности значений температуры подаваемой и обратной воды, так и от фактического значения температуры.

Поэтому при аттестации dilatометрических теплосчетчиков необходимо их проверять в отдельных точках реально осуществляемого интервала температур теплоносителя при определенных разностях температур. Для теплосчетчиков типа ТС-1 рекомендуемые условия проверки приведены в табл. 2.

Таблица 2

Температура воды, град		Разность температур, град
подаваемой	обратной	
50	30	20
70	30	40
150	70	80

### ЛИТЕРАТУРА

1. Neitz H., Wärmemengenmesser, Heiz.—Lüft.—Haustechnik, № 9, 1958.
2. Fournal A. and Lacroix P., The Measurement of Heat Supply for Group Heating. The Industrial Heating Engineer, Air Conditioning and Ventilation, № 17, 1955, p. 111—116.
3. Соколов Е. Я., Громов Н. К., Сафонов А. П., Эксплуатация тепловых сетей, Госэнергоиздат, 1955.

Поступила в редакцию  
3/III 1961 г.



В. Д. МИКИНА  
ВНИИМ

### ТЕРМОРЕГУЛИРОВАНИЕ В КАЛОРИМЕТРИЧЕСКОЙ СИСТЕМЕ

*В статье приведен расчет допустимых колебаний температуры оболочки калориметра при точных калориметрических измерениях и результаты изучения трех схем терморегулирования*

В калориметрах сжигания твердых и жидких веществ водная оболочка, окружающая сосуд с бомбой, поддерживается при постоянной температуре (изотермическая оболочка) или ее температура изменяется так, что в каждый момент она весьма близка к температуре сосуда (адиабатическая оболочка).

В случае изотермической оболочки изменение скорости теплообмена между сосудом и оболочкой связано только с изменениями температуры сосуда, так как температура оболочки постоянна. В случае адиабатической оболочки теплообмен исключается или уменьшается до минимума. В соответствии с этим необходимо решать задачи термостатирования и регулирования температуры оболочки калориметра.

Каждый калориметрический опыт, как правило, проводится в интервале 2 град. Область температур, в которой проводятся калориметрические опыты сжигания, лежит в пределах  $19 \div 27^\circ \text{C}$ . Температура изотермической оболочки может поддерживаться ниже или выше температуры опыта или равной середине этого интервала. Таким образом, возникает задача термостатирования оболочки калориметра при любой температуре из указанного интервала температур ( $19 \div 27^\circ \text{C}$ ). Температуру адиабатической оболочки, которая изменяется в соответствии с температурой сосуда, необходимо в общем случае регулировать также в этих пределах.

В зависимости от температуры помещения возможны два случая:

- 1) температура оболочки может быть ниже температуры помещения;
- 2) температура оболочки может быть выше температуры помещения.

Если температура оболочки ниже температуры помещения, то теплообмен калориметра с окружающей средой повышает температуру оболочки, если выше — то понижает. Поэтому в термостатирующем устройстве необходимо предусмотреть как нагреватель, так и охлаждающий элемент. Когда эффект теплообмена состоит в потере тепла оболочкой, действие охлаждающего элемента заменяется естественным охлаждением.

Оболочка калориметра не только испытывает влияние окружающей среды, но и обменивается теплом с калориметрическим сосудом, что следует учитывать. Влияние сосуда почти исключается в начальном и конечном

периодах опыта, когда температурный ход сосуда мал и постоянен. Оно увеличивается в главном периоде, когда температурный ход сосуда увеличивается в десятки раз.

Рассмотрим вопрос об определении точности, с которой необходимо термостатировать или регулировать оболочку калориметра в зависимости от требований, предъявляемых к калориметру по точности измерений.

Если измерение температуры в калориметрическом опыте производится с погрешностью  $\pm 0,0001$  град, то и поправка на теплообмен при изотермической оболочке должна изменяться не более  $\delta(\Delta t) = \pm 0,0001$  град.

При точных калориметрических измерениях поправку на теплообмен вычисляют по известной формуле Пфаундлера — Усова

$$\Delta t = \frac{v_n - v_0}{\Theta_n - \Theta_0} \left[ \frac{\theta_0 + \theta_n}{2} + \sum_{i=1}^{n-1} \theta_i - n\Theta_0 \right] + nv_0, \quad (1)$$

где  $v_0$  и  $v_n$  — температурный ход в начале и конце опыта;  
 $\Theta_0$  и  $\Theta_n$  — средние температуры начального и конечного периодов;  
 $\theta_0$  и  $\theta_n$  — начальная и конечная температура главного периода опыта.

В выражение (1) в явном виде не входит температура оболочки  $T$ , но начальный  $v_0$  и конечный  $v_n$  ходы, входящие в это выражение, зависят от  $T$  следующим образом:

$$v_0 = f_0(\theta_0 - T); \quad (2)$$

$$v_n = f_n(\theta_n - T). \quad (3)$$

Решая совместно уравнения (1)–(3), можно получить зависимость температурной поправки на теплообмен от температуры оболочки в следующем виде:

$$\Delta t = f(\theta - T).$$

Продифференцировав это уравнение, получим

$$\delta(\Delta t) = f'(\Delta T),$$

где  $\Delta T$  — точность поддержания температуры оболочки.

Уравнения (2) и (3) можно получить эмпирически в графическом виде. В этом случае следует найти полный дифференциал  $\delta(\Delta t)$  величины  $\Delta t$ , выраженной уравнением (1):

$$\begin{aligned} \delta(\Delta t) = & \left\{ n - \frac{1}{\Theta_n - \Theta_0} \left[ \frac{\theta_0 + \theta_n}{2} + \sum_{i=1}^{n-1} \theta_i - n\Theta_0 \right] \right\} \Delta v_0 + \\ & + \left\{ \frac{1}{\Theta_n - \Theta_0} \left[ \frac{\theta_0 + \theta_n}{2} + \sum_{i=1}^{n-1} \theta_i - n\Theta_0 \right] \right\} \Delta v_n. \end{aligned} \quad (4)$$

Перепишем равенство (4) в виде

$$\delta(\Delta t) = a\Delta v_0 + b\Delta v_n, \quad (5)$$

где

$$a = \left\{ n - \frac{1}{\Theta_n - \Theta_0} \left[ \frac{\theta_0 + \theta_n}{2} + \sum_{i=1}^{n-1} \theta_i - n\Theta_0 \right] \right\};$$

$$b = \left\{ \frac{1}{\Theta_n - \Theta_0} \left[ \frac{\theta_0 + \theta_n}{2} + \sum_{i=1}^{n-1} \theta_i - n\Theta_0 \right] \right\}.$$

В первом приближении можно считать, что изменения температурного хода калориметра в начальном периоде  $\Delta v_0$  и в конечном периоде  $\Delta v_n$  при одном и том же изменении температуры оболочки в конечном и начальном периодах равны между собой, т. е.

$$\Delta v_0 = \Delta v_n.$$

В этом случае выражение (5) можно представить в виде

$$\delta(\Delta t) = (a + b) \Delta v = n \Delta v,$$

где  $n$  — число полминутных промежутков главного периода.

Из последнего выражения следует, что

$$\Delta v = \frac{1}{n} \delta(\Delta t). \quad (6)$$

Для калориметра ВНИИМ  $n = 20$ . Как было показано выше, погрешность поправки на теплообмен должна иметь значение  $\delta(\Delta t) = \pm 0,0001$  град. Тогда в соответствии с выражением (6) погрешность температурного хода (начального и конечного) будет равна

$$\Delta v = \pm 5 \cdot 10^{-4} \text{ град/полмин.}$$

Опытным путем можно определить зависимость температурного хода от разности температур между оболочкой и калориметрическим сосудом. Для калориметра ВНИИМ

$$\frac{\delta v}{\delta T} = 0,0017 \text{ 1/полмин.}$$

Тогда колебания температуры в оболочке можно вычислить следующим образом:

$$\Delta T = \Delta v / \frac{\delta v}{\delta T} = \pm 0,003 \text{ град.}$$

Таким образом, точность поддержания температуры оболочки прецизионного калориметра — порядка тысячных долей градуса и может быть вычислена по приведенным выше формулам точно для любого калориметра.

Полученный вывод справедлив при соблюдении следующих условий:

- а) теплообмен калориметрического сосуда с помещением в несколько раз меньше теплообмена с оболочкой, и поэтому температурный ход калориметрического сосуда обусловлен главным образом теплообменом с оболочкой;
- б) теплота перемешивания постоянна в каждом периоде опыта;
- в) испарение сосуда сведено к минимуму.

Большое разнообразие схем терморегулирования изотермических и адиабатических оболочек не позволяет подробно останавливаться на всех схемах — можно рассмотреть только принципы, на которых основаны эти схемы. Каждая терморегулирующая схема имеет следующие элементы:

- 1) чувствительный элемент (датчик), регистрирующий температуру и входящий в измерительное устройство. Измерительное устройство обычно представляет мостовую или компенсационную схему измерений;
- 2) усилительное устройство, связанное с исполнительным элементом;
- 3) исполнительный элемент, назначение которого состоит в том, чтобы нагревать или охлаждать терморегулируемый объем в зависимости от сигналов с усилительного устройства.

Чувствительными элементами в наиболее точных терморегулирующих схемах могут быть ртутноконтактные термометры, термопары, термисторы, платиновые термометры сопротивления, газовые термометры. Каждый датчик применяется в соответствии с требованием к схеме, прежде всего по точности, а также в соответствии с его сложностью, а иногда и с размерами.

По чувствительности и стабильности наилучшими датчиками являются платиновые термометры сопротивления. Схемы с платиновыми термометрами сопротивления обеспечивают точность регулирования  $\pm 0,001$  град и выше [1, 2]. Применение калориметрических платиновых термометров сопротивления ограничивается отчасти тем, что в стране они не выпускаются.

Очень часто применяются схемы терморегулирования, в которых в качестве датчиков используются термобатареи из нескольких спаев. Такие схемы обеспечивают точность регулирования  $\pm 0,002$  град [3—5]. Точность их ограничивается зависимостью чувствительности гальванометра от сопротивления термобатареи, т. е. от числа термопар в ней. Увеличение же сечения термопар с целью уменьшения их общего сопротивления повлечет за собой увеличение тепловой инерции. Кроме того, термобатареи недостаточно стабильны по чувствительности и требуют вследствие этого постоянной их поверки и корректировки положения равновесия схемы.

Очень распространены схемы с ртутноконтактными терморегуляторами [6, 7]. Чувствительность их зависит от размера резервуара со ртутью и диаметра капилляра между контактами. У нас в стране при точных измерениях применяются специальные ртутноконтактные терморегуляторы, которые изготавливаются с чувствительностью, равной тысячным долям градуса.

В последнее время в схемах терморегулирования широко применяются также термисторы [8—10]. Однако их стабильность неудовлетворительна при точных измерениях.

Газовые ртутноконтактные термометры применяются очень редко из-за их сложной конструкции и неудобства в обращении. С помощью такого термометра, наполненного толуолом, получали точность термостатирования около  $\pm 0,001$  град [11, 12].

Второй элемент терморегулирующего устройства — реле обычно рассматривается с точки зрения его инерционности и величины тока, задаваемого в регулируемый объем.

Как правило, слаботочное реле, получая сигнал от датчика, управляет сильноточным реле, которое подает в свою очередь сигналы в систему, нагревающую или охлаждающую рабочий объем. В настоящее время часто применяются электронные реле, которые включают в себя электронные лампы (вакуумные триоды [11], тиратроны) и являются практически безынерционными.

Использование ламп-тиратронов, наполненных нейтральным газом, имеет то преимущество, что их анодный ток может быть достаточно велик и может непосредственно питать нагревательный элемент. Схемы с тиратронами работают на принципе фазового сдвига.

Одной из схем, обеспечивающих высокую точность терморегулирования, является фотоэлектрическая. С такими схемами получены точности  $\pm 0,001$  град и выше [1, 3, 13].

В работе [14] описана схема, в которой сигнал датчика усиливается электронными лампами и затем подается на тиратрон.

Система нагрева или охлаждения в схеме терморегулирования действует либо периодически, либо непрерывно. Схемы с попеременной подачей холодной и горячей воды [10] не оправдывают себя по точности ( $\pm 0,05$  град). Непрерывную подачу тепла в систему за счет уменьшения или увеличения тока, а не прерывания его, можно обеспечить или электронной схемой [14], или схемой, построенной на сопротивлениях, которые могут включаться или выключаться параллельно друг другу [11, 13].

Таким образом, на основании изложенного можно сделать следующие выводы.

1. Для обеспечения высокой точности терморегулирования необходим чувствительный и стабильный датчик. Лучшим датчиком может служить платиновый термометр сопротивления. Для осуществления изотермической оболочки платиновый термометр можно включить в одно из плеч моста, уравновесить плечи моста, а разность напряжения, возникающую при выходе моста из равновесия за счет отклонения температуры оболочки, подать на чувствительный индикатор. Если необходимо осуществить адиабатический режим калориметрической системы, то в плечи моста включаются два термометра сопротивления — термометр сосуда и термометр оболочки. При появлении разности в температурах, измеряемых платиновыми термометрами, мост выходит из равновесия, а возникающее напряжение подается на индикатор. В менее точных схемах используются ртутно-стеклянные контакторы, термобатарей, термисторы.

2. Наилучшие результаты могут быть получены с реле электронного типа, обладающими малой инерцией. Особенно эффективна схема, где напряжение с моста подается на вход усилителя, а не на индикатор, который вносит свою инерцию. Недостатком таких схем является их сложность.

Для измерений с меньшей точностью можно использовать простую схему фотоэлектрического реле на триоде или механического реле с малым временем срабатывания.

3. Для уменьшения тепловых толчков при подаче тепла в систему необходимо осуществить непрерывное регулирование мощности его потока. Следует заметить, что тепловые толчки уменьшаются при эффективном перемешивании, а также при использовании импеллерных мешалок, в трубах которых находятся нагреватели.

В лаборатории тепловых измерений были испытаны следующие схемы терморегулирования:

1) схема термостатирования оболочки калориметра с помощью внешнего термостата;

2) схема терморегулирования с нагревателем и датчиком внутри оболочки калориметра;

3) фотоэлектрическая схема с применением тиратрона и нагревателей, включенных в анодную цепь тиратрона.

#### Схема с внешним термостатированием

В работе использовались термостаты типа ТС-15. При испытании выяснилось, что температура воды в них, близкая к комнатной, поддерживается в пределах  $0,2 \pm 0,3$  град. В холодильник термостата подавали водопроводную воду, скорость которой стабилизировали с помощью манометра и подбирали экспериментально. При большой скорости охлаждающей воды пределы колебаний температуры в термостате увеличиваются, а при малой — наблюдается непрерывный подъем ее. Оптимальная скорость воды оказалась равной  $0,044$  л/сек, что зависит от температуры водопроводной воды, от теплоты перемешивания и от разности температур среды и термостата.

В дальнейшем в термостат последовательно вносили изменения (в части датчика, нагревателя, холодильника), которые позволили уменьшить колебания температуры в нем. Замена магнитного регулятора, низкочувствительного и инерционного, более чувствительным ртутно-стеклянным контактором позволила уменьшить колебания температуры воды в термостате в три раза.

Регулируемым нагревателем в термостате является нагреватель мощностью  $700$  ат. Такая мощность позволяет быстро устанавливать температуру термостата до  $100^\circ\text{C}$ . Однако для поддержания температур, более

близких к комнатным, эта мощность излишня: при работе такого нагревателя создаются сильные тепловые толчки. Для уменьшения толчков нагреватель термостата был переделан в маломощный. Оптимальная мощность определялась экспериментально и снижалась с помощью реостата. При токе в цепи нагревателя 1,5 а, что соответствовало его мощности 200 *вт*, колебания температуры в термостате составляли 0,06 *град*.

Чтобы снизить инерцию всей системы и ускорить выравнивание температуры по всему объему, нагреватель был рассосредоточен — заменен тремя нагревателями, сумма мощностей которых равнялась мощности исходного. Нагреватели были размещены в термостате в трех точках на равном расстоянии друг от друга. Колебания температуры в термостате уменьшились при этом почти в два раза и составляли 0,035 *град*. Такой же эффект был получен при замене сосредоточенного холодильника распределенным. А в результате замены и нагревателя и холодильника распределенными колебания температуры в термостате уменьшились до 0,015 *град*. Еще лучший результат получен при термостатировании (вторым термостатом) воды холодильника термостата. Колебания температуры в этом случае были менее 0,01 *град*.

Из всего изложенного выше следует, что для получения наименьших колебаний температуры в термостате необходимо произвести в нем следующие изменения:

- 1) установить более чувствительный датчик;
- 2) заменить сосредоточенные источники нагрева и охлаждения распределенными и снизить их мощность до оптимальной.

Эту мощность можно подобрать экспериментально или рассчитать, исходя из количества тепла, потерянного или приобретенного за счет теплообмена системы с окружающей средой и за счет побочных источников. Однако последний способ более трудоемкий, так как требует учета значительного количества факторов: теплопередачу через стенки термостата, через выступающие части, теплоту перемешивания, теплоемкость всей системы и т. д. Даже простое уменьшение мощности нагревателя с помощью понижения напряжения на нем дает заметный эффект.

Выполненные выше опыты позволили определить рациональную схему нагревателей и холодильника термостата, который может быть использован при внешнем термостатировании оболочки калориметра. Для изучения вопроса о стабильности температуры оболочки была испытана схема внешнего термостатирования, состоящая из двух термостатов типа ТС-15. Один из термостатов служил в качестве стабилизирующего элемента оболочки калориметра, а другой — для питания холодильника первого термостата. В термостате, питающем оболочку, температура устанавливалась 20° С и колебалась в пределах 0,01 *град*, а температура воды оболочки калориметра — в пределах 0,0013 *град*. Сужение пределов колебания температуры оболочки по сравнению с колебаниями в термостате объясняется следующими причинами: полный обмен воды оболочки занимает более 4 *мин*, а период колебаний температуры воды в термостате — в несколько раз меньше, поэтому амплитуды колебаний температуры в оболочке затухают.

Во время описанных наблюдений за температурой оболочки в сосуд не вводили тепло извне, и оболочка не испытывала тепловых возмущений за счет сосуда. Однако во время калориметрического опыта температура сосуда изменялась (как правило, приблизительно на 2 *град*) и оболочка калориметра получала тепловой импульс. Поскольку датчик расположен в термостате и получал этот импульс с запаздыванием, то на некоторое время система выходила из равновесия. Для поддержания постоянства температуры во время калориметрического опыта в оболочке был установлен дополнительный нагреватель (около 5 *вт*), выключаемый только в момент повышения температуры сосуда.

Описанная система термостатирования не совсем удобна, но она незаменима в случае, когда температура оболочки ниже или равна температуре помещения. В этом случае необходимо принудительное охлаждение оболочки, и, если холодильник поместить непосредственно в оболочку, то колебания температуры будут не менее, чем колебания в термостате, т. е. около  $0,01$  град.

Однако очень часто калориметрический опыт проводится при температуре выше комнатной:  $23 \pm 25^\circ \text{C}$  или  $25 \pm 27^\circ \text{C}$  (считая температуру помещения равной  $20^\circ \text{C}$ ). Температура оболочки для этих двух случаев может быть принята любой из интервала  $23 \pm 27^\circ \text{C}$ . При этом оболочка теряет тепло только за счет теплообмена с окружающей средой и приобретает незначительно тепла за счет сосуда, если температура среды ниже конечной температуры сосуда. В этом случае схему терморегулирования можно упростить.

#### Схема с внутренним термостатированием

Для терморегулирования была выбрана простейшая схема, состоящая из двух нагревателей и ртутно-стеклянного контактора, помещенных в термостатируемую водную оболочку калориметра. Нагреватели в этой схеме помещаются в двух трубах, в которых установлены мешалки. Электрическая схема термостатирования изображена на рис. 1. Питание нагревателей про-

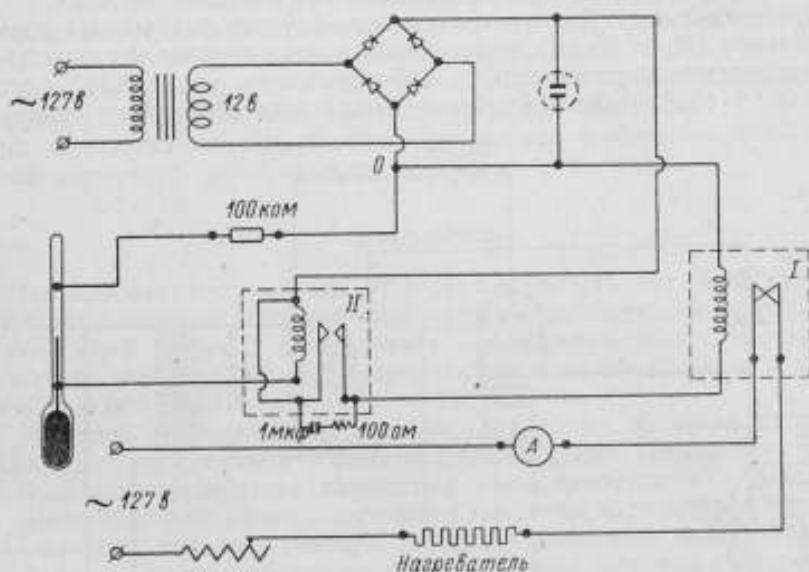


Рис. 1. Электрическая схема термостатирования.

изводится в ней через автотрансформатор. В схему входят два реле — сильноточное *I*, нормально замкнутое, и слаботочное *II*, нормально разомкнутое, управляющее включением реле *I*. Обмотка слаботочного реле включена в цепь контактора. При снижении заданной температуры цепь реле *II* размыкается (реле *I* в этом случае замкнуто) и оболочка нагревается. Питание обмоток реле происходит через выпрямитель. Экспериментально была подобрана оптимальная мощность нагревателей, необходимая для поддержания температуры оболочки с нужной точностью. Температура оболочки колебалась до  $0,002$  град (или  $\pm 0,001$  град); колебания температуры не увеличивались и во время калориметрического опыта, когда температура сосуда повышалась на  $2$  град.

Таким образом, две схемы термостатирования — схема с термостатами и схема с нагревателем и контактором в оболочке, охватывают все возможные случаи термостатирования оболочки калориметров при температурах, близких к комнатной. В соответствии с требованиями к точности термостатирования следует вносить в термостат те или иные изменения.

Описанные способы термостатирования позволяют поддерживать только изотермический режим оболочки и неприемлемы для осуществления адиабатического режима, когда температура оболочки следует за температурой сосуда, т. е. когда температура оболочки должна быть резко и с неравномерной скоростью повышена на 2 град за 5—7 мин. Такой сравнительно быстрый нагрев можно осуществить либо увеличением тока в нагревателе, либо включением дополнительных нагревателей. Подбор необходимых режимов при осуществлении адиабатического режима вручную требует большой и тщательной предварительной работы и усложнения опыта. Автоматизация процесса существенно облегчает задачу. Поэтому была опробована фотоэлектрическая схема, которая позволяет осуществлять как изотермический, так и адиабатический режимы.

### Фотоэлектрическая схема терморегулирования

Схема, изображенная на рис. 2, выбрана как наиболее простая, но достаточно чувствительная. Датчиком в системе служит платиновый термометр сопротивления ( $R_0 = 25 \text{ ом}$ ), включенный в одно из плеч моста типа ТМ-1. В диагональ моста включен зеркальный гальванометр типа М24/1 с чувствительностью  $1 \cdot 10^{-7} \text{ в/мм/м}$ . Разбаланс моста при отклонении температуры

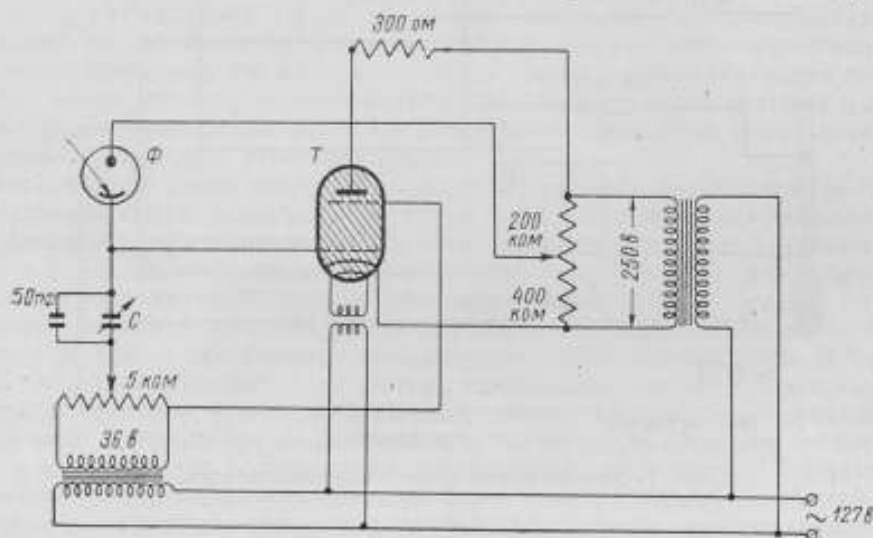


Рис. 2. Фотоэлектрическая схема терморегулирования.

от заданной вызывает смещение «зайчика» гальванометра от нулевого положения на фотоэлементе, включенном в электронную схему. Последняя построена на тиратроне  $T$  типа ТГ-1-0,1/1,3, максимальный ток которого равен 0,5 а. В анодную цепь тиратрона включен нагреватель термостатируемого объема либо реле, включающее и выключающее нагреватель. Схема работает по методу фазового сдвига, который заключается в следующем: напряжение на сетке и на аноде тиратрона не совпадает по фазе вследствие наличия в цепи сетки емкости и сопротивления. Фотоэлемент  $\Phi$  типа СЦВ-3, включенный



в цепь сетки тиратрона, можно рассматривать как омическое сопротивление, зависящее от освещения.

Подобрав соответствующее значение емкости  $C = 0-450$  пф, можно достигнуть одновременного максимума положительного напряжения на аноде и максимального отрицательного напряжения на сетке при затемненном фотоэлементе. Если освещенность фотоэлемента увеличить, то в результате изменения омического сопротивления в цепи сетки сдвиг фаз между напряжением на аноде и на сетке тиратрона также изменится и тиратрон будет зажигаться в течение некоторых долей полупериода положительного анодного напряжения.

Фотоэлемент освещается зеркальцем гальванометра, который отстоит от него на 3 м.

В этом случае чувствительность схемы такова, что отклонение температуры от заданной на  $0,001$  град вызывает сдвиг «зайчика» зеркальца гальванометра на 1 мм.

Система настраивается так, что при заданной температуре «зайчик» гальванометра находится на краю щели фотоэлемента. В момент отклонения температуры «зайчик» освещает фотоэлемент, от чего тиратрон зажигается, а в нагревателе появится ток, температура оболочки повысится, и «зайчик» снова сойдет со щели фотоэлемента. Анодный ток увеличивается с увеличением анодного напряжения, с уменьшением емкости на сетке или с увеличением освещенности фотоэлемента. Можно так подобрать емкость, что при затемненном фотоэлементе в цепи будет идти ток.

Фотоэлектрическая схема терморегулирования позволила поддерживать температуру в оболочке калориметра в пределах  $0,003$  град.

Для осуществления адиабатического режима необходимо включить платиновый термометр сопротивления во второе плечо моста.

### Заключение

1. На основании приведенного в статье расчета показана возможность при точных калориметрических измерениях производить оценку максимальных колебаний температуры оболочки калориметра. Для измерений с погрешностью  $\pm 0,01-0,03\%$  колебания температуры оболочки не должны превышать  $\pm 0,003$  град.

2. Изучены простые схемы терморегулирования оболочки калориметра. Для термостатирования оболочки с колебаниями температуры  $\pm 0,001-0,002$  град при температуре помещения выше температуры оболочки может быть рекомендована схема, состоящая из двух термостатов типа ТС-15, а для оболочки, имеющей температуру выше комнатной, может быть использована схема с внутренним термостатированием, состоящая из двух нагревателей и ртутно-стеклянного контактора.

3. Задачу терморегулирования с колебаниями температуры оболочки  $\pm 0,001-0,002$  град при температуре оболочки выше комнатной решает фотоэлектрическая схема, построенная на тиратроне и термометрах сопротивления.

Фотоэлектрическая схема может быть использована для осуществления адиабатического режима.

### ЛИТЕРАТУРА

1. Киселев А. В., Киселев В. Ф., Микос Н. Н., Автоматический калориметр с постоянным теплообменом для измерений теплот адсорбции газов и жидкостей, ЖФХ, т. XXIII, вып. 5, 1949.
2. Smith F. E., Vake Recueil Trav. Chim., № 9-10, v. 75, 1956, pp. 1205-1213.

3. Макаров С. В., Орешков В. Ф., Автоматический адиабатический калориметр с фототерморегулированием, Изв. АН СССР, сер. техн., № 2, 1940, стр. 49—59.
4. Rossini F. D., Bur. St. J. Res., № 1, v. 6, 1931, pp. 1—37.
5. Subatunith, Crage, Sterrett, Rev. Sci. Instr., № 7, v. 28, 1957, pp. 497—501.
6. Hubbard W. N., Katz Charles, Waddington Guy, J. of Phys. Chem., № 2, 1954, p. 158.
7. Meetham A. R., Nichols J. A., Proc. of Roy. Soc. A, № 1286, v. 256, 1960, pp. 384—399.
8. Pattison J. R., J. Res. Nat. Bur. Stand., № 53, v. 11, 1958, pp. 192—202.
9. Gallenkamp A., Laboratory Practice, № 4, v. 8, 1959, pp. 119—124.
10. Cleland W. W., Harding R. S., Rev. Sci. Instr., № 9, v. 28, 1957, pp. 696—698.
11. Coops J., van Nes K., Rec. Trav. Chim. Pays-Bas., v. 66, 1947, pp. 161—176.
12. Pilcher G., Sutton J. E., Phil. Trans. A., v. 248, 1955, pp. 23—47.
13. Albert M., Hughes R. J., Corruccini, Gilbert, J. Amer. Chem. Soc., v. 61, 1939, p. 2639; v. 57, 1935, p. 33.
14. Ахачинский В. В., Маширев В. П., Автоматическое поддержание равенства температур двух сред, «Приборы и техника эксперимента», № 5, 1958, стр. 94—96.

Поступила в редакцию  
25/III 1961 г.

Ю. А. КИРИЧЕНКО

ВНИИМ

## МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОЭФФИЦИЕНТОВ ТЕМПЕРАТУРОПРОВОДНОСТИ

*В статье предложена классификация нестационарных методов измерения теплофизических коэффициентов и рассмотрены различные методы измерения коэффициента температуропроводности, в том числе и комплексные методы. Сформулированы требования, предъявляемые к метрологическим измерениям коэффициента температуропроводности.*

Коэффициент температуропроводности вещества есть величина, характеризующая скорость изменения температуры в нестационарных тепловых процессах. Единица измерения коэффициента температуропроводности — м<sup>2</sup>/сек.\*

Для определения коэффициента температуропроводности какого-либо материала необходимо в образце, изготовленном из этого материала, создать определенный нестационарный тепловой режим и измерить зависимость температуры  $t$  от времени  $\tau$  в одной или нескольких точках образца. Решение уравнения теплопроводности

$$\frac{\partial t}{\partial \tau} = a \left( \frac{\partial^2 t}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 t}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 t}{\partial z^2} \right) \quad (1)$$

при различных краевых условиях для образцов различной формы и для определенного промежутка времени, прошедшего после начала теплового процесса, дает теоретическую основу для создания различных методов измерения температуропроводности.

При этом, как правило, теплофизические характеристики, связанные зависимостью

$$a = \frac{\lambda}{c\gamma}, \quad (2)$$

где  $\lambda$  — коэффициент теплопроводности, а

$c\gamma$  — объемная теплоемкость, предполагаются независимыми от температуры. Последнее обстоятельство накладывает ограничение на величину температурного изменения в методах определения температуропроводности: температуропроводность должна быть

\* ГОСТ 8550—57. Тепловые единицы.

отнесена к достаточно малому температурному интервалу. В некоторых методах удается ввести поправку на зависимость теплофизических характеристик от температуры.

Для анизотропных материалов необходимо учитывать зависимость  $a$  от направления, т. е. в уравнении (1) считать  $a$  функцией координат  $a = a(x, y, z)$ . Определение составляющих векторной величины  $a$  обычно производят, пользуясь одномерным потоком тепла, хотя возможны их определения и при двух- или трехмерном потоке тепла.

Все известные методы измерения температуропроводности по характеру теплового процесса, протекающего в образце при их реализации, могут быть разбиты на две большие группы: 1) методы, основанные на закономерностях начальной стадии развития теплового процесса, и 2) методы, основанные на закономерностях регулярных режимов.

Большинство методов первой группы основано на решении уравнения (1) (при малых значениях времени  $\tau$ , отсчитанного от начала теплового процесса) для неограниченной среды. При этом решение уравнения (1), а следовательно, и результаты измерений при реализации методов, основанных на этом решении, будут зависеть от начальных условий. Приемлемым начальным условием, при котором можно получить более или менее удобные расчетные формулы и которое легко выполнить при проведении опыта, является равномерная температура образца. На практике это ведет к необходимости выдерживать образец длительное время при постоянной температуре.

Методы второй группы основаны на решении уравнения (1) для тела, помещенного в среду, температура которой  $t_c$  изменяется по одному из следующих законов: 1)  $t_c$  постоянна, 2)  $t_c$  линейно изменяется со временем, 3)  $t_c$  совершает гармонические колебания. По истечении определенного промежутка времени изменение температуры в каждой точке тела также станет подчиняться простому закону. В первом случае это будет экспонента с показателем  $m\tau$ , где  $\tau$  — время и  $m$  — темп охлаждения, в двух других случаях — тот же закон, что и для температуры среды  $t_c$ . Соответствующие режимы носят название регулярных тепловых режимов 1-го, 2-го и 3-го рода [1, 2]. Характерной особенностью методов регулярных режимов является независимость от начальных условий как характера изменения температуры в каждой точке тела, так и расчетных формул.

При рассмотрении методов измерения температуропроводности можно выделить методы измерения коэффициента температуропроводности  $a$ , при которых измеряется лишь  $a$ , и комплексные методы, в ходе которых измеряются все три тепловые величины (коэффициент температуропроводности  $a$ , коэффициент теплопроводности  $\lambda$  и удельная теплоемкость  $c$ ) или хотя бы две из них. Комплексные методы могут быть основаны непосредственно на каком-либо из методов измерения температуропроводности (в этом случае необходимо провести некоторые дополнительные измерения по сравнению с методом определения  $a$ ) или представлять собой самостоятельные методы, в которых определение всех тепловых величин равноценно.

Если при осуществлении метода определения только лишь одной величины  $a$  измеряется изменение температуры в некоторых точках образца, то при осуществлении комплексного метода измеряют дополнительно к этому: 1) либо изменение температуры в эталоне\*, соприкасающемся с образцом (граничные условия 4-го рода), 2) либо коэффициент теплоотдачи с помощью эталона (альфакалориметра) с известными тепловыми свойствами, 3) либо мощность, затрачиваемую на нагрев образца.

\* Термин «эталон», укоренившийся в области тепловых измерений, обозначает образец, изготовленный из вещества или материала с известными значениями теплофизических коэффициентов, а не меру высшей точности, как это принято в метрологии [3].

Методы регулярного теплового режима 1-го рода

Процесс простого охлаждения или нагрева тела (или системы тел) в среде с постоянной температурой можно разделить на три стадии. Первая стадия — дорегулярная, когда изменение температуры в теле носит сложный характер, зависящий, в частности, от начального распределения температур. Вторая стадия — регулярная. Признаком регуляризации является изменение избыточной температуры  $\theta$  (разности температур тела и среды) для каждой из точек тела со временем  $\tau$  по экспоненциальному закону

$$\theta = t - t_c = AUe^{-m\tau}, \quad (3)$$

причем собственная функция  $U$  зависит от координат точки и удовлетворяет уравнению в частных производных

$$\Delta U + \frac{m}{a} U = 0, \quad (4)$$

где  $A$  — функция начальных условий;

$m$  — темп охлаждения, являющийся целым положительным числом и не зависящий ни от времени, ни от координат, ни от начальных условий.

Темп охлаждения  $m$  характеризует скорость охлаждения тела. Третья стадия простого охлаждения — стационарное состояние, когда все точки тела принимают температуру среды  $t_c$ .

Г. М. Кондратьевым была развита теория регулярного теплового режима 1-го рода. На ее основе Г. М. Кондратьевым, а также его учениками по его идеям разработан ряд методов определения теплофизических коэффициентов [1, 2, 4—9]. Эти методы имеют строгое математическое обоснование и получили в силу своей простоты и быстроты проведения опыта широкое распространение.

Рассмотрим важнейшие положения регулярного режима 1-го рода, которые находят применение при осуществлении методов измерения теплофизических коэффициентов.

Поле температур в теле в условиях регулярного режима 1-го рода все время остается подобным самому себе, т. е. отношение избыточных температур двух произвольных точек не зависит от времени

$$b = \frac{t_1 - t_c}{t_2 - t_c} = \frac{\theta_1}{\theta_2} = f(\rho, x'_1, y'_1, z'_1, x'_2, y'_2, z'_2). \quad (5)$$

Здесь  $\rho = L_0 \sqrt{\frac{m}{a}}$  и  $L_0$  — определяющий размер тела. Штрихами в формуле (5) обозначены безразмерные координаты.

Коэффициент теплоотдачи  $\alpha$  связан с темпом охлаждения  $m$  соотношением

$$m = \alpha \Psi \frac{S}{C}. \quad (6)$$

где  $C$  — полная теплоемкость тела;

$S$  — его наружная поверхность,

$$\Psi = \frac{\theta_s}{\theta_v},$$

а  $\theta_s$  — средняя поверхностная,

$\theta_v$  — средняя объемная температура тела.

Предельное значение темпа охлаждения при  $\alpha \rightarrow \infty$  прямо пропорционально коэффициенту температуропроводности

$$a = Km_{\infty}, \quad (7)$$

причем коэффициент формы  $K$  зависит только лишь от формы и размеров тела.

Между критериальными величиной

$$\xi = \frac{\alpha}{\lambda} L_0 = hL_0,$$

описывающей воздействие среды на тело, и

$$p = L_0 \sqrt{\frac{m}{a}},$$

описывающей ответную реакцию тела, существует определенная зависимость

$$\frac{\alpha}{\lambda} L_0 = \Phi \left( L_0 \sqrt{\frac{m}{a}} \right). \quad (8)$$

Для тел простой формы аналитическое выражение этой зависимости дается формулами:

для пластины

$$\xi = p \operatorname{tg} p,$$

для цилиндра

$$\xi = \frac{p J_1(p)}{J_0(p)},$$

для шара

$$\xi = 1 - p \operatorname{ctg} p.$$

(9)

При проведении опытов по методам регулярного режима 1-го рода образец в виде тела простой геометрической формы подвергается охлаждению или нагреванию в условиях постоянства температуры среды и постоянства или равенства бесконечности коэффициента теплоотдачи ( $t_c = \text{const}$ ,  $\alpha = \text{const} \neq \infty$  или  $\alpha = \infty$ ). Параметры образцов при этом составляют обычно несколько сантиметров.

Для обеспечения условий  $t_c = \text{const}$ ,  $\alpha = \infty$  для теплоизоляторов (или  $t_c = \text{const}$ ,  $\alpha \neq \infty$  для металлов) могут быть применены водяные (до  $90^\circ \text{C}$ ) или масляные (до  $250^\circ \text{C}$ ) термостаты, расплавы солей, жидкие металлы (до  $1200^\circ \text{C}$ ), смесь воды со льдом ( $0^\circ \text{C}$ ), точки сублимации углекислоты ( $-78^\circ \text{C}$ ), точки кипения кислорода ( $-183^\circ \text{C}$ ) и азота ( $-196^\circ \text{C}$ ) [1, 2, 10].

Условие  $\alpha = \infty$  будет выполняться, если на поверхности образца будет поддерживаться любым способом постоянная температура (например с помощью электрического нагревателя [1, 11], или с помощью потока воды [12], или пара [13, 14]).

Для создания условия  $t_c = \text{const}$ ,  $\alpha \neq \infty$  для теплоизоляторов используются камеры спокойного воздуха, трубы с искусственной циркуляцией воздуха, воздушные термостаты с подогреваемыми или охлаждаемыми стенками, печи и т. д. [1, 2, 15, 16].

Из приведенного перечня нетрудно заметить, что при осуществлении опытов во многих случаях может быть применено стандартное оборудование. Однако трудности поддержания граничных условий резко возрастают при температурах намного выше комнатных.

Вопросом о погрешностях, возникающих при отклонении условий опыта от теоретических предпосылок методов регулярного режима 1-го рода, занимался ряд авторов [17—20]. Вопрос о регуляризации режима (скорость наступления регулярного режима, последовательность вступления в регулярный режим отдельных точек тела и т. д.), имеющий значение при изучении тепловых свойств массивных образцов, изучался в работах [21—24].

Во всех методах регулярного режима 1-го рода измерения сводятся к определению темпа охлаждения  $m$  образца. Темп охлаждения находится как

тангенс угла наклона полудогарифмической зависимости избыточной температуры от времени

$$m = \frac{\ln \theta_1 - \ln \theta_2}{\tau_2 - \tau_1} \quad (10)$$

Измерение зависимости температуры от времени может быть автоматизировано [25]. Для определения коэффициента теплоотдачи  $\alpha$ , необходимого в некоторых методах, определяется также темп охлаждения «эталоны» с известными тепловыми свойствами — альфакалориметра. Образец и альфакалориметр имеют одинаковые форму, размер и характер поверхности. Коэффициент теплоотдачи вычисляется по формулам (6) или (8). Чаще всего альфакалориметр изготавливают из металла; в этом случае формула (6) принимает простой вид

$$m_m = \alpha \frac{S_m}{C_m} \quad (11)$$

Можно выделить четыре основных метода регулярного режима [6]: 1) акалориметра, 2) ламбдакалориметра, 3) двух точек, 4) бикалориметра.

Методы ламбдакалориметра и бикалориметра относятся к измерению  $\lambda$  (при  $\alpha \neq \infty$  и  $\alpha = \infty$  соответственно) и выходят за рамки настоящего обзора. Отметим только, что в случае применения метода ламбдакалориметра используется зависимость (8). При этом  $\alpha$  должно быть определено заранее, а  $\alpha$  находят с помощью «эталоны» — альфакалориметра. Бикалориметры будут рассмотрены лишь в модификации, пригодной для комплексного определения теплофизических коэффициентов.

Наиболее просто температуропроводность определяется по методу акалориметра. При этом находят темп охлаждения образца правильной геометрической формы при условии постоянства температуры среды и бесконечности коэффициента теплоотдачи ( $t_c = \text{const}$ ,  $\alpha = \infty$ ). Метод основан на зависимости (7). Коэффициент формы  $K$  для тел простейшей формы имеет вид: для шара

$$K = \frac{R^2}{\pi^2};$$

для цилиндра с высотой  $Z$

$$K = \frac{1}{\frac{5,783}{R^2} + \frac{9,87}{Z^2}} \quad (12)$$

для прямоугольного параллелепипеда с ребрами  $L_1$ ,  $L_2$  и  $L_3$

$$K = \frac{1}{\pi^2 \left( \frac{1}{L_1^2} + \frac{1}{L_2^2} + \frac{1}{L_3^2} \right)}$$

Г. М. Коидратьевым получены формулы также и для коэффициента формы тел более сложного строения [26]. Для форм сложных очертаний  $K$  находят по образцу такой же формы, но из материала с известным  $\alpha$ . При осуществлении метода для сыпучих материалов, а также материалов, на тепловые свойства которых может повлиять наличие термостатной среды, исследуемый материал заключают в оболочку (акалориметр). При наличии оболочки толщиной  $\delta$  будет верна формула

$$\alpha \approx Km \left( 1 + 2 \frac{\delta}{R} \frac{\lambda}{\lambda_{об}} \right) \quad (13)$$

Простейшим из типов акалориметров является акалориметр с открытым верхним концом [1, 27] (для сыпучих веществ), представляющий просто трубку с дном. В этом случае

$$a \approx Km \left[ 1 + \frac{1}{1 + 0,586 \left( \frac{Z}{R} \right)^2} \cdot \frac{1}{\frac{aZ}{R} + 1} \right]. \quad (14)$$

При достаточно большом отношении  $Z/R$  формула (14) практически совпадает с формулой (7).

Метод акалориметра применял М. П. Емченко для определения  $a$  анизотропных тел [28, 29]. Например, находя темп охлаждения для трех параллелепипедов с различным соотношением сторон ( $L_x$ ,  $L_y$  и  $L_z$ ), можно вычислить коэффициенты температуропроводности в трех взаимно перпендикулярных направлениях, решив систему трех уравнений вида

$$m = \left( \frac{\pi}{2} \right)^2 \left[ \frac{a_x}{L_x^2} + \frac{a_y}{L_y^2} + \frac{a_z}{L_z^2} \right]. \quad (15)$$

Аналогично вычисляется  $a$  для двух взаимно перпендикулярных направлений с помощью двух тел (цилиндров) [29].

Метод акалориметра получил широкое распространение при изучении тепловых свойств плохих проводников тепла. Его достоинствами являются простота проведения эксперимента и обработки опытных данных, независимость результатов от положения термодатчика. Применение этого метода ограничено как при низких, так и, в особенности, при высоких температурах в связи с трудностью осуществления условий  $a = \infty$  и  $t_c = \text{const}$ .

Метод двух точек, основанный на законе подобия поля температур в образце в условиях регулярного режима 1-го рода, позволяет определить коэффициент температуропроводности из опыта при любом значении  $a = \text{const}$  [1, 30, 31]. Аналитическая зависимость  $f$ , связывающая отношение избыточных температур  $b = \frac{\theta_1}{\theta_2}$  в формуле (5) с относительными координатами и критерием  $p$ , вычислена для тел простейшей формы

$$\left. \begin{aligned} \text{для пластины} \dots b &= \cos x' p, \\ \text{для цилиндра} \dots b &= J_0(r' p), \\ \text{для шара} \dots b &= \frac{\sin r' p}{r' p}. \end{aligned} \right\} \quad (16)$$

а также для ограниченного цилиндра, диска и параллелепипеда. Измеряя из опыта  $b$ , можно по соотношению (16) найти  $p$ , а следовательно, и  $a$ .

Другая схема расчета, предложенная Г. М. Коендратьевым [1], основана на нахождении критерия Био  $\xi$  по определенному из опыта  $b$  при выборе точек измерения в сердцевине и на поверхности образца. Зависимость  $\xi = \xi(b)$  в первом приближении носит универсальный характер и не зависит от формы. Коэффициент температуропроводности в этом случае определяется по формуле

$$a = \frac{Km}{\xi^2}. \quad (17)$$

При этом нет необходимости замерять расстояние между точками.

Так как при осуществлении метода двух точек не требуется больших значений критерия Био, то с его помощью можно определять коэффициенты температуропроводности широкого класса веществ и в широком интервале температур. Например, этот метод использовался для огнеупоров до  $1100^\circ \text{C}$  [1, 15] и для металлов [1].

Обобщением метода двух точек, учитывающим различие коэффициентов теплоотдачи на разных гранях образца (раздельные коэффициенты тепло-



отдачи), является предложенный Е. С. Платуновым метод многих точек [32]. \* Для ограниченного цилиндра длиной  $2l$  справедлива формула

$$a = \frac{m}{\left(\frac{s}{R}\right)^2 + \left(\frac{q}{l}\right)^2}, \quad (18)$$

$s$  и  $q$  определяются из соотношений

$$\left. \begin{aligned} J_0\left(s \frac{r_B}{R}\right) &= \frac{\theta_B}{\theta_0}, \\ \cos\left(q \frac{z_T}{l}\right) &= \frac{\theta_T}{\theta_0}, \end{aligned} \right\} \quad (19)$$

где индексы  $O$ ,  $B$  и  $T$  относятся соответственно к точкам, расположенным в центре, в среднем сечении образца (боковая поверхность) и на оси (торец).

В. Д. Ермоленко [33] осуществлен комплексный метод измерения тепловых свойств курортных грязей путем комбинации метода двух точек и алфакалориметра. При этом теория регулярного режима не использовалась и учитывалось начальное распределение температур в теле ( $t_0 = \text{const}$ ), хотя расчет велся для регулярной стадии теплового процесса.

Отдельная группа методов регулярного режима 1-го рода основана на использовании закономерности (8) для двух различных случаев охлаждения образца испытуемого материала. Идея метода принадлежит Г. М. Кондратьеву [1]. Б. Н. Олейником [34] разработан метод «двух альфа», заключающийся в нахождении темпов охлаждения и коэффициента теплоотдачи одного и того же образца при двух различных условиях теплоотдачи и нахождении  $\alpha$  с помощью алфакалориметра при этих же условиях. Расчетные формулы в этом методе находят путем совместного решения двух уравнений вида (8). Он применялся для строительных материалов при комнатных температурах [35] и разработан для тел простой формы (цилиндр, шар и параллелепипед). Для некоторых случаев разработан упрощенный вариант расчета. Например, температуропроводность вычисляется по формуле

$$a = \frac{\kappa m}{\eta}, \quad (20)$$

где  $\eta$  определяется по заранее составленной зависимости от  $\alpha_1/\alpha_2$  и  $\sqrt{m_1}/\sqrt{m_2}$ .

Е. Ю. Нехендзи [36] разработал метод, названный им «методом двух Био», основанный также на использовании зависимости (8). При практическом его осуществлении измеряются  $\alpha$  и  $m$  в одних и тех же или разных условиях на двух с разными размерами образцах из исследуемого материала. Метод применялся для шаровых образцов из металлов и теплоизоляторов.

А. Е. Паладино, Е. Л. Суортц и В. Б. Крэндэл [16] определяли коэффициент температуропроводности окиси алюминия при высоких температурах (до  $1800^\circ\text{C}$ ), измеряя темп охлаждения двух цилиндров из одинакового материала, но с разными геометрическими размерами в условиях  $\alpha$  конечного. Температуропроводность они определяли по формуле

$$a = \frac{m}{\frac{\mu^2}{r^2} + \frac{\nu^2}{l^2}}, \quad (21)$$

где  $\mu$  и  $\nu$  — функции критерия Био.

\* Разработка метода дана в статье Б. Н. Олейника и Е. С. Платунова в настоящем сборнике, стр. 131.

Критерий Био (вернее, величина  $H = \frac{\alpha}{\lambda}$ ) определялся из заранее построенной зависимости

$$\frac{m_1}{m_2} = \frac{\frac{\mu_1^2}{r_1^2} + \frac{\nu_1^2}{l_1^2}}{\frac{\mu_2^2}{r_2^2} + \frac{\nu_2^2}{l_2^2}} = f(H), \quad (22)$$

что влекло за собой максимальный разброс в значениях температуропроводности около  $\pm 30\%$ .

Ряд комплексных методов регулярного теплового режима 1-го рода базируется на методе бикалориметра, общая теория которого дана Г. М. Кондратьевым [7, 37, 38]. Собственно метод бикалориметра применяется для определения  $\lambda$  теплоизоляторов и заключается в нахождении темпа охлаждения при  $\alpha = \infty$  двухсоставного тела, состоящего из металлического ядра с известными тепловыми характеристиками и плохо проводящей оболочки, тепловые свойства которой изучаются. Измерив темп охлаждения бикалориметра без ядра, можно определить температуропроводность материала, из которого он изготовлен, и, таким образом, осуществить комплексный метод. А. Ф. Чудновским [39, 40] такой комплексный метод был осуществлен на основе цилиндрического бикалориметра, К. О. Битти, А. А. Армстронгом и Е. М. Шёнборном [14], а также Г. Б. Симоновым [12] — на основе плоского бикалориметра. Таким образом, первый комплексный метод заключается в последовательном использовании одного и того же образца в качестве би- и акалориметра.

Второй комплексный метод основан на одновременном осуществлении на одном и том же образце метода бикалориметра и метода двух точек (метод бикалориметра двух точек). Последний метод осуществлен Г. Б. Симоновым [12] для плоского прибора. Он исследовал ряд теплоизоляторов при температурах  $2 + 20^\circ \text{C}$ . Расчет формул произведен Симоновым для несимметричного случая (пластина из 1-го теплоизолятора — металлическое ядро — пластина из 2-го теплоизолятора). Горячие спай термомпар располагаются в слое теплоизолятора и на границе между ним и ядром.

М. М. Голянд разработал метод шарового бикалориметра двух точек [10]. Горячие спай термомпар располагаются в металлическом ядре и в шаровом слое исследуемого теплоизолятора. Исследовались теплоизоляторы с малым объемным весом в интервале температур  $-200 + 50^\circ \text{C}$ .

Новые возможности для создания методов регулярных тепловых режимов дают различные обобщения теории регулярного теплового режима 1-го рода. В этой связи необходимо отметить установленную Г. М. Кондратьевым, Г. Н. Дульневим и Н. А. Ярышевым универсальную связь между тепловой инерцией тела и воздействием на него внешней среды [41—44], использованную для исследования объектов, тепловые характеристики которых получить иным путем затруднительно [41, 45]. Широкие возможности открывает также разработанная Г. Н. Дульневим и Г. М. Кондратьевым обобщенная теория регулярного режима для систем с источником энергии [46]. Установленные в этой теории независимость темпа нагревания от мощности источников и сохранение того же значения для коэффициента формы  $K$  могут быть, например, использованы для комплексного измерения  $\alpha$  (в регулярном режиме) и  $\lambda$  (в стационарном режиме) из одного опыта [27]. Можно еще упомянуть об обобщении Л. И. Кудряшовым, А. В. Темниковым и Л. И. Жемковым регулярного режима 1-го рода на случай теплофизических характеристик, зависящих от температуры [47—49].

К достоинствам методов регулярного режима 1-го рода, кроме обычных для методов регулярного режима особенностей, можно отнести:

- 1) несложность оборудования;
- 2) простоту измерений (и в большинстве случаев обработки) опытных данных;
- 3) независимость результатов (в большинстве методов) от положения термометрического датчика;
- 4) быстроту проведения измерений;
- 5) возможность проведения экспериментов на образцах различной (в некоторых случаях неправильной) формы.

В силу указанных особенностей методы регулярного режима 1-го рода широко применялись для исследования самых различных материалов, относящихся к классу плохих проводников тепла. Кроме ранее упомянутых, можно отметить еще ряд работ [50—57], в которых исследовались различные строительные, изоляционные полупроводниковые материалы. Однако применение методов регулярного режима 1-го рода ограничивалось, за редкими исключениями, лишь температурами вблизи комнатной.

#### Методы регулярного режима 2-го рода

В случае нагревания (охлаждения) тела простой формы с постоянной скоростью в среде, температура которой линейно изменяется со временем, решение уравнения теплопроводности (1) имеет вид [56]

$$t(r, \tau) - t_{\text{св}} = b\tau - b \frac{R^2 - r^2}{2na} - b \frac{R^2}{na \text{Bi}} + \sum_{k=1}^{\infty} \frac{A_k}{\mu_k^2} U_n \left( \mu_k \frac{r}{R} \right) e^{-\mu_k^2 \text{Fo}}, \quad (23)$$

где  $t_{\text{с}} = t_{\text{св}} + b\tau$  — температура среды и  $b$  — скорость ее изменения;  
 $n = 1, 2, 3$  — соответственно для неограниченной пластины, неограниченного цилиндра и шара;  
 $R$  — радиус или полуширина пластины;  
 $r$  — координата, отсчитанная от центра;  
 $A_k$  и  $\mu_k$  — числа, зависящие от  $\text{Bi}$ ;  
 $\text{Fo} = \frac{\alpha\tau}{R^2}$  — критерий Фурье.

Начиная с некоторого момента времени (практически с  $\text{Fo} \approx 0,5$  [58]), рядом в выражении (23) можно пренебречь. После этого наступает регулярный тепловой режим 2-го рода, при котором температура в каждой точке тела связана со временем линейной зависимостью, а распределение температуры в теле описывается параболическим законом. Аналогичная картина имеет место при нагревании тела постоянным потоком тепла  $q_{\text{с}}$ . В этом случае [58]

$$t(r, \tau) - t_{\text{св}} = \frac{q_{\text{с}}R}{\lambda} \left[ \left[ n \frac{\alpha\tau}{R^2} - \frac{n}{2(n+2)} + \frac{1}{2} \cdot \frac{r^2}{R^2} \right] - \sum_{k=1}^{\infty} f_n \left( \mu_k \frac{r}{R} \right) e^{-\mu_k^2 \text{Fo}} \right] \quad (24)$$

Теория регулярного теплового режима 2-го рода была развита в работах Г. П. Иванцова [59, 60], А. В. Лыкова [58, 61—64] и Г. М. Кондратьева [1, 2, 65].

Можно выделить два метода (вернее, две разновидности метода) регулярного режима 2-го рода.

Метод I. Измеряется разность температур между двумя точками образца в один и тот же момент времени. Температуропроводность определяется по формуле, получаемой из выражения (23)

$$a = \frac{b}{2n \Delta t} (r_2^2 - r_1^2), \quad (25)$$

где  $\Delta t = t(r_2, \tau) - t(r_1, \tau)$ .

Формула (25) приобретает более простой вид, если измеряется перепад температур между точками в центре и на поверхности образца

$$a = \frac{b}{2n \Delta t} R^2. \quad (26)$$

Трудности измерения поверхностных температур снимаются, если опыт ведется в условиях  $Bi = \frac{aR}{k} = \infty$ . При этом измеряется лишь избыточная температура центра тела по отношению к температуре среды.

Метод II. Измеряется промежуток времени  $\Delta \tau$  между нагревом до определенной температуры  $t$  одной точки тела с координатой  $r_1$  и другой точки с координатой  $r_2$

$$a = \frac{r_2^2 - r_1^2}{2n \Delta \tau}, \quad (27)$$

где  $\Delta \tau = \tau_2 - \tau_1$ , а  $\tau_1$  и  $\tau_2$  таковы, что  $t(r_1, \tau_1) = t(r_2, \tau_2)$ .

Если температура измеряется в центре и на поверхности тела, то будем иметь более простую формулу

$$a = \frac{R^2}{2n \Delta \tau}. \quad (28)$$

В методе II частично исключаются погрешности, вызванные зависимостью  $a$  от температуры, так как в выражения (27) и (28) входит только разность  $\Delta \tau$ , соответствующая одной температуре, и отпадает необходимость точных абсолютных измерений температуры. Формулы (27) и (28) могут быть получены из выражения (23) или (24).

Измерение температуропроводности методом регулярного режима 2-го рода было впервые осуществлено А. В. Лыковым для исследования  $a$  влажных материалов — плохих проводников тепла (торфа, глины и угля) [61—63]. Опыты производились в масляной ванне, подогреваемой горячим воздухом до температуры 70° С.

В комплексном методе, предложенном А. В. Лыковым, измерения проводятся в условиях  $b = \text{const}$ ,  $a = \text{const} \neq \infty$ . Кроме коэффициента температуропроводности  $a$ , можно определить объемную теплоемкость  $c_v$ , если измерять перепад температур между средой и поверхностью тела, причем коэффициент теплоотдачи  $\alpha$  должен быть определен по «эталоноу».

Комплексный метод для решения задачи с граничными условиями 4-го рода предложен Е. П. Шурыгиной [58 61]. Эталонный материал служит оболочкой для образца. Измеряют разности температур  $t_c - t'$  между средой и поверхностью раздела образца и «эталоноу» и разность  $t' - t_u$  между этой поверхностью и центром образца;  $a$  определяют по формуле (26).

Комплексный метод определения теплофизических коэффициентов ( $c$  и  $a$ ) в широком интервале температур предложен Ю. П. Барским.\* Им подробно разработаны методика эксперимента, аппаратура и схемы для определения удельной теплоемкости веществ, заключенных в оболочку, испол-

\* Капустинский А. Ф., Барский Ю. П., Труды 1-го совещания по термографии, ИАН СССР, 1955, стр. 82; Барский Ю. П., Труды НИИ Стройкерамика, вып. 8, 1953, стр. 143; вып. 15, 1960, стр. 155, 167; вып. 16, 1960, стр. 149; вып. 17, 1961, стр. 79.

нящую функции стандартного образца, и указано на возможность одновременного измерения и коэффициента температуропроводности. По перепаду температур в оболочке судят о количестве тепла, прошедшего к испытуемому образцу.

Калибровка оболочки производится либо относительным способом (по веществу с известной теплоемкостью), либо абсолютным (с помощью электрического нагревателя).

Если тело (образец) нагревается известным потоком тепла, то можно осуществить комплексный абсолютный метод. Т. С. Е. Томас для создания нагрева постоянным потоком тепла окружал цилиндрический образец с нагревателем постоянной мощности адиабатическим экраном [66]. Он исследовал порошкособразные материалы. О. Кришер [67] и Л. А. Семенов [68] применили плоский образец, состоящий из четырех плит. Две средние плиты служат собственно образцом. На их поверхностях располагают плоские нагреватели, которые изолируют плитами из такого же материала и затем еще специальным изолятором. В такой системе половина потока от каждого нагревателя идет на нагрев образца. Этим способом исследовались различные строительные материалы [68, 69]. Л. А. Семеновым рассмотрены различные модификации метода [68].

В комплексном абсолютном методе, предложенном В. О. Фогелем,\* испытуемый образец изготавливается в виде длинного полого цилиндра, имеющего внутренний радиус  $R$ , по оси которого расположен нагреватель. В опыте определяются температуры внутренней поверхности образца и его стенки в точке  $r$  и поток тепла, выделяемого нагревателем; теплофизические коэффициенты находятся по заранее рассчитанным зависимостям между этими величинами и  $Fo$ ,  $\frac{r}{R}$  и  $\lambda$ .

В комплексном относительном методе, предложенном А. И. Лазаревым [70], два одинаковых цилиндрических образца с отверстиями по оси располагаются в полостях металлического блока, нагреваемого с постоянной скоростью. В одном из образцов по оси расположен нагреватель, выделяющий постоянную мощность. Измеряя разности температур между блоком и наружными поверхностями исследуемых образцов и разность температур между наружной и внутренней поверхностями образца (без нагревателя)  $\Delta t$ , можно определить  $c$  и  $a$  образца. При этом

$$a = \frac{bR_1^2}{4\Delta t} \left( 1 + 2 \ln \frac{R_2}{R_1} - \frac{R_2^2}{R_1^2} \right). \quad (29)$$

Здесь  $R_1$  и  $R_2$  — внутренний и наружный радиусы полых цилиндров.

При исследовании полупроводников нагрев образца предлагается производить током, пропускаемым непосредственно через него.

С. И. Шабановым [71] получены формулы для ограничения цилиндра, которые могут быть применены для нахождения  $a$  и для расчета поправок.

Ю. С. Глебовым предложен оригинальный метод, основанный на закономерностях рассмотренного им особого случая регулярного режима 2-го рода [72]. Если на одной стороне пластины толщиной  $\delta$  температура меняется по линейному закону  $t = t_{c0} + b\tau$ , а вторая поверхность обменивается теплом со средой по закону конвекции, то для температуры в точке  $x$  решение будет иметь вид

$$t(x, \tau) = \frac{b\delta^2}{6a} f\left(\xi, \frac{x}{\delta}\right) + \frac{1 + \xi \left(1 - \frac{x}{\delta}\right)}{1 + \xi} b\tau, \quad (30)$$

\* Фогель В. О., Труды Московского ин-та тонкой химической технологии, вып. 8, 1958, стр. 116—125.

где  $\xi = \frac{ad}{\lambda}$  — критерий Био.

$a$  — функция, вид которой известен.

Определяя из опыта наклон кривой, можно найти  $\xi$ , а затем и величину первого члена в формуле (30), т. е. в конечном счете  $a$ . Метод позволяет определить  $a$ , проводя измерения температуры только в одной точке на поверхности образца.

М. Ш. Ягфаровым [73] предложен комплексный метод определения теплофизических коэффициентов, основанный на регулярном режиме 2-го рода для системы, состоящей из образца в виде полого цилиндра из испытуемого вещества с сердечником, состоящим из двух элементов: с нулевой и с известной теплоемкостью. По отношению разности температур между эталоном с нулевой теплоемкостью и стальным цилиндром, окружающим образец, и между двумя эталонами находят  $c$  и  $\lambda$  образца.

Важнейшим достоинством методов регулярного теплового режима 2-го рода является принципиальная возможность измерения коэффициента теплопроводности в широком интервале температур за один опыт. Однако это ценное свойство не было в достаточной степени использовано, очевидно, из-за сложности создания нагрева с постоянной скоростью (постоянным потоком тепла) в большом температурном интервале. Поэтому в последнее время рядом авторов были предложены методы измерения  $a$  при нагреве образца непостоянным потоком тепла, получившие название динамических методов или методов непрерывного нагрева.

Во всех этих методах основой для обработки результатов служат формулы, верные для нагрева тела с постоянной скоростью (и сохраняется прежняя схема опыта). Непостоянство скорости изменения температуры образца либо учитывается с помощью специальной поправки, либо выбираются такие условия проведения опыта, при которых этим непостоянством можно пренебречь. Образец в этих опытах обычно просто разогревается вместе с печью сопротивления, причем обмотка печи иногда помещается непосредственно на самом образце.

Н. Ю. Тайц и Э. М. Гольдфарб [74] предложили методику, основанную на решении дифференциального уравнения теплопроводности при условии постоянства скорости нагрева и разности температур в начальный момент по сечению тела. Таким образом в методе учитывается дорегулярная стадия нагрева. Расчетная формула для пластины ( $n = 1$ ) и цилиндра ( $n = 2$ ) дается выражением

$$\frac{\Delta t}{b\tau} = \frac{R^2}{2na\tau} \left( \frac{R^2}{a\tau} - \frac{2n \Delta t_0}{b\tau} \right) \Phi \left( \frac{a\tau}{R^2} \right), \quad (31)$$

где  $\Delta t_0$  — разность температур поверхности и середины тела в начальный момент ( $\tau = 0$ );

$\Delta t$  — то же в момент времени  $\tau$ ;

$\Phi$  — сумма бесконечного ряда.

При практическом осуществлении метода по критериям  $\frac{\Delta t}{b\tau}$  и  $\frac{\Delta t_0}{b\tau}$  для участка квазилинейного нагрева определяется критерий Фурье  $Fo = \frac{a\tau}{R^2}$  и, следовательно,  $a$  — из заранее составленного графика. Авторы исследовали массивные стальные слитки (до  $1000^\circ\text{C}$ ) и шамотные плиты (до  $500^\circ\text{C}$ ). Эти же авторы в другой работе [75] заметили, что при охлаждении тела в условиях регулярного режима 1-го рода, если определять время запаздывания температуры центра тела по сравнению с его средней температурой, будет верна формула, сходная с формулой (28):

$$a = \frac{R^2}{z \Delta \tau} \Psi(Bi), \quad (32)$$

где  $z = 6, 8, 10$  — соответственно для неограниченной пластины, неограниченного цилиндра и для шара,

$\psi$  — функция, численное значение которой близко к единице при малых значениях критерия Био.

Координаты точки тела, температура которой равна средней температуре, практически не зависят от интенсивности теплообмена [76].

О. А. Краевым [77—80] предложены два метода, представляющие обобщение методов I и II регулярного режима 2-го рода на случай нагрева тел простой формы (неограниченный цилиндр и неограниченная пластина) с некоторой переменной, но слабо изменяющейся скоростью.

В методе I Краева, так же как и в методах регулярного режима 2-го рода, измеряется температура в центре образца  $t_n$  и разность температур между поверхностью и центром  $\Delta t$  в зависимости от времени. Расчетная формула для цилиндрического образца

$$a = \frac{R^2}{4\Delta\tau} \cdot \frac{d}{dt} \left( t_n + \frac{1}{4} \Delta t \right) (1 + \eta), \quad (33)$$

где  $\eta$  — поправка, учитывающая зависимость физических параметров от температуры,

$$\eta = -\frac{1}{4a} \cdot \frac{da}{dt} \Delta t. \quad (34)$$

Поправка  $\eta$  может быть сделана сколь угодно малой при выборе достаточно малого  $\Delta t$ .

Метод II Краева [77—80], при котором температуропроводность определяется по времени запаздывания температуры в центре образца по сравнению с температурой на его поверхности, удобно применять, если при измерениях используются образцы с достаточно малыми размерами. Расчетная формула для пластины ( $n = 1$ ) и неограниченного цилиндра ( $n = 2$ ) имеет вид

$$a = \frac{R^2}{2n\Delta\tau} (1 + \varepsilon + \xi). \quad (35)$$

Поправка на переменность нагрева

$$\varepsilon = -\frac{1}{z\Delta t} \cdot \frac{d\Delta t}{d\tau} \Delta\tau, \quad (36)$$

где  $z = 4$  для цилиндра;  $z = 3$  для пластины.

Поправки, учитывающие зависимость физических параметров от температуры, равны

для цилиндра

$$\xi = \frac{1}{4a} \cdot \frac{da}{dt} \Delta t,$$

для пластины

$$\xi = -\frac{1}{3c} \cdot \frac{dc}{dt} \Delta t.$$

(37)

Влияние неравномерности распределения температуры по длине цилиндра оценивается формулой

$$a = a^* \left( 1 + \frac{1}{2} \cdot \frac{R^2}{l^2} \cdot \frac{\Delta t_l}{\Delta t_R} \right), \quad (38)$$

где  $l$  — полудлина цилиндра.

Для длинных образцов  $\left( \frac{l}{R} = 5 \div 6 \right)$  и для не слишком больших  $\Delta t_l$  поправка мала.

Метод, аналогичный методу II О. А. Краева, был предложен также Л. А. Бровкиным [81].

О. А. Краев исследовал методами I и II порошкообразные теплоизоляторы (мед в интервале температур  $30 \div 400^\circ \text{C}$ , окись алюминия в интервале  $70 \div 750^\circ \text{C}$ ) и методом II металлы (медь, мягкую углеродистую сталь и нержавеющую сталь ЭЯ-1Т до  $700^\circ \text{C}$ ). Порошкообразные материалы заключали в металлический контейнер. На него наматывали нагреватель (метод I), либо контейнер помещали в специальную печь (метод II). Размеры контейнеров  $44 \times 220 \text{ мм}$  и  $20 \times 120 \text{ мм}$ . Температуропроводность металлов определяли на образцах специальной формы. Образцом являлся цилиндр диаметром  $30 \text{ мм}$  с цилиндрическим концентрически расположенным уступом диаметром  $20 \text{ мм}$ . Эта утоньшенная часть цилиндра и является собственно образцом. Она защищается с боковой поверхности и с торца медным экраном, исключая обмен с этих поверхностей, и поэтому в расчетном отношении представляет неограниченную пластину, изолированную с одной стороны. Образец в процессе опыта находился под вакуумным колпаком и его изолировали металлическими экранами. В методе I время проведения опытов  $20 \div 70 \text{ мин}$ , в методе II время  $2 \div 4 \text{ ч}$ . Погрешность методов  $\pm 3 \div 4\%$ .

Плохие проводники тепла исследовались О. А. Краевым в порошкообразном состоянии, но разработанные им методики применимы, очевидно, и для твердых материалов. Однако в последнем случае при осуществлении его методик придется преодолеть большие экспериментальные трудности, чем в опытах с порошками.

И. И. Перелетовым\* осуществлен комплексный метод определения теплофизических коэффициентов плохо проводящих тепло порошкообразных материалов с помощью непрерывного нагрева двухслойного цилиндра (оболочка цилиндра служит стандартным образцом, а сердечник — испытуемым). Исследовалась окись алюминия до  $600^\circ \text{C}$ , стандартный образец изготавливался из пеношамота.

Л. М. Копа-Овдненко и Л. В. Мигунов [82] оценили погрешность, возникающую при измерении температуропроводности методом II в цилиндре, когда основной поток изменяется по линейному закону

$$\frac{\Delta a}{a} = \frac{a^* - a}{a^*} \approx \frac{1}{4} \frac{\Delta q}{q_{\text{ср}}} \frac{\Delta \tau}{\tau_{\text{ср}}} \approx \frac{1}{4} \frac{\Delta \theta}{\theta} \frac{\Delta \tau}{\tau_{\text{ср}}}, \quad (39)$$

$$\begin{aligned} \text{где } q_{\text{ср}} &= q(\tau_{\text{ср}}), \\ \tau_{\text{ср}} &= \frac{\tau_1 + \tau_2}{2}, \\ \Delta q &= q_0 - q_{\text{ср}}, \\ a^* &= \frac{R^2}{4a \Delta \tau}, \end{aligned}$$

$\theta = t(R, \tau) - t(0, \tau)$  — разность температур для случая линейного потока тепла.

В опыте снимаются зависимости температур от времени в двух точках тела и обрабатываются те участки, при которых  $\frac{\Delta a}{a}$  достаточно мала.

В этой же работе показана возможность определения  $a$  на образцах конечных размеров. Так, если цилиндр радиусом  $R$  и длиной  $2l$  нагревается с боковой поверхности и с торцов постоянными, но не равными друг другу тепловыми потоками  $q_r$  и  $q_z$ , то для точек с координатами  $(r_1, z_1)$  и  $(r_2, z_2)$  будет верна формула

$$a = \frac{\frac{q_z}{l} (z_1^2 - z_2^2) + \frac{q_r}{R} (r_1^2 - r_2^2)}{2 \left( \frac{q_z}{l} + 2 \frac{q_r}{R} \right) \Delta \tau}. \quad (40)$$

\* Перелетов И. И., «Теплоэнергетика», № 2, 1960, стр. 77—79.



Если же выбрать точки измерения так, чтобы

$$\frac{r_1^2 - r_2^2}{2} = z_1^2 - z_2^2, \quad (41)$$

т. е. чтобы на одной из кривых  $z^2 - \frac{r^2}{2} = \text{const}$ , то расчет  $a$  не будет зависеть от  $\frac{q_z}{q_r}$ :

$$a = \frac{z_1^2 - z_2^2}{2(\tau_2 - \tau_1)}. \quad (42)$$

Опыты производились в интервале температур до 400° С на образцах из стали 1Х18Н9Т, имеющих форму цилиндра с диаметром 40 мм и высотой 100 мм, помещаемых в уже разогретую печь. Погрешность определения  $a$  равна  $\pm 7-8\%$ , причем погрешность из-за непостоянства теплового потока не более  $\pm 5\%$ .

Е. С. Платуновым [83] предложен динамический метод определения коэффициента температуропроводности в широком интервале температур для пластинчатого образца. Образец, состоящий из двух пластин толщиной  $R$  каждая, зажимается между двумя массивными блоками, снабженными нагревателями и окруженными теплоизоляционной оболочкой с малой теплоемкостью. Изменение температуры внутри тепловой системы, т. е. блоков с образцом, происходит по экспоненциальному закону. В ходе опыта измеряются: либо разности температур между центром и поверхностью образца и температура в центре образца (метод I), либо температуры в трех точках: в центре и на поверхностях пластинчатого образца (метод II).

Расчетная формула для метода I, учитывающая несимметричность нагрева образца, имеет вид

$$a = \frac{R^2}{\Delta t_1 + \Delta t_2} \cdot \frac{\partial t(0, \tau)}{\partial \tau}, \quad (43)$$

где  $\Delta t_1$  и  $\Delta t_2$  — перепады температур между центром и верхней и нижней поверхностью составного образца в момент времени  $\tau$ .

При пользовании формулой (43) будет иметь место систематическая ошибка

$$\frac{\Delta a}{a} = -\frac{1}{12} \left( \sqrt{\frac{m}{a}} R \right)^2, \quad (44)$$

где  $m$  — темп нагрева.

Расчетная формула для метода II

$$a(t) = \frac{R^2}{\Delta \tau_1(t) + \Delta \tau_2(t)}, \quad (45)$$

где  $\Delta \tau_1(t)$  и  $\Delta \tau_2(t)$  — интервалы времени, прошедшие между достижениями температуры  $t$  на поверхностях и в центре пластинчатого образца.

Е. С. Платуновым дана формула, учитывающая изменение теплофизических коэффициентов с температурой, а также поправки на термическое сопротивление между блоками и образцом. Метод был применен для определения температуропроводности пластмасс и полупроводников в интервале температур 20÷320° С. Воспроизводимость измерений 2—3%.

### Методы регулярного теплового режима 3-го рода

Если на поверхности тела простой формы создать гармоническое изменение температуры, то спустя некоторое время после начала теплового процесса в теле установится регулярный тепловой режим 3-го рода. При этом

в каждой точке тела будут происходить гармонические колебания с тем же периодом, с которым изменяется и температура среды, с постоянными амплитудой и фазой, зависящими от координат и коэффициента температуропроводности материала, а также от условий теплоотдачи и амплитуды колебаний температуры среды. Если колебания температуры среды записать в виде

$$t_c = t_{c0} + t_m \cos \omega \tau, \quad (46)$$

то колебание температуры в каждой точке тела для всех случаев регулярного режима 3-го рода можно представить в виде следующего выражения:

$$t(r, \tau) = t_{c0} e^{-k'r} + t_m A_r \cos(\omega \tau - \varphi_r), \quad (47)$$

где  $r$  — координата точки;

$A_r$  и  $\varphi_r$  — амплитуда и фаза для данной точки  $r$ .

При выводе формулы для измерения температуропроводности берутся такие комбинации амплитуд и фаз, чтобы в расчетную формулу не входили характеристики колебаний температуры среды  $t_m$  и условий теплоотдачи  $\alpha$ .

Можно назвать три основные разновидности регулярного режима 3-го рода:

1) для тонкого полуограниченного неизолированного стержня, имеющего на одном конце источник гармонического изменения температуры;

2) для полуограниченного пространства, что является частным случаем предыдущего при  $\alpha = 0$ ;

3) для тела правильной формы, помещенного в среду с гармоническим изменением температуры.

Метод измерения температуропроводности, основанный на законе распространения температурных волн в тонком полуограниченном стержне, впервые применил Ангстрем [84, 85]. Метод Ангстрема использовался главным образом для тонких и длинных металлических стержней. (Стержень должен иметь по сечению одинаковую температуру, поэтому для плохопроводящих материалов будут хуже выполняться теоретические предпосылки метода.)

Для тонкого полуограниченного стержня будут иметь место соотношения

$$A_r = e^{-kr}; \quad (48)$$

$$\varphi_r = k'r, \quad (49)$$

где

$$k = \left\{ \frac{1}{2a} \left[ (v^2 + \omega^2)^{1/2} + v \right] \right\}^{1/2}; \quad (50)$$

$$k' = \left\{ \frac{1}{2a} \left[ (v^2 + \omega^2)^{1/2} - v \right] \right\}^{1/2} \quad (51)$$

и  $r$  — координата, отсчитанная от торцевой поверхности.

В случае полуограниченного пространства  $v = 0$  и  $k = k' = \sqrt{\frac{1}{2} \frac{\omega}{a}}$ .

Если измерять разность фаз  $\varphi_{r_2} - \varphi_{r_1} = \Delta\varphi$  или скорость распространения температурных колебаний  $v$  и их декремент затухания  $\xi = \frac{A_{r_2}}{A_{r_1}}$  в тонком стержне одновременно, то можно определить температуропроводность по формуле

$$a = \frac{\pi (\Delta r)^2}{T \Delta\varphi \ln \xi} = \frac{\Delta r v}{2 \ln \xi}, \quad (52)$$

где  $\Delta r = r_2 - r_1$ .

Такая схема метода была осуществлена Ангстремом [84], а затем с большой тщательностью Сайдлом и Даниельсоном [86]. Можно определить

температуропроводность, осуществляя только измерения скорости  $v$ , как это было сделано Кингом [87], или только отношения амплитуд  $\xi$ , как это было сделано Старром [88], но при двух различных периодах ( $T_1$  и  $T_2$ ). Соответствующие расчетные формулы даются выражениями

$$a = \frac{T_1 T_2 v_1 v_2}{4\pi} \left[ \frac{v_1^2 - v_2^2}{T_2^2 v_2^2 - T_1^2 v_1^2} \right]^{1/2} \quad (53)$$

$$a = \frac{\pi L^2}{T_1 \ln \xi_1 \ln \xi_2} \left[ \frac{(T_1/T_2)^2 - (\ln \xi_1 / \ln \xi_2)^2}{(\ln \xi_1 / \ln \xi_2)^2 - 1} \right]^{1/2} \quad (54)$$

Две последние методики, являясь несколько более простыми с точки зрения процесса измерения (у Кинга измерялось лишь время запаздывания между прохождениями световых указателей двух гальванометров через нулевое положение, а у Старра — только лишь максимальные отклонения указателей гальванометров), обладают тем большим недостатком, что при переходе с режима с периодом  $T_1$  к режиму с периодом  $T_2$  могут измениться условия теплоотдачи.

Кроме того, проведение опыта при работе с двумя различными периодами требует по крайней мере в два раза больше времени, чем в том случае, когда используется только один период.

В случае идеальной изоляции стержня ( $v = 0$ ) или в случае полуограниченного пространства формула для измерения температуропроводности приобретает простой вид

$$a = \frac{\pi (\Delta r)^2}{T (\ln \xi)^2} = \frac{\pi (\Delta r)^2}{T (\Delta \varphi)^2} \quad (55)$$

Формулой (55) пользуются при измерении температуропроводности и на металлических стержнях в том случае, если теплоотдачей с поверхности образца можно пренебречь [89].

Метод Ангстрема использовался для измерения температуропроводности различных металлов и сплавов в широком интервале температур, начиная от самых низких ( $0,15^\circ \text{K}$ ) [89, 90] и до весьма высоких ( $500 \div 700^\circ \text{C}$ ) [86, 91—94]. Длина образцов при этом составляла несколько десятков сантиметров, а толщина — несколько миллиметров.

Разновидность метода для трубчатого материала была осуществлена М. А. Эль-Хифни и В. Т. Чао [93]. В этом случае расчетные формулы приобретают простой вид, если потери с поверхности образца малы ( $b = \frac{v}{\omega} \ll 1$ )

и критерий  $r \sqrt{\frac{\omega}{2a}}$  также достаточно мал для обеих точек измерения (меньше 0,5):

$$\xi = \frac{\text{ch } r_1 \sqrt{\frac{\omega}{2a}}}{\text{ch } r_2 \sqrt{\frac{\omega}{2a}}} \quad (56)$$

$$\Delta \varphi = \Delta r \sqrt{\frac{\omega}{2a}} \quad (57)$$

При осуществлении метода использовались тонкостенные трубки длиной 120 и диаметром около 20 мм.

Нейманом был предложен, а Вебером осуществлен метод определения коэффициентов теплоотдачи и температуропроводности для коротких стержней [85, 96]. На концах стержня при этом создавался перепад температур, менявший свой знак каждые полпериода. В процессе опыта измерялась температура в точке  $\frac{1}{2}L$  ( $L$  — длина стержня) и разность температур в точках

L/6 и 2L/3. Метод ввиду сложности осуществления не получил распространения.

Хагстрем [97] разработал метод Ангстрема для случая, когда коэффициенты теплоотдачи и теплопроводности зависят от температуры.

В отличие от методов регулярных тепловых режимов 1-го и 2-го рода, где средства, задающие тепловой процесс и среднюю температуру опыта, одни и те же, в методе Ангстрема необходимы отдельные устройства для выполнения этих функций. Средняя температура задается с помощью печи автоматическим или ручным регулированием. Печь тогда делается вакуумной, чтобы стабилизировать температурный режим и уменьшить коэффициент теплоотдачи [86]. Иногда для уменьшения тепловых колебаний устройство с образцом окружают массивным металлическим экраном [93]. Для создания постоянной средней температуры применялись также точки кипения различных веществ [91]. Обычно лучшие результаты достигались в том случае, если температура нагревателя изменялась по синусоидальному закону [86—88, 93], хотя возможно проведение эксперимента и при простом периодическом нагреве образца [91, 94]. В последнем случае приходится прибегать к гармоническому анализу. Время установления теплового режима составляет 1—2 ч, время проведения опыта занимает около 3/2 периода. Периоды составляют обычно несколько минут (4—10 мин).

В. Е. Микрюковым [95] разработана установка, в которой на одном и том же образце определяется, кроме температуропроводности металлов или сплавов, еще и теплопроводность, электропроводность и т. э. д. с., что представляет большое удобство при всестороннем физическом исследовании материала.

Метод плоских температурных волн был применен также для определения температуропроводности полупроводников [98] и плохих проводников тепла [99, 100]. Р. Нии [98] измерял температуропроводность полупроводников ( $\text{Bi}_2\text{Te}$  и  $\text{PbTe}$ ) до температуры  $500^\circ\text{C}$ , используя для вычисления формулу (52). И. Тадокоро провел обстоятельное изучение тепловых свойств горных пород и огнеупорных материалов, используя для измерения температуропроводности до  $600^\circ\text{C}$  массивные образцы (длиной до 80 мм и толщиной 40 мм) [99].

Н. С. Биллингтон [100] исследовал строительные материалы при температуре, близкой к комнатной. В этой работе в образце квадратного сечения  $100 \times 100$  мм и длиной 300 мм располагался ряд термодатчиков, снималась зависимость от координаты  $r$  времени запаздывания и амплитуд колебаний, строились графики  $\ln \xi$  от  $r$  и времени запаздывания  $\Delta \tau$  от  $r$  и определялась температуропроводность из наклона этих кривых:

$$a = \frac{1}{2} \left[ \frac{2\pi r}{T \Delta \varphi} \right] \left[ \frac{r}{\ln \xi} \right] = \frac{1}{2} \left[ \frac{r}{\Delta \tau} \right] \left[ \frac{r}{\ln \xi} \right]. \quad (58)$$

При измерении температуропроводности плохих проводников тепла по методу плоских температурных волн время установления регулярного теплового режима составляет 15—20 ч [99, 100].

Ряд работ посвящен облегчению методики вычисления и учету влияния конечности образца. С. Х. Босанкетом предложен метод внесения поправок при расчете температуропроводности для случая, когда образец нагревается прямоугольными импульсами тепла, что позволяет обойтись без помощи гармонического анализа [101]. В работе Л. Сикара и др. [102], где измерения проводились на прямоугольном параллелепипеде, погруженном в изоляцию, приведено для этого случая выражение для амплитуды колебания в любой точке. Оно позволяет оценить влияние краевого эффекта и выбрать оптимальные размеры образца. Приведено также выражение для источника, действующего лишь на части неограниченной поверхности.

Е. М. Кравчук разработал комплексный метод плоских температурных волн для измерения твердых и сыпучих теплоизоляторов при температуре, близкой к комнатной [103]. Между источником переменной температуры и образцом помещается «эталон» и проводятся измерения температур на обеих поверхностях эталона и в глубине образца. Температуропроводность определяется по формуле (55), а для определения теплопроводности необходимо знать  $\lambda$  и  $a$  эталона.

Метод плоских температурных волн оказался удобным при измерении тепловых характеристик почв и грунтов [40]. При этом используют суточные или годовые естественные колебания температуры. Метод впервые был детально разработан Кельвиным [104] и затем применялся неоднократно. Значительный вклад в разработку различных методик измерения температуропроводности почв с помощью плоских температурных волн внесли советские ученые. М. А. Каганов и А. Ф. Чудновский [105] предложили метод вычисления температуропроводности по четырем отсчетам температуры в двух точках за полный период. Формула, выведенная из закона затухания по фазе и учитывающая две первые гармоники, имеет вид

$$a = \frac{\pi (r' - r)^2}{T \arctg \frac{(t_1 - t_3)(t_2 - t_4) - (t_2 - t_4)(t_1' - t_3')}{(t_1 - t_3)(t_1' - t_3') + (t_2 - t_4)(t_2' - t_4')}} \quad (59)$$

При этом предполагаются также условия измерений, при которых  $t_1 - t_3 = t_2 - t_4$ , где  $t_i$  — температура в момент  $i$ -го отсчета. Более удобная методика, предложенная акад. А. Н. Колмогоровым, использует закон затухания амплитуды [40, 106]:

$$a = \frac{4\pi (r' - r)^2}{T \left[ \ln \frac{(t_1 - t_3)^2 + (t_2 - t_4)^2}{(t_1' - t_3')^2 + (t_2' - t_4')^2} \right]} \quad (60)$$

Методы измерения температуропроводности с помощью температурных волн на образцах простой формы были практически реализованы лишь для цилиндрических образцов [107—116]. Впервые метод применялся для жидкостей (расплавленного стекла) А. Ф. Ван Зи и С. Л. Бэбкоком [110], которые определяли температуропроводность по сдвигу фаз. А. Н. Гордовым [108] был предложен метод измерения температуропроводности твердых тел по отношению амплитуд радиальных температурных волн в цилиндре, опробованный в дипломной работе В. А. Москалева [109].

Дальнейшая детальная разработка метода определения коэффициентов температуропроводности с помощью температурных волн на образцах простой формы была осуществлена Ю. А. Кириченко [111—115]\*. В частности, им обоснованы оптимальные условия проведения измерений, создана соответствующая аппаратура и проведено определение температуропроводности ряда пластмасс на цилиндрических образцах в интервале температур от  $-180$  до  $+300^\circ\text{C}$ .

При методе измерения температуропроводности с помощью температурных волн на образцах простой формы (неограниченная пластина, неограниченный цилиндр или шар) образец помещают в среду, температура которой изменяется по простому гармоническому закону. После наступления в теле регулярного режима производится запись колебаний температур в двух точках образца, расположенных на разном расстоянии от центра (оси) тела. Для регулярного режима 3-го рода в этом случае будет верна формула (47) при  $k_0 = 0$ . Коэффициент температуропроводности проще всего найти из отношения амплитуд колебаний в центре образца  $A_0$  и на некотором рас-

\* См. также статьи в настоящем сборнике, стр. 113 и 121.

стоянии  $r$  от центра (от оси цилиндра или от средней плоскости пластины)  $A_r$ . Хотя  $A_r$  и  $A_0$  будут зависеть от толщины (радиуса) тела и коэффициента теплоотдачи, их отношение зависит лишь от периода колебаний, координаты и температуропроводности материала образца. Соответствующие расчетные формулы будут иметь вид [114]:

для неограниченной пластины

$$\frac{A_r}{A_0} = \left( \operatorname{ch}^2 \sqrt{\frac{\omega}{2a}} r \cos^2 \sqrt{\frac{\omega}{2a}} r + \operatorname{sh}^2 \sqrt{\frac{\omega}{2a}} r \sin^2 \sqrt{\frac{\omega}{2a}} r \right)^{1/2}; \quad (61)$$

для неограниченного цилиндра

$$\frac{A_r}{A_0} \left( \operatorname{ber}^2 \sqrt{\frac{\omega}{a}} r + \operatorname{bei}^2 \sqrt{\frac{\omega}{a}} r \right)^{1/2}; \quad (62)$$

для шара

$$\frac{A_r}{A_0} = \left( \operatorname{sh}^2 \sqrt{\frac{\omega}{2a}} r \cos^2 \sqrt{\frac{\omega}{2a}} r + \operatorname{ch}^2 \sqrt{\frac{\omega}{2a}} r \sin^2 \sqrt{\frac{\omega}{2a}} r \right)^{1/2}. \quad (63)$$

Для вычисления температуропроводности по разности фаз служат формулы:

для неограниченной пластины

$$\operatorname{tg}(\varphi_0 - \varphi_r) = \operatorname{tg} \sqrt{\frac{\omega}{a}} r \operatorname{th} \sqrt{\frac{\omega}{a}} r; \quad (64)$$

для неограниченного цилиндра

$$\operatorname{tg}(\varphi_0 - \varphi_r) = \frac{\operatorname{bei} \sqrt{\frac{\omega}{a}} r}{\operatorname{ber} \sqrt{\frac{\omega}{a}} r}; \quad (65)$$

для шара

$$\operatorname{tg}(\varphi_0 - \varphi_r) = \frac{\operatorname{ch} \sqrt{\frac{\omega}{a}} r \sin \sqrt{\frac{\omega}{a}} r - \operatorname{sh} \sqrt{\frac{\omega}{a}} r \cos \sqrt{\frac{\omega}{a}} r}{\operatorname{ch} \sqrt{\frac{\omega}{a}} r \sin \sqrt{\frac{\omega}{a}} r + \operatorname{sh} \sqrt{\frac{\omega}{a}} r \cos \sqrt{\frac{\omega}{a}} r}. \quad (66)$$

Ю. А. Кириченко предложил комплексный сравнительный метод измерения температуропроводности с помощью температурных волн на образцах простой формы, осуществленный для цилиндрического образца [112, 116] \*. Метод основан на зависимости амплитуды колебаний температуры в каждой точке образца от критерия Био.

Кроме тех измерений, которые имеют место при определении температуропроводности, в комплексном методе определяется коэффициент теплоотдачи с помощью образца с известной теплопроводностью и амплитуда колебаний температуры среды, окружающей образец.

Методы регулярного режима 3-го рода имеют ряд достоинств (кроме присущих всем методам регулярных режимов), которые ставят их в особое положение по сравнению с другими методами.

Можно выделить следующие особенности методов температурных волн:

1) измерения могут быть повторены в одном опыте неограниченное число раз, что невозможно в любых других методах. Возможность многократного повторения измерений особенно важна при проведении метрологических работ;

2) измерения могут быть произведены в сколь угодно узком интервале температур. Поэтому методы пригодны даже при резком изменении теплофизических характеристик с температурой.

\* См. статью настоящего сборника, стр. 113.

## Зондовые методы

Зондовые методы основаны на решении нестационарной задачи теплопроводности с источником тепла для неограниченной среды. При проведении опыта источник тепла (зонд), внедренный в неограниченную среду (исследуемое вещество), создает определенный тепловой импульс. Для определения температуропроводности на некотором расстоянии от зонда измеряется изменение температуры со временем (чаще всего производится определение времени наступления  $\tau_m$  максимальной температуры  $t_m$ ).

По характеру выделения тепла зондом можно отметить такие методы: 1) с мгновенным импульсом; 2) с импульсом конечной длительности; 3) остывающего зонда; 4) с источником постоянной мощности; 5) изотермического зонда.

По своей геометрической форме зонды различаются на плоские, цилиндрические (линейные), сферические. В зависимости от условий эксперимента, исследуемого вещества и необходимой точности зонды могут быть либо массивными с толщиной (диаметром), сравнимой с расстоянием до термодатчика, либо с минимальной толщиной, при которой практически осуществляется условие нулевой толщины зонда. Массивные зонды, оформленные в виде приборов, внедряемых в дисперсную среду, применяются для исследования почв в естественном состоянии, а также для лабораторных испытаний сыпучих материалов. Большое количество такого рода приборов разработано А. Ф. Чудновским и его сотрудниками [40]. Тонкие зонды применяются для исследования главным образом твердых материалов в лабораторных условиях. Зондовые методы обычно используются для комплексного определения тепловых величин, хотя определенные типы зондов удобны для измерения лишь какой-либо одной величины. При комплексных измерениях необходимо определить мощность, выделяемую зондом, или зная теплофизические характеристики материала самого зонда.

Определение температуропроводности наиболее просто осуществляется с помощью метода мгновенного импульса [40, 117—119]. Распределение температур при действии мгновенного источника интенсивности  $Q_0$  для неограниченной среды описывается выражением [40]

$$t(r, \tau) = \frac{Q_0}{2\sqrt{\pi a \tau}} e^{-\frac{r^2}{4a\tau}} \quad (67)$$

Здесь  $n = 1, 2, 3$  и  $Q_0 = \frac{Q}{cV}$ ,

где  $Q$  — количество выделенного тепла на  $1 \text{ м}^2$ ,  $1 \text{ м}$  и полное количество тепла, соответственно, для плоского, линейного и точечного источников.

В каждой точке  $r$  среды температура в момент времени  $\tau_m$  достигнет своего максимального значения  $t_m$ . Время наступления максимума связано с коэффициентом температуропроводности материала среды простой зависимостью [40]

$$a = \frac{r^2}{2n\tau_m} \quad (68)$$

Достоинством метода мгновенного источника является то, что не нужно определять абсолютное значение температуры. Известен случай применения

метода к исследованию металлов [120—122], но обычно он, как и другие зондовые методы, применяется исключительно для теплоизоляторов. Если известно количество выделенного тепла, то, измерив максимальную температуру  $t_m$ , можно определить  $\lambda$  и  $c\gamma$  [40, 123—126]. График изменения температуры вблизи максимума имеет пологий характер, что часто затрудняет точное определение  $\tau_m$ . В этом случае можно определить температуропроводность по двум отсчетам температуры в два разных момента времени [120, 123] или по отсчетам температуры в один и тот же момент времени для двух различных точек [127]. Соответствующие расчетные формулы, получаемые из решения уравнения (67), для плоского источника имеют вид

$$a = \frac{\tau_2 - \tau_1}{\tau_1 \tau_2} \cdot \frac{r^2}{2 \left( 2 \ln \frac{t_2}{t_1} + \ln \frac{\tau_2}{\tau_1} \right)}; \quad (69)$$

$$a = \frac{r_2^2 - r_1^2}{4\tau \ln \frac{t_2}{t_1}}. \quad (70)$$

Аналогичные формулы могут быть без труда выведены и для цилиндрического и сферического зондов. Б. А. Айзенштадт и В. Г. Черников [123] находили  $a$  по формуле (68), но  $\tau_m$  рассчитывали по двум значениям температуры, одно из которых — максимальное, что приводило к неоправданно сложным расчетным формулам. Мгновенный источник тепла реализуется чаще всего с помощью малонерционного электрического нагревателя, а при определении теплофизических характеристик дисперсных материалов — с помощью массивных зондов: нагретой заранее медной пластины или стержня, или даже с помощью медного ящика, заливаемого в начале опыта горячей водой. При применении массивных зондов осуществляется, вообще говоря, метод остывающего зонда. В этих условиях необходимо решать не внутреннюю задачу теплопроводности (неограниченной среды с источником тепла), а внешнюю (неограниченная среда с граничными условиями 4-го рода), и учитывать тепловые свойства зонда. И. И. Цукерманом [128] было показано для плоского зонда, что при этих условиях

$$a = \frac{r^2}{2\tau_m} \left( \frac{1}{3} + \sqrt[3]{N + \sqrt{N^2 - \frac{M^2}{27}}} + \sqrt[3]{N - \sqrt{N^2 - \frac{M^2}{27}}} \right). \quad (71)$$

Здесь

$$M = \frac{1}{3} + \frac{2}{Dr};$$

$$N = \frac{1}{27} + \frac{1}{3Dr} + \frac{1}{2D^2r^2},$$

где  $D = \frac{c\gamma}{c_0\gamma_0 d}$ ;

$d$  — полутолщина;

$c_0\gamma_0$  — объемная теплоемкость зонда.

Применяя метод мгновенного источника, важно, несмотря на конечные размеры зонда, обеспечить одномерный или радиальный поток тепла, особенно, если учитывается выделяемое зондом количество тепла и метод применяется как комплексный. Для обеспечения направленного потока тепла применяются защитные экраны, работающие в таком же режиме, как и сам зонд, и конструктивно связанные с ним [40]. А. П. Шушпанов и П. И. Шушпанов [129] оценили влияние конечной длины линейного источника тепла.



Если длина источника  $2l$ , температуропроводность определяется по формуле

$$a = \frac{r^2}{4\tau_m} \cdot \frac{1}{B}; \quad (72)$$

где

$$B = 1 + \frac{\frac{l^2}{e^{4a\tau_m}}}{V\pi^2 V a\tau_m \Phi\left(\frac{l}{2\sqrt{a\tau_m}}\right)},$$

$\Phi$  — функция Крампа.

Авторами также выведена уточненная формула для объемной теплоемкости. Полученное соотношение можно применять при исследовании материалов, имеющих большие поры, когда важно производить измерение на значительном расстоянии от источника тепла.

Существенным является также учет длительности «мгновенного» импульса [124, 130]. При этом для линейного источника

$$a \approx \frac{r^2}{4\tau_m} \left(1 + \frac{1}{2} \varphi_0 + \frac{5}{12} \varphi_0^2\right), \quad (73)$$

где  $\varphi_0 = \frac{\tau_0}{\tau_m}$ .

и  $\tau_0$  — длительность импульса.

Е. Е. Вишневым [124, 131] предложен комплексный метод измерения теплофизических коэффициентов теплоизоляторов для плохих проводников тепла с импульсом конечной длительности  $\tau_0$  и линейным источником тепла. Расчетная формула этого метода

$$a = \frac{r^2}{4\tau_0} \varphi_a, \quad (74)$$

где  $\varphi_a$  — функция  $\varphi_0 = \frac{\tau_0}{\tau_m}$  и рассчитывается до опыта.

Аналогичная методика предложена Вишневым и для произвольного момента времени. Им предложен также метод, при котором теплофизические характеристики определяются по измерению двух температур в двух точках (одна из которых — место нахождения нагревателя) в два разные момента времени ( $\tau_1 = \tau_0$  и  $\tau_2 > \tau_0$ ). При этом  $a$  определяется по формуле, подобной формуле (73),

$$a = \frac{r^2}{4\tau_0} f_a, \quad (75)$$

$f_a$  является функцией критерия  $K_t = \frac{t_1}{t_2}$  и  $\mu = \frac{\tau_0}{\tau_2}$  и ее находят по заранее составленным графикам.

Толщина нагревателя и термопара в опытах Вишневого 0,05—1,0 мм; термопара — из копеля или константана с электролитическим покрытием из меди. Продолжительность измерений 1—2 мин. Зонд и термодатчик укладываются в глубине материала в узкие прорези и заделываются подходящей замазкой.

Существенной особенностью зондов постоянной мощности является необходимость измерения температуры самого зонда, что накладывает определенные ограничения на точность метода. Учет теплоемкости самого зонда, который обычно приходится делать при реализации этого метода для дисперсных материалов [40], значительно усложняет расчетные формулы.

А. Б. Вержинская и Л. Н. Новиченок [132] осуществили по идее А. В. Лыкова комплексный метод определения теплофизических коэффициентов, используя плоский источник постоянной мощности, создающий

постоянный поток тепла  $q$ , и определяя в процессе опыта температуру нагревателя  $t_n$  и среды  $t_x$  в точке  $x$ . Из решения

$$\theta_x = t_x - t_0 = 2q\lambda^{-1} \sqrt{a\tau} \operatorname{ierfc}(x/2\sqrt{a\tau}) \quad (76)$$

получаются расчетные формулы

$$\theta_n = t_n - t_0 = 1,1284 q\lambda^{-1} \sqrt{a\tau}, \quad (77)$$

$$0,5642\theta_x/\theta_n = \operatorname{ierfc}(x/2\sqrt{a\tau}), \quad (78)$$

где  $\operatorname{ierfc} y = \int_y^\infty (1 - \operatorname{erf} y) dy$  и  $\operatorname{erf} y = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^y e^{-y^2} dy$ .

$a$  и  $\lambda$  находили графоаналитическим способом. Измерения проводили на образцах размером  $35 \times 35 \times 60$  мм из плексигласа, пенопласта и кварцевого песка. Время измерений  $5 \div 7$  мин.

Блэквелл [133, 134] решил задачу для зонда постоянной мощности в виде полого цилиндра с учетом коэффициента теплоотдачи от зонда к среде. Два решения, полученных им для малого и для большого значений промежутка времени, прошедшего с начала процесса, позволяют, измерив температуру зонда в два различных момента времени, исключить коэффициент теплоотдачи и определить  $a$  и  $\lambda$ . Если значение критерия Био велико, то достаточно воспользоваться лишь режимом для большого промежутка времени.

Шаровой зонд постоянной мощности  $\mathcal{P}_0$  был осуществлен М. А. Кагановым [40, 135]. Температура на поверхности шара, теплоемкость которого пренебрежимо мала,

$$\theta_R = \frac{\mathcal{P}_0}{4\pi a \lambda} \left\{ 1 - e^{-\frac{a\tau}{R^2}} \left[ 1 - \Phi\left(\frac{\sqrt{a\tau}}{R}\right) \right] \right\}, \quad (79)$$

где  $\Phi\left(\frac{\sqrt{a\tau}}{R}\right) = \operatorname{erf}\left(\frac{\sqrt{a\tau}}{R}\right) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^{\frac{\sqrt{a\tau}}{R}} e^{-y^2} dy$ .

Для нахождения коэффициента температуропроводности достаточно определить температуру поверхности в два момента времени. Этим исключается  $\lambda$ . Для нахождения  $\lambda$  необходимо воспользоваться асимптотическим значением выражения (79).

Погрешность, вносимая конечной теплоемкостью зонда, может быть учтена. Практически зонд осуществлялся в виде тонкостенной медной сферы с нагревателем внутри и внешним радиусом 1 см. Продолжительность опыта 40–50 мин; погрешность  $\pm 3 \div 5\%$ .

Теория, конструкция и методика измерений теплофизических характеристик дисперсных тел с помощью изотермических зондов подробно исследованы А. В. Куртнером и А. Ф. Чудновским [40, 119, 136–140]. Особенностью изотермических зондов является необходимость измерять и поддерживать постоянную температуру зонда. Решение для тонкой изотермической пластины с температурой  $t_1$ , погруженной в неограниченную среду с температурой  $t_0$ , имеет вид [40]:

$$\frac{t_{x,\tau} - t_1}{t_{00} - t_1} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^{\frac{x}{2\sqrt{a\tau}}} e^{-y^2} dy = \Phi\left(\frac{x}{2\sqrt{a\tau}}\right). \quad (80)$$

Измерив температуру среды в момент времени  $\tau$  и зная ее температуру до начала действия изотермического источника  $t_{00}$  и температуру зонда  $t_1$ ,

можно найти  $a$ . Постоянство температуры при практическом осуществлении метода регулируется мостовой схемой, в одном из плеч которой находится нагреватель зонда, служащий одновременно и термометром. Размер одного из зондов  $6 \times 70 \times 70$  мм,  $t_1 - t_0 = 15^\circ \text{C}$ ,  $x = 2 \div 3$  см,  $t_{x,\tau} - t_1 \approx 2 \div 3^\circ \text{C}$  и  $\tau = 10 \div 25$  мин.

Решение для цилиндрического изотермического зонда имеет вид

$$t = t_0 \left\{ 1 - \frac{2}{\pi} \int_0^{\infty} \frac{e^{-z^2 \tau} [Y_0(r, z) J_0(R, z) - Y_0(R, z) J_0(r, z)]}{z [J_0^2(R, z) + Y_0^2(R, z)]} dz \right\}. \quad (81)$$

При помощи этой формулы вычисляется  $t = t^*$  для некоторого значения  $\tau^* = a\tau$ , и при проведении опыта замечается время  $\tau^*$ , соответствующее температуре  $t^*$ , и  $a$  вычисляется по формуле  $a = \frac{\tau^*}{\tau}$ . Зонд представлял собой латунную трубку длиной 50 см и наружным диаметром 7 мм, внутри которой располагается нагреватель и термометр, включенный в мостовую схему. Измерительная термопара располагается на расстоянии  $1 \div 1,5$  см от зонда, время измерения  $8 \div 15$  мин.

Л. Ф. Янкелевым [141—143] и В. Л. Шевельковым [144, 145] предложены комплексные методы, при осуществлении которых измеряется температура лишь самого зонда, служащего эталоном.

Зондовые методы наиболее удобны для определения теплофизических коэффициентов не в лабораторных условиях (исследование почв и грунтов в естественном состоянии, тепловой изоляции в рабочих условиях и т. д.).

#### Методы «неограниченного эталона»

Эта группа методов основана на решении задачи теплопроводности с граничными условиями 4-го рода, причем решение берется обычно для начальной стадии теплового процесса. Для измерений используется система, состоящая из исследуемого образца и окружающей его неограниченной среды — «эталона» с известными теплофизическими характеристиками. По изменению температуры со временем в определенной точке эталона определяются тепловые характеристики исследуемого материала. Методы, за редкими исключениями [146], применялись для теплоизоляторов и при температурах, близких к комнатной. Особенности методов является то, что при их осуществлении обычно производится комплексное определение тепловых величин. Термоприемники монтируются в эталоне, что снимает трудности, связанные с установкой для каждого опыта термоприемника, определением его положения, искажением температурного поля образца и т. д.

Методы «неограниченного эталона» могут быть осуществлены с источником и без источника тепла. В этих двух подгруппах можно также выделить ряд отдельных методов. В подгруппе методов без источника тепла можно выделить методы, основанные на охлаждении тела правильной формы в неограниченной среде, и методы, основанные на стыке двух систем, находящихся в начальный момент времени при разных температурах. Методы с источником тепла можно классифицировать по характеру действия источника на методы с мгновенным источником, изотермическим источником и источником постоянной мощности. В теоретической разработке методов неограниченного эталона большая заслуга принадлежит А. В. Лыкову [2, 58, 61, 145].

Г. И. Красовской [58, 61, 146] осуществлен метод, основанный на остывании образца в виде пластины. Метод предназначен для сыпучих материалов и реализуется в виде бетонного «эталона» размерами  $300 \times 150 \times 140$  мм

со щелью объемом  $200 \text{ см}^3$ . Температуропроводность определяется по расчетной формуле для малых значений критерия Фурье  $Fo_3$ ,

$$(Fo_3)_m = \frac{a_3 \tau_m}{R^2} = \frac{1 + \left(\frac{x}{R} - 1\right) \left(\frac{a}{a_3}\right)^{1/2}}{\left(\frac{a}{a_3}\right)^{1/2} \ln 2 \left[1 + \frac{2}{\left(\frac{a}{a_3}\right)^{1/2} \left(\frac{x}{R} - 1\right)}\right]}, \quad (82)$$

где  $R$  — полуширина щели; индекс «3» относится к «эталону».

Необходимо отметить, что при осуществлении этого метода неизбежны значительные потери тепла во время засыпки сыпучего материала. Данным методом исследовались сыпучие пищевые продукты. Время проведения опыта  $20 \div 30 \text{ мин}$ .

В. Л. Шевельков [144, 145] развил предложенный Г. И. Красовской метод для определения зависимости теплопроводности от температуры. Им же предложен метод, основанный на остывании цилиндра в неограниченной среде. В последнем случае коэффициенты определяются из громоздких формул, выражающих зависимость между различными параметрами опыта,

$$Fo_m = f_1\left(\frac{r}{R}, \frac{a}{a_3}, L\right), \quad (83)$$

$$\frac{t_{rm}}{t_0} = f_2\left(\frac{r}{R}, \frac{a}{a_3}, L, Fo_m\right), \quad (84)$$

где  $t_0$  и  $R$  — начальная температура и радиус образца;  
 $t_{rm}$  — максимальная температура в точке  $r$  эталона;  
 $\tau_m$  — время ее наступления;

$$Fo_m = \frac{a_3 \tau_m}{R^2};$$

$L = \frac{\lambda_3}{\lambda} \sqrt{\frac{a}{a_3}}$  — теплофизический коэффициент Лыкова.

А. Ф. Чудиновским предложен метод стыка образца и эталона, каждый из которых является полуограниченным телом [40, 147]. Температуропроводность определяется по формуле для мгновенного источника (68) с последующей поправкой. Размеры эталона и образца  $12 \times 12 \times 12 \text{ см}$ . В качестве эталона наиболее удобен парафин. Температура образца и эталона меняется в пределах  $15 \div 30^\circ \text{ С}$ . Совпадение с табличными данными в пределах 8%.

С. Т. Сю [148] для определения температуропроводности металлов привидел в соприкосновение две системы, состоящие каждая из тонкой пластинки исследуемого вещества и полуограниченного эталона. Температура на границе между образцом и эталоном с более высокой температурой  $t$  в этом случае будет выражаться соотношением

$$t' = \frac{t_0 M + t N}{M + N}, \quad (85)$$

где  $t_0$  — температура в месте стыка;

$$M = f(\gamma, c, a, R, \tau);$$

$$N = f(\gamma_3, c_3, a_3, R, \tau).$$

Для определения искомой температуропроводности  $a$  необходимо знать  $a_3$ ,  $\gamma_3$ ,  $c_3$  и  $c\gamma$ . Точность метода  $\pm 3\%$ . Толщина пластин  $R = 2 \div 10 \text{ мм}$ . Эталон представлял собой цилиндр диаметром  $\sim 6,4 \text{ мм}$  и длиной  $\sim 8,8 \text{ мм}$ . Время измерения  $\sim 30 \text{ сек}$ .

Метод неограниченного эталона с мгновенным источником тепла предложен М. В. Кулаковым [149]. В этом методе два плоских образца с плоским тонким электрическим нагревателем зажимают между двумя массивными

«эталоны» того же сечения. Определяя  $t_m$  и  $\tau_m$  в точке  $x$  эталона, вычисляют  $a$  и  $\lambda$ . Температуропроводность определяется по формуле

$$a = \frac{a_0 R}{\sqrt{2a_0 \tau_m - x + R}} \quad (86)$$

Толщина образцов и эталонов 15 мм и 150 мм соответственно, сечение —  $100 \times 100$  мм. К. Р. Кантер [150, 151] видоизменил метод Кулакова, измеряя температуру на границе между образцом и эталоном. При этом  $a$  определяется абсолютно по формуле (68).

М. А. Каганов [130] оценил влияние длительности импульса на результаты измерений в методе К. Р. Кантера; расчет поправки на длительность импульса производится по формуле (73).

Л. А. Иванов, измеряя температуру нагревателя (кроме температуры на границе образца с эталоном), осуществил абсолютный комплексный метод с мгновенным источником тепла [152].

В. С. Волькенштейн разработала различные варианты методик с изотермическим источником тепла [153, 154]. В системе, состоящей из нагревателя с постоянной температурой  $t_n$ , плоского образца толщиной  $R$  и полуограниченного эталона, температура на границе между образцом и эталоном выражается зависимостью

$$t = t_n (1 + a) \sum_{n=1}^{\infty} (-a)^{n-1} (1 - \Phi[(2n-1)]), \quad (87)$$

где

$$a = \frac{\lambda \sqrt{a_0} - \lambda_0 \sqrt{a}}{\lambda \sqrt{a_0} + \lambda_0 \sqrt{a}}, \quad (88)$$

$$\Phi(z) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^z e^{-y^2} dy, \quad (89)$$

$$z = \frac{R}{2\sqrt{a\tau}}.$$

Методика строится на зависимости между  $z''/z'$  (или  $\tau''/\tau'$ ) и  $a$ ,  $z'$  и  $z''$ , имеющей место при определенных значениях  $k_1 = t'/t_n$  и  $k_2 = t''/t_n$  [154—156] или  $m = t'/t''$  [153]. Во время опыта определяются отрезки времени, соответствующие определенным повышениям температуры, и затем по заранее составленным графикам определяются необходимые для расчета коэффициенты. Сечение прибора  $100 \times 100$  мм. Толщина образца 2 мм, «эталон» — парафин, воспроизводимость  $\pm 1-2\%$ . Изотермичность источника обеспечивается постоянным потоком воды.

В. П. Жузе и А. П. Регель [157] предложили метод, который можно отнести к той же группе методов, что и предыдущий. Исследуемый образец (цилиндр диаметром до 15 мм) нагревается с одной стороны изотермическим источником тепла. С противоположной стороны измеряется температура на стыке между образцом и пластинкой из плохо проводящего тепло материала. Температуропроводность определяется из соотношений

$$\left(\frac{\partial t}{\partial \tau}\right)_m = 2,08 \frac{t_1 - t_0}{R^2} a, \quad (90)$$

или

$$t_m = 0,165 \frac{R^2}{a}, \quad (91)$$

где  $R$  — длина образца;

$t_0$  — начальная температура образца;

$t_1$  — температура нагревателя.

Так как теоретическая формула выполняется лишь в определенном интервале значений  $a$  и  $R$  образца, то метод использовался как относительный, т. е. первоначально для установки находилась зависимость  $a$  от  $\left(\frac{\partial t}{\partial x}\right)_m$ . Воспроизводимость при этом составляла около  $\pm 1\%$ . Установка позволяет измерять материалы в широком диапазоне значений теплофизических коэффициентов (от меди до пробки) в интервале температур  $0 \div 60^\circ \text{C}$ . Метод Жузе и Регеля применялся и для определения коэффициента температуропроводности анизотропных материалов [158].

Н. Н. Бабьев осуществил определение коэффициентов переноса тепла и влаги совместно при постоянном потоке тепла [159]. Методика расчета та же, что и у Волькенштейн.

Методы неограниченного эталона обладают той особенностью, что в испытуемый образец не надо внедрять измеритель температуры, — это делает их пригодными для исследования веществ в некоторых специальных случаях (например тонких слоев).

### Некоторые специальные методы

Можно упомянуть еще о некоторых методах определения температуропроводности, не вошедших в основные группы методов.

1. Методы, основанные на непосредственном использовании классического решения задачи об охлаждении (нагревании) геометрически правильных тел или полуограниченного тела [40, 60, 160—166]. Методы требуют создания  $t = \text{const}$  на поверхности тела и условий  $Bi = \infty$ . Для каждой точки тела безразмерная температура будет функцией критерия Фурье

$$\Theta = \frac{t - t_c}{t_0 - t_c} = F\left(\frac{at}{r^2}\right) \quad (92)$$

За начальные условия принимается равенство температур в теле. При опытах с образцами в виде тел простой геометрической формы температура измеряется обычно в центре тела. При практической реализации методов находят  $\Theta$ , соответствующую определенному  $\tau$ , и по заранее рассчитанной зависимости находят критерий Фурье  $Fo = \frac{at}{R^2}$ , соответствующий  $\Theta$ . Подобные методы применялись для плохих проводников тепла [40, 62, 160—163, 165, 166] для температур, близких к комнатной, для окислов алюминия, циркония и магния при температурах до  $700^\circ \text{C}$  [165] и для металлов [163]. В последнем случае берется такой образец, чтобы он мог моделировать полуограниченную среду (длинный стержень).

2. Метод моделирования теплового подобия [167—169]. Этот метод, основанный на общих идеях теплового моделирования [169], предложен А. А. Гухманом и Н. Н. Михеевой [167]. При охлаждении двух тел простой формы (образца и эталона, применительно к методу), идентичных по своим размерам, но с разными коэффициентами температуропроводности, имеет место зависимость между множителями преобразования времени и температуропроводности

$$\nu_\tau \nu_a = 1, \quad (93)$$

$\nu_a = \frac{a}{a_2}$ ,  $\nu_\tau$  находят из кривых охлаждения образца и эталона как множитель преобразования масштаба абсцисс, приводящий к совмещению кривой охлаждения эталона с кривой охлаждения образца:

$$\nu_\tau = \frac{t' - t'_{\text{пов}}}{t - t_{\text{пов}}} \quad (94)$$

Здесь  $t$  — температура в фиксированной точке;  
 $t_{\text{пол}}$  — температура поверхности обоих тел.  
 Температуропроводность определяется по формуле

$$a = a_2 \frac{1}{\tau} \quad (95)$$

Метод, интересный по заложенной в нем идее, имеет многочисленные источники погрешностей и не получил широкого распространения.

К. Торкар и Х. Циттер [170] осуществили калориметрический метод определения температуропроводности. Методика измерения при этом строится на зависимости от времени количества тепла, отдаваемого телом простой формы при охлаждении. Расчетная формула для цилиндрического образца

$$a = R^2/2,511 \tau | - \lg(1 - \bar{Q}) - 0,1601, \quad (96)$$

где  $\bar{Q}$  — доля от общего количества тепла, теряемого телом в процессе полного охлаждения.

Количество тепла определяется по изменению температуры в калориметре. Применялся цилиндрический образец радиусом 1 см и длиной 8 + 10 см. Точность метода  $\pm 5\%$ .

4. Д. Розенталь [171] разработал и совместно с другими авторами [172—173] осуществил метод движущегося источника для определения температуропроводности металлов. При движении источника вдоль металлического стержня температура в каждой точке стержня возрастает по экспоненте с темпом нагрева  $m$

$$t = Be^{mx}, \quad (97)$$

причем темп нагрева связан со скоростью источника  $v$  и критерием Био  $\xi = \frac{a}{\lambda} \cdot \frac{P}{S}$  (где  $P$  — периметр и  $S$  — площадь сечения стержня) соотношением

$$\frac{m^2}{v} - \frac{v}{a} - \xi = 0. \quad (98)$$

Таким образом, расчетная формула для определения температуропроводности

$$a = \frac{m_1 - m_2}{\left(\frac{m_1}{v_1}\right)^2 - \left(\frac{m_2}{v_2}\right)^2}. \quad (99)$$

Опыты производились на трубе диаметром около 19 мм. Нагрев производился кольцевой ацетиленовой горелкой. Погрешность  $\pm 3\%$ .

5. Для исследования температуропроводности почв в естественном состоянии значительный интерес представляют методы определения температуропроводности, основанные на анализе температурного хода в различных точках исследуемой среды (образца) при любом ее изменении. Эти методы изложены в известных обзорах А. Ф. Чудновского [40, 160].

#### К вопросу о выборе метода определения температуропроводности для метрологических целей

Для поддержания единства в области измерений теплофизических коэффициентов и, в частности, измерений температуропроводности метрологические учреждения должны решать задачу выбора, всестороннего глубокого исследования и аттестации образцовых веществ, которым можно было бы приписать с достаточной степенью точности определенные значения теплофизических коэффициентов. Образцовые вещества необходимы, во-первых,

для проверки и аттестации приборов и установок и, во-вторых, для изготовления «эталонов» в различного рода сравнительных (относительных) методах. В связи с этим встает вопрос и о выборе метода измерения коэффициента температуропроводности для метрологических целей.

Такой метод должен удовлетворять следующим требованиям:

- 1) определять коэффициент температуропроводности абсолютным способом;
- 2) обеспечивать достаточную точность измерений;
- 3) иметь строгую математическую теорию и точные расчетные формулы;
- 4) допускать проведение измерений в широком интервале температур;
- 5) определять «истинную» температуропроводность, т. е. значение коэффициента температуропроводности, отнесенное к достаточно малому интервалу температур;
- 6) не зависеть от начального распределения температур в образце;
- 7) позволять без труда производить многократные измерения температуропроводности в одной точке;
- 8) допускать возможность автоматизации как процесса задания теплового режима, так и проведения измерений;
- 9) допускать получение воспроизводимых условий измерений.

Как следует из изложенного выше, все многообразие методов измерения температуропроводности может быть разбито на две большие группы:

1) методы, основанные на решении уравнения теплопроводности (1) для неограниченной среды в начальной стадии развития теплового процесса (зондовые методы и методы неограниченного эталона);

2) методы, основанные на решении уравнения теплопроводности в стадии регулярного режима для тел простой формы (методы регулярного режима 1-го, 2-го и 3-го рода).

Особенности, более или менее присущие всем методам первой группы, сводятся к следующим:

1. Расчетные формулы метода и результаты экспериментов зависят от начальных условий, а именно, за начальные условия принимается одинаковая температура в каждой точке образца.

2. В связи с этим, прежде чем задать определенный тепловой режим в образце исследуемого материала, его необходимо длительное время выдерживать в термостате (иногда 12—18 ч [145]). Поэтому в общем эти методы могут быть охарактеризованы как длительные, особенно если рассматривать их применение для точных измерений и в широкой области температур.

3. Само проведение опыта (после выравнивания температур в образце) и процесс измерения занимают незначительный промежуток времени (в среднем несколько минут). Поэтому, если измерения производятся на объектах, которые можно считать с определенной точностью термостатированными, методы могут быть скоростными. Так, зондовые методы удобны для испытания почв и грунтов или объектов (например термической изоляции) непосредственно на месте их эксплуатации.

4. Формулы методов обычно выводятся из приближенного решения уравнения теплопроводности (для малых значений  $Fo$ ) и часто имеют сложную структуру.

5. Методы применяются при температурах, близких к комнатной.

6. Методы используются для плохих проводников тепла. Имеются лишь отдельные попытки их применения для металлов [120—122, 148].

7. Используются главным образом массивные образцы (например квадратного сечения со стороной квадрата от 35 до 100 мм) для того, чтобы моделировать неограниченную среду.

8. Методы чаще всего применяются для комплексного определения теплофизических коэффициентов.



Методы регулярных режимов можно охарактеризовать соответственно следующими особенностями:

1. Расчетные формулы методов и результаты экспериментов не зависят от начальных условий.

2. В связи с этим задание теплового режима, необходимого для проведения опыта, производится независимо от первоначального температурного поля в образце. Время, необходимое на установление теплового режима, в методах регулярного режима в общем меньше, чем в методах первой группы. Для регулярного режима 1-го и 2-го рода это время во много раз меньше, а для 3-го рода не превышает времени, необходимого для методов первой группы.

3. Непосредственное снятие показаний в методах регулярного режима занимает больше времени, чем в первой группе, колеблясь от нескольких или десятков минут для методов регулярных режимов 1-го и 3-го рода до нескольких часов в методах 2-го рода (правда, в последнем случае снимается кривая в широком интервале температур).

4. Расчетные формулы получаются из точного решения дифференциального уравнения теплопроводности и имеют обычно простой вид.

5. Методы применялись в широкой области температур. В частности, методы регулярного режима 1-го рода применялись от  $-200^{\circ}\text{C}$  [11] до  $1800^{\circ}\text{C}$  [16], 2-го рода — от комнатных температур до  $750^{\circ}\text{C}$  [78, 79], 3-го рода — от  $0,15^{\circ}\text{K}$  [89] до  $700^{\circ}\text{C}$  [92].

6. Методы используются для металлов и для теплоизоляторов.

7. Образцы берутся чаще всего простой формы и конечных размеров. Для регулярного режима 1-го рода это — параллелепипед, ограниченный цилиндр, шар; для 2-го рода — неограниченная пластина, неограниченный цилиндр и шар, хотя возможна постановка опытов для образцов с толщиной, которая сравнима с длиной [82]. Методы регулярного режима 3-го рода чаще всего осуществляются на образцах в виде полуограниченных тел, но возможно определение температуропроводности и на образцах конечной толщины [108—112].

8. Методы обычно применяются для определения только одной температуропроводности, но каждый из методов можно преобразовать в комплексный [10, 12, 34, 36, 61, 63, 72, 112, 116].

Сопоставление особенностей методов регулярного режима и методов начальной стадии теплового процесса позволяет сделать вывод о том, что для метрологических измерений коэффициента температуропроводности предпочтительнее использовать методы регулярных тепловых режимов.

При выборе методов для метрологических целей необходимо учитывать, что образцовые приборы или установки должны быть различными для различных классов веществ. Это обстоятельство предполагает отдельное рассмотрение методов для плохих и хороших проводников тепла. К плохим проводникам тепла необходимо отнести теплоизоляторы, строительные материалы, пластмассы, огнеупоры и другие материалы, имеющие численный коэффициент температуропроводности порядка  $5 \cdot 10^{-7} \text{ м}^2/\text{сек}$  и менее. Хорошими проводниками тепла являются металлы и сплавы, коэффициент температуропроводности которых имеет порядок  $10^{-4} \div 10^{-3} \text{ м}^2/\text{сек}$ . Полупроводники по своим тепловым свойствам занимают промежуточное положение.

Рассмотрим подробно вопрос о выборе метода для точных измерений температуропроводности плохих проводников тепла.

Кроме указанных выше, можно отметить еще ряд недостатков методов второй группы (начальной стадии теплового процесса). Например, нагреватель, задающий переменное температурное поле во время опыта, должен быть размещен внутри образца. При этом на результаты опытов будут сказываться собственная теплоемкость этого нагревателя и контактное сопро-

тивление между нагревателем и образцом. В методах первой группы (регулярных режимов) температурное поле образца создается помещением последнего в среду, температура которой изменяется определенным образом, и нет надобности искажать это поле введением нагревателя во внутрь образца.

Методы второй группы, в которых применяется мгновенный источник тепла [117—125], обладают еще и теми недостатками, что время наступления максимума температуры определяется со значительной погрешностью из-за пологого характера температурной кривой вблизи максимума, отклонение источника от мгновенности также приводит к значительным погрешностям и, наконец, для создания достаточного по величине импульса необходим значительный перегрев материала образца вблизи источника. Методы с учетом конечной длительности импульса, значительно усложняя расчет, не снимают полностью всех этих недостатков [124, 130, 131]. Измерение температуры самого зонда, обычно осуществляемое в зондах постоянной мощности [40, 132—135], также служит источником погрешности. Тем же недостатком обладают изотермические зонды [40, 119, 136—140]. Методы неограниченного эталона обладают теми же недостатками, что и зондовые методы, к которым в ряде методов прибавляется еще и относительность определения теплопроводности.

Методы же, не вошедшие в две основные группы и рассмотренные на стр. 100, непригодны для осуществления образцовых измерений, так как они не удовлетворяют изложенным выше требованиям. Действительно, метод, основанный на исследовании охлаждения (нагрева) тела с использованием классического решения дифференциального уравнения теплопроводности [40, 62, 160—166], обладает всеми недостатками методов регулярного режима 1-го рода и, кроме того, результаты при его осуществлении зависят от начального распределения температур и положения термоприемника, обработка результатов сложнее. Не рассматривая других недостатков метода моделирования теплового подобия [40, 160, 167, 168], достаточно указать на его относительность. Калориметрический метод [170] осуществим лишь при температурах, близких к комнатной.

Методы регулярного режима 1-го рода являются скоростными и осуществление их несложно при температурах, близких к комнатным. При распространении же этих методов на температуры, сильно отличающиеся от комнатных, возникают значительные трудности, связанные со сложностью осуществления необходимых граничных условий (постоянство температуры среды и постоянство или равенство бесконечности коэффициента теплоотдачи).

Наиболее приемлемый для измерения теплопроводности метод акалориметра при температурах ниже нуля (до  $-200^{\circ}\text{C}$ ) практически может быть осуществлен лишь в отдельных точках, так как трудно осуществить условия  $Bi = \infty$  для всей низкотемпературной области [10]. При высоких температурах для получения условий  $Bi = \infty$  необходимо пользоваться для различных областей температуры различными средами, в том числе жидкими металлами [1], что неоправданно усложняет эксперимент.

Метод двух точек, не обладая преимуществами метода акалориметра (независимостью результатов от положения термоприемников, простотой расчетных формул), также трудно выполним в широком температурном интервале и не может быть принят в качестве метрологического из-за сложности выполнения условий постоянства среды и коэффициента теплоотдачи. (Коэффициент теплоотдачи, например, зависит от разности температур тела и среды и меняется с изменением этой разности [20]).

Методы регулярного режима 2-го и 3-го рода являются, по-видимому, наиболее перспективными для метрологических и точных лабораторных измерений коэффициентов теплопроводности как металлов, так

и теплоизоляторов в широком интервале температур. В дальнейшем речь будет идти о выборе метода только лишь для теплоизоляторов.

Достоинства методов регулярного режима 2-го рода заключаются в том, что при их осуществлении за один опыт, продолжающийся от одного до нескольких часов, можно определить температуропроводность в широком интервале температур. Правда, методы регулярного режима 2-го рода в их чистом виде (как это было осуществлено, например, А. В. Лыковым [58, 62] или Томасом [66]) трудно реализовать для широкого интервала температур. Во-первых, трудно создать постоянное изменение температуры среды, во-вторых, даже при изменении температуры среды с постоянной скоростью температура образца в широком интервале температур не будут изменяться по тому же закону в силу зависимости теплофизических коэффициентов от температуры. Результаты, полученные из расчетных формул метода, будут особенно сильно отличаться от действительных значений  $\alpha$  при резком изменении теплофизических характеристик.

Последний недостаток имеет место и при осуществлении метода непрерывного нагрева [77—83]. Особенностью метода непрерывного нагрева является введение поправок на нерегулярность условий опыта и переменность теплофизических коэффициентов, что требует графического дифференцирования и для метрологического метода может расцениваться как недостаток. Кроме того, при этом методе условия измерений от опыта к опыту трудновоспроизводимы в силу того, что практически необходимо регулировать мощность нагрева в процессе опыта [77].

Методы регулярного режима 3-го рода, уступая методам регулярного режима 2-го рода или методам непрерывного нагрева в скорости проведения опыта, имеют ряд ценных достоинств, что позволяет выбрать их в качестве образцовых.

Во-первых, методы регулярного режима 3-го рода позволяют производить измерение в строго фиксированной точке\*, причем можно производить многократные измерения температуропроводности в течение одного опыта. При этом температуропроводность можно определять как по отношению амплитуд, так и по разности фаз, что является средством самопроверки.

Во-вторых, измерение температуропроводности можно проводить в сколь угодно узком температурном интервале. Метод обладает в этом смысле большой гибкостью. В зависимости от того, как сильно изменяются теплофизические характеристики с температурой и насколько чувствительны применяемые приборы, используемое в опыте изменение температуры образца может быть легко изменено. Поэтому методы температурных волн применялись для исследования температурного хода температуропроводности вблизи фазовых переходов, где можно ожидать ее резкого изменения [92, 102].

В отношении возможности автоматизации методы регулярного режима 3-го рода также являются более перспективными. Например, запись изменения температуры в процессе опыта в методах регулярного режима 3-го рода может быть растянута на всю шкалу записывающего устройства, что позволит полностью использовать его точность.

Методы температурных волн имеют строгую теорию, в отличие от методов непрерывного нагрева, в которых надо вводить различного рода поправки [77—83] или производить анализ кривой нагрева с целью выбора участков, удовлетворяющих точным формулам регулярного режима 2-го рода [82].

Таким образом, для точных и метрологических измерений наиболее удобным является метод температурных волн.

\* Возможно и непрерывное измерение температуропроводности по методу температурных волн, если образец помещен в среду, изменяющуюся одновременно по гармоническому и линейному законам (см. статью в настоящем сборнике, стр. 121).

Обычно используемый для определения температуропроводности метод плоских температурных волн применительно к плохим проводникам тепла нельзя считать особенно удачным ввиду громоздкости образцов и медленности наступления регулярного теплового режима [99, 100]. Более компактный и удобный метод можно осуществить на образцах конечной толщины (неограниченная пластина, неограниченный цилиндр, шар) [110—115], причем наиболее удобной формой образца является цилиндрическая\*.

Итак, для измерения температуропроводности в широкой области температур наиболее перспективными являются методы регулярных тепловых режимов 2-го и 3-го рода (точнее говорить не о методе регулярного режима 2-го рода, а о методе непрерывного нагрева). Надо отметить, что для точных определений температуропроводности в широком интервале температур методы регулярного режима 3-го рода обладают рядом преимуществ. Особенного внимания в этой связи заслуживает метод радиальных температурных волн в цилиндре.

Методы регулярного режима 2-го рода (методы непрерывного нагрева) могут быть рекомендованы в качестве контрольных методов в широком интервале температур. При температурах вблизи комнатных в качестве контрольного метода может быть также применен метод акалориметра.

Не производя подробного разбора методов для металлов, заметим, что для целей точного определения температуропроводности металлов в силу подобных же причин, которые были отмечены при рассмотрении методов для теплоизоляторов, можно рекомендовать метод плоских температурных волн в стержне (метод Ангстрема). В качестве контрольного может быть применен метод непрерывного нагрева [77—80] и, вероятно, хоть и с меньшим успехом, метод двух точек.

Методики для определения температуропроводности полупроводников имеют свою специфику. Особенности методов и установок для полупроводников объясняются не только величиной их коэффициента температуропроводности, но и такими свойствами, как незначительные размеры полупроводниковых образцов, трудность механической обработки и т. д.

Для определения температуропроводности полупроводников применялись уже известные методы, например регулярных режимов 1-го [57] и 3-го [98] рода, или создавались специальные методы [157]. Однако в силу их недостаточной разработанности ни один из них не может быть положен в основу образцовой установки. Кроме того, совершенно не обязательно установки для измерения тепловых свойств полупроводников проверять с помощью полупроводниковых же материалов. Для этой цели в ряде случаев может быть достаточно применение металлов, значение температуропроводности которых совпадает с ее верхней границей у полупроводников и теплоизоляторов, чья температуропроводность совпадает с нижней границей температуропроводности полупроводников.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Кондратьев Г. М., Регулярный тепловой режим, Гостехиздат, 1954.
2. Кондратьев Г. М., Тепловые измерения, Машгиз, 1957.
3. Мазиков М. Ф., Основы метрологии, М., 1949.
4. Кондратьев Г. М., Приложение теории нестационарного теплового потока в цилиндре к определению коэффициента теплоотдачи в котлах, Журнал прикладной физики, т. 5, № 3, 4, 1928.
5. Кондратьев Г. М., Испытания на теплопроводность по методам регулярного режима, Стандартгиз, 1936.
6. Кондратьев Г. М., Методы и приборы для испытаний материалов на теплопроводность, основанные на теории регулярного теплового режима. В сб. «Некоторые вопросы техники приборостроения», Машгиз, 1948, стр. 41—52.

\* См. статью настоящего сборника, стр. 113.

7. Кондратьев Г. М., Приборы для скоростного определения тепловых свойств материалов, Ленинград, 1949.
8. Кондратьев Г. М., Теория регулярного теплового режима и ее практическое приложение, Труды научно-технического совещания работников промышленности, деятелей науки и техники, вып. 91, 1951.
9. Кондратьев Г. М., Критериальные величины теории регулярного теплового режима, в сб. «Теория подобия и моделирования», Изд. АН СССР, 1951, стр. 233—262.
10. Голянд М. М., Тепловые свойства теплоизоляторов при весьма низких температурах и методы их определения, Труды конференции-курсов по тепловой изоляции, 1958, стр. 55—67.
11. Гинзбург Ц. Г., Определение коэффициента температуропроводности бетона, Известия Всесоюзного научно-исследовательского ин-та гидротехники, т. 47, 1952, стр. 149—156.
12. Симонов Г. В., Метод скоростного определения теплофизических параметров теплоизоляторов в форме пластины, ЖТФ, т. 23, № 8, 1953, стр. 1379—1393.
13. Chung P. K., Jackson M. L., Thermal diffusivity of low conductivity materials, Ind. Eng. Chem., v. 46, № 2, 1954, pp. 563—566.
14. Beatty K. O., Armstrong A. A., Schoenborn E. M., Thermal conductivity of homogeneous materials. Determination by an unsteady-state method, Ind. Eng. Chem., v. 42, № 8, 1950, pp. 1527—1532.
15. Рауш О. И., Разработка нового метода определения теплопроводности огнеупоров при температурах свыше 1000° С, Труды Ин-та огнеупоров, вып. 16, 1937, стр. 107—121.
16. Paladino A. E., Swarts E. L., Crandall W. B., Unsteady-state method of measuring thermal diffusivity and Biots modulus for alumina between 1500° and 1800° С, J. Amer. Ceram. Soc., v. 40, № 10, 1957, pp. 340—345.
17. Казанский М. Ф., О граничных условиях методов регулярного режима, ЖТФ, т. 19, вып. 6, 1949, стр. 743—746.
18. Казанский М. Ф., Венедиктов М. В., О погрешностях определения тепловых коэффициентов плохих проводников тепла вторым методом регулярного режима, ЖТФ, т. 23, вып. 7, 1953, стр. 1168—1174.
19. Левин Г. М., Малкова Э. М., Семенова А. К., Исследование характера графиков простого охлаждения тел, ЖТФ, т. 25, вып. 2, 1955, стр. 271.
20. Семьякин Э. М., О выборе температуры перегрева тела при опытах по методам регулярного режима в условиях естественной конвекции, Труды ЛИТМО, вып. 37, 1959, стр. 39—42.
21. Дульнев Г. Н., Оценка длительности иррегулярного теплового режима тел произвольной формы, Труды ЛИТМО, вып. 20, 1954, стр. 136—149.
22. Олейник Б. Н., Регуляризация тепловых процессов, Труды ВНИИМ, вып. 35 (95), 1958, стр. 121—128.
23. Олейник Б. Н., Регуляризация температурных полей, Труды ЛИТМО, вып. 37, 1959, стр. 25—32.
24. Будрин Д. В., Суханов Е. Л., Регуляризация температурных полей тел простой формы, Инженерно-физический журнал, т. 2, № 1, 1959, стр. 79—83.
25. Щербань А., Фурман Н., Аппаратура для автоматического определения теплофизических констант, «Строительные машины, изделия и конструкции», № 3, 1956, стр. 8—9.
26. Кондратьев Г. М., Коэффициенты формы цилиндров с острыми и входящими углами и конусов с шаровым основанием, Труды ЛИТМО, вып. 21, 1957, стр. 163.
27. Вулис Л. А., Косов Н. Д., Поцелуйко В. А., Определение тепловых констант плохих проводников тепла, в кн. «Исследование физического процесса топок и печей», ред. Л. А. Вулис, АН КазССР, Алма-Ата, 1957, стр. 252—278.
28. Емченко М. П., Метод трех параллелепипедов для определения термических коэффициентов анизотропных тел, «Изв. высших учебных заведений. Приборостроение», № 3, 1958, стр. 117—124.
29. Емченко М. П., Метод двух образцов для определения коэффициентов температуропроводности анизотропных тел цилиндрической формы, Труды Ленинградской лесотехнической академии, вып. 83, 1959, стр. 215—222.
30. Кондратьев Г. М., Теория метода двух точек и его практическое приложение, Труды Всесоюзного Государственного ин-та научно-исследовательских и проектных работ огнеупорной промышленности, вып. 16, 1937, стр. 97—106.
31. Комкова Л. А., Усовершенствованная теория метода двух точек, Труды ЛИТМО, вып. 12, 1954, стр. 46—61.
32. Платунов Е. С., Определение отдельных коэффициентов теплоотдачи ограниченных цилиндров на основе теории регулярного режима, Сб. работ Студенческого научного об-ва ЛИТМО, вып. 8, 1953, стр. 38—50.
33. Ермоленко В. Д., Определение термических коэффициентов влажных материалов, ЖТФ, т. 25, вып. 5, 1955, стр. 796—804.
34. Олейник Б. Н., Теоретическое обоснование нового метода регулярного режима «двух альфа» для исследования тепловых свойств строительных материалов, Труды ЛИТМО, вып. 21, 1957, стр. 7—29.

35. Олейник Б. Н., Тепловые свойства строительного кирпича, Труды ЛИТМО, вып. 21, 1957, стр. 103—110.
36. Нехендзи Е. Ю., Анализ «метода двух Бю» определения тепловых констант металлов и изоляторов, ЖТФ, т. 26, № 8, 1956, стр. 1857—1861.
37. Кондратьев Г. М., Новый сравнительный метод определения коэффициента теплопроводности плохих проводников тепла и основанный на нем прибор — шаровой калориметр, «Точная индустрия», № 6, 1935.
38. Кондратьев Г. М., Приложение теории регулярного охлаждения двухсоставного шара к определению теплопроводности плохих проводников тепла, Изв. АН СССР, № 4, отд. тех. наук, 1950.
39. Чудновский А. Ф., Методика изучения тепловых свойств изоляторов дисперсной структуры, ЖТФ, т. 16, № 2, 1946, стр. 231—242.
40. Чудновский А. Ф., Теплообмен в дисперсных средах, Гостехиздат, 1954.
41. Дульнев Г. Н., Кондратьев Г. М., Универсальная связь между тепловой инерцией тела и воздействием на него внешней среды, ИАН СССР, отд. тех. наук, № 3, 1955, стр. 130—138.
42. Кикинадзе Д. А., Дульнев Г. Н., Теоретическое обоснование обобщенной зависимости между критериями  $M$  и  $N$  для некоторых тел сложной формы, «Изв. высших учебных заведений. Приборостроение», т. 2, № 1, 1959, стр. 103—109.
43. Кикинадзе Д. А., Дульнев Г. Н., Экспериментальная проверка обобщенной зависимости  $M = M(N)$  для тел сложной конструкции, «Изв. высших учебных заведений. Приборостроение», т. 2, № 2, 1959, стр. 134—138.
44. Ярышев Н. А., Аналитическая связь между показателями термической инерции однородного изотропного тела и воздействием на него внешней среды, Труды ЛИТМО, вып. 37, 1959, стр. 60—63.
45. Кондратьев Г. М., Дульнев Г. Н., Семьяшкин Э. М., Олейник Б. Н., Применение теории регулярного режима для скоростного испытания объектов большого размера, Труды ЛИТМО, вып. 21, 1957, стр. 134—145; Дульнев Г. Н., Применение теории регулярного режима к определению тепловых свойств горных пород, «Известия высших учебных заведений. Приборостроение», т. 1, № 3, 1958, стр. 110—116.
46. Дульнев Г. Н., Кондратьев Г. М., Обобщенная теория регулярного теплового режима, ИАН СССР, отд. тех. наук, № 7, 1956, стр. 71—85.
47. Кудряшов Л. И., Темников А. В., Обобщение теории теплового регулярного режима на случай переменных теплофизических характеристик, ИФЖ, т. 1, № 10, 1958, стр. 101.
48. Кудряшов Л. И., Жемков Л. И., Обобщение теории регулярного теплового режима на случай переменных теплофизических характеристик, ИФЖ, т. 2, № 4, 1959, стр. 72.
49. Жемков Л. И., Кудряшов Л. И., Обобщение теоремы Г. М. Кондратьева на случай переменных теплофизических характеристик, ИФЖ, т. 2, № 7, 1959, стр. 8.
50. Вильнер Д. Е., Ильина О. В., Теплопроводность, температуропроводность и теплоемкость стекол, Оборонгиз, 1938, стр. 146—160.
51. Резцова Н. Г., Определение теплопроводности строительных материалов (по методам регулярного режима), Госстройиздат, 1941.
52. Будников П. П., Адьяерович И. А., Исследование теплопроводности и температуропроводности вакуумированных глини, Журнал прикладной химии, т. 25, № 6, 1952, стр. 582—91.
53. Косов Н. Д., Маркевич Г. Л., Определение коэффициента температуропроводности методом открытого калориметра, Уч. зап. Казахского университета, т. 23, вып. 4, 1956.
54. Кондратьев Г. М., Бегункова А. Ф., Термические константы древесины и их измерение по методам регулярного режима, Труды ЛИТМО, вып. 12, 1954, стр. 62—78.
55. Кондратьев Г. М., Исследование тепловых свойств пробки и некоторых ее заменителей, Труды ЛИТМО, вып. 12, 1954, стр. 90—99.
56. Кондратьев Г. М., Бегункова А. Ф., Комкова Л. А., Семьяшкин Э. М., Ярышев Н. А., Результаты исследования тепловых свойств апатитовых горных пород, Труды ЛИТМО, вып. 12, 1954, стр. 111—123.
57. Кондратьев Г. М., Бегункова А. Ф., Глебов Ю. С., Дульнев Г. Н., Исследование тепловых свойств оксиферов, Труды ЛИТМО, вып. 12, 1954, стр. 135—139.
58. Лыков А. В., Теория теплопроводности, Гостехиздат, 1952.
59. Иванцов Г. П., Теория нестационарных тепловых процессов, ЖТФ, т. 4, вып. 3, 1934.
60. Иванцов Г. П., Новая методика расчета нестационарного теплового потока в плоской стенке, ЖТФ, № 4, вып. 8, 1934, стр. 1431—1473.
61. Лыков А. В., Ауэрман Л. Я., Теория сушки, Пищепромиздат, М., 1946.
62. Лыков А. В., Зависимость между коэффициентами температуропроводности и влажности материала в связи с процессом сушки, ЖТФ, т. 5, № 3, 1935, стр. 467—482.
63. Лыков А. В., Новый метод определения коэффициента температуропроводности влажных материалов, ЖЭТФ, т. 5, вып. 2, 1935, стр. 171.

64. Лыков А. В., К теории теплового регулярного режима, ДАН БССР, т. 1, № 2, 1957, стр. 82.
65. Кондратьев Г. М., Критериальные величины теории регулярного теплового режима 2-го рода, Сб. «Теплопередача и тепловое моделирование», Изд. АН СССР, 1959.
66. Thomas T. S. E., A method of measuring the thermal constants of granular materials, Brit. J. Appl. Phys., v. 8, № 10, 1957, pp. 403—405.
67. Krischer O., Über die Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit, der Wärme kapazität und der Wärmeeindringzahl in einem Kurzzeitverfahren, Chemie—Ingenieur—Technik, Bd. 26, № 1, 1954, SS. 42—44.
68. Семенов Л. А., Определение теплофизических коэффициентов материалов при квазистационарном тепловом состоянии, Труды Ростовского-и-Д. инженерно-строительного ин-та, вып. 4, 1955, стр. 151—174.
69. Семенов Л. А., Волконский Н. Н., Испытание теплопроводности цементного теста в процессе его схватывания и твердения, Труды Ростовского-и-Д. инженерно-строительного ин-та, вып. 5, 1956, стр. 75—78.
70. Лазарев А. И., Динамический метод исследования теплоемкости и температуропроводности полупроводников и теплоизоляторов, Труды ЛИТМО, вып. 21, 1957, стр. 30—47.
71. Шабанов С. И., Теплопроводность в цилиндре конечных размеров при установившемся квазистационарном тепловом режиме, ЖТФ, т. 24, вып. 5, 1954, стр. 907.
72. Гаебов Ю. С., Особые случаи регулярного теплового режима 2-го рода, Труды ЛИТМО, вып. 37, 1959.
73. Ягфаров М. Ш., Новый метод определения термических характеристик и тепловых эффектов на основе термографии, ДАН СССР, т. 127, № 3, 1959, стр. 615—617.
74. Тайц Н. Ю., Гольдфарб Э. М., Методика определения коэффициента температуропроводности и теплопроводности сталей, «Заводская лаборатория», т. 16, № 3, 1950, стр. 314—319.
75. Тайц Н. Ю., Гольдфарб Э. М., К вопросу определения температуропроводности материалов, «Заводская лаборатория», т. 25, № 4, 1959, стр. 502—504.
76. Кудрявцев Е. В., Шумаков Н. В., Метод средней температуры для изучения процесса нагрева твердого тела, ЖТФ, т. 27, № 4, 1957, стр. 856—867.
77. Краев О. А., Метод определения зависимости температуропроводности от температуры за один опыт, «Теплоэнергетика», № 4, 1956, стр. 15—18.
78. Краев О. А., Измерение температуропроводности металлов в широком интервале температур за один опыт, «Теплоэнергетика», № 12, 1957, стр. 69—72.
79. Краев О. А., Простой метод измерения температуропроводности теплоизоляторов, «Теплоэнергетика», № 4, 1958, стр. 81—82.
80. Краев О. А., Разработка методов определения зависимости температуропроводности от температуры за один опыт (Автореферат диссертации), М., 1959.
81. Бровкин Л. А., Упрощенное определение коэффициента температуропроводности стали, «Заводская лаборатория», т. 23, № 8, 1957, стр. 929—931.
82. Кона-Овдиенко Л. М., Мигунов Л. В., Обобщение метода квазистационарного режима экспериментального определения коэффициента температуропроводности, ИФЖ, т. 3, № 1, 1960, стр. 76—81.
83. Платунов Е. С., Метод скоростного измерения температуропроводности теплоизоляционных и полупроводниковых материалов в широком интервале температур, «Изв. высших учебных заведений. Приборостроение», т. 4, № 1, 1961, стр. 84—93.
84. Angström A. J., Neue Methode das Wärmeleitungsvermögen der Körper zu bestimmen, Ann. d. Physik, Bd. 14, 1861, SS. 513.
85. Карслоу Х. С., Теория теплопроводности, Гостехиздат, 1947.
86. Sidles P. H., Danielson G. C., Thermal diffusivity of metals at high temperatures, J. Appl. Phys., v. 25, № 1, 1954, pp. 58—66.
87. King R. W., A method of measuring heat conductivity, Phys. Rev., v. 6, № 6, 1915, pp. 437—441.
88. Starr C., An improved method for the determination of thermal diffusivities, Rev. Scient. Instrum., v. 8, № 2, 1937, pp. 61—64.
89. Заварицкий Н. В., Исследование тепловых свойств сверхпроводников. I. Олово (до 0.15° К), ЖЭТФ, вып. 5 (11), 1957, стр. 1085—1097.
90. Howling D. H., Mendoza E., Zimmermann J. E., Preliminary experiments on the temperature wave method of measuring specific heat of metals at low temperatures, Proc. Roy. Soc., ser. A, v. 229, № 1176, 1955, pp. 86—109.
91. Швидковский Е. Г., Измерение температуропроводности металлов по методу Анстрема, ЖТФ, т. 8, № 10, 1938, стр. 935—947.
92. Hugon L., Jaffray J., Le conductivité thermique du nickel de part et d'autre du point de Curie, Ann. phys., t. 10, 1955, mai—juin, pp. 377—385.
93. El-Hifni M. A., Chao B. T., Measuring the thermal diffusivity of metals at elevated temperatures, Trans. ASME, v. 78, № 4, 1956, pp. 813—822.
94. McIntosh G. E., Hamilton D. C., Silbit W. L., Rapid measurements of thermal diffusivity, Trans. ASME, v. 76, № 3, 1954, pp. 407—410.

95. Микрюков В. Е., Теплопроводность и электропроводность металлов и сплавов, Металлургиядат, 1959.
96. Weber H. F., Über das Wärmeleitungsvermögen von Eisen und Neusilber, Ann. Physik, Bd. 146, 1872, S. 257.
97. Hängström, Vergleichende Untersuchungen über die Methode von Augström und Neumann zur Bestimmung der Wärmeleitung der Körper, Vet. Ak. Öfvers., Bd. 48, 1891 (Stockholm).
98. Nii R., Measurement of the thermal conductivity in semiconductors, J. Phys. Soc. Jap., v. 13, № 7, 1958, pp. 769—770.
99. Tadokoro Y., On the determination of the thermal conductivity, specific heat, density and thermal expansion of different rocks and refractory materials, Scient. Rep. Tôhoku Imp. Univ., 1 ser., v. 10, № 5, 1921, pp. 340—410.
100. Billington N. S., The thermal diffusivity of some poor conductors, J. Scient. Instr., v. 26, № 1, 1949, pp. 20—23.
101. Vosanquet C. H., К применению метода Ангстрема измерения теплопроводности, Brit. J. Appl. Phys., v. 5, № 7, 1954, pp. 252—257.
102. Sicard L., Eyraud L., Malecot G., Eston J., Eyraud C., Mesure de la diffusivité thermique des solides, C. r. Acad. Sci., t. 248, № 21, 1959, pp. 2970—2972.
103. Кравчук Е. М., Определение тепловых коэффициентов сыпучих и твердых материалов по методу плоских тепловых волн, ИФЖ, т. 1, № 10, 1958, стр. 29—38.
104. Kelvin, On the secular cooling of the Earth, Trans. Roy. Soc., v. 22, 1861, p. 405.
105. Каганов М. А., Чудновский А. Ф., Определение коэффициента температуропроводности почвы по данным срочных измерений температуры, ИАН СССР, сер. геогр. и геол., т. 13, № 5, 1949, стр. 428—433.
106. Колмогоров А. Н., К вопросу об определении коэффициента температуропроводности почвы, ИАН СССР, сер. геогр. и геол., т. 14, № 2, 1950, стр. 97—98.
107. Каганов М. А., Чудновский А. Ф., Об определении коэффициента температуропроводности почвы, ИАН СССР, сер. геол., № 2, 1953, стр. 183—190.
108. Гордов А. Н., Температурное поле тел в условиях переменной температуры среды и меняющейся теплоотдачи, Труды ВНИИМ, вып. 35 (95), 1958, стр. 129—152.
109. Москалев В. А., Измерение температуропроводности методом температурных волн, Труды ЛИТМО, вып. 21, 1957, стр. 83—93.
110. Van Zee A. F., Vabsook C. L., A method for the measurement of a thermal diffusivity of molten glass, J. Amer. Ceram. Soc., v. 34, № 8, 1951, p. 244.
111. Кириченко Ю. А., Измерение температуропроводности методом радиальных температурных волн в цилиндре, «Измерительная техника», № 5, 1960, стр. 29—32.
112. Кириченко Ю. А., Метод и аппаратура для измерения коэффициента температуропроводности с помощью температурных волн, Труды институтов Комитета стандартов, вып. 51 (111), 1961, стр. 138—157.
113. Кириченко Ю. А., Температурные волны в ограниченном цилиндре, Труды ВНИИМ, вып. 40 (100), 1959, стр. 58—62.
114. Кириченко Ю. А., Регуляризация теплового режима неограниченного цилиндра, помещенного в среду с периодически изменяющейся температурой, Труды институтов Комитета стандартов, вып. 51 (111), 1961, стр. 158—166.
115. Кириченко Ю. А., Температурные волны в двухслойном неограниченном цилиндре, Труды институтов Комитета стандартов, вып. 51 (111), 1961.
116. Кириченко Ю. А., Определение теплофизических коэффициентов методом температурных волн, ИФЖ, т. 4, № 5, 1961, стр. 12—15.
117. Богомолов В. З., Чудновский А. Ф., Метод определения термических характеристик почвогрунтов в их естественном состоянии, ЖТФ, т. 9, № 14, 1939, стр. 1325—1330.
118. Богомолов В. З., Чудновский А. Ф., Методы определения термических характеристик почвы с применением мгновенного источника тепла, Труды Агрофизического ин-та, вып. 3, 1941, стр. 27—39.
119. Чудновский А. Ф., Обоснование метода измерения термического режима в грунте, ЖТФ, т. 16, № 2, 1946, стр. 242—248.
120. Proscopiu St., Determinarea conductibilității termice a metalelor prin două metode în regiuni nestăționare coeficientul de difuzie al electrolitelor, Studii și cercetări științifice, Acad. R. P. R., Filiala Iași, anul. 4, № 1—4, 1953, pp. 81—86.
121. Proscopiu St., Bursuc I., Conductibilitatea termică a mercurului și a ferului, în regiuni variabile, prin inscripția fotografică a variației temperaturii în funcție de timp, într'un funel al conductorului, Studii și cercetări științifice Acad. R. P. R., Filiala Iași, № 1—4, anul. 4, 1953, pp. 89—109.
122. Proscopiu St., Bursuc I., Determination du coefficient de conductibilité thermique du cuivre et du fer, en régime variable, l'aide d'un procédé par impulsion instantanée de chaleur, Bul. stiint. Acad. R. P. R., sec. mat. si fiz., t. 7, 1955, № 2, pp. 413—424.
123. Айзенштадт Б. А., Черников В. Г., Определение термических характеристик почвы, Труды ин-та математики и механики АН УзССР, вып. 2, 1947, стр. 116—129.



124. Вишневецкий Е. Е., Методы определения термических характеристик неметаллических материалов, Сб. «Теплообмен в процессах испарения», АН СССР, 1958, стр. 236—250.
125. Sellerio A., Spitale M. C., Determinazione simultanea delle proprietà termiche dei mediocri conduttori mediante un impulso di corrente, Ric. scient, v. 27, № 5, 1957, pp. 1539—1545.
126. Sellerio A., Spitale M. C., Sul metodo ad impulsi di corrente nelle ricerche di termocinetica. Studio comparativo, Termotecnica, 1959, v. 13, № 4, pp. 135—153.
127. Тимофеев М. П., Определение температуропроводности почвы прибором Чудновского, Труды ГГО, сер. 1, вып. 39, 1947, стр. 37—43.
128. Цукерман И. И., Определение тепловых констант при помощи зондов, ЖТФ, т. 20, № 3, 1950, стр. 352—362.
129. Шушпанов А. П., Шушпанов П. И., К методу цилиндрического источника тепла для определения теплофизических коэффициентов, ИФЖ, т. 3, № 9, 1960, стр. 74—77.
130. Каганов М. А., К вопросу об использовании метода «мгновенного» источника тепла для определения термических характеристик теплоизоляторов, ЖТФ, т. 26, № 3, 1956, стр. 674—677.
131. Вишневецкий Е. Е., Импульсный метод определения термических характеристик влажных материалов, Труды НИКФИ, вып. 2 (25), 1958, стр. 73—90.
132. Вержинская А. Б., Новиченок Л. Н., Новый универсальный метод определения теплофизических коэффициентов, ИФЖ, т. 3, № 9, 1960, стр. 65—68.
133. Blackwell J. H., Misiner A. D., Approximate solution of a transient heat flow problem, Proc. Phys. Soc. (A), v. 64, № 384A, 1951, pp. 1132—1133.
134. Blackwell J. H., A transient flow method for determination of thermal constant of insulating materials in bulk. Part I. Theory, J. Appl. Phys., № 2, 1954, pp. 137—147.
135. Каганов М. А., Прибор для определения тепловых характеристик почвы в естественных условиях, Сб. Трудов по агрономической физике, вып. 5, Сельхозгиз 1952, стр. 90—96.
136. Куртнер А. В., Чудновский А. Ф., Метод определения изменений коэффициента температуропроводности дисперсных тел, ЖТФ, т. 7, № 4, 1937, стр. 377—379.
137. Куртнер А. В., Чудновский А. Ф., Конструкция прибора по определению изменений коэффициента температуропроводности дисперсных тел, ЖТФ, т. 7, № 9, 1937, стр. 371—373.
138. Куртнер А. В., Чудновский А. Ф., Обоснование универсального метода определения термических констант дисперсных тел, ЖТФ, т. 8, № 11, 1938, стр. 1071.
139. Куртнер А. В., Чудновский А. Ф., Метод пластины-зонда для определения динамики температуропроводности грунтов, ЖТФ, т. 9, № 15, 1939, стр. 1430—1432.
140. Чудновский А. Ф., Цилиндрический зонд для измерения термических характеристик почв, Сб. трудов по агрономической физике, вып. 5, Сельхозгиз 1952, стр. 86—89.
141. Янкелев Л. Ф., Метод скоростного испытания тепловой изоляции, «Электрические станции», № 9, 1954, стр. 15—17.
142. Янкелев Л. Ф., Зонд для массового определения термических коэффициентов без отбора проб, «Заводская лаборатория», № 5, 1955.
143. Янкелев Л. Ф., Метод скоростного определения коэффициентов тепло- и температуропроводности без отбора проб, «Строительство предприятий нефтяной промышленности», № 5, 1956, стр. 14—17.
144. Шевельков В., Методы измерения термофизических свойств изоляционных материалов, «Мясная индустрия СССР», № 2, 1951, стр. 39—44.
145. Шевельков В. Л., Теплофизические характеристики изоляционных материалов, Госэнергоиздат, 1958.
146. Красовская Г. И., Определение термических констант гигроскопических сыпучих материалов, ЖТФ, т. 21, № 9, 1949, стр. 1045—1052.
147. Чудновский А. Ф., Метод стыка для определения тепловых свойств твердых теплоизоляторов, ЖТФ, т. 16, № 2, 1946, стр. 249—254.
148. Hsu S. T., Theory of a new apparatus for determining the thermal conductivities of metals, Rev. Scient. Instrum., v. 28, № 5, 1957, pp. 333—336.
149. Кулаков М. В., К определению термических коэффициентов твердых теплоизоляторов, ЖТФ, т. 22, № 1, 1952, стр. 67—72.
150. Кантер К. Р., Об одном методе мгновенного источника тепла для определения термических характеристик, ЖТФ, т. 25, № 3, 1955, стр. 472.
151. Кантер К. Р., К вопросу об определении теплофизических характеристик материалов при помощи методов мгновенного источника тепла, «Теплоэнергетика», № 1, 1958, стр. 74—76.
152. Иванов Л. А., Абсолютный метод комплексного определения теплофизических коэффициентов с мгновенным источником тепла, Ученые записки Ярославского технол. ин-та, т. 2, 1957, стр. 251.
153. Волькенштейн В. С., Скоростной метод определения термических характеристик плохих проводников тепла, ЖТФ, т. 22, № 6, 1952, стр. 1043.
154. Волькенштейн В. С., Метод определения термических характеристик материалов, ЖТФ, т. 24, № 2, 1954, стр. 200—204.

155. Волькенштейн В. С., Измерение тепловых характеристик твердых и жидких тел методом двух температурно-временных точек, Труды Ленинградского технологического института, вып. 32, 1955, стр. 33—41.
156. Волькенштейн В. С., Медведев Н. Н., Определение коэффициентов температуропроводности и теплопроводности твердых и жидких тел, ИФЖ, т. 2, № 10, 1959, стр. 26—32.
157. Жузе В. П., Регель А. П., Метод быстрого определения коэффициента температуропроводности твердых и жидких тел, ЖТФ, т. 22, вып. 8, 1952, стр. 1376.
158. Сильвестрова И. М., Определение коэффициентов температуропроводности кристаллов виннокислого этилендиамина, «Кристаллография», т. 2, № 2, 1957, стр. 304—307.
159. Бабьев Н. П., Совместное определение коэффициентов переноса тепла и влаги во влажных материалах, Труды Московского технологического института пищевой промышленности, вып. 6, 1956.
160. Чудновский А. Ф., Методы определения термических характеристик материалов, ЖТФ, т. 23, № 12, 1953, стр. 2238—2273.
161. Ingersoll L. R., Коер А., Thermal diffusivity and conductivity of some soil materials, Phys. Rev., v. 24, № 1, 1924, pp. 92—93.
162. Андрианов П. Н., Теплопроводность почвы, «Научно-агрономический журнал», № 12, 1928, стр. 853—866.
163. Frazier R. H., A precision method for determining the thermal diffusivity of solids, Phys. Rev., v. 39, № 3, 1932, pp. 515—524.
164. Фрумкин Л. С., Дубинкер Ю. Б., Температуропроводность резины, «Каучук и резина», № 4—5, 1939, стр. 25—34.
165. Fitzsimmons E. S., Thermal diffusivity of refractory oxides, J. Amer. Ceram. Soc., v. 33, № 11, 1950, pp. 327—332.
166. Hock L., Zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit schlechtleitender Stoffe, Chem. Ber., Bd. 86, № 9, 1953, SS. 1166—1170.
167. Гухман А. А., Михеева Н. Н., Подобие нестационарных тепловых состояний твердого тела, Первый сборник физико-технического сектора ЛОТИ, 1931, стр. 10—18.
168. Стаценко М. П., Черная Р. Г., Сравнение методов определения коэффициента теплопроводности изоляционных и строительных материалов, ЖТФ, т. 6, № 11, 1936, стр. 1996—2012.
169. Гухман А. А., Физические основы теплопередачи, Энергондат, 1934.
170. Torkar K., Zitter H., Methode zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit von Stoffen mit kleiner Wärmeleitfähigkeit, Sitzungsber. Österr. Acad. Wiss. Wath.-naturwiss., Kl. Abt. 116, Bd. 162, № 1—2, 1953, SS. 13—24.
171. Rosenthal D., The theory of moving sources of heat and its application to metal treatments, Trans. ASME, № 11, 1946, pp. 849—866.
172. Rosenthal D., Ambrosio A., A new method of determining thermal diffusivity of solids at various temperatures, Trans. ASME, v. 73, № 7, 1951, pp. 971—974.
173. Rosenthal D., Friedmann N. E., Thermal diffusivity of metals at high temperatures, J. Appl. Phys., v. 25, № 8, 1954, pp. 1059—1060.
174. Rosenthal D., Friedmann N. E., The determination of thermal diffusivity aluminum alloys of various temperatures by means of moving heat solids, Mech. Eng., v. 76, № 9, 1954, p. 763.

Поступила в редакцию  
27/11 1961 г.

Ю. А. КИРИЧЕНКО

ВНИИМ

## ОБ ИЗМЕРЕНИИ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ КОЭФФИЦИЕНТОВ МЕТОДОМ ТЕМПЕРАТУРНЫХ ВОЛН НА ОБРАЗЦАХ ПРОСТОЙ ГЕОМЕТРИЧЕСКОЙ ФОРМЫ

*В статье изложены вопросы об особенностях методов определения теплофизических коэффициентов с помощью температурных волн на образцах простой геометрической формы и приводятся расчетные формулы. Показано, что цилиндр является наиболее подходящей формой для испытываемого образца.*

Метод определения теплофизических коэффициентов с помощью температурных волн был разработан для измерений на образцах в форме ограниченного цилиндра [1—3]. Однако в ряде случаев может возникнуть необходимость проводить измерения не на цилиндрическом, а на пластинчатом или сферическом образцах. При этом, вероятно, удастся использовать ту же (или несколько измененную) аппаратуру, которая применялась и для осуществления метода радиальных температурных волн в цилиндре [2].

Для обоснования выбора того или иного метода (т. е. на пластинчатых, цилиндрических или сферических образцах) полезно провести сравнительный анализ оптимальных условий опыта на образцах различной формы.

Если тело простой формы, температура которого везде одинакова и равна  $t_0$ , помещено в среду с температурой  $t_c$ , изменяющейся по простому гармоническому закону

$$t_c = t_{co} + t_m \cos \omega \tau, \quad (1)$$

где  $t_m$  — амплитуда,

$t_{co}$  — средний уровень колебаний температуры среды,

$\omega = 2\pi f$ ,

$f$  — частота колебаний,

то температура в каждой точке с координатой  $r$  этого тела в момент времени  $\tau$  будет описываться выражением\*

$$\Theta(r, \tau) = \frac{t(r, \tau) - t_{co}}{t_m} = A_r \cos(\omega \tau - \varphi_r) -$$

$$- \sum_{n=1}^{\infty} \left( \frac{\mu_n^4}{\mu_n^4 + Pd} + \frac{t_{co} - t_0}{t_m} \right) A_n U_0 \left( \mu_n \frac{r}{R} \right) e^{-\mu_n^2 Fo}, \quad (2)$$

\* См. статью настоящего сборника, стр. 121.

где

$$Pd = \frac{\omega}{a} R^2, \quad Fo = \frac{at}{R^2};$$

$\mu_n$  и  $A_n$  — табулированные функции критерия Био  $Bi = \frac{a}{\lambda} R$  [4];

$R$  — радиус для цилиндра и шара или полутолщина для пластины, и для пластины

$$U_0\left(\mu_n \frac{r}{R}\right) = \cos \mu_n \frac{r}{R}, \quad (3)$$

для цилиндра

$$U_0\left(\mu_n \frac{r}{R}\right) = J_0\left(\mu_n \frac{r}{R}\right), \quad (4)$$

где  $J_0(x)$  — функция Бесселя первого рода нулевого порядка,

для шара

$$U_0\left(\mu_n \frac{r}{R}\right) = \frac{R}{r} \sin \mu_n \frac{r}{R}. \quad (5)$$

Относительная амплитуда колебания температуры  $A_r$  в точке с координатой  $r$ , отсчитанной от средней плоскости для пластины, оси для цилиндра или центра для шара, равна:

для пластины

$$A_r = \frac{Bi \left( \operatorname{ch}^2 \sqrt{\frac{1}{2} Pd_r} \cos^2 \sqrt{\frac{1}{2} Pd_r} + \operatorname{sh}^2 \sqrt{\frac{1}{2} Pd_r} \sin^2 \sqrt{\frac{1}{2} Pd_r} \right)^{1/2}}{[Bi^2 (\operatorname{ch}^2 b \cos^2 b + \operatorname{sh}^2 b \sin^2 b) + 2b^2 (\operatorname{sh}^2 b \cos^2 b + \operatorname{ch}^2 b \sin^2 b) + Bi b (\operatorname{sh} 2b - \sin 2b)]^{1/2}}, \quad (6)$$

для цилиндра

$$A_r = \frac{Bi (\operatorname{ber}^2 \sqrt{Pd_r} + \operatorname{bei}^2 \sqrt{Pd_r})^{1/2}}{[(Bi \operatorname{ber} \sqrt{Pd_r} + \sqrt{Pd_r} \operatorname{ber}' \sqrt{Pd_r})^2 + (Bi \operatorname{bei} \sqrt{Pd_r} + \sqrt{Pd_r} \operatorname{bei}' \sqrt{Pd_r})^2]^{1/2}}, \quad (7)$$

для шара

$$A_r = \frac{R Bi \left( \operatorname{sh}^2 \sqrt{\frac{1}{2} Pd_r} \cos^2 \sqrt{\frac{1}{2} Pd_r} + \operatorname{ch}^2 \sqrt{\frac{1}{2} Pd_r} \sin^2 \sqrt{\frac{1}{2} Pd_r} \right)^{1/2}}{r [(Bi - 1)^2 (\operatorname{sh}^2 b \cos^2 b + \operatorname{ch}^2 b \sin^2 b) + 2b^2 (\operatorname{sh}^2 b \sin^2 b + \operatorname{ch}^2 b \cos^2 b) + b (Bi - 1) (\operatorname{sh} 2b + \sin 2b)]^{1/2}}. \quad (8)$$

Здесь

$$b = \sqrt{\frac{1}{2} Pd}, \quad Pd_r = \frac{\omega}{a} r^2,$$

$\operatorname{ber} x$  и  $\operatorname{bei} x$  — функции Томсона, определяемые выражением

$$I_0(\sqrt{\pm i} x) = \operatorname{ber} x \pm i \operatorname{bei} x,$$

где  $I_0$  — Бесселева функция первого рода нулевого порядка от мнимого аргумента,

$\operatorname{ber}' x$  и  $\operatorname{bei}' x$  — производные функций Томсона.

Температуропроводность может быть определена по отношению амплитуд, либо по разности фаз температурных колебаний в двух точках образца, одна из которых расположена в центре симметрии образца и на расстоянии  $r$  от этого центра. Формулы для определения температуропроводности по отношению амплитуд ясны из выражений (6—8):

для пластины

$$\frac{A_r}{A_0} = \left( \operatorname{ch}^2 \sqrt{\frac{1}{2} Pd_r} \cos^2 \sqrt{\frac{1}{2} Pd_r} + \operatorname{sh}^2 \sqrt{\frac{1}{2} Pd_r} \sin^2 \sqrt{\frac{1}{2} Pd_r} \right)^{1/2}, \quad (9)$$

для цилиндра

$$\frac{A_r}{A_0} = (\text{ber}^2 \sqrt{\text{Pd}_r} + \text{bei}^2 \sqrt{\text{Pd}_r})^{1/2}, \quad (10)$$

для шара

$$\frac{A_r}{A_0} = \frac{1}{\sqrt{\text{Pd}_r}} \left( \text{sh}^2 \sqrt{\frac{1}{2} \text{Pd}_r} \cos^2 \sqrt{\frac{1}{2} \text{Pd}_r} + \text{ch}^2 \sqrt{\frac{1}{2} \text{Pd}_r} \sin^2 \sqrt{\frac{1}{2} \text{Pd}_r} \right)^{1/2}. \quad (11)$$

Не приводя подробных выкладок, заметим, что температуропроводность может быть найдена по разности фаз из соотношений:

для пластины

$$\text{tg}(\varphi_0 - \varphi_r) = \text{tg} \sqrt{\text{Pd}_r} \text{th} \sqrt{\text{Pd}_r}, \quad (12)$$

для цилиндра

$$\text{tg}(\varphi_0 - \varphi_r) = \frac{\text{bei} \sqrt{\text{Pd}_r}}{\text{ber} \sqrt{\text{Pd}_r}}, \quad (13)$$

для шара

$$\text{tg}(\varphi_0 - \varphi_r) = \frac{\text{ch} \sqrt{\text{Pd}_r} \sin \sqrt{\text{Pd}_r} - \text{sh} \sqrt{\text{Pd}_r} \cos \sqrt{\text{Pd}_r}}{\text{ch} \sqrt{\text{Pd}_r} \sin \sqrt{\text{Pd}_r} + \text{sh} \sqrt{\text{Pd}_r} \cos \sqrt{\text{Pd}_r}}. \quad (14)$$

Из формул (9—14), зная  $A_r/A_0$  или  $\varphi_0 - \varphi_r$ , можно определить по заранее составленной таблице  $\sqrt{\text{Pd}_r}$  и температуропроводность  $a$  найти из соотношения

$$a = \frac{\omega}{\text{Pd}_r} r^2. \quad (15)$$

Основываясь на закономерностях распространения температурных волн в теле простой формы, можно измерить не только коэффициент температуропроводности, но и коэффициент теплопроводности  $\lambda$ , т. е. осуществить комплексное определение теплофизических коэффициентов. Для определения  $\lambda$  можно использовать зависимость относительной амплитуды колебаний температуры в любой точке образца от критериев Био и Предводителя (6—8). Проще всего для этой цели использовать амплитуду в центре тела, которая для тел простой формы, как это следует из формул (6—8), будет иметь вид:

для пластины

$$A_0 = \frac{\text{Bi}}{[\text{Bi}^2 (\text{ch}^2 b \cos^2 b + \text{sh}^2 b \sin^2 b) + 2b^2 (\text{sh}^2 b \cos^2 b + \text{ch}^2 b \sin^2 b) + \text{Bi} b (\text{sh} 2b - \sin 2b)]^{1/2}}, \quad (16)$$

для цилиндра

$$A_0 = \frac{\text{Bi}}{[(\text{Bi} \text{ber} \sqrt{\text{Pd}} + \sqrt{\text{Pd}} \text{ber}' \sqrt{\text{Pd}})^2 + (\text{Bi} \text{bei} \sqrt{\text{Pd}} + \sqrt{\text{Pd}} \text{bei}' \sqrt{\text{Pd}})^2]^{1/2}}, \quad (17)$$

для шара

$$A_0 = \frac{R \text{Bi}}{r [(\text{Bi} - 1)^2 (\text{sh}^2 b \cos^2 b + \text{ch}^2 b \sin^2 b) + 2b^2 (\text{sh}^2 b \sin^2 b + \text{ch}^2 b \cos^2 b) + b (\text{Bi} - 1) (\text{sh} 2b + \sin 2b)]^{1/2}}. \quad (18)$$

Определив из опыта  $A_0$  как отношение амплитуды колебаний в центре тела ( $\Delta t_0$ ) к амплитуде колебаний среды ( $t_m$ ), можно по зависимостям (16—18) найти значение критерия Био

$$\text{Bi} = \frac{\alpha R}{\lambda}, \quad (19)$$

если значение критерия Предводителя  $\text{Pd} = \frac{\omega}{a} R^2$  уже определено обычным способом в процессе измерения температуропроводности. Значение

критерия Био в зависимости от  $A_0$  лучше всего определяется по заранее составленным таблицам или графикам. Подобный график для цилиндрического образца представлен на рис. 1, где показана зависимость  $A_0$  от  $Bi$

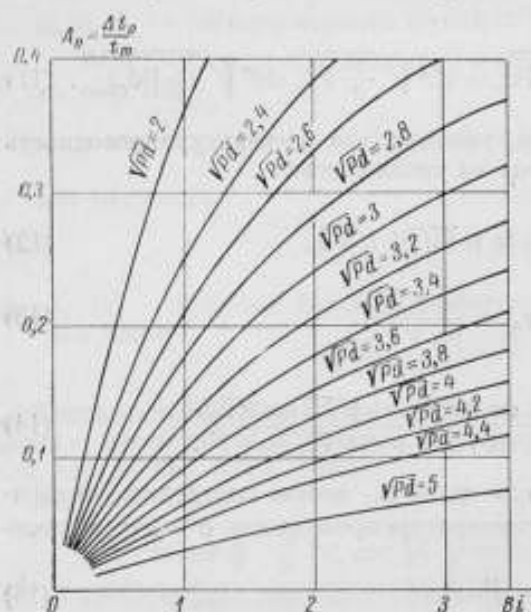


Рис. 1. Зависимость  $A_0$  от  $Bi$  при различных значениях критерия  $V\overline{Pd}$ .

случайный характер, то погрешность метода равна

$$\frac{\Delta a}{a} = \left[ \left( \frac{\Delta a}{a} \right)_{\omega}^2 + \left( \frac{\Delta a}{a} \right)_{r}^2 + \left( \frac{\Delta a}{a} \right)_{Pd_r}^2 \right]^{1/2} = \left[ \left( \frac{\Delta \omega}{\omega} \right)^2 + 4 \left( \frac{\Delta r}{r} \right)^2 + \left( \frac{\Delta Pd_r}{Pd_r} \right)^2 \right]^{1/2}. \quad (21)$$

Как видно из структуры расчетных формул, погрешность  $\left( \frac{\Delta a}{a} \right)_{Pd_r} = \frac{\Delta Pd_r}{Pd_r}$  должна зависеть от погрешностей определения амплитуд и величины критерия Предводителя. Та область значений критерия Предводителя, при которой погрешность  $\frac{\Delta Pd_r}{Pd_r}$  имеет минимальные значения, будет определять оптимальные условия проведения опыта, а именно, частоту колебаний температуры и толщину образца для материала с определенной величиной коэффициента температуропроводности.

Аналогично тому, как это было сделано в работах [1, 2] для цилиндрического образца, можно получить выражение для погрешности  $\Delta Pd_r/Pd_r$  в случае пластины и шара, т. е.

$$\frac{\Delta Pd_r}{Pd_r} = \left[ \left( \frac{\Delta A_r}{A_r} \right)^2 + \left( \frac{\Delta A_0}{A_0} \right)^2 \right]^{1/2} F(V\overline{Pd_r}), \quad (22)$$

где для пластины

$$F(V\overline{Pd_r}) = \frac{4\sqrt{2} \left( \text{ch}^2 \sqrt{\frac{1}{2} Pd_r} \cos^2 \sqrt{\frac{1}{2} Pd_r} + \text{sh}^2 \sqrt{\frac{1}{2} Pd_r} \sin^2 \sqrt{\frac{1}{2} Pd_r} \right)}{V\overline{Pd_r} (\text{sh} \sqrt{2Pd_r} - \sin \sqrt{2Pd_r})}, \quad (23)$$

для цилиндра

$$F(V\overline{Pd_r}) = \frac{2(\text{ber}^2 \sqrt{Pd_r} + \text{bei}^2 \sqrt{Pd_r})}{V\overline{Pd_r} (\text{ber} \sqrt{Pd_r} \text{ber}' \sqrt{Pd_r} + \text{bei} \sqrt{Pd_r} \text{bei}' \sqrt{Pd_r})}, \quad (24)$$

при различных значениях  $V\overline{Pd}$ . Коэффициент теплоотдачи  $\alpha$  определяется из опыта для «эталоны» с известным значением коэффициента и теплопроводности  $\lambda_0$  в точно таких же условиях, как и для образца. «Эталон» должен иметь ту же форму и размер, что и образец. Определив для «эталоны» критерий Био, можно вычислить значение коэффициента теплоотдачи

$$\alpha = \frac{Bi_0 \lambda_0}{R}, \quad (20)$$

а следовательно, и  $\lambda$  по формуле (19).

Сравним условия проведения опыта для различных методов, исходя из формул определения температуропроводности по отношению амплитуд (9—11).

Если считать, что погрешность определения частоты  $\Delta \omega$ , радиуса  $\Delta r$  и критерия Предводителя  $\Delta Pd_r$  носят чисто слу-

для шара

$$F(\sqrt{Pd_r}) = \frac{4\sqrt{2}\sqrt{Pd_r} \left( \text{sh}^2 \sqrt{\frac{1}{2}Pd_r} \cos^2 \sqrt{\frac{1}{2}Pd_r} + \text{ch}^2 \sqrt{\frac{1}{2}Pd_r} \sin^2 \sqrt{\frac{1}{2}Pd_r} \right)}{(\text{sh} \sqrt{2Pd_r} + \sin \sqrt{2Pd_r})(Pd_r)^{3/2} - \left( \text{sh}^2 \sqrt{\frac{1}{2}Pd_r} \cos^2 \sqrt{\frac{1}{2}Pd_r} + \text{ch}^2 \sqrt{\frac{1}{2}Pd_r} \sin^2 \sqrt{\frac{1}{2}Pd_r} \right)} \quad (25)$$

Значение функции  $F(\sqrt{Pd_r})$  в зависимости от критерия  $\sqrt{Pd_r}$  приведено в табл. 1.

Таблица 1

$\sqrt{Pd_r}$	$F(\sqrt{Pd_r})$			$\sqrt{Pd_r}$	$F(\sqrt{Pd_r})$		
	Пластина	Цилиндр	Шар		Пластина	Цилиндр	Шар
1	6,99	32,6	2,98	6	0,46	0,54	0,075
2	1,31	2,90	0,813	7	0,40	0,45	0,057
3	0,91	1,23	0,316	8	0,36	0,39	0,044
4	0,70	0,86	0,176	9	0,33	0,35	0,035
5	0,55	0,67	0,103	10	0,30	0,32	0,029

Таким образом, при одной и той же погрешности отношения амплитуд погрешность  $\left(\frac{\Delta a}{a}\right)_{Pd_r}$  для шара будет гораздо меньше, чем для пластины

и цилиндра. Рассмотрим, как будет изменяться погрешность  $\left(\frac{\Delta a}{a}\right)_{Pd_r}$  в двух случаях [1, 2]: при равенстве абсолютных погрешностей измерения центральной и периферийной амплитуд ( $\Delta A_0 = \Delta A_r$ ) и при равенстве относительных погрешностей  $\left(\frac{\Delta A_0}{A_0} = \frac{\Delta A_r}{A_r}\right)$ . Для первого случая, который и будет, как правило, осуществляться при измерениях, получим

$$\left(\frac{\Delta a}{a}\right)_{Pd_r} = \frac{\Delta Pd_r}{Pd_r} = \frac{\Delta A_r}{A_r} \left[ 1 + \left(\frac{A_r}{A_0}\right)^2 \right]^{1/2} \times F(\sqrt{Pd_r}) = \frac{\Delta A_r}{A_r} \varphi_1(\sqrt{Pd_r}). \quad (26)$$

Зависимости функций  $\varphi_1(\sqrt{Pd_r})$  от  $\sqrt{Pd_r}$  для пластины, цилиндра и шара приведены на рис. 2. Каждая из функций  $\varphi_1(\sqrt{Pd_r})$  имеет минимум. Значения  $\sqrt{Pd_r}$ , соответствующие значениям  $\varphi_1(\sqrt{Pd_r})$ , близким к минимальному, определяют оптимальные условия проведения опыта. Из рис. 2 видно, что минимальное значение функции  $\varphi_1$  для шара равно 0,9, для пластины 2,8. Таким образом, погрешность

$$\left(\frac{\Delta a}{a}\right)_{Pd_r} = \frac{\Delta Pd_r}{Pd_r}$$

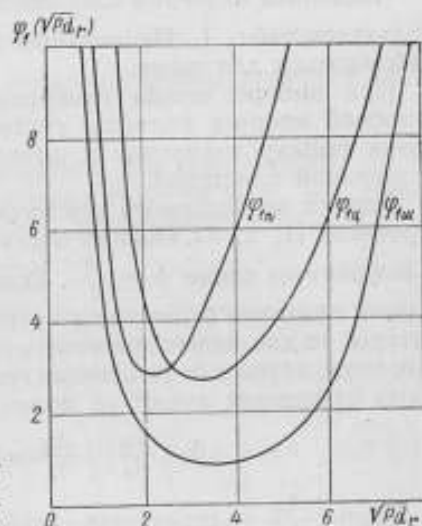


Рис. 2. Зависимость  $\frac{\Delta A_r}{A_r} \left/ \frac{\Delta Pd_r}{Pd_r} \right. = \varphi_1(\sqrt{Pd_r})$  от  $\sqrt{Pd_r}$  для пластины ( $\varphi_{1p}$ ), цилиндра ( $\varphi_{1c}$ ) и шара ( $\varphi_{1s}$ ).

для цилиндра 2,7 и для

для шара в три раза меньше, чем для цилиндра или пластины. Значения критерия  $\sqrt{Pd_r}$ , при которых достигаются минимальные погрешности для пластины, цилиндра и шара, будут соответственно  $\sqrt{Pd_{rм}} = 2,2$ ,  $\sqrt{Pd_{rц}} = 3,2$ ,  $\sqrt{Pd_{rш}} = 3,5$ .

При этом интервалы значений критерия  $\sqrt{Pd_r}$ , при которых можно производить измерения с заданной точностью, будут различными. Если считать допустимой такую величину погрешности, при которой  $\varphi_1 = 3$  (см. выражение 26), то интервал значений критерия  $\sqrt{Pd_r}$  будет соответственно

$$\text{для пластины} \quad 1,7 < \sqrt{Pd_{rм}} < 2,4, \quad (27)$$

$$\text{для цилиндра} \quad 2,3 < \sqrt{Pd_{rц}} < 4,5, \quad (28)$$

$$\text{для шара} \quad 1,2 < \sqrt{Pd_{rш}} < 6,4. \quad (29)$$

Таким образом, области оптимальных значений  $\sqrt{Pd_r}$  для пластины и цилиндра не пересекаются. Пластина имеет самую узкую область оптимальных значений  $\sqrt{Pd_r}$ , а шар — самую широкую, включающую в себя и области для пластины и цилиндра.

В случае равенства относительных погрешностей  $\left(\frac{\Delta A_0}{A_0} = \frac{\Delta A_r}{A_r}\right)$  будем иметь

$$\left(\frac{\Delta a}{a}\right)_{Pd_r} = \frac{\Delta Pd_r}{Pd_r} = \frac{\Delta A_r}{A_r} \sqrt{2} F(\sqrt{Pd_r}) = \frac{\Delta A_r}{A_r} \varphi_2(\sqrt{Pd_r}). \quad (30)$$

Численные значения погрешности  $\frac{\Delta Pd_r}{Pd_r}$  в этом случае можно определить, пользуясь табл. 1. Наименьшие значения погрешности, опять-таки, будут наблюдаться для шара.

При выборе метода измерения температуропроводности существенной стороной вопроса является соотношение между основными размерами образца (между диаметром и длиной цилиндра, между толщиной и длиной и шириной пластины).

Оценка необходимого отношения диаметра к длине цилиндра проведена в работах [1, 2, 5]. Оценим таким же образом отношение толщины пластины к ее (ширине) длине  $\delta = \frac{R}{l}$ . Если считать, что на всей поверхности ограниченной пластины будет иметь место одна и та же амплитуда колебаний температуры, то для малых значений критерия Био, когда рассеянием температурных волн, идущих от различных граней пластины, можно пренебречь, погрешность отношения амплитуд может быть приближенно принята равной

$$\Delta_1 \left(\frac{A_R}{A_0}\right) / \frac{A_R}{A_0} \approx \sqrt{2} \frac{A_R}{A_{0R}} / \frac{A_l}{A_{0l}} \approx \sqrt{2} \frac{A_{0l}}{A_{0R}}. \quad (31)$$

Здесь  $\frac{A_R}{A_{0R}}$  — отношение колебаний на поверхности и в центре неограниченной пластины толщиной  $2R$ ,

а  $\frac{A_l}{A_{0l}}$  — то же отношение для пластины толщиной  $2l$  ( $l$  — длина и ширина пластины).

Численные значения погрешности  $\Delta_1 \left(\frac{A_R}{A_0}\right) / \frac{A_R}{A_0}$  представлены на рис. 3.

Сравнивая приведенные на рис. 3 данные с данными для ограниченного цилиндра, нетрудно заметить, что погрешность, вызванная конечными размерами образца, будет примерно такая же, как и для цилиндра при тех же



значениях критерия Предводителя [1, 2]. Однако, если найти погрешности при оптимальных значениях критерия  $\sqrt{Pd}$ , для обеих форм образцов (т. е. при  $\sqrt{Pd} \approx 2$  для пластины и  $\sqrt{Pd} \approx 3$  для цилиндра), то погрешность для пластины будет во много раз больше, чем для цилиндра при том же значении  $\sqrt{Pd}$ . Кроме того, пластинчатые образцы даже при одном и том же  $\delta$  будут более громоздкими, так как они должны иметь два «неограниченных» размера (длину и ширину).

При сравнении различных методов определения температуропроводности важно также учесть время наступления регулярного теплового режима 3-го рода в образце. Эта величина обуславливает продолжительность опыта и при прочих равных условиях может явиться определяющим фактором при выборе метода (или формы образца, как в рассматриваемом случае).

Время наступления регулярного режима [2]<sup>1</sup>

$$Fo^* = \frac{\alpha \tau^*}{R^2} = \frac{1}{\mu_1^2} \ln \frac{A_1(C_1 + \Theta_0)}{\beta A_0}, \quad (32)$$

где  $\beta$  — допустимая величина недохода,

$$C_1 = \frac{\mu_1^4}{\mu_1^4 + Pd^2},$$

$$\Theta_0 = \frac{t_{co} - t_0}{t_m}.$$

Ограничив  $\beta$  значением 5%, что достаточно для практических случаев измерения температуропроводности, и полагая  $\Theta_0 = 10$  и  $\Theta_0 \gg C_1$ , придем к величинам  $Fo^*$  для тел различной формы, приведенным в табл. 2.

Таблица 2

Форма тела	$Fo^*$ при значениях $\sqrt{Pd}$									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Неограниченная пластина	8,1	9,6	11,0	12,3	13,5	14,7	15,8	16,9	18,0	19,1
Неограниченный цилиндр	3,60	4,16	4,69	5,20	5,70	6,20	6,69	7,18	7,66	8,14
Шар	2,26	2,54	2,82	3,11	3,40	3,69	3,97	4,26	4,54	4,83

Из табл. 2 видно, что время наступления регулярного теплового режима 3-го рода в цилиндре почти в два, а в пластине приблизительно в четыре раза больше, чем в шаре.

<sup>1</sup> См. статью настоящего сборника, стр. 121.

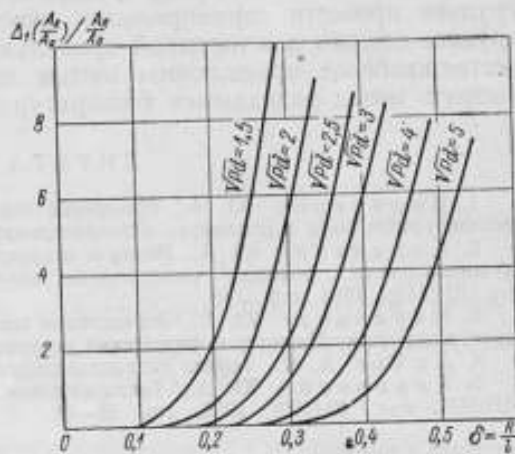


Рис. 3. Обусловленная ограниченными размерами пластины погрешность  $\Delta_1 \left( \frac{A_R}{A_0} \right) / \frac{A_R}{A_0}$  в зависимости от  $\delta = \frac{R}{l}$ . Цифры у кривых обозначают значения критерия  $\sqrt{Pd}$ .

Следовательно, по таким признакам, как величина погрешности, ширина оптимального интервала критериев  $\sqrt{Pd}$ , компактность образца, быстрота наступления регулярного режима (продолжительность опыта), наиболее приемлемыми будут образцы сферической формы, затем — цилиндрической и наименее удобными — пластинчатые образцы.

Однако необходимо иметь в виду, что образцы сферической формы обладают рядом недостатков (шар труднее изготовить, чем цилиндр или пластину; труднее провести термодатчик через эквипотенциальные поверхности; труднее создать всесторонний правильный нагрев образца). Поэтому в качестве наиболее приемлемого метода из трех рассмотренных необходимо выбрать метод радиальных температурных волн в цилиндре.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Кириченко Ю. А., Измерение теплопроводности методом радиальных температурных волн в цилиндре, «Измерительная техника», № 5, 1960, стр. 29—32.
2. Кириченко Ю. А., Метод и аппаратура для измерения коэффициента теплопроводности с помощью температурных волн, Труды институтов Комитета стандартов, вып. 51 (111), 1961, стр. 138.
3. Кириченко Ю. А., Определение теплофизических коэффициентов методом температурных волн, Инженерно-физический журнал, т. 4, № 5, 1961, стр. 12—15.
4. Лыков А. В., Теория теплопроводности, Гостехиздат, 1952.
5. Кириченко Ю. А., Температурные волны в ограниченном цилиндре, Труды ВНИИМ, вып. 40 (100), 1959, стр. 58—62.

Поступила в редакцию  
7/III 1961 г.

Ю. А. КИРИЧЕНКО

ВНИИМ

### К ВОПРОСУ О РЕГУЛЯРИЗАЦИИ ТЕМПЕРАТУРНОГО ПОЛЯ ТЕЛА ПРОСТОЙ ФОРМЫ, ПОМЕЩЕННОГО В СРЕДУ С ПЕРИОДИЧЕСКИМ ИЗМЕНЕНИЕМ ТЕМПЕРАТУРЫ

*В статье рассмотрены различные случаи регуляризации тела простой формы при наступлении регулярного теплового режима 3-го рода: при начальной температуре тела, не равной средней температуре среды; при температуре среды, изменяющейся по гармоническому и экспоненциальному законам и по гармоническому и линейному законам. Рассмотренные вопросы находят применение при решении задач измерительной техники (измерения коэффициента температуропроводности).*

Изучение регуляризации (переходного процесса) при установлении регулярных тепловых режимов 1-го, 2-го и 3-го рода для тел простой формы представляет определенный практический интерес, например в приложении к методам определения теплофизических коэффициентов на образцах простой формы. Представляет интерес определение времени наступления регулярного режима, способ оценки установления режима, погрешность, возникающая в процессе регуляризации, последовательность вступления отдельных точек в регулярный режим.

Процесс установления различных регулярных режимов исследовался в ряде работ [1—5]. Процесс установления регулярного режима 3-го рода (гармонические колебания температуры) рассматривался в работе [6] для частного случая, когда температура среды  $t_c$  изменяется по простому гармоническому закону

$$t_c = t_{c0} + t_m \cos \omega \tau, \quad (1)$$

где  $t_m$  — амплитуда;

$t_{c0}$  — средний уровень колебаний температуры среды;

$\tau$  — время;

$\omega$  — круговая частота,

температура каждой точки тела  $r$  в начальный момент времени равна средней температуре среды, т. е.

$$t(r, 0) = t_{c0}. \quad (2)$$

При этом было использовано решение для температурных волн в теле простой формы конечной толщины, полученное А. В. Лыковым [7]. Хотя такая

постановка вопроса в целом верна лишь для частного случая регуляризации, все соотношения, полученные в работе [6] (за исключением тех, в которых определяется время наступления регулярного режима), выполняются и для более общего случая.

Можно указать следующие аспекты применения результатов рассмотрения процессов установления регулярного режима 3-го рода:

1) при реализации методов определения температуропроводности с помощью температурных волн [3, 4], 2) при изучении регуляризации в условиях двухпозиционного автоматического регулирования.

Для рассмотрения общего случая регуляризации запишем температуру среды в виде

$$t_c = t_{c0} + t_m \cos(\omega\tau + \varphi_c), \quad (3)$$

а начальную температуру тела возьмем отличной от среднего уровня температурных колебаний среды

$$t(r, 0) = t_0 \neq t_{c0}. \quad (4)$$

Рассмотрим решение задачи при начальной фазе колебаний температуры среды  $\varphi_c = 0; \frac{\pi}{2}; \pi, \frac{3}{2}\pi$ .

Кроме того, представляет определенный интерес рассмотрение процесса регуляризации при сложном изменении температуры среды, когда она изменяется одновременно по гармоническому и экспоненциальному или гармоническому и линейному законам:

$$t_c = t_{c0} + b\tau + t_m \cos \omega\tau, \quad (5)$$

$$t_c = t_{c0} + t_0 e^{-k\tau} + t_m \cos \omega\tau. \quad (6)$$

Рассмотрим каждую из поставленных задач в отдельности применительно, главным образом, к методам определения температуропроводности, выбрав для определенности в качестве рассматриваемого объекта тело в форме неограниченного цилиндра.

1. Температура среды изменяется по гармоническому закону (3), начальная температура тела не равна средней температуре среды.

Для удобства сравнения полученного решения с рассмотренным ранее [6] примем  $\varphi_c = 0$ . Решим уравнение

$$\frac{\partial t(r, \tau)}{\partial \tau} = a \frac{\partial^2 t(r, \tau)}{\partial r^2} + a \frac{1}{r} \cdot \frac{\partial t(r, \tau)}{\partial r}, \quad (7)$$

(где  $a$  — коэффициент температуропроводности) с начальным условием (4) и граничными условиями

$$-\frac{\partial t(R, \tau)}{\partial r} + h[t_{c0} + t_m \cos \omega\tau - t(R, \tau)] = 0, \quad (8)$$

$$\frac{\partial t(0, \tau)}{\partial r} = 0, \quad (9)$$

где  $h = \frac{\alpha}{\lambda}$ ,

$\alpha$  — коэффициент теплоотдачи;

$\lambda$  — коэффициент теплопроводности;

$R$  — радиус цилиндра.

Применив операционное исчисление на основе преобразования Лапласа [7], напишем уравнение и краевые условия в изображениях

$$rT''(r, s) + T'(r, s) - \frac{s}{a} rT(r, s) = 0, \quad (10)$$

$$T(r, 0) = \frac{t_0}{s}, \quad (11)$$

$$-T'(R, s) + h \left[ \frac{t_{c0}}{s} + t_m \frac{s}{s^2 + \omega^2} - T(R, s) \right] = 0, \quad (12)$$

$$T'(0, s) = 0. \quad (13)$$

Решение уравнения (10) в общем виде

$$T(r, s) - \frac{t_0}{s} = AI_0\left(\sqrt{\frac{s}{a}} r\right) + BK_0\left(\sqrt{\frac{s}{a}} r\right), \quad (14)$$

где  $I_0(x)$  и  $K_0(x)$  — функции Бесселя нулевого порядка 1-го и 2-го рода от мнимого аргумента.

Определив постоянные  $A$  и  $B$  из условий (11)–(13), получим

$$T(r, s) - \frac{t_0}{s} = \frac{t_m s^2 + (t_{c0} - t_0)(s^2 + \omega^2)}{s(s^2 + \omega^2) \left[ I_0\left(\sqrt{\frac{s}{a}} R\right) + \frac{1}{h} \sqrt{\frac{s}{a}} I_1\left(\sqrt{\frac{s}{a}} R\right) \right]} I_0\left(\sqrt{\frac{s}{a}} r\right), \quad (15)$$

где  $I_1$  — функция Бесселя первого порядка 1-го рода от мнимого аргумента.

Решение в изображениях (15) удовлетворяет требованиям теоремы разложения. Знаменатель изображения (15) имеет корни  $s_1 = 0$ ,  $s_2 = i\omega$ ,  $s_3 = -i\omega$  и бесчисленное множество корней вида  $s_n = -\mu_n^2 \frac{a}{R^2}$ , где  $\mu_n$  — корни трансцендентного уравнения

$$J_0(\mu) - \frac{\mu}{hR} J_1(\mu) = 0,$$

в котором  $J_0(\mu)$  и  $J_1(\mu)$  — функции Бесселя 1-го рода нулевого и первого порядка от действительного аргумента.

Поэтому, переходя к оригиналу, будем иметь

$$t(r, \tau) = t_{c0} + t_m A_r \cos(\omega\tau - \varphi_r) - t_m \sum_{n=1}^{\infty} \left[ \frac{\mu_n^4}{\mu_n^4 + \text{Pd}^2} + \frac{t_{c0} - t_0}{t_m} \right] A_n J_0\left(\mu_n \frac{r}{R}\right) e^{-\mu_n^2 \text{Fo}}, \quad (16)$$

где  $A_r$  и  $\varphi_r$  — функции критериев  $\text{Pd} = \frac{\omega}{a} R^2$ ,  $\text{Vi} = \frac{a}{\lambda} R$  и  $\frac{r}{R}$ .

$A_n$  и  $\mu_n$  — табулированные функции критерия Био.

Положив в решении (16)  $t_{c0} = t_0$ , получим частный случай, рассмотренный в монографии А. В. Лыкова [7]. Для безразмерной температуры решение (16) можно записать в общем случае в виде

$$\Theta(r, \tau) = \frac{t(r, \tau) - t_{c0}}{t_m} = A_r \cos(\omega\tau - \varphi_r) - \sum_{n=1}^{\infty} (C_n + \Theta_0) A_n J_0\left(\mu_n \frac{r}{R}\right) e^{-\mu_n^2 \text{Fo}} = A_r \cos(\omega\tau - \varphi_r) - \sum_{n=1}^{\infty} \Phi_n, \quad (17)$$

где  $\theta_0 = \frac{t_{c0} - t_0}{t_m}$ , а значения  $C_n$  для  $\varphi_c = 0, \pi$  соответственно равны

$$C_n = \pm \frac{\mu_n^4}{\mu_n^4 + Pd^2} \quad (18)$$

и для  $\varphi_c = \frac{\pi}{2}$  и  $\frac{3}{2}\pi$

$$C_n = \mp \frac{\mu_n^2 Pd}{\mu_n^4 + Pd^2}. \quad (19)$$

Из выражения (17) получим для температуры при достаточно большом промежутке времени следующее выражение:

$$\begin{aligned} \theta(r, \tau) = \frac{t(r, \tau) - t_{c0}}{t_m} &= A_r \cos(\omega\tau - \varphi_r) - \\ &- (C_1 + \theta_0) A_1 J_0\left(\mu_1 \frac{r}{R}\right) e^{-\mu_1^2 Fo} = A_r \cos(\omega\tau - \varphi_r) - \theta_1(r, \tau). \end{aligned} \quad (20)$$

Решения (16), (17) и (20) показывают, что регуляризация в условиях, когда начальная температура тела не равна средней температуре среды, описывается двумя членами  $\theta_1(r, \tau) = \theta_1^{III}(r, \tau) + \theta_1^I(r, \tau)$ , один из которых представляет собой решение для регулярного режима 3-го рода при  $t_0 = t_{c0}$

$$\theta_1^{III}(r, \tau) = C_1 A_1 J_0\left(\mu_1 \frac{r}{R}\right) e^{-\mu_1^2 Fo}, \quad (21)$$

а другой является решением для простого нагрева (охлаждения) тела

$$\theta_1^I(r, \tau) = \theta_0 A_1 J_0\left(\mu_1 \frac{r}{R}\right) e^{-\mu_1^2 Fo}. \quad (22)$$

Будем характеризовать степень наступления регулярного режима «недоходом» [см. выражение (17)]

$$M_r(\tau) = M\left(\frac{r}{R}, Bi, Fo, Pd\right) = \frac{\sum_{n=1}^{\infty} \theta_n(r, \tau)}{A_r}, \quad (23)$$

или для достаточно большого  $\tau > \tau'$

$$M_r(\tau) = M\left(\frac{r}{R}, Bi, Fo, Pd\right) = \frac{\theta_1(r, \tau)}{A_r}. \quad (24)$$

Взяв в качестве критерия, описывающего последовательность вступления отдельных точек в регулярный режим, отношение недохода в точке  $r$  к недоходу в центре тела (на оси цилиндра), как это было сделано в работах [3, 4, 6], получим из выражения (24):

$$Rr\left(\frac{r}{R}, Bi, Pd\right) = \frac{A_0}{A_r} J_0\left(\mu_1 \frac{r}{R}\right). \quad (25)$$

Таким образом «критерий регулярного режима»  $Rr$  и, следовательно, последовательность вступления точек в регулярный режим, начиная с некоторого момента  $\tau'$ , не зависят от времени. Из соотношения (25) видно, что позже всего в регулярный режим вступают точки, лежащие в центре тела, а ранее всего — лежащие на поверхности. Поэтому для характеристики степени регуляризации всего тела в целом можно воспользоваться выражением для недохода точек, расположенных на оси.

Задавшись определенным допустимым значением недохода  $\beta$ , можно определить время наступления регулярного режима  $Fo^*$ . Для точек, лежащих на оси,

$$\frac{(C_1 + \Theta_0) A_1}{A_0} e^{-\mu_1^2 Fo^*} = M_0(0) e^{-\mu_1^2 Fo^*} < \beta \quad (26)$$

и

$$Fo^*(0) > \frac{1}{\mu_1^2} \ln \frac{M_0(0)}{\beta}. \quad (27)$$

Для точек с координатой  $r$

$$Fo^*(r) > \frac{1}{\mu_1^2} \ln \frac{M_0(0)}{\beta} Rr. \quad (28)$$

Из уравнений (27) и (28) получим

$$\Delta Fo^* = Fo^*(0) - Fo^*(r) = \frac{1}{\mu_1^2} \ln Rr. \quad (29)$$

Таким образом, разность времен наступления регулярного режима для двух точек цилиндра, одна из которых лежит на его оси, пропорциональна натуральному логарифму критерия  $Rr$  и не зависит от заданного недохода  $\beta$ . Поэтому для практических целей удобно пользоваться заранее рассчитанными зависимостями  $Fo^*(0, Bi, Pd, \Theta_0)$  и  $\Delta Fo^*\left(\frac{r}{R}, Bi, Pd\right)$ .

Решение выражения (20) и соотношения, полученные из этого решения, можно применить не только для оценки регуляризации в теле, помещаемом в среду с установившимся гармоническим изменением температуры, но и в том случае, когда тело разогревается вместе с малонверсионной печью, напряжение на которой периодически изменяется. Последнее имеет место при определении температуропроводности методом радиальных температурных волн [8, 9]. В условиях, типичных для метода радиальных волн,  $\Theta_0 \approx 10$  намного превышает величину  $C_1 \approx 0,025 - 0,15$  и поэтому время установления регулярного режима 3-го рода определяется только временем установления средней температуры, т. е. будет таким же, как и при простом нагреве тела. В связи с этим можно сделать замечание о длительности методов регулярного режима 3-го рода по сравнению с некоторыми другими методами определения температуропроводности.

При практической оценке длительности проведения опыта необходимо учитывать не только время, затрачиваемое на создание теплового импульса и проведение измерений, но и время, необходимое для создания условий, при которых можно проводить опыт. Таким условием для методов регулярного режима 3-го рода будет постоянный уровень колебаний, а для методов, основанных на решении для начальной стадии теплового процесса в неограниченной среде (импульсных, зондовых, неограниченного эталона и т. д.), таким условием является одинаковая температура в различных точках образца. В любом из тех методов, в которых для проведения опыта требуется установление некоторой средней температуры, будет происходить процесс простого нагревания, описываемый выражением (22). Поэтому время, необходимое для проведения опыта, в таких методах определяется не столько самим методом, сколько размерами образца и условиями его нагревания. Отсюда следует, что методы регулярного режима 3-го рода, уступая по скорости проведения опытов методам регулярного режима 1-го (в особенности проводимых при условии  $\alpha = \infty$ ) и 2-го рода, несколько не уступают в этом отношении остальным методам. Для типичных условий ( $\Theta_0 \approx 10$ ,  $Pd \approx 10$ ,  $Bi \approx 1$ ) при определении температуропроводности образцов из пластмасс ( $R = 15$  мм,  $a = 1 \cdot 10^{-2}$  м<sup>2</sup>/сек) методом радиальных волн получим по формуле (27)  $\tau = 3$  ч

при допустимом недоходе  $\beta = 0,01$  и  $\tau \approx 2$  и при  $\beta = 0,05$ , что хорошо согласуется с опытом. Недоход  $\beta = 0,05$ , как следует из приведенных ниже формул (31—33), вполне допустим при измерениях.

Оценим для практических случаев время наступления регулярного режима «кажущимся недоходом», представляющим отношение разности температур, наблюдаемых в моменты времени  $\tau$  и  $\tau + T$ , где  $T$  — период колебаний,

$$\Delta M_T(r, \tau) = \frac{\theta(r, \tau + T) - \theta(r, \tau)}{A_r} = \frac{\theta_1(r, \tau) - \theta_1(r, \tau + T)}{A_r} = \frac{\Delta \theta_T(r, \tau)}{A_r}. \quad (30)$$

Из соотношения (30) следуют формулы для связи между «истинным» и «кажущимся» недоходами

$$M_r(\tau) = \frac{\Delta M_T(r, \tau)}{\frac{2\pi\mu_1^2}{1 - e^{-Pd}}}. \quad (31)$$

и для оценки погрешностей определения амплитуд колебаний по трем экстремумам (начиная с максимума или минимума, соответственно)

$$\frac{\Delta A_r}{A_r} = \mp \frac{1}{4} \cdot \frac{1 - e^{-\frac{\pi\mu_1^2}{Pd}}}{1 + e^{-\frac{\pi\mu_1^2}{Pd}}} \Delta M_T(r, \tau). \quad (32)$$

Для частного случая, описываемого значениями критериев Предводителя Pd  $\approx 10$  и Био Bi  $\approx 1$ , обычно встречающихся в опытах по измерению теплопроводности [8, 9], получим

$$\frac{\Delta A_r}{A_r} = \mp 0,06 \Delta M_T(r, \tau). \quad (33)$$

2. Рассмотрим процесс установления температурных колебаний в теле в том случае, когда оно помещено в среду, температура которой изменяется одновременно по гармоническому и экспоненциальному законам. С этой целью решим уравнение теплопроводности (7) с начальным условием (4) и граничными условиями (9) и

$$-\frac{\partial t(R, \tau)}{\partial r} + h[t_{c0} + t_m \cos \omega\tau - t_e e^{-k\tau} - t(R, \tau)] = 0. \quad (34)$$

Последнее соотношение в изображениях будет иметь вид

$$-T'(R, s) + h\left[\frac{t_{c0}}{s} + t_m \frac{s}{s^2 + \omega^2} - t_e \frac{1}{s + k} - T(r, s)\right] = 0. \quad (35)$$

Решение поставленной задачи в изображениях, описываемой уравнениями (10), (11), (13) и (35), можно получить в виде

$$T(r, s) - \frac{t_0}{s} = \frac{t_m s^2 (s + k) + (t_{c0} - t_0)(s^2 + \omega^2)(s + k) - t_e s (s^2 + \omega^2)}{s(s^2 + \omega^2)(s + k) \left[ I_0\left(\sqrt{\frac{s}{a}} R\right) + \frac{1}{h} \sqrt{\frac{s}{a}} I_1\left(\sqrt{\frac{s}{a}} R\right) \right]} I_0\left(\sqrt{\frac{s}{a}} r\right). \quad (36)$$

Так как знаменатель решения (36) представляет обобщенный полином безсвободного члена, то для перехода к оригиналу можно воспользоваться теоре-



мой разложения. Заметив, что знаменатель имеет корни  $s_1 = 0$ ,  $s_2 = +i\omega$ ,  $s_3 = -i\omega$ ,  $s_4 = -k$  и бесчисленное множество корней  $s_n = -\mu_n^2 \frac{a}{R^2}$ , получаемых из решения трансцендентного уравнения

$$J_0(\mu) - \frac{\mu}{Bi} J_1(\mu) = 0,$$

будем иметь окончательное решение в виде

$$\Theta(r, \tau) = \frac{t(r, \tau) - t_{co}}{t_m} = A_r \cos(\omega\tau - \varphi_r) - \Theta_e \frac{J_0\left(p \frac{r}{R}\right) e^{-p^2 Fo}}{J_0(p) + \frac{p}{Bi} J_1(p)} - \sum_{n=1}^{\infty} \left( C_n + \Theta_0 + \Theta_e \frac{\mu_n^2}{p^2 - \mu_n^2} \right) A_n J_0\left(\mu_n \frac{r}{R}\right) e^{-\mu_n^2 Fo}, \quad (37)$$

где

$$p = R \sqrt{\frac{k}{a}}, \quad \Theta_e = \frac{t_e}{t_m}.$$

Температура, соответствующая достаточно большому промежутку времени, может быть описана выражением

$$\Theta(r, \tau) = A_r \cos(\omega\tau - \varphi_r) - \Theta_e \frac{J_0\left(p \frac{r}{R}\right) e^{-p^2 Fo}}{J_0(p) + \frac{p}{Bi} J_1(p)} - \left( C_1 + \Theta_0 + \Theta_e \frac{\mu_1^2}{p^2 - \mu_1^2} \right) A_1 J_0\left(\mu_1 \frac{r}{R}\right) e^{-\mu_1^2 Fo}. \quad (38)$$

Таким образом, процесс регуляризации описывается двумя экспоненциальными членами с различными показателями экспонент. (При простом изменении среды по экспоненциальному закону в решении также будет два экспоненциальных члена [7], но в нашем случае во втором члене имеется слагаемое, связанное с регулярным режимом 3-го рода). При  $p \gg \mu_1$  или  $\mu_1 \gg p$  и достаточно большом промежутке времени, прошедшем с момента начала теплового процесса, можно рассматривать лишь один из двух экспоненциальных членов. При этом будут выполняться соотношения, верные для регуляризации при чисто гармонических колебаниях среды, т. е. соотношения (23)–(32).

К методу определения температуропроводности рассмотренная задача применима в том случае, когда при осуществлении опыта используются два независимых нагревателя (например для низких температур в работе [9]), один из которых обеспечивает гармонические колебания, а другой — среднюю температуру опыта.

При переходе от одной средней температуры опыта к другой температура среды будет меняться по экспоненциальному закону. Чтобы воспользоваться расчетными формулами регуляризации (23)–(32), в этом случае необходимо быть уверенным в том, что один из двух экспоненциальных членов (с показателем  $-p^2 Fo$  или  $-\mu_1^2 Fo$ ) гораздо больше другого.

Более благоприятные условия для оценки регуляризации и проведения измерений амплитуд колебаний тела, а следовательно, и измерения температуропроводности представляет случай изменения температуры среды одновременно по линейному и гармоническому законам.

3. Для нахождения температурного поля тела, помещенного в среду, температура которой изменяется одновременно по гармоническому и линейному законам, необходимо решить дифференциальное уравнение теплопроводности (7) с начальным условием (4) и граничными условиями (9) и

$$-\frac{\partial t(R, \tau)}{\partial r} + h[t_{co} + b\tau + t_m \cos \omega\tau - t(R, \tau)] = 0. \quad (39)$$

При решении поставленной задачи с помощью операционного исчисления граничное условие (39) в изображениях примет вид

$$-T'(R, s) + h \left[ \frac{t_{co}}{s} + \frac{b}{s^2} + t_m \frac{s}{s^2 + \omega^2} - T(R, s) \right] = 0, \quad (40)$$

и решение в изображениях может быть записано в виде

$$T(r, s) - \frac{t_0}{s} = \frac{(t_{co} - t_0) s (s^2 + \omega^2) + t_m s^3 + b (s^2 + \omega^2)}{\left[ I_0 \left( \sqrt{\frac{s}{a}} R \right) + \frac{1}{h} \sqrt{\frac{s}{a}} I_1 \left( \sqrt{\frac{s}{a}} R \right) \right] s^2 (s^2 + \omega^2)} I_0 \left( \sqrt{\frac{s}{a}} r \right). \quad (41)$$

Заметив, что знаменатель выражения (41) имеет корни  $s_1 = s_2 = 0$ ,  $s_3 = i\omega$ ,  $s_4 = -i\omega$  и бесчисленное множество корней вида  $s_n = -\mu_n^2 \frac{a}{R^2}$ , где  $\mu_n$  — корни трансцендентного уравнения

$$J_0(\mu) - \frac{\mu}{Bi} J_1(\mu) = 0,$$

получим, переходя к оригиналу,

$$\Theta(r, \tau) = \frac{t(r, \tau) - t_{co}}{t_m} = A_r \cos(\omega\tau - \varphi_r) + \frac{b\tau}{t_m} - \frac{bR^2}{4at_m} \left( 1 - \frac{r^2}{R^2} + \frac{2}{Bi} \right) - \sum_{n=1}^{\infty} \left( \Theta_0 + C_1 - \frac{bR^2}{\mu_n^2 at_m} \right) J_0 \left( \mu_n \frac{r}{R} \right) e^{-\mu_n^2 Fo}. \quad (42)$$

Таким образом, решение распадается на две части. Одна из них представляет собой решение для регулярного режима 2-го рода, а другая — 3-го рода. Окончательный режим, устанавливающийся в теле, будет очевидно представлять комбинацию регулярных режимов 2-го и 3-го рода.

Как легко видеть из решения (42), на величину амплитуды, вычисленной по трем экстремумам, не будут влиять члены, линейно зависящие от времени. Характер получаемой при этом погрешности будет тот же, что и в п. 1 (стр. 126), т. е. для погрешности верна формула (32). Однако для вычисления «недохода» из опыта, необходимо знать скорость нагрева  $b$ , т. е. в формуле (30) принимать  $\Theta(r, \tau) = \frac{t(r, \tau) - t_{co} - b\tau}{t_m}$ , а не  $\Theta(r, \tau) = \frac{t(r, \tau) - t_{co}}{t_m}$ . При этом будут верны формулы (23)–(32). Если сложное изменение температуры среды проводить таким образом, чтобы  $\Theta_0 = 0$ , то сложный регулярный режим, представляющий собой комбинацию регулярных режимов 2-го и 3-го рода, наступит довольно быстро (примерно за то же время, что и регулярный режим 2-го рода).

Из рассмотрения сложного регулярного режима, таким образом, можно сделать вывод о том, что при осуществлении такого режима в теле простой формы можно измерять температуропроводность с помощью температурных волн непрерывно в широком интервале температур. Конечно, при этом можно снять меньшее число точек кривой в том же температурном интервале, чем в методе регулярного режима 2-го рода (или в близких по идее методах). Однако метод сложного режима имеет то преимущество для точных измерений, что при его осуществлении можно определять температуропроводность не только непрерывно, но и дискретно в отдельных точках. При этом в каждой из таких точек можно производить многократные измерения температуропроводности в любом сколь угодно малом температурном интервале.

В заключение необходимо отметить, что все выводы и формулы, полученные в статье, верны для тела любой простой формы (т. е. не только для неограниченного цилиндра, но и для неограниченной пластины и шара). В этом случае в расчетные формулы надо лишь подставить вместо  $J_0(x)$  функцию  $\cos x$  для пластины или  $\frac{\sin x}{x}$  для шара и использовать соответствующие значения  $\mu_n$  и  $A_n$ .

### Выводы

1. Различные случаи регуляризации в условиях регулярного теплового режима 3-го рода, а именно, для тела простой формы, помещенного в среду с температурой, изменяющейся по гармоническому закону, при начальной температуре тела, равной или неравной среднему уровню температурных колебаний среды, и при одновременном гармоническом и экспоненциальном изменении температуры среды (при некоторых дополнительных условиях) будут иметь одинаковые закономерности, выражающиеся формулами (23) — (29).

2. Такие же закономерности будут и при сложном изменении температуры среды одновременно по линейному и гармоническому законам, если отсчитывать температуры от «средней» температуры среды.

3. При сложном изменении температуры среды (гармоническое и линейное) можно осуществить метод непрерывного измерения температуропроводности в широком интервале температур, соединяющий в себе некоторые достоинства методов регулярного режима 2-го и 3-го рода.

4. По величинам, измеренным в процессе опыта, можно определить степень установления регулярного режима и погрешность измерения амплитуды колебания за счет неустановившегося режима, используя формулы (30) — (32).

5. Полученные результаты находят применение при осуществлении метода измерения температуропроводности с помощью температурных волн (определение погрешности за счет недохода, определение времени наступления регулярного режима).

6. Анализ регуляризации для случая, когда начальная температура тела не равна среднему уровню колебаний температуры среды  $t_0 \neq t_{ср}$ , дает возможность утверждать, что время установления режима в методах температурных волн не больше, чем время, необходимое для получения однородной температуры в методах, основанных на решении уравнения теплопроводности в начальной стадии развития теплового процесса для неограниченной среды.

### ЛИТЕРАТУРА

1. Кондратьев Г. М., Регулярный тепловой режим, Гостехиздат, 1954.
2. Дульнев Г. Н., Оценка длительности иррегулярного теплового режима тел произвольной формы, Труды ЛИТМО, вып. 20, 1954, стр. 136—149.

3. Олейник Б. Н., Регуляризация тепловых процессов, Труды ВНИИМ, вып. 35 (95), 1958.

4. Олейник Б. Н., Регуляризация температурных полей, Труды ЛИТМО, вып. 37, 1959.

5. Будрин Д. В., Суханов Е. Л., Регуляризация температурных полей тел простой формы, Инженерно-физический журнал, т. 2, № 1, 1959.

6. Кириченко Ю. А., Регуляризация теплового режима неограниченного цилиндра, помещенного в среду с периодически изменяющейся температурой, Труды институтов Комитета стандартов, вып. 51 (111), 1961.

7. Лыков А. В., Теория теплопроводности, Гостехиздат, 1952.

8. Кириченко Ю. А., Измерение температуропроводности методом радиальных температурных волн в цилиндре, «Измерительная техника», № 5, 1960.

9. Кириченко Ю. А., Метод и аппаратура для измерения коэффициента температуропроводности с помощью температурных волн, Труды институтов Комитета стандартов, вып. 51 (111), 1961.

Поступила в редакцию

28/1 1961 г.

Б. Н. ОЛЕЙНИК, Е. С. ПЛАТУНОВ

ВНИИМ

## О РАЗДЕЛЬНЫХ КОЭФФИЦИЕНТАХ ТЕПЛООБМЕНА ТЕЛ ПРОСТЕЙШЕЙ ГЕОМЕТРИЧЕСКОЙ ФОРМЫ

*В статье рассмотрены вопросы определения отдельных коэффициентов теплообмена (коэффициентов теплообмена отдельных участков тела) параллелепипеда и ограниченного цилиндра методом регулярного теплового режима. Приведены экспериментальные данные о отдельных коэффициентах теплообмена. Показана возможность построения метода регулярного теплового режима «многих точек» для комплексного измерения теплофизических коэффициентов изотропных и анизотропных материалов.*

### Раздельные коэффициенты теплообмена

Опыт показывает, что теплообмен различных участков сложного тела неодинаков. Он зависит от геометрии тела и определяется характером и скоростью движения потока газа или жидкости. Эти особенности усложняют экспериментальные работы по теплообмену. Поэтому даже в простых случаях, как, например, для горизонтального цилиндра в стационарном тепловом режиме, требуется вводить значительное количество измерителей температуры [1, 2].

В связи с трудностями математического порядка большинство задач по теплообмену в настоящее время решено в том предположении, что коэффициент теплообмена не зависит от координат точек поверхности испытываемого тела [1, 3]. В отдельных простейших случаях, однако, удастся повысить точность математического анализа тех или иных явлений путем введения в рассмотрение раздельных коэффициентов теплообмена, численно характеризующих теплообмен отдельных наиболее характерных участков общей поверхности тела. Так, Г. М. Кондратьев, решая задачу цилиндрического акалориметра с открытым концом, учитывал различия в коэффициентах теплообмена на разных гранях его и получил точное выражение для вычисления коэффициента температуропроводности [3].

На основе теории регулярного теплового режима были разработаны методы определения раздельных коэффициентов теплообмена. А. И. Лазарев провел исследования по определению раздельных коэффициентов теплообмена неограниченной пластины в зависимости от положения ее в пространстве [4]. Е. С. Платунов предложил метод определения раздельных коэффициентов теплообмена на различных гранях ограниченного цилиндра и прямоугольного параллелепипеда [5, 6]. В последних работах метод определения

раздельных коэффициентов основан на измерении температур в центре образца и в центре его боковых граней в условиях регулярного теплового режима.

В настоящей работе систематизированы и обобщены результаты исследований раздельных коэффициентов теплообмена тел простейшей геометрической формы и рассмотрен вопрос практического использования понятия о раздельных коэффициентах теплообмена при разработке методов экспериментального определения теплофизических свойств изотропных и анизотропных материалов.

### Теоретическое обоснование регулярного метода определения раздельных коэффициентов теплообмена

Рассмотрим теорию метода определения раздельных коэффициентов теплообмена параллелепипеда со сторонами  $2L_x$ ,  $2L_y$  и  $2L_z$  (рис. 1). Примем для простоты, что параллелепипед является изотропным телом и охлаждается в неограниченной среде постоянной температуры. Тепловые коэффициенты тела предполагаем не зависящими от температуры.

Раздельными коэффициентами параллелепипеда будем называть коэффициенты теплообмена, которые характеризуют теплообмен каждой отдельной его грани. При этом будем считать, что указанные коэффициенты теплообмена не зависят от перегрева тела относительно среды и от координат точек поверхности грани. Раздельный коэффициент теплообмена на плоскости  $x = L_x$  обозначим  $\alpha_x$ , на плоскости  $x = -L_x$  обозначим  $\alpha_{-x}$  и т. д., причем в общем случае  $\alpha_x \neq \alpha_{-x} \neq \alpha_y \neq \alpha_{-y} \neq \alpha_z \neq \alpha_{-z}$ .

Перегрев точки  $M(x, y, z)$  тела относительно среды  $t_c$  в момент времени  $\tau$  обозначим

$$\theta(x, y, z, \tau) = u(x, y, z, \tau) - t_c$$

Изменение  $\theta$ , как и  $u$ , во времени может быть описано дифференциальным уравнением теплопроводности (уравнением Фурье)

$$\frac{\partial \theta(x, y, z, \tau)}{\partial \tau} = a \nabla^2 \theta(x, y, z, \tau), \quad (1)$$

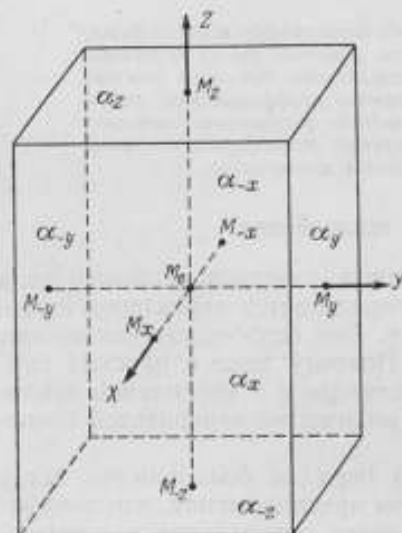


Рис. 1.

где  $\nabla^2$  — оператор Лапласа;

$a$  — коэффициент температуропроводности тела.

Решение уравнения (1) в рассматриваемом случае можно представить в виде бесконечного ряда

$$\theta(x, y, z, \tau) = \sum_{i=1}^{\infty} A_i U_i(x, y, z) e^{-m_i \tau}, \quad (2)$$

где  $A_i$  — конечные числа, не зависящие от координат и времени и определяемые из начальных условий;

$U_i(x, y, z)$  — функции координат тела;

$m_i$  — положительные числа, для которых справедливо неравенство

$$0 < m_1 < m_2 < \dots < m_i < \dots < \infty. \quad (3)$$

Из неравенства (3) следует, что через некоторый промежуток времени наступает регулярный тепловой режим; тогда уравнение (2) будет иметь вид [3]

$$\theta(x, y, z, \tau) = AU(x, y, z)e^{-m\tau}, \quad (4)$$

где  $A = A_1$ ,  $U(x, y, z) = U_1(x, y, z)$  и  $m = m_1$ .

Подставляя выражение (4) в (1), получаем уравнение в частных производных для основной (фундаментальной) функции  $U(x, y, z)$ :

$$\nabla^2 U(x, y, z) + \frac{m}{a} U(x, y, z) = 0. \quad (5)$$

Для определения функции  $U(x, y, z)$  следует выбрать краевые условия рассматриваемой задачи, т. е. задать функцию  $U(x, y, z)$  для каждой грани параллелепипеда.

Можно показать, что в любой момент времени будет справедливо следующее равенство:

$$\left[ \frac{\partial U(x, y, z)}{\partial n} + \frac{q_i}{\lambda} U(x, y, z) \right]_i = 0, \quad (6)$$

где  $\frac{\partial U(x, y, z)}{\partial n}$  — частная производная от функции  $U(x, y, z)$  по внешней нормали к соответствующей плоскости параллелепипеда:  $i = x, -x, y, -y, z$  и  $-z$ ;

$\lambda$  — коэффициент теплопроводности тела.

Представляя функцию  $U(x, y, z)$  в виде произведения  $U(x, y, z) = X(x) \cdot Y(y) \cdot Z(z)$  и подставляя ее выражение в уравнение (5), получаем

$$\frac{1}{X(x)} \cdot \frac{\partial^2 X(x)}{\partial x^2} + \frac{1}{Y(y)} \cdot \frac{\partial^2 Y(y)}{\partial y^2} + \frac{1}{Z(z)} \cdot \frac{\partial^2 Z(z)}{\partial z^2} = -\frac{m}{a}. \quad (7)$$

Из соотношения (7), которое должно выполняться при любых значениях  $x, y, z$ , следует, что каждое из слагаемых в левой части равенства есть величина постоянная:

$$\begin{aligned} \frac{1}{X(x)} \cdot \frac{\partial^2 X(x)}{\partial x^2} &= -\left(\frac{q_x}{L_x}\right)^2; & \frac{1}{Y(y)} \cdot \frac{\partial^2 Y(y)}{\partial y^2} &= -\left(\frac{q_y}{L_y}\right)^2; \\ \frac{1}{Z(z)} \cdot \frac{\partial^2 Z(z)}{\partial z^2} &= -\left(\frac{q_z}{L_z}\right)^2, \end{aligned} \quad (8)$$

причем

$$\left(\frac{q_x}{L_x}\right)^2 + \left(\frac{q_y}{L_y}\right)^2 + \left(\frac{q_z}{L_z}\right)^2 = \frac{m}{a}. \quad (9)$$

В выражениях (8) и (9) величины  $q_x, q_y$  и  $q_z$  являются безразмерными постоянными коэффициентами.

Уравнениям (8) удовлетворяют следующие функции:

$$\begin{aligned} X(x) &= \cos\left(\frac{q_x}{L_x}x - v_x\right); & Y(y) &= \cos\left(\frac{q_y}{L_y}y - v_y\right); \\ Z(z) &= \cos\left(\frac{q_z}{L_z}z - v_z\right). \end{aligned} \quad (10)$$

где  $v_x, v_y$  и  $v_z$  — постоянные величины.

Таким образом, фундаментальная функция  $U(x, y, z)$  имеет вид:

$$U(x, y, z) = \cos\left(\frac{q_x}{L_x}x - v_x\right) \cos\left(\frac{q_y}{L_y}y - v_y\right) \cos\left(\frac{q_z}{L_z}z - v_z\right). \quad (11)$$

Подчиняя функцию  $U(x, y, z)$  граничным условиям (6), приходим к соответствующим выражениям для отдельных коэффициентов теплообмена:

$$\left. \begin{aligned} \alpha_x &= \frac{\lambda}{L_x} q_x \operatorname{tg}(q_x - v_x); \quad \alpha_{-x} = \frac{\lambda}{L_x} q_x \operatorname{tg}(q_x + v_x); \\ \alpha_y &= \frac{\lambda}{L_y} q_y \operatorname{tg}(q_y - v_y); \quad \alpha_{-y} = \frac{\lambda}{L_y} q_y \operatorname{tg}(q_y + v_y); \\ \alpha_z &= \frac{\lambda}{L_z} q_z \operatorname{tg}(q_z - v_z); \quad \alpha_{-z} = \frac{\lambda}{L_z} q_z \operatorname{tg}(q_z + v_z). \end{aligned} \right\} \quad (12)$$

Из системы выражений (12) видно, что для нахождения отдельных коэффициентов теплообмена необходимо изготовить образец из материала с известным коэффициентом теплопроводности и определить безразмерные параметры  $q_i$  и  $v_i$ , где  $i = x, y, z$ . Остановимся на вопросе об определении величин  $q_i$  и  $v_i$ . Изменение температуры образца в любой его точке в соответствии с уравнением (4) можно выразить следующим образом:

$$\vartheta(x, y, z, \tau) = A \cos\left(\frac{q_x}{L_x} x - v_x\right) \cos\left(\frac{q_y}{L_y} y - v_y\right) \cos\left(\frac{q_z}{L_z} z - v_z\right) e^{-m\tau}. \quad (13)$$

Из выражения (13) видно, что отношение температур в двух произвольных точках тела не зависит от времени. Пусть температуры измеряются в следующих точках образца:  $M_0 = M_0(0, 0, 0)$  — центр параллелепипеда;  $M_x = M_x(L_x, 0, 0)$ ,  $M_{-x} = M_{-x}(-L_x, 0, 0)$ ,  $M_y = M_y(0, L_y, 0)$ ,  $M_{-y} = M_{-y}(0, -L_y, 0)$ ,  $M_z = M_z(0, 0, L_z)$  и  $M_{-z} = M_{-z}(0, 0, -L_z)$  — центры граней параллелепипеда.

Составим отношение температур в точках  $M_x$ ,  $M_{-x}$  и  $M_0$ :

$$\frac{\vartheta(M_x)}{\vartheta(M_0)} = \frac{\cos(q_x - v_x)}{\cos v_x}; \quad \frac{\vartheta(M_{-x})}{\vartheta(M_0)} = \frac{\cos(q_x + v_x)}{\cos v_x}. \quad (14)$$

Введем следующие обозначения:

$$\ln \vartheta(M_0) - \ln \vartheta(M_x) = \varrho_x; \quad \ln \vartheta(M_0) - \ln \vartheta(M_{-x}) = \varrho_{-x}. \quad (15)$$

Тогда выражения (14) можно представить в виде

$$\cos(q_x - v_x) = \cos v_x e^{-\varrho_x}; \quad \cos(q_x + v_x) = \cos v_x e^{-\varrho_{-x}},$$

откуда следует, что

$$\cos q_x = \frac{1}{2} (e^{-\varrho_x} + e^{-\varrho_{-x}}); \quad \operatorname{tg} v_x = \frac{1}{\sin q_x} (e^{-\varrho_x} - \cos q_x). \quad (16)$$

Как видно из выражения (16), чтобы найти  $q_x$  и  $v_x$ , необходимо из опыта определить значения  $\varrho_x$  и  $\varrho_{-x}$ .

Аналогичным образом можно определить величины  $q_y$ ,  $q_z$  и  $v_y$ ,  $v_z$ , для которых будут справедливы соотношения, подобные выражению (16):

$$\left. \begin{aligned} \cos q_y &= \frac{1}{2} (e^{-\varrho_y} + e^{-\varrho_{-y}}); \quad \operatorname{tg} v_y = \frac{1}{\sin q_y} (e^{-\varrho_y} - \cos q_y); \\ \cos q_z &= \frac{1}{2} (e^{-\varrho_z} + e^{-\varrho_{-z}}); \quad \operatorname{tg} v_z = \frac{1}{\sin q_z} (e^{-\varrho_z} - \cos q_z). \end{aligned} \right\} \quad (17)$$

Практический интерес представляет взаимосвязь отдельных коэффициентов теплообмена со средним коэффициентом теплообмена тела. Исследуем указанную связь на примере охлаждения параллелепипеда в симметричном потоке среды. Примем, что воздушный (или жидкостной) поток омыкает параллелепипед вдоль положительного направления оси  $z$ . В результате условия охлаждения образца на симметричных плоскостях  $L_x$  и  $L_{-x}$ ,  $L_y$



и  $L_y$  одинаковы:  $\alpha_x = \alpha_{-x}$  и  $\alpha_y = \alpha_{-y}$ , откуда вытекает, что  $v_x = v_y = 0$ , и уравнения (12) принимают вид:

$$\left. \begin{aligned} \alpha_x = \alpha_{-x} &= \frac{\lambda}{L_x} q_x \operatorname{tg} q_x; \quad \alpha_y = \alpha_{-y} = \frac{\lambda}{L_y} q_y \operatorname{tg} q_y; \\ \alpha_z = \frac{\lambda}{L_z} q_z \operatorname{tg}(q_z - v_z); \quad \alpha_{-z} &= \frac{\lambda}{L_z} q_z \operatorname{tg}(q_z + v_z). \end{aligned} \right\} \quad (18)$$

Выражения (16) и (17) для этого случая следует написать в виде

$$\cos q_x = e^{-v_x}; \quad \cos q_y = e^{-v_y}; \quad \cos q_z = \frac{1}{2} (e^{-v_z} + e^{v_z});$$

$$\operatorname{tg} v_z = \frac{1}{\sin q_z} (e^{-v_z} - \cos q_z). \quad (19)$$

Количество тепла, которое рассеивается в единицу времени в среду с поверхности  $S$  параллелепипеда при его охлаждении в регулярном режиме, можно представить как сумму количеств тепла, рассеивающихся с каждой грани:

$$\begin{aligned} Q = \int_S \alpha_S \theta(x, y, z, \tau) dS &= 2 \int_{L_y, L_z}^{L_x, L_x} \alpha_x \theta(L_x, y, z, \tau) dy dz + \\ + 2 \int_{L_x, L_z}^{L_y, L_y} \alpha_y \theta(x, L_y, z, \tau) dx dz &+ \int_{L_x, L_y}^{L_x, L_y} \alpha_z \theta(x, y, L_z, \tau) dx dy + \\ + \int_{L_x, L_y}^{L_x, L_y} \alpha_{-z} \theta(x, y, L_{-z}, \tau) dx dy, \end{aligned} \quad (20)$$

где  $\alpha_S$  — средний коэффициент теплообмена.

Учитывая принятую выше предпосылку о независимости отдельных коэффициентов теплообмена от координат поверхности на своей грани, выражение (20) можно переписать в следующем виде:

$$\begin{aligned} \alpha_S \int_S \theta(x, y, z, \tau) dS &= 2 \alpha_x \int_{y, z} \theta(L_x, y, z, \tau) dy dz + \\ + 2 \alpha_y \int_{x, z} \theta(x, L_y, z, \tau) dx dz &+ \alpha_z \int_{x, y} \theta(x, y, L_z, \tau) dx dy + \\ + \alpha_{-z} \int_{x, y} \theta(x, y, L_{-z}, \tau) dx dy. \end{aligned} \quad (21)$$

Если вычислить интегралы равенства (21) и сделать соответствующие преобразования, то для среднего коэффициента теплообмена  $\alpha_S$  получим

$$\alpha_S = \sigma_x \alpha_x + \sigma_y \alpha_y + \sigma_z \alpha_z + \sigma_{-z} \alpha_{-z}, \quad (22)$$

где

$$\left. \begin{aligned} \sigma_x &= \frac{S_x}{S} \cdot \frac{\theta_x}{\theta_S} = \frac{\frac{\Psi_x}{L_x}}{\frac{\Psi_x}{L_x} + \frac{\Psi_y}{L_y} + \frac{\Psi_z}{L_z}}; \quad \sigma_y = \frac{S_y}{S} \cdot \frac{\theta_y}{\theta_S} = \frac{\frac{\Psi_y}{L_y}}{\frac{\Psi_x}{L_x} + \frac{\Psi_y}{L_y} + \frac{\Psi_z}{L_z}}; \\ \sigma_z &= \frac{S_z}{S} \cdot \frac{\theta_z}{\theta_S} = \frac{1}{2} \frac{\frac{\Psi_z}{L_z} + \frac{q_z}{L_z} \operatorname{tg} v_z}{\frac{\Psi_x}{L_x} + \frac{\Psi_y}{L_y} + \frac{\Psi_z}{L_z}}; \\ \sigma_{-z} &= \frac{S_{-z}}{S} \cdot \frac{\theta_{-z}}{\theta_S} = \frac{1}{2} \frac{\frac{\Psi_z}{L_z} - \frac{q_z}{L_z} \operatorname{tg} v_z}{\frac{\Psi_x}{L_x} + \frac{\Psi_y}{L_y} + \frac{\Psi_z}{L_z}}. \end{aligned} \right\} \quad (23)$$

В выражениях (23):

$S_x, S_y$  — сумма поверхностей симметричных граней параллелепипеда;

$S_z, S_{-z}$  — поверхности граней, перпендикулярных оси  $z$ ;

$S$  — суммарная поверхность граней параллелепипеда:

$$S = S_x + S_y + S_z + S_{-z};$$

$\theta_x, \theta_y, \theta_z$  и  $\theta_{-z}$  — средние поверхностные температуры соответствующих граней;

$\theta_S$  — средняя поверхностная температура параллелепипеда;

$\Psi_x = \frac{q_x}{\text{tg } q_x}$ ;  $\Psi_y = \frac{q_y}{\text{tg } q_y}$ ;  $\Psi_z = \frac{q_z}{\text{tg } q_z}$  — критерии неравномерности температурного поля соответствующих граней параллелепипеда.

Физический смысл коэффициентов  $\sigma_x, \sigma_y, \sigma_z$  и  $\sigma_{-z}$  заключается в том, что они определяют эффективную относительную поверхность грани, на которой происходит теплообмен, характеризующийся соответствующим раздельным коэффициентом теплообмена. В простейшем случае, когда параллелепипед имеет равномерную поверхностную температуру, эти коэффициенты равны только отношению поверхностей соответствующих граней ко всей поверхности. Выражение (22) для этого случая будет иметь вид

$$\alpha_S = \frac{S_x}{S} \alpha_x + \frac{S_y}{S} \alpha_y + \frac{S_z}{S} \alpha_z + \frac{S_{-z}}{S} \alpha_{-z}. \quad (24)$$

В зависимости от характера и скорости омывающего тело потока воздуха (или жидкости) для плохих проводников тепла можно ожидать, что коэффициенты  $\sigma_x, \sigma_y, \sigma_z$  и  $\sigma_{-z}$  будут либо больше, либо меньше  $\frac{S_x}{S}, \frac{S_y}{S}, \frac{S_z}{S}$

и  $\frac{S_{-z}}{S}$ , так как средние температуры различных граней параллелепипеда могут достаточно сильно отличаться одна от другой. Поэтому можно заключить, что для данных условий охлаждения коэффициенты  $\sigma_i$  ( $i = x, y, z, -z$ ) должны зависеть от тепловых свойств материала. Этот же вывод можно сделать, анализируя выражения (9), (23) и (24).

Рассмотрим вопрос о нахождении раздельных коэффициентов вертикального ограниченного цилиндра высотой  $2L$  и диаметром  $2R$  (рис. 2) и соотношения между средним и раздельными коэффициентами теплообмена.

Пусть на боковой поверхности цилиндра коэффициент теплообмена равен  $\alpha_R$ , на верхнем торце  $\alpha_z$  и на нижнем  $\alpha_{-z}$ . Можно показать, что для ограниченного цилиндра избыточная температура произвольной точки  $M(r, z)$  в регулярном режиме изменяется по следующему закону:

$$\theta(r, z, \tau) = AU(r, z)e^{-m\tau}.$$

Собственная функция задачи  $U(r, z)$  имеет следующий вид:

$$U(r, z) = J_0\left(s \frac{r}{R}\right) \cos\left(q \frac{z}{L} - v\right). \quad (25)$$

где  $J_0$  — функция Бесселя 1-го рода нулевого порядка от вещественного аргумента;

числа  $s, q$  и  $v$  определяются из граничных условий.

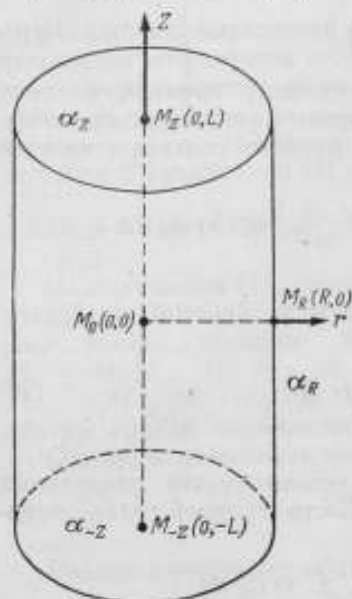


Рис. 2.

Подчинив функцию  $U(r, z)$  граничным условиям, получим

$$\left. \begin{aligned} \alpha_R &= \frac{\lambda}{R} \frac{sJ_1(s)}{J_0(s)}; & \alpha_z &= \frac{\lambda}{L} q \operatorname{tg}(q - \nu); \\ \alpha_{-z} &= \frac{\lambda}{L} q \operatorname{tg}(q + \nu). \end{aligned} \right\} \quad (26)$$

где  $J_1$  — функция Бесселя 1-го рода первого порядка от вещественного аргумента.

С помощью выражений (26) можно вычислить отдельные коэффициенты теплообмена, если известен коэффициент теплопроводности материала.

Таким же способом, как и в случае параллелепипеда, можно показать, что

$$\left. \begin{aligned} J_0(s) &= e^{-qR}; & \cos q &= \frac{1}{2} (e^{-qz} + e^{-q_{-z}}); \\ \operatorname{tg} \nu &= \frac{1}{\sin q} (e^{-qz} - \cos q). \end{aligned} \right\} \quad (27)$$

Выражения (27) дают возможность найти безразмерные величины  $s$ ,  $q$  и  $\nu$  по опытным значениям  $q_R$ ,  $q_z$  и  $q_{-z}$ , которые определяются следующим образом:

$$\left. \begin{aligned} q_R &= \ln \theta(M_0) - \ln \theta(M_R); \\ q_z &= \ln \theta(M_0) - \ln \theta(M_z); \\ q_{-z} &= \ln \theta(M_0) - \ln \theta(M_{-z}). \end{aligned} \right\} \quad (28)$$

Средний коэффициент теплообмена можно выразить через отдельные коэффициенты теплообмена с помощью следующего равенства:

$$\alpha_s = \sigma_R \alpha_R + \sigma_z \alpha_z + \sigma_{-z} \alpha_{-z}, \quad (29)$$

где

$$\left. \begin{aligned} \sigma_R &= \frac{S_R}{S} \cdot \frac{\theta_R}{\theta_s} = \frac{\frac{\Psi_R}{R}}{\frac{\Psi_R}{R} + \frac{\Psi_z}{L}}; \\ \sigma_z &= \frac{S_z}{S} \cdot \frac{\theta_z}{\theta_s} = \frac{1}{2} \frac{\frac{\Psi_z}{L} (1 + \operatorname{tg} q \operatorname{tg} \nu)}{\frac{\Psi_R}{R} + \frac{\Psi_z}{L}}; \\ \sigma_{-z} &= \frac{S_{-z}}{S} \cdot \frac{\theta_{-z}}{\theta_s} = \frac{1}{2} \frac{\frac{\Psi_z}{L} (1 - \operatorname{tg} q \operatorname{tg} \nu)}{\frac{\Psi_R}{R} + \frac{\Psi_z}{L}}. \end{aligned} \right\} \quad (30)$$

В выражениях (30):

- $S_R$  — боковая поверхность цилиндра;
- $S_z, S_{-z}$  — верхняя и нижняя поверхности торцов;  $S = S_R + S_z + S_{-z}$ ;
- $\theta_R$  — средняя температура боковой поверхности;
- $\theta_z$  и  $\theta_{-z}$  — средняя температура верхнего и нижнего торцов;
- $\theta_s$  — средняя поверхностная температура цилиндра;
- $\Psi_R = \frac{2sJ_0(s)}{J_1(s)}$  — критерий неравномерности температурного поля боковой поверхности цилиндра;
- $\Psi_z = \frac{q}{\operatorname{tg} q}$  — средний критерий неравномерности температурного поля торцов цилиндра.

В том случае, когда коэффициент теплопроводности материала неизвестен, для определения среднего и отдельных коэффициентов теплообмена образцов можно поступить следующим образом.

Пусть имеются два образца, один из которых выполнен из металла, а другой из плохого проводника тепла. Оба образца имеют одинаковые размеры. Для этих образцов будут справедливы равенства:  
для металлического образца

$$\alpha'_S = \frac{S_1}{S} \alpha_1 + \frac{S_2}{S} \alpha_2 + \dots + \frac{S_n}{S} \alpha_n; \quad (31)$$

для плохого проводника тепла

$$\alpha''_S = \frac{S_1}{S} \cdot \frac{\theta_1}{\theta_S} \alpha_1 + \frac{S_2}{S} \cdot \frac{\theta_2}{\theta_S} \alpha_2 + \dots + \frac{S_n}{S} \cdot \frac{\theta_n}{\theta_S} \alpha_n. \quad (32)$$

В выражениях (31) и (32):

$\alpha_n$  — отдельные коэффициенты теплообмена, соответствующие участкам  $S_n$  поверхности  $S$ ;

$\theta_n$  — средняя температура участка  $S_n$ ;

$\theta_S$  — средняя поверхностная температура образца.

Будем считать, что для обоих образцов справедливо условие

$$\alpha'_S = \alpha''_S = \alpha_S. \quad (33)$$

Охлаждение образцов в одинаковых условиях движения воздушных (или жидкостных) потоков, если их поверхности имеют один и тот же коэффициент черноты, будет характеризоваться одинаковыми отдельными коэффициентами теплообмена соответствующих участков поверхности.

Разделив обе части равенства на  $\alpha_1$ , приведем выражение (31) к следующему виду:

$$\frac{\alpha_S}{\alpha_1} = \frac{S_1}{S} + \frac{S_2}{S} \cdot \frac{\alpha_2}{\alpha_1} + \dots + \frac{S_n}{S} \cdot \frac{\alpha_n}{\alpha_1}. \quad (34)$$

В равенстве (34) неизвестными являются  $\alpha_S$ ,  $\alpha_1$  и отношения  $\frac{\alpha_n}{\alpha_1}$ .

Если известна теплоемкость металлического образца, то средний коэффициент  $\alpha_S$  может быть определен достаточно просто [3]:

$$\alpha_S = \frac{C}{S} m, \quad (35)$$

где  $C$  — полная теплоемкость образца;

$S$  — его поверхность;

$m$  — темп охлаждения.

Отношение  $\frac{\alpha_n}{\alpha_1}$  также можно определить. Например для параллелепипеда из выражений (18) следует, что

$$\left. \begin{aligned} \frac{\alpha_y}{\alpha_x} &= \frac{L_x}{L_y} \cdot \frac{q_y \operatorname{tg} q_y}{q_x \operatorname{tg} q_x}; & \frac{\alpha_z}{\alpha_x} &= \frac{L_x}{L_z} \cdot \frac{q_z \operatorname{tg}(q_z - \nu_z)}{q_x \operatorname{tg} q_x}; \\ \frac{\alpha_{-z}}{\alpha_x} &= \frac{L_x}{L_z} \cdot \frac{q_z \operatorname{tg}(q_z + \nu_z)}{q_x \operatorname{tg} q_x}. \end{aligned} \right\} \quad (36)$$

Для ограниченного цилиндра из выражения (26) можно получить

$$\left. \begin{aligned} \frac{\alpha_z}{\alpha_R} &= \frac{R}{L} \cdot \frac{q \operatorname{tg}(q - \nu)}{s J_1(s)} J_0(s); \\ \frac{\alpha_{-z}}{\alpha_R} &= \frac{R}{L} \cdot \frac{q \operatorname{tg}(q + \nu)}{s J_1(s)} J_0(s). \end{aligned} \right\} \quad (37)$$

Таким образом, все неизвестные величины уравнения (34) могут быть определены. Затем, используя зависимости типа (36) и (37), можно определить все остальные раздельные коэффициенты теплообмена.

Введение в теорию теплообмена понятия о раздельных коэффициентах теплообмена позволяет более детально и точнее описать температурное поле тела при различных тепловых процессах.

### Экспериментальное определение раздельных коэффициентов теплообмена

Измерение раздельных коэффициентов теплообмена производилось на специально изготовленных для этой цели гипсовых образцах в виде прямоугольного параллелепипеда ( $2L_x = 0,062$  м,  $2L_y = 0,122$  м,  $2L_z = 0,243$  м,  $\gamma = 1190$  кг/м<sup>3</sup>) и двух ограниченных цилиндров ( $2R_1 = 0,059$  м,  $2L_1 = 0,120$  м,  $\gamma_1 = 554$  кг/м<sup>3</sup> и  $2R_2 = 0,060$  м,  $2L_2 = 0,120$  м,  $\gamma_2 = 803$  кг/м<sup>3</sup>).

Средний коэффициент теплообмена параллелепипеда и цилиндров определялся с помощью металлических (из латуни) альфакалориметров. Вес альфакалориметра в виде параллелепипеда составил 3,77 кг, а цилиндрического 1,80 кг.

Выражение (35) для параллелепипеда можно написать в следующем виде:

$$\alpha_s = \frac{C}{S} m = \frac{0,092 \cdot 4,1868 \cdot 3700}{0,105} m = 13,8 \cdot 10^3 m \text{ вт}/(\text{м}^2 \cdot \text{град}),$$

а для цилиндра:

$$\alpha_s = \frac{C}{S} m = \frac{0,092 \cdot 4,1868 \cdot 1800}{0,0283} m = 24,5 \cdot 10^3 m \text{ вт}/(\text{м}^2 \cdot \text{град})^*.$$

Термопары в гипсовых образцах монтировались в следующих точках: у параллелепипеда —  $M_x(L_x, 0, 0)$ ,  $M_y(0, L_y, 0)$ ,  $M_z(0, 0, L_z)$ ,  $M_{-z}(0, 0, -L_z)$  и  $M_0(0, 0, 0)$ ; у цилиндров —  $M_0(0, 0)$ ,  $M_R(R, 0)$ ,  $M_z(0, L)$  и  $M_{-z}(0, -L)$ .

Раздельные коэффициенты теплообмена определялись при комнатной температуре в условиях естественной конвекции (эксперимент проводился в камере спокойного воздуха) и в вынужденном потоке воздуха (в аэродинамической трубе). Образцы были подвешены так, что воздушный поток обтекал их вдоль положительного направления оси  $z$ . При таком положении параллелепипеда обеспечивалась симметричность условий теплообмена на его боковых гранях:  $\alpha_x = \alpha_{-x}$  и  $\alpha_y = \alpha_{-y}$ .

Результаты измерений средних и раздельных коэффициентов теплообмена параллелепипеда и двух цилиндров в условиях естественной конвекции и вынужденного потока воздуха приведены в табл. 1 и 2. Помимо этого, в них включены значения относительных коэффициентов теплообмена и эффективных относительных поверхностей отдельных участков образцов  $\sigma$ .

Как видно из табл. 1, раздельные коэффициенты теплообмена параллелепипеда в камере спокойного воздуха и в вынужденном потоке воздуха на различных гранях отличаются один от другого, причем в первом случае эти коэффициенты меньше отклоняются от среднего коэффициента теплообмена, во втором — больше.

Коэффициент теплообмена  $\alpha_x$  является наиболее близким к среднему коэффициенту теплообмена:  $\alpha_x$  превышает средний коэффициент теплообмена на 5% при естественной конвекции и на 4% при вынужденной циркуляции воздуха.

\* В последних двух выражениях темп охлаждения  $m$  выражается в сек<sup>-1</sup>, а множитель 4,1868 представляет собой коэффициент для перевода калорий в джоули (см. ГОСТ 8550—57 «Тепловые единицы»: 1 кал = 4,1868 Дж).

Все размерные величины в настоящей статье выражены в основных единицах системы МКС.

Таблица 1

Условия конвекции	№ опыта	Раздельные коэффициенты теплообмена параллелепипеда, $\text{вт}/(\text{м}^2 \cdot \text{град})$														
		$\alpha_S$	$\alpha_x$	$\alpha_y$	$\alpha_z$	$\alpha_{-z}$	$\frac{\alpha_x}{\alpha_S}$	$\frac{\alpha_y}{\alpha_S}$	$\frac{\alpha_z}{\alpha_S}$	$\frac{\alpha_{-z}}{\alpha_S}$	$\frac{S_x}{S}$	$\sigma_x$	$\frac{S_y}{S}$	$\sigma_y$	$\frac{S_z}{S}$	$\sigma_z^*$
В камере спокойного воздуха	1	4,28	4,55	3,50	3,21	5,03	1,06	0,89	0,75	1,17	0,567	0,602	0,288	0,282	0,145	0,116
	2	5,00	5,27	4,50	3,80	6,08	1,05	0,90	0,76	1,21	0,567	0,600	0,285	0,285	0,145	0,115
	3	5,40	5,67	4,88	4,26	6,21	1,06	0,89	0,77	1,13	0,567	0,605	0,288	0,280	0,145	0,115
	4	5,66	5,93	5,28	4,26	6,44	1,04	0,93	0,75	1,14	0,567	0,605	0,288	0,282	0,145	0,113
В вынужденном потоке воздуха	1	20,9	31,4	34,8	9,8	17,9	1,01	1,16	0,32	0,59	0,56	0,668	0,298	0,211	0,145	0,115
	2	20,5	30,6	34,1	10,0	21,7	1,03	1,15	0,34	0,73	0,56	0,649	0,285	0,230	0,145	0,121
	3	28,4	29,5	33,5	9,4	18,5	1,04	1,18	0,33	0,65	0,567	0,656	0,285	0,221	0,145	0,123

\*  $\sigma_z^* = \frac{1}{2} (\sigma_z + \sigma_{-z})$ .

Таблица 2

Условия конвекции	№ образца	Раздельные коэффициенты теплообмена ограниченных цилиндров, $\text{вт}/(\text{м}^2 \cdot \text{град})$											
		$\alpha_S$	$\alpha_R$	$\alpha_z$	$\alpha_{-z}$	$\frac{\alpha_R}{\alpha_S}$	$\frac{\alpha_z}{\alpha_S}$	$\frac{\alpha_{-z}}{\alpha_S}$	$\frac{S_R}{S}$	$\sigma_R$	$\frac{S_z}{S}$	$\sigma_z$	$\sigma_{-z}$
В камере спокойного воздуха	1	6,44	6,99	4,84	5,94	1,03	0,74	0,92	0,803	0,845	0,099	0,083	0,072
	2	9,09	9,21	6,88	9,39	1,02	0,76	1,04	0,803	0,845	0,099	0,087	0,068
В вынужденном потоке воздуха	1	31,5	32,6	16,3	38,0	1,04	0,52	1,22	0,803	0,860	0,099	0,095	0,045
	2	30,8	32,1	15,6	36,3	1,05	0,51	1,19	0,803	0,851	0,099	0,102	0,047

Для цилиндра, в отличие от параллелепипеда,  $\alpha_{-z}$  в вынужденном потоке превышает  $\alpha_S$ . Вероятно, это зависит от соотношения между размерами торцевой поверхности и скоростью воздушного потока.

Необходимо отметить, что коэффициенты  $\sigma$  для цилиндров и параллелепипеда, как это и предполагалось, зависят от характера и скорости воздушных потоков около соответствующих участков поверхностей образцов. Значение  $\sigma_x$  для параллелепипеда увеличивается с уменьшением теплопроводности материала (0,57 — латунь, 0,60 — гипс) и с увеличением скорости потока (0,60 — естественная конвекция, 0,66 — вынужденный поток). Аналогичная картина наблюдается для  $\sigma_R$  цилиндра, хотя и не в такой степени, как у параллелепипеда.

#### Метод «многих точек» \*

Введение понятия о раздельных коэффициентах теплообмена позволило обобщить известный метод для определения температуропроводности — метод регулярного режима «двух точек» Г. М. Кондратьева. Известно, что при теоретическом обосновании метода вводится средний коэффициент

\* Идея метода «многих точек» принадлежит Е. С. Платунову.

теплообмена, поэтому определение температуропроводности возможно уже с некоторой погрешностью. Например, если судить по экспериментальным данным, приведенным в настоящей работе для образца в виде параллелепипеда, то следует вводить поправку в значение коэффициента теплообмена порядка 5%. Точное определение температуропроводности оказывается возможным, если применить метод «многих точек», основанный на измерении температур не в двух, а в нескольких точках образца. Расчетные формулы в этом случае имеют следующий вид:

для параллелепипеда [см. выражение (9)]

$$a = \frac{m}{\left(\frac{q_x}{L_x}\right)^2 + \left(\frac{q_y}{L_y}\right)^2 + \left(\frac{q_z}{L_z}\right)^2}; \quad (38)$$

для ограниченного цилиндра

$$a = \frac{m}{\left(\frac{q}{L}\right)^2 + \left(\frac{s}{R}\right)^2}. \quad (39)$$

Выражения (38) и (39) могут быть использованы при расчете коэффициентов температуропроводности изотропных материалов.

Если в опыте с помощью «эталонного» образца определить средний коэффициент теплообмена, то с помощью метода «многих точек» можно определить и коэффициент теплопроводности испытуемого материала. Для расчета коэффициента теплопроводности  $\lambda$  можно использовать формулы (12) или (18), если испытуемый образец взят в виде параллелепипеда, и формулы (26) для ограниченного цилиндра.

Метод «многих точек» для комплексного определения теплофизических коэффициентов изотропного материала был использован при испытании гипса Б. Н. Олейником и М. П. Емченко [7].

Метод «многих точек» может быть использован также для комплексного определения теплофизических коэффициентов анизотропных материалов. Расчетные формулы для этого случая (если оси симметрии образца совпадают с главными направлениями анизотропии материала) принимают вид:

1) для параллелепипеда

$$\lambda_i = \frac{\alpha_i L_i}{q_i \operatorname{tg}(q_i - v_i)} \quad \text{или} \quad \lambda_{-i} = \frac{\alpha_i L_i}{q_i \operatorname{tg}(q_i + v_i)}, \quad (40)$$

где  $i = x, y$  или  $z$ , соответственно, при этом обычно  $\lambda_i = \lambda_{-i}$ ;

2) для ограниченного цилиндра

$$\left. \begin{aligned} \lambda_R &= \frac{\alpha_R R J_0(s)}{s J_1(s)}; & \lambda_z &= \frac{\alpha_z L}{q \operatorname{tg}(q - v)}; \\ \lambda_{-z} &= \frac{\alpha_z L}{q \operatorname{tg}(q + v)}. \end{aligned} \right\} \quad (41)$$

где  $\lambda_R$  — коэффициент теплопроводности в направлении радиуса;  
 $\lambda_z$  и  $\lambda_{-z}$  — коэффициенты теплопроводности в направлении осей  $z$  и  $-z$ ;  
 обычно  $\lambda_z = \lambda_{-z}$ .

Выражения (40) и (41) отличаются от уравнений (12) и (26) только обозначением коэффициентов теплопроводности. Метод определения безразмерных параметров  $q_x, q_y, q_z, v_x, v_y, v_z, s$  и  $q$  остается таким же, как и при определении отдельных коэффициентов теплообмена.

Экспериментальная разработка метода «многих точек» для комплексного определения теплофизических коэффициентов анизотропного материала (древесины) была произведена М. П. Емченко [8].

## ЛИТЕРАТУРА

1. Михеев М. А., Основы теплопередачи, Госэнергоиздат, 1956.
2. Петухов Б. С., Опытное изучение процессов теплопередачи, Госэнергоиздат, 1952.
3. Кондратьев Г. М., Регулярный тепловой режим, Гостехиздат, 1954.
4. Лазарев А. И., Новый метод исследования теплоотдачи пластинки в условиях естественной конвекции, Труды ЛИТМО, вып. 8, 1953.
5. Платунов Е. С., Определение отдельных коэффициентов теплоотдачи ограниченных цилиндров на основе регулярного режима, Труды ЛИТМО, вып. 8, 1953.
6. Платунов Е. С., Метод «многих точек» для определения отдельных коэффициентов теплоотдачи тел простейшей формы, Труды ЛИТМО, вып. 21, 1957.
7. Олейник Б. Н., Емченко М. П., Тепловые свойства гипса, Труды ЛИТМО, вып. 20, 1956.
8. Емченко М. П., Метод определения термических коэффициентов анизотропных тел. Экспериментальное определение термических коэффициентов древесины методом «многих точек», Труды ЛИТМО, вып. 20, 1956.

Поступила в редакцию  
30/ХН 1960 г.



Ю. С. ИПАТОВ, В. И. ЛЕЙКУМ,  
Б. Н. ОЛЕЙНИК, З. К. ПАТОВСКАЯ  
ВНИИМ

### ПРИБОРЫ ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ

*В статье описываются приборы для измерения коэффициентов теплопроводности твердых материалов при комнатных температурах в диапазоне значений  $0 \div 2$  Вт/(м·град), разработанные в лаборатории тепловых измерений ВНИИМ; приводятся результаты оценки воспроизводимости и погрешностей измерений.*

Наша приборостроительная промышленность не выпускает приборы для измерения коэффициентов теплопроводности, потребность в которых все время возрастает. В решениях Второй межвузовской конференции по методам и приборам для теплофизических испытаний (Ленинград, декабрь 1960 г.) специально обращено внимание на необходимость интенсивной разработки и выпуска приборов для измерений теплопроводности в различных диапазонах температур для широкого класса веществ.

В практике тепловых измерений часто требуется измерить коэффициент теплопроводности материала с ограниченной точностью, но быстро. Для этих целей могут служить разработанные в лаборатории тепловых измерений ВНИИМ приборы для измерений коэффициентов теплопроводности твердых материалов (полупроводников и пластических масс) при комнатных температурах. Метод измерения на этих приборах основан на закономерностях стационарного теплового режима.

Тепловой поток через исследуемый образец выражается следующим образом:

$$q_x = \lambda_x \Delta t_x \frac{S_x}{L_x}, \quad (1)$$

где  $\lambda_x$  — коэффициент теплопроводности;

$\Delta t_x$  — перепад температур на длине  $L_x$ ;

$S_x$  — площадь образца, через которую протекает тепловой поток.

Принцип действия прибора может быть основан на измерении перепада температур  $\Delta t_x$  при постоянном значении теплового потока  $q_x$ . В этом случае необходимо с помощью образцов с известными коэффициентами теплопроводности отградуировать прибор, т. е. найти зависимость  $\Delta t_x = f(\lambda_x)$  при  $q_x = \text{const}$ .

Принцип действия прибора может быть основан также на измерении теплового потока  $q_x$  и перепада температур  $\Delta t_x$ . Для измерения теплового

потока необходимо иметь постоянный образец, находящийся в тепловом контакте с исследуемым образцом. И в этом случае необходимо градуировать прибор (определить постоянную прибора).

### Прибор типа А-21 для измерения теплопроводности

Принцип действия прибора основан на измерении перепада температур  $\Delta t_x$ . Тепловой поток создается с помощью нагревателя, который имеет хорошую тепловую изоляцию, что способствует его стабильности. Измерения производятся при постоянной силе тока, протекающего через нагреватель. В этом случае тепловой поток, проходящий через испытываемый образец,

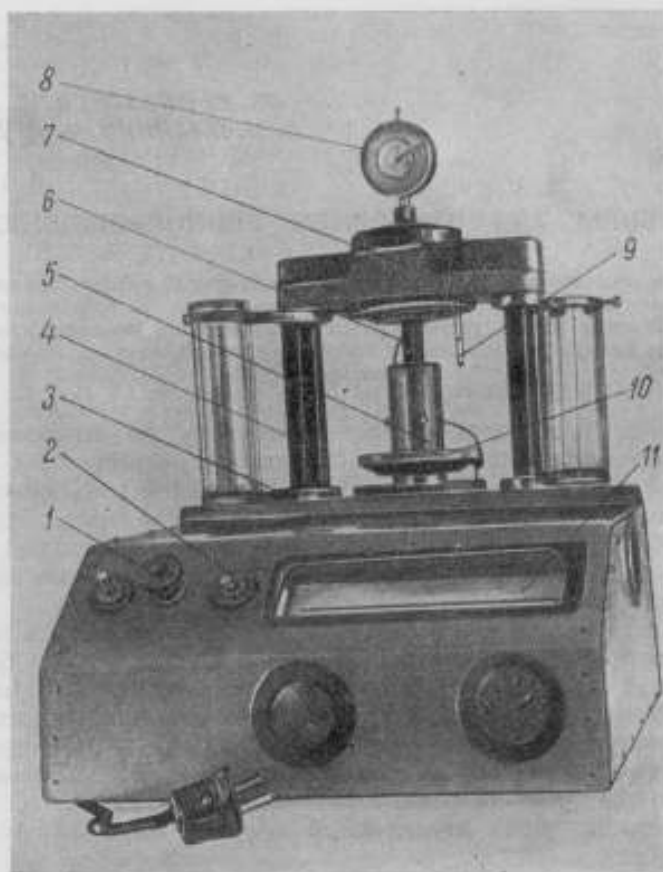


Рис. 1. Прибор типа А-21 для измерения теплопроводности.

изменяется в зависимости от величины коэффициента теплопроводности даже в случае, если образцы будут иметь одинаковую длину. Поэтому прибор требует градуировки с помощью образцов с известными коэффициентами теплопроводности. Зависимость теплового потока от размеров образцов требует проводить градуировку и измерять коэффициенты теплопроводности только для фиксированных размеров образцов.

Рассмотрим конструкцию прибора типа А-21 (рис. 1). Блок установки образца расположен на крышке 3 прибора. Верхняя и нижняя платы этого блока связаны между собой стойками 4. В верхней части 7 блока помещены

нагреватель, создающий тепловой поток через образец, и пластина из красной меди, служащая для выравнивания температурного поля. В пластину вмонтирован один из спаев дифференциальной медь-константановой термопары, служащей для измерения перепада температур на испытываемом образце. Другой спай термопары помещается в тело красно-медного холодильника 5. Образец 6 помещается между верхней частью установочного блока 7 и холодильником 5. Нагреватель поджимается к образцу пластинчатой пружиной, помещенной с нижней стороны холодильника, который перемещается маховиком 10, связанным с ходовым винтом холодильника. Усилие поджатия образца измеряется индикатором 8 по величине деформации проградуированной пружины. Термометр 9 позволяет измерять температуру воздуха около образца. Ходовой винт упирается в холодильник своей сферической поверхностью, что позволяет пользоваться образцами, имеющими не строго параллельные грани. Движение ходового винта происходит по шипоичному пазу и это дает возможность избежать проворачивания холодильника и обрыва термопары.

Нижняя часть прибора выполнена в виде подставки из углового проката, закрытой с боков и сверху крышками. Внутри каркаса смонтирована электрическая схема прибора. Шкала 11 микроамперметра М95 вынесена на переднюю панель, а ручки управления (переключатель пределов измерения с арретиром и корректор установки нуля прибора, а также переключатель напряжения) выведены на боковую и переднюю панели прибора. На передней панели находятся ручка реостата регулировки мощности нагревателя 1 и переключатель 2, позволяющий включить в цепь микроамперметра дифференциальную термопару.

Для амортизации прибора на каркасе снизу укреплены резиновые ножки. На рис. 2 изображена электрическая схема прибора. Для питания осветительного устройства прибора переменный ток напряжением 127 или 220 в подается на первичную обмотку трансформатора  $T_p$  и к микроамперметру М95. Вторичная обмотка трансформатора служит для питания нагревателя. Выключателем  $K$  осуществляется замыкание и размыкание цепи нагревателя. Сопротивление  $R_1$  служит для регулировки мощности нагревателя. Контроль постоянства напряжения в цепи нагревателя осуществляется миллиамперметром  $MA$ . Регулировка чувствительности микроамперметра М95 производится сопротивлением  $R_2$ , шунтирующим измерительную термопару  $T_n$ .

В целях выяснения оптимальных режимов работы прибора была изучена зависимость показаний прибора от усилий поджатия образца, от температуры воздуха вблизи образца и от температуры холодильника.

Определение влияния усилия поджатия образца  $O$  на точность измерений коэффициентов теплопроводности вызвано необходимостью найти минимальное усилие, исключающее погрешность, которая возникает вследствие переменного теплового сопротивления на границах образца. С целью уменьшения

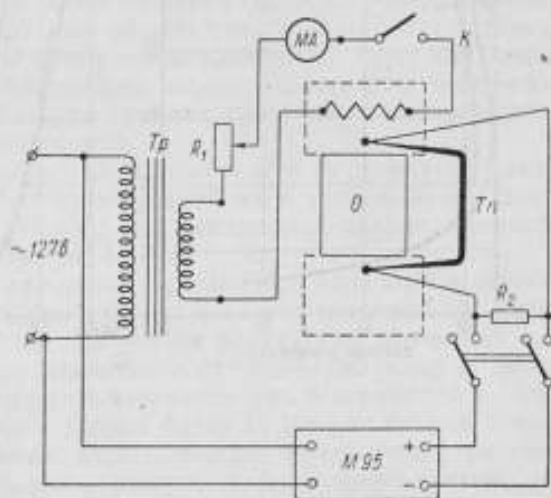


Рис. 2. Электрическая схема прибора типа А-21.

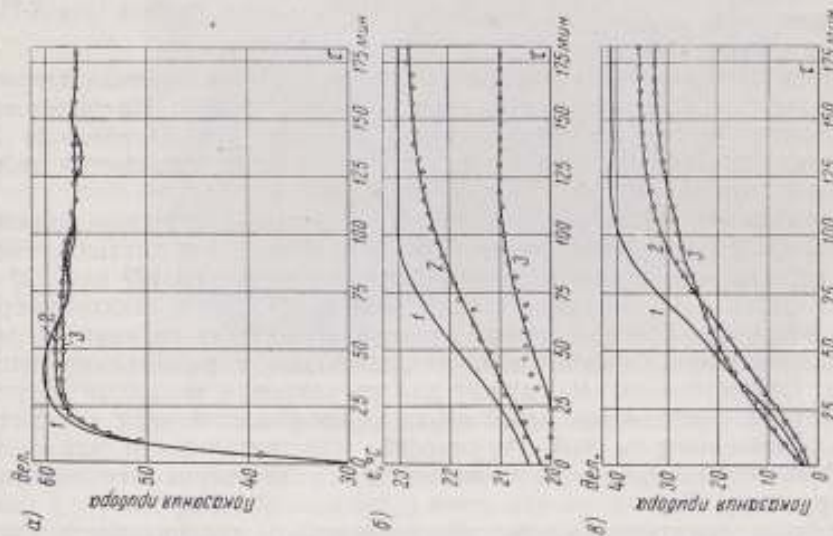


Рис. 3. Стабилизация температурного режима прибора типа А-21 при измерениях теплопроводности кварцевого образца.

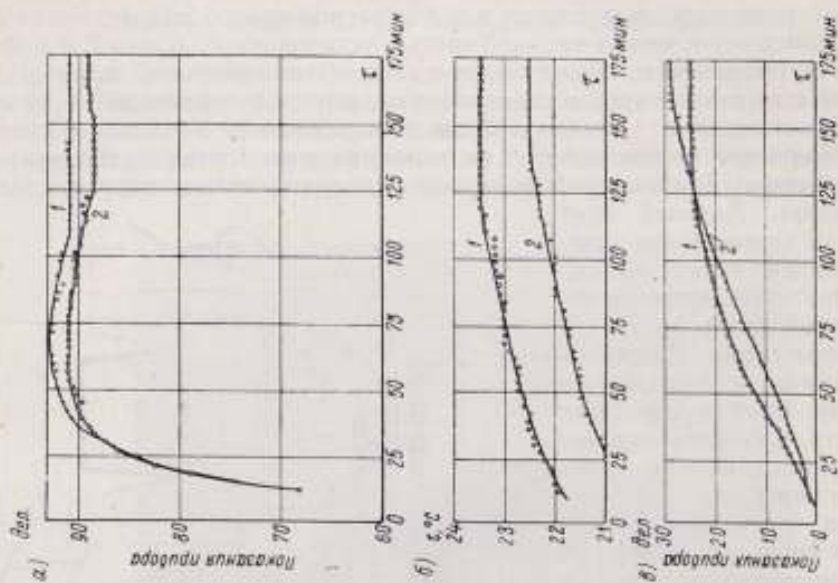


Рис. 4. Стабилизация температурного режима прибора типа А-21 при измерениях теплопроводности образца из фторопласта-4.

влияния воздушных прослоек на гранях образца было использовано трансформаторное масло. Минимальное поджатие, необходимое для стабильности работы прибора, оказалось равным  $1 \text{ кгс/см}^2$ .

Влияние внешних условий на стабильность показаний прибора было изучено на образцах диаметром 15 мм и длиной 20 мм из плавленного кварца и фторопласта-4. Значительная длина образца (как будет показано ниже, оптимальная составляет  $5 \div 10 \text{ мм}$ ) позволяет установить максимальное время стабилизации показаний.

На рис. 3 приведены полученные в трех опытах (1, 2 и 3) результаты измерений: для кварцевого образца диаметром 15 мм и длиной 20 мм время стабилизации показаний прибора составляет  $100 \div 125 \text{ мин}$  (а); температура воздуха устанавливается примерно за это же время (б); температура нижнего блока стабилизируется также за  $125 \text{ мин}$  (в). Из рис. 3 видно, что в течение  $50 \div 100 \text{ мин}$  показания прибора почти стабилизировались, тогда как температура воздуха и холодильника изменилась весьма значительно. Изменение температуры воздуха от  $21$  до  $23^\circ \text{C}$  (два крайних значения для приведенных опытов) не влияет на результат измерений.

На рис. 4 приведены полученные в двух опытах (1 и 2) результаты измерений для образца из фторопласта-4 диаметром 15 мм и длиной 20 мм. Закономерности, установленные для образца из плавленного кварца, остаются теми же и для образца из фторопласта-4.

Рассмотрим вопрос о выборе размеров образца. При заданной мощности нагревателя показание прибора будет тем больше, чем значительнее длина образца. Как видно из рис. 5, где приведены результаты измерений для образцов диаметром 12 и 15 мм, в зависимости от длины, начиная с длины 10 мм, показания прибора изменяются незначительно и стремятся к некоторому пределу. Поэтому образцы с длиной более 10 мм для опытов непригодны. Кроме того, с увеличением длины образца уменьшается разница в показаниях прибора для образцов с различной теплопроводностью, что уменьшает чувствительность прибора и увеличивает погрешность измерений. Диаметры образцов слабо влияют на значение показаний прибора. Однако можно утверждать, что при незначительном диаметре образца будут сильно сказываться дефекты обработки как его поверхностей, так и поверхностей, находящихся с ним в контакте. Вероятно, что наиболее подходящими для практических измерений будут образцы диаметром  $10 \div 15 \text{ мм}$ .

Рассмотрим вопрос о погрешностях измерений. Погрешность измерений теплопроводности будет определяться погрешностями воспроизведения измерений и градуировки прибора.

Для изучения воспроизводимости измерений в зависимости от значения теплопроводности были испытаны образцы из кварца и фторопласта-4 диаметром 12 и 15 мм и высотой 5, 10, 20 мм. Эти материалы охватывают весь диапазон плоских проводников тепла  $0 \div 1 \text{ вт/(м}\cdot\text{град)}$ .

В результате многократных измерений теплопроводности установлено, что для кварца и фторопласта-4 усредненное значение средней квадратичной погрешности составляет  $\pm 1\%$ . Как видно из выражения (1), погрешность градуировки будет определяться воспроизводимостью величин  $\Delta t_x$ , точностью измерения геометрических размеров и стабильностью поддержания теплового потока.

Если воспроизжимость, как показано выше, будет около  $\pm 1\%$ , а погрешностями, связанными с параметрами  $L_x$ ,  $S_x$  и  $q_x$ , можно пренебречь, то погрешность градуировки будет приблизительно  $\pm 1\%$ . Следовательно, погрешность измерений коэффициента теплопроводности образца диаметром  $10 \div 15 \text{ мм}$  и высотой  $5 \div 10 \text{ мм}$  будет примерно  $\pm 2\%$ . Эта погрешность получается при многократных измерениях, а при 2—3 измерениях она будет несколько выше [ $\pm 3\%$  для значений теплопроводности в диапа-

зоне  $0 \div 1 \text{ вт}/(\text{м} \cdot \text{град})$ ]. Для значений теплопроводности, находящихся в полупроводниковом диапазоне выше  $1 \text{ вт}/(\text{м} \cdot \text{град})$ , погрешность будет увеличиваться. Это увеличение погрешности связано с тем, что на участке шкалы прибора от 10 до 50 делений укладываются значения теплопроводности в огромном диапазоне  $1 \div 350 \text{ вт}/(\text{м} \cdot \text{град})$ , что практически соответствует теплопроводности всех полупроводников и металлов. Таким образом можно заключить, что прибор типа А-21 может применяться для измерений тепло-

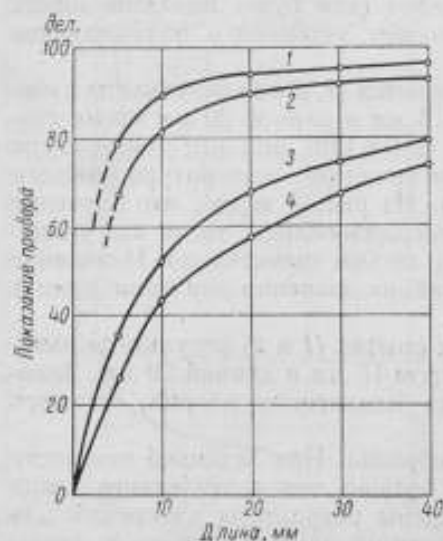


Рис. 5. Зависимость показаний прибора типа А-21 от длины образца.

Образцы: из фторопласта-4, длиной 12 мм (1) и 15 мм (2); из плавленого кварца, длиной 12 мм (3) и 15 мм (4).

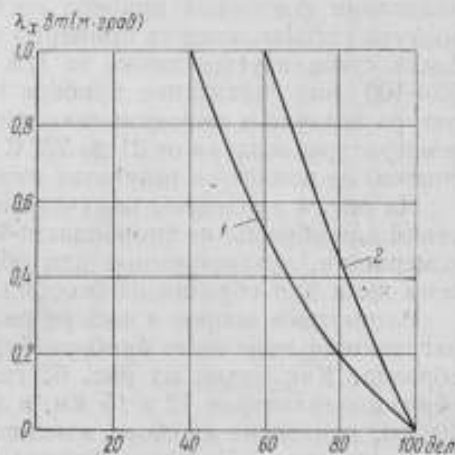


Рис. 6. Типовая градуировка прибора типа А-21.

проводности в диапазоне значений примерно  $0 \div 1 \text{ вт}/(\text{м} \cdot \text{град})$ . На рис. 6 изображены типичные градуировочные графики прибора типа А-21 для образцов длиной 5 мм (кривая 1) и 10 мм (кривая 2). Каждый выпускаемый прибор требует индивидуальной градуировки.

На базе прибора типа А-21 был разработан более совершенный тип А-22. Основные изменения заключались в новом конструктивном оформлении прибора. Если в прежнем варианте миллиамперметр для контроля постоянства мощности нагревателя не был внесен в конструкцию, то в приборе типа А-22 он помещен на переднюю панель. Регулировочное сопротивление  $R_1$  (рис. 2) перенесено на боковую крышку.

#### Прибор типа А-24 для измерения теплопроводности

Принцип действия прибора (рис. 7) основан на измерении теплового потока, протекающего через исследуемый образец, с помощью постоянного образца, находящегося в тепловом контакте с испытываемым. В отличие от метода, положенного в основу работы на приборах типов А-21 или А-22, в приборе типа А-24 нет необходимости при измерениях различных материалов поддерживать всегда одну и ту же мощность нагревателя.

При условии равенства теплового потока, протекающего через испытываемый и постоянный образцы, будет справедливо следующее выражение:

$$q_x = q_n = \lambda_n \Delta t_n \frac{S_n}{L_n}, \quad (2)$$

где индекс «п» относится к постоянному образцу.

Из выражений (1) и (2) следует, что

$$\lambda_x = \lambda_n \frac{S_n L_x}{L_n S_x} \cdot \frac{\Delta t_n}{\Delta t_x} \quad (3)$$

Если измерять перепады температур с помощью дифференциальных термомпар, то на микроамперметре получим отклонения  $n_n$  и  $n_x$ , пропорциональные  $\Delta t_n$  и  $\Delta t_x$ :

$$\Delta t_n = K_n n_n \quad \text{и} \quad \Delta t_x = K_x n_x,$$

где  $K_n$  и  $K_x$  — коэффициенты пропорциональности.



Рис. 7. Прибор типа А-24 для измерения теплопроводности.

Перепишем выражение (3), считая

$$S_x = \frac{\pi D_x^2}{4},$$

где  $D_x$  — диаметр испытываемого образца:

$$\lambda_x = \frac{4\lambda_n S_n K_n}{\pi L_n K_x} \cdot \frac{L_x}{D_x^2} \cdot \frac{n_n}{n_x} \quad (4)$$

Обозначим

$$\frac{4\lambda_n S_n K_n}{\pi L_n K_x} = A.$$

Тогда выражение (4) примет вид:

$$\lambda_x = A \frac{L_x}{D_x^2} \cdot \frac{n_n}{n_x}. \quad (5)$$

Постоянную  $A$  в выражении (5) можно определить с помощью образца с известным коэффициентом теплопроводности.

На приборе типа А-24 остается возможность, предварительно отградуировав шкалу микроамперметра, производить измерения так же, как и на приборе типа А-22. Но предел измерений коэффициентов теплопроводности можно расширить в область полупроводниковых материалов [для значений  $\lambda > 1 \text{ вт/(м}\cdot\text{град)}$ ] с помощью постоянного образца, подобрав его размеры и коэффициент теплопроводности так, чтобы отношение  $n_n/n_x$  было примерно равно единице для испытываемых образцов, имеющих заданный коэффициент теплопроводности, например,  $2 \text{ вт/(м}\cdot\text{град)}$ . При этом абсолютные значения  $n_n$  и  $n_x$  могут быть подобраны изменением мощности нагревателя.

В результате изучения воспроизводимости при многократных измерениях теплопроводности образцов кварца и фторопласта-4 (диаметром 15 мм и длиной 10 мм) установлено, что погрешность воспроизведения измерений составляет  $\pm 1\%$ . Суммарная погрешность измерений может быть оценена  $\pm 3\%$ . Таким образом, по своим метрологическим характеристикам прибор типа А-24 не отличается от прибора типа А-22, но имеет более значительный интервал измеряемых коэффициентов теплопроводности  $0 \div 2 \text{ вт/(м}\cdot\text{град)}$ .

Основные технические характеристики прибора типа А-24 для измерения теплопроводности следующие:

- 1) диапазон измеряемых коэффициентов теплопроводности  $0 \div 2 \text{ вт/(м}\cdot\text{град)}$ ;
- 2) размер образцов: диаметр  $10 \div 15 \text{ мм}$ , длина  $5 \div 10 \text{ мм}$ ;
- 3) силовое питание — от сети переменного тока с частотой 50 гц и напряжением 127 или 220 в.

Прибор предназначен для измерений при комнатных температурах в лабораторных и промышленных условиях.

Поступила в редакцию  
20/II 1961 г.



## ПОЛОЖЕНИЕ О МЕЖДУНАРОДНОЙ ПРАКТИЧЕСКОЙ ТЕМПЕРАТУРНОЙ ШКАЛЕ 1948 г. РЕДАКЦИЯ 1960 г.

*Принята Одиннадцатой Генеральной конференцией по мерам и весам.\**

### I. Введение

Термодинамическая шкала Кельвина, по которой температуры обозначаются символом  $T$  и их числовые значения сопровождаются значком  $^{\circ}K$ , принимается в качестве основной шкалы; должна существовать возможность в конечном счете отнести к этой шкале результат любого измерения температуры. Значение градуса Кельвина определено решением, установившим значение  $273,16^{\circ}K$  для термодинамической температуры тройной точки воды (Десятая Генеральная конференция по мерам и весам, 1954 г., Резолюция 3).

Экспериментальные трудности, присущие температурным измерениям по термодинамической шкале, привели к принятию в 1927 г. Седьмой Генеральной конференцией по мерам и весам удобно и точно воспроизводимой практической шкалы, названной «Международной температурной шкалой». Эта шкала должна была насколько возможно близко соответствовать термодинамической шкале.

Международная температурная шкала была пересмотрена в 1948 г. и приведена в соответствие с состоянием знаний того времени.

Шкала, представленная в настоящем документе под новым названием, принятым Международным комитетом мер и весов в мае 1960 г.: «Международная практическая температурная шкала», не вносит изменений в шкалу 1948 г., поскольку числовые значения температур остались такими же, как и в 1948 г.; настоящий документ представляет лишь исправленную редакцию Положения о той же самой шкале.

### II. Определение Международной практической температурной шкалы 1948 г.

Температуры по Международной практической шкале 1948 г. выражаются в градусах Цельсия, обозначаемых через  $^{\circ}C$  или  $^{\circ}C$  (межд. 1948), и представлены здесь символом  $t$  или  $t_{\text{межд.}}$ .

Международная практическая температурная шкала основана на шести воспроизводимых температурах (первичные постоянные точки), которым

\* Обозначения в настоящем тексте приведены в соответствие с принятыми в СССР (Ред.).

присвоены числовые значения, а также на формулах, устанавливающих соотношение между температурой и показаниями приборов, эталонированных по этим шести первичным постоянным точкам. Эти постоянные точки определяются состояниями равновесия, осуществляемыми по спецификации; за исключением тройной точки воды, эти состояния равновесия рассматриваются при давлении в 101 325 ньютонов на квадратный метр (нормальная атмосфера).

Первичные постоянные точки шкалы и точные числовые значения, которые им присвоены, приведены в табл. I.

Таблица I

Первичные постоянные точки. Точные присвоенные им значения.  
Давление равно 1 нормальной атмосфере, кроме тройной точки воды

	Температура °C (межд. 1948)
Температура равновесия между жидким кислородом и его паром (точка кипения кислорода) . . . . .	-182,97
Температура равновесия между льдом, жидкой водой и водяным паром (тройная точка воды) . . . . .	+0,01
Температура равновесия между жидкой водой и ее паром (точка кипения воды) . . . . .	100
Температура равновесия между жидкой серой и ее паром (точка кипения серы)	444,6 *
Температура равновесия между твердым серебром и жидким серебром (точка затвердевания серебра) . . . . .	960,8
Температура равновесия между твердым золотом и жидким золотом (точка затвердевания золота) . . . . .	1063

\* Вместо точки кипения серы рекомендуется применение точки равновесия между твердым цинком и жидким цинком (точка затвердевания цинка), которой присваивается значение 419,505° C (межд. 1948). Эта точка лучше воспроизводима, чем точка серы, и значение, которое ей присвоено, было выбрано таким, чтобы оно приводило к тому же результату при определении температуры по Международной практической шкале.

Способы интерполяции приводят к разделению шкалы на четыре области:

а) От 0° C до 630,5° C (точка затвердевания сурьмы) температура определяется по формуле

$$R_t = R_0 (1 + At + Bt^2),$$

в которой  $R_t$  является сопротивлением при температуре  $t$  платиновой проволоки эталонного термометра сопротивления, а  $R_0$  — ее сопротивление при 0° C. Значения  $R_0$ ,  $A$  и  $B$  должны определяться, исходя из значений  $R_t$  в тройной точке воды, в точке кипения воды и в точке кипения серы (или в точке затвердевания цинка). Платиновая проволока эталонного термометра сопротивления должна быть отождествлена, а чистота ее должна быть такой, чтобы  $R_{100}/R_0$  было не ниже 1,3920.

б) От точки кипения кислорода до 0° C температура  $t$  определяется по формуле

$$R_t = R_0 [1 + At + Bt^2 + C(t - t_{100})t^3],$$

в которой  $R_0$ ,  $A$  и  $B$  определяются таким же образом, как указано выше в (а); коэффициент  $C$  определяется, исходя из значения  $R_t$  в точке кипения кислорода, и  $t_{100} = 100° C$ .

в) От 630,5° C до точки затвердевания золота температура  $t$  определяется по формуле

$$E = a + bt + ct^2,$$

в которой  $E$  является электродвижущей силой эталонной платинородий-платиновой термопары, когда один из ее спаев находится при 0° C, а другой — при температуре  $t$ . Коэффициенты  $a$ ,  $b$ ,  $c$  должны определяться, исходя

из значений  $E$  при  $630,5^\circ \text{C}$ , и в точках затвердевания серебра и золота. Значение электродвижущей силы при  $630,5^\circ \text{C}$  должно быть определено путем измерения этой температуры эталонным термометром сопротивления.

Проволоки эталонной термопары должны быть отожжены. Чистота платиновой проволоки должна быть такой, чтобы отношение  $R_{100}/R_0$  было не ниже 1,3920. Платинородиевая проволока должна содержать номинально 90% платины и 10% родия по весу. Когда один из спаев термопары находится при  $0^\circ \text{C}$ , а другой при  $630,5^\circ \text{C}$ , либо при точке затвердевания серебра, либо при точке затвердевания золота, то термопара в арматуре должна давать электродвижущие силы, находящиеся в следующих соотношениях:

$$\begin{aligned} E_{Au} &= 10\,300 \text{ мкв} \pm 50 \text{ мкв}, \\ E_{Au} - E_{Ag} &= 1183 \text{ мкв} + 0,158 (E_{Au} - 10\,300 \text{ мкв}) \pm 4 \text{ мкв}, \\ E_{Au} - E_{630,5} &= 4766 \text{ мкв} + 0,631 (E_{Au} - 10\,300 \text{ мкв}) \pm 8 \text{ мкв}. \end{aligned}$$

г) Выше точки затвердевания золота температуры  $t$  определяются по формуле

$$\frac{J_t}{J_{Au}} = \frac{\exp\left[\frac{C_2}{\lambda(t_{Au} + T_0)}\right] - 1}{\exp\left[\frac{C_2}{\lambda(t + T_0)}\right] - 1},$$

в которой  $J_t$  и  $J_{Au}$  являются монохроматическими яркостями черного тела при температуре  $t$  и при точке затвердевания золота  $t_{Au}$  с длиной волны  $\lambda$ ;

$C_2$  является константой излучения; при использовании числового значения  $C_2 = 0,01438 \text{ м} \cdot \text{град}$  длина волны  $\lambda$  должна выражаться в метрах;

$T_0 = 273,15 \text{ град}$ .

### III. Рекомендации

Нижеприведенные рекомендации являются скорее советами, чем предписаниями. Рекомендуемые приборы, методы и приемы отражают достигнутое современной практикой, но при этом не имелось намерения задерживать введение и использование улучшений и усовершенствований. Опыт показал, что эти рекомендации способствуют повышению единообразия и воспроизводимости при осуществлении Международной практической температурной шкалы, определенной в главе II.

1. *Эталонный термометр сопротивления.* Эталонный термометр сопротивления должен быть сконструирован и изготовлен так, чтобы платиновая проволока сопротивления была по возможности лишена напряжения и чтобы она оставалась в этом состоянии во время ее применения. Платиновая проволока должна быть вытянута из слитка, а не из ковальной губчатой платины.

Эталонные термометры сопротивления изготавливаются из проволоки диаметром от 0,05 до 0,5 мм и должны иметь с каждой стороны короткий кусок платинового проводника, ограничивающий сопротивление. После окончания намотки сопротивления термометра оно должно быть отожжено в воздухе при температуре, превышающей самую высокую температуру, при которой будет применяться термометр; эта температура отжига должна быть во всяком случае не ниже  $450^\circ \text{C}$ . Кроме того, имеются некоторые основания полагать, что наилучшая стабильность достигается тогда, когда трубка, защищающая готовую обмотку, наполнена газом, содержащим немного кислорода.

Полезным критерием отсутствия дефектов изготовления в уже готовом термометре и погрешностей эталонирования в первичных постоянных точках является значение коэффициента  $B$ , которое должно быть равно

$(-0,5857 \pm 0,0010) \cdot 10^{-6} \text{ град}^{-2}$ , и значение  $C$ , равное  $(-4,35 \pm \pm 0,05) \cdot 10^{-12} \text{ град}^{-4}$ . Другим полезным критерием для суждения об эффективности отжига и о верности термометра является постоянство его сопротивления при температуре какой-либо постоянной точки. Например, сопротивление термометра при тройной точке воды не должно изменяться более, чем на значение, соответствующее  $0,001 \text{ град}$ , когда термометр подвергается циклу изменений температуры, необходимому для его эталонирования.

2. *Эталонная термопара.* Эталонные термопары изготавливаются из проволок диаметром от 0,35 до 0,65 мм.

До эталонирования проволоки термопары должны быть тщательно отожжены для обеспечения постоянства термоэлектродвижущих сил во время применения. Для этого необходимо нагреть платиновую проволоку до температуры не ниже  $1100^\circ \text{C}$ , а платинородиевую проволоку — до  $1450^\circ \text{C}$ . Если отжиг произведен до помещения проволок в их изоляторы, то термопара должна быть снова нагрета после ее изготовления до температуры не ниже  $1100^\circ \text{C}$ , пока не стабилизируется ее термоэлектродвижущая сила и не исчезнут местные неоднородности, вызванные натяжениями. Если эта обработка была произведена удовлетворительно, показания термопары не должны меняться при изменении градиентов температуры вдоль проволоки; они не должны, например, зависеть от глубины погружения в полость с равномерной температурой.

Электродвижущая сила термопары при  $630,5^\circ \text{C}$  должна определяться посредством измерений, выполненных при равномерной и постоянной температуре в пределах от  $630,3$  до  $630,7^\circ \text{C}$ .

3. *Давление.* На практике давление определяется с помощью столба ртути. Можно принять, что в среднем плотность чистой ртути при  $20^\circ \text{C}$  равна  $13\,545,87 \text{ кг/м}^3$  в столбе ртути, уравнивающем 1 атмосферу. При практическом определении нормальной атмосферы Международный комитет мер и весов рекомендует, чтобы значение местного ускорения силы тяжести выражалось в Потсдамской системе до тех пор, пока он не санкционирует применение другой системы.

В последующих параграфах, касающихся точек кипения кислорода, воды и серы, формулы для температур равновесия  $t_p$  даются в форме многочленов в функции от  $\left(\frac{p}{p_0} - 1\right)$ , где  $p$  — давление, при котором происходило кипение, а  $p_0$  — давление в 1 нормальную атмосферу. Предел точности формул указан для данного интервала давления. На практике погрешности, вызываемые применением этих формул, ниже погрешностей, возникающих от нестабильности систем, сообщающихся с атмосферой. Большая стабильность и повышенная точность могут быть получены в замкнутых системах, поддерживаемых при постоянном давлении, близком к 1 атмосфере, с отклонением до нескольких тысячных; в этом случае необходим только первый член многочлена, содержащий  $\left(\frac{p}{p_0} - 1\right)$  в первой степени.

#### 4. Нулевая точка шкалы и тройная точка воды.

а) *Нулевая точка шкалы.* Нулевая точка Международной практической температурной шкалы определена как температура, лежащая на  $0,01 \text{ град}$  (точно) ниже температуры тройной точки воды. Расчеты показывают, что температура прежней «точки таяния льда», определенная как температура равновесия между льдом и водой, насыщенной воздухом, при давлении  $p_0$  в 1 нормальную атмосферу равна  $0^\circ \text{C}$  с погрешностью в пределах  $0,0001 \text{ град}$ .

Однако трудно непосредственно получить точку таяния льда с погрешностью менее  $\pm 0,001 \text{ град}$ ; но если эта точность достаточна, температура  $0^\circ \text{C}$  может быть осуществлена при использовании смеси тонко размельченного льда

и воды, насыщенной воздухом при  $0^\circ \text{C}$ , в хорошо изолированном сосуде, как, например, в дюаровском сосуде. Температура равновесия  $t$ , соответствующая окружающему атмосферному давлению  $p$  и глубине  $h$  (в мм) ниже поверхности воды, может быть вычислена по формуле

$$t = \left[ 0,01 \left( 1 - \frac{p}{p_0} \right) - 0,7 \cdot 10^{-6} h \right] ^\circ \text{C}.$$

б) *Тройная точка воды.* Температура тройной точки воды осуществляется в запаянных стеклянных сосудах, содержащих только очень чистую воду; эти сосуды имеют осевую полость (колодец) для термометров. В подобных сосудах температура тройной точки получается в местах, где лед находится в равновесии с поверхностью, разделяющей жидкость и пар. На глубине  $h$  (в мм) ниже поверхности раздела жидкости и пара температура  $t$  равновесия между льдом и жидкой водой определяется по формуле

$$t = (0,01 - 0,7 \cdot 10^{-6} h) ^\circ \text{C}.$$

Рекомендованный метод подготовки сосуда тройной точки заключается в образовании вокруг колодца толстого слоя льда путем охлаждения полости колодца, а затем в расплавлении достаточной части этого слоя льда, также изнутри колодца, для получения новой поверхности соприкосновения воды со льдом поблизости от колодца. В первые часы, следующие за подготовкой сосуда, измеренная в колодце температура еще не является постоянной; она поднимается на  $0,0001 \div 0,0005$  град, затем стабилизируется за время от одного до трех дней. Это начальное изменение температуры объясняется, несомненно, увеличением размеров кристаллов льда или медленным исчезновением напряжений в этих кристаллах. Сосуд, подготовленный таким образом и хранимый в ванне со льдом, может сохранять постоянную температуру с отклонениями не более  $0,0001$  град в течение нескольких месяцев. Во время сравнения при этих условиях сосудов разного происхождения не было обнаружено расхождения, превышающего  $0,0002$  град.

Вода из большинства естественных источников (нормальная вода) содержит примерно  $0,0148$  мольного процента дейтерия,  $0,20$  мольного процента  $^{18}\text{O}$  и  $0,04$  мольного процента  $^{17}\text{O}$ . Колебания около этих цифр могут достигать  $0,0015$  мольного процента, что наблюдалось для содержания дейтерия в естественной воде. Увеличение содержания дейтерия в воде на  $0,001$  мольного процента соответствует повышению температуры тройной точки воды на  $0,00004$  град. Вода рек, которые берут начало в зоне ветров горных районов или у оснований постоянных ледников, может содержать дейтерий в количестве ниже нормального, в то время как вода поверхности крупных озер может содержать дейтерий в количестве, превышающем нормальное.

Изотопический состав на поверхности соприкосновения воды со льдом в сосудах тройной точки воды зависит также от естественных различий в соотношении изотопов кислорода, способа дистилляции воды и техники замораживания. Влияние этих различий в изотопическом составе на температуру, воспроизводимую в сосудах тройной точки, по-видимому, настолько незначительно, что им можно пренебречь.

5. *Точка кипения кислорода.* Температура равновесия между жидким кислородом и его паром обычно воспроизводится статическим методом. Платиновая обмотка эталонного термометра и жидкий кислород в сосуде приводятся к одинаковой температуре в металлическом блоке, помещенном в соответствующий криостат.

Металлический блок обыкновенно погружается в ванну с жидким хорошо перемешиваемым кислородом, сообщающуюся с атмосферой, но большая стабильность получена с помощью металлического блока, заключенного в сосуд,

из которого удален воздух, и имеющего равномерную температуру, близкую к температуре точки кипения кислорода. Давление паров кислорода передается через трубку, связанную снаружи с манометром; эта трубка должна иметь по всей длине температуру, превышающую температуру кипения кислорода.

Получение температуры равновесия может быть проконтролировано по следующим признакам: измеренная температура после приведения к постоянному давлению, соответствующему давлению на свободной поверхности кислорода, не должна зависеть от незначительных изменений глубины погружения термометра в металлический блок, от отношения объема жидкого кислорода к объему газообразного кислорода и от незначительных колебаний температуры оболочки.

Температура равновесия  $t_p$ , соответствующая давлению  $p$  на поверхности жидкого кислорода, может быть вычислена с точностью до нескольких тысячных долей градуса в области, заключенной между  $p = 660$  и  $p = 860$  мм рт. ст. по формуле

$$t_p = \left[ -182,97 + 9,530 \left( \frac{p}{p_0} - 1 \right) - 3,72 \left( \frac{p}{p_0} - 1 \right)^2 + 2,2 \left( \frac{p}{p_0} - 1 \right)^3 \right] ^\circ\text{C}.$$

6. *Точка кипения воды.* Температура равновесия между жидкой водой и ее паром обычно воспроизводится динамическим методом, причем термометр помещается в насыщенный пар. Прежде для воспроизведения точки кипения воды использовались открытые системы, но для точных работ предпочтительнее пользоваться закрытыми системами, в которых кипятыльник и манометр соединены с маностатом, заполненным воздухом или, предпочтительнее, гелием.

Кипятыльник должен быть изготовлен так, чтобы избежать какого-либо загрязнения пара. Термометр должен быть защищен от излучения, испускаемого телами, находящимися при температурах, отличающихся от температуры насыщения.

Получение температуры равновесия может быть проконтролировано по следующим признакам: измеренная температура, после приведения к постоянному давлению, не должна зависеть от применяемой воды, от истекшего времени, от изменений в расходе тепла, подводимого к жидкости, и от глубины погружения термометра.

Температура равновесия  $t_p$ , соответствующая давлению  $p$ , может быть вычислена с точностью до 0,001 град в области от  $p = 660$  до  $p = 860$  мм рт. ст. по формуле

$$t_p = \left[ 100 + 28,012 \left( \frac{p}{p_0} - 1 \right) - 11,64 \left( \frac{p}{p_0} - 1 \right)^2 + 7,1 \left( \frac{p}{p_0} - 1 \right)^3 \right] ^\circ\text{C}.$$

Изменение содержания дейтерия в воде вызывает вариацию температуры кипения воды в том же направлении, что и для тройной точки воды, но примерно в три раза слабее.

7. *Точка кипения серы.* Температура равновесия между жидкой серой и ее парами обычно воспроизводится динамическим методом в алюминиевом кипятыльнике, аналогичном по форме кипятыльнику, используемому для точки кипения воды; однако необходимы дополнительная защита от эффектов излучения и большие пространства для свободной циркуляции паров.

Замечено, что добавление к сере 0,1% мышьяка и 0,1% селена повышает нормальную точку кипения соответственно на 0,02 град и на 0,07 град; обычно эти элементы находятся в сере вулканического происхождения. Продажная сера содержит органические примеси, которые медленно разлагаются и выделяют углерод во время кипения серы, и этот углерод, по-видимому, не влияет на температуру кипения, но тем не менее желательно удалить органические вещества и углерод.

Признаки правильности осуществления точки кипения серы сходны с соответствующими признаками для точки кипения воды с той разницей, что требуется ожидать несколько часов для получения постоянной температуры.

Температура равновесия  $t_p$ , соответствующая давлению  $p$ , может быть вычислена с точностью приблизительно до 0,001 град в области от  $p = 660$  до  $p = 800$  мм рт. ст. по формуле

$$t_p = \left[ 444,6 + 69,010 \left( \frac{p}{p_0} - 1 \right) - 27,48 \left( \frac{p}{p_0} - 1 \right)^2 + 19,14 \left( \frac{p}{p_0} - 1 \right)^3 \right] \text{ } ^\circ\text{C.}$$

8. *Точка затвердевания цинка.* Площадка на температурной кривой при медленном затвердевании цинка весьма высокой чистоты (99,999% по весу) дает хорошо воспроизводимые температуры, имеющие непосредственную связь с температурой фазового равновесия.

Плавление и затвердевание цинка осуществляется в тиглях из искусственного весьма чистого графита (99,999% по весу), снабженных осевым колодецом для термометра; эти тигли, диаметром приблизительно 5 см и глубиной, достаточной для исключения влияния теплопроводности вдоль проволок термометра, нагреваются в простой печи с металлическим блоком.

В начале охлаждения, когда на стенке тигля начинается затвердевание, термометр вынимается, охлаждается до окружающей температуры, а затем снова вставляется в колодец, чтобы образовать вокруг колодца тонкую оболочку твердого цинка. Другой способ состоит в том, что термометр вынимается, когда показанная им температура на 0,01 град ниже температуры затвердевания, а на его место вставляется на 30 сек кварцевый стержень, после чего термометр снова вставляется в колодец. Температура, соответствующая площадке, является температурой равновесия между жидким цинком и этой твердой оболочкой, пока продолжается медленное затвердевание от наружной к внутренней части тигля. Предпочтительно применять инертную атмосферу, чтобы не допускать окисления графита и цинка; однако влияния на температуру площадки наличия окисла цинка в расплавленном металле, даже после продолжительного нагревания в воздухе, выявить не удастся. Установлено, что температура площадки повышается на 0,0043 градуса на атмосферу. Признаком достаточной чистоты образца цинка является то, что его интервал плавления не превышает приблизительно 0,001 град. Образцы цинка высокой чистоты, приготовленные в разных странах, дали температуры площадки практически одинаковые (с точностью до 0,0002 град). Образцы, дающие интервалы плавления приблизительно 0,01 град, дали температуры площадки более низкие — от 0,0004 до 0,0016 град.

9. *Точки затвердевания серебра и золота.* Температура равновесия между твердым и жидким серебром или между твердым и жидким золотом воспроизводится в закрытых тиглях либо из искусственного графита высокой чистоты, либо из керамики, либо из прозрачного кварца. При выборе размеров тиглей следует учитывать значительное увеличение объема металла во время плавления; их глубина должна быть достаточной для устранения влияния теплопередачи по проволокам термопары. Серебро должно быть защищено от действия кислорода во время плавления.

Тигель и его содержимое должны быть доведены до равномерной температуры, превышающей на несколько градусов точку плавления металла, а затем медленно охлаждаться. Термопара, помещенная в защитную трубку из фарфора или из любого иного подходящего огнеупорного материала и снабженная изоляторами, отделяющими обе проволоки, погружается в расплавленный металл, который затем оставляют застывать.

Получение температуры равновесия может быть проконтролировано по следующим признакам: электродвижущая сила термопары не должна

зависеть от небольших изменений глубины погружения во время последовательных затвердеваний и она должна оставаться практически постоянной в продолжение не менее чем пяти минут во время одного и того же затвердевания.

В области шкалы, расположенной выше  $1063^{\circ}\text{C}$ , в которой применяют формулу Планка, тигель, служащий для воспроизведения точки затвердевания золота, должен быть изменен таким образом, чтобы создать черное тело при температуре точки золота.

#### IV. Дополнительные сведения

1. *Формула зависимости сопротивления от температуры.* Интерполяционная формула для интервала температуры между  $0^{\circ}\text{C}$  и  $630,5^{\circ}\text{C}$ , данная в определении шкалы (раздел II, а),

$$R_t = R_0 (1 + At + Bt^2),$$

может быть написана в форме, данной Каллендером,

$$t = \frac{1}{\alpha} \left( \frac{R_t}{R_0} - 1 \right) + \delta \left( \frac{t}{t_{100}} - 1 \right) \frac{t}{t_{100}},$$

в которой

$$\alpha = \frac{1}{t_{100}} \left( \frac{R_{100}}{R_0} - 1 \right) \quad \text{и} \quad t_{100} = 100^{\circ}\text{C}.$$

Соотношения между коэффициентами

$$A = \alpha \left( 1 + \frac{\delta}{t_{100}} \right); \quad \alpha = A + Bt_{100};$$

$$B = -\frac{\alpha\delta}{t_{100}^2}; \quad \delta = -\frac{Bt_{100}^2}{A + Bt_{100}}.$$

Интерполяционная формула для интервала между  $0^{\circ}\text{C}$  и точкой кипения кислорода, данная в определении шкалы (раздел II, б),

$$R_t = R_0 [1 + At + Bt^2 + C(t - t_{100})t^3],$$

может быть написана в форме Каллендера — Ван Дюзена

$$t = \left[ \frac{1}{\alpha} \left( \frac{R_t}{R_0} - 1 \right) + \delta \left( \frac{t}{t_{100}} - 1 \right) \frac{t}{t_{100}} + \beta \left( \frac{t}{t_{100}} - 1 \right) \left( \frac{t}{t_{100}} \right)^3 \right]^{\circ}\text{C}.$$

Соотношения между  $A$ ,  $B$  и  $\alpha$ ,  $\delta$  остаются теми же, что и выше; другие соотношения следующие:

$$C = -\frac{\alpha\beta}{t_{100}^4}; \quad \beta = -\frac{Ct_{100}^4}{A + Bt_{100}}.$$

2. *Вторичные постоянные точки.* Помимо первичных постоянных точек, определяющих шкалу, которые приведены в табл. I, можно располагать другими исходными точками. Некоторые из этих точек с указанием их температур по Международной практической температурной шкале 1948 г. приведены в табл. II. Кроме тройных точек, каждая из них является температурой системы, находящейся в равновесии при давлении в 1 нормальную атмосферу. Формулы для температуры в зависимости от давления применимы в области давлений от  $p = 680$  до  $p = 780$  мм рт. ст.

3. *Соотношение между Международной практической температурной шкалой и термодинамической шкалой.* Когда в 1927 г. была принята Международная температурная шкала, она совпадала с термодинамической шкалой настолько близко, насколько позволял уровень знаний того



Вторичные постоянные точки при давлении в 1 нормальную атмосферу  
(кроме тройных точек)

	Температура °C (межд. 1948)
Температура равновесия между твердой двуокисью углерода и ее парами . . . . .	-78,5
$t_p = \left[ -78,5 + 12,12 \left( \frac{p}{p_0} - 1 \right) - 6,4 \left( \frac{p}{p_0} - 1 \right)^2 \right] ^\circ\text{C}.$	
Температура равновесия между твердой ртутью и жидкой ртутью . . . . .	-38,87
Температура равновесия между льдом и водой, насыщенным воздухом . . . . .	0,000
Температура тройной точки феноксибензола (окиси дифенила) . . . . .	26,88
Температура перехода десятиводного сульфата натрия . . . . .	32,38
Температура тройной точки бензойной кислоты . . . . .	122,36
Температура равновесия между твердым индием и жидким индием . . . . .	156,61
Температура равновесия между жидким нафталином и его парами . . . . .	218,0
$t_p = \left[ 218,0 + 44,4 \left( \frac{p}{p_0} - 1 \right) - 19 \left( \frac{p}{p_0} - 1 \right)^2 \right] ^\circ\text{C}.$	
Температура равновесия между твердым оловом и жидким оловом . . . . .	231,91
Температура равновесия между жидким бензофеноном и его парами . . . . .	305,9
$t_p = \left[ 305,9 + 48,8 \left( \frac{p}{p_0} - 1 \right) - 21 \left( \frac{p}{p_0} - 1 \right)^2 \right] ^\circ\text{C}.$	
Температура равновесия между твердым кадмием и жидким кадмием . . . . .	321,03
Температура равновесия между твердым свинцом и жидким свинцом . . . . .	327,3
Температура равновесия между ртутью и ее парами . . . . .	356,58
$t_p = \left[ 356,58 + 55,552 \left( \frac{p}{p_0} - 1 \right) - 23,03 \left( \frac{p}{p_0} - 1 \right)^2 + 14,0 \left( \frac{p}{p_0} - 1 \right)^3 \right] ^\circ\text{C}.$	
Температура равновесия между твердым алюминием и жидким алюминием . . . . .	660,1
Температура равновесия между твердой медью и жидкой медью (в восстановительной атмосфере) . . . . .	1083
Температура равновесия между твердым никелем и жидким никелем . . . . .	1453
Температура равновесия между твердым кобальтом и жидким кобальтом . . . . .	1492
Температура равновесия между твердым палладием и жидким палладием . . . . .	1552
Температура равновесия между твердой платиной и жидкой платиной . . . . .	1769
Температура равновесия между твердым родием и жидким родием . . . . .	1960
Температура равновесия между твердым иридием и жидким иридием . . . . .	2443
Температура плавления вольфрама . . . . .	3380

времени. Однако было признано, что последующие исследования должны пополнить наши знания об истинных расхождениях между значениями температур по двум шкалам. Когда желают определить значение температуры по термодинамической шкале, обычный способ заключается в получении температуры по Международной практической шкале и в переводе ее затем в термодинамическую температуру путем прибавления соответствующей разницы между шкалами. Однако эти разности должны быть определены экспериментальным путем; эти эксперименты трудно провести точно, ибо разности незначительны по отношению к абсолютным значениям температур. Некоторые из разностей, определенных в различных областях шкалы, даны ниже в порядке информации, чтобы показать современное состояние наших знаний о расхождениях между шкалами.

Учитывая не Достоверности этих разностей, представляется предпочтительным не изменять в настоящее время значения температур по Между-

народной практической шкале и продолжить уточнение наших знаний о разностях между шкалами. При желании можно улучшать средства для определения температур по Международной практической шкале, не меняя существенным образом значений температур. Такой образ действий устранил путаницу, которая возникла бы при слишком частых изменениях значений температур.

В интервале от  $0^\circ\text{C}$  до точки кипения серы сличения двух азотных термометров и эталонных термометров сопротивления были проведены в Массачусетском технологическом институте (1939 г.). Разности, найденные между термодинамической температурой в градусах Цельсия  $t_{\text{терм}}$  (определенные 1954 г.) и температурой  $t_{\text{межд}}$  (шкала 1948 г.) выражаются формулой

$$t_{\text{терм}} - t_{\text{межд}} = \frac{t}{t_{100}} \left[ -0,0060 + \left( \frac{t}{t_{100}} - 1 \right) (0,04106 - 7,363 \cdot 10^{-5} t) \right] \text{град.}$$

Это соотношение дает  $99,994^\circ\text{C}$  (терм.) для точки кипения воды и  $444,70^\circ\text{C}$  (терм.) для точки кипения серы; результаты, полученные с помощью двух газовых термометров, отличались на  $0,005 \text{ град}$  в точке кипения воды и на  $0,05 \text{ град}$  в точке кипения серы. В 1958 г. Физико-технический институт ФРГ опубликовал значение  $444,66^\circ\text{C}$  (терм.) для точки серы.

В интервале между точкой кипения кислорода и  $0^\circ\text{C}$  исследования, опубликованные Физико-техническим институтом (1932 г.) и Лейденским университетом (1935 г.), дали ряд значений, показывающих, что разности  $t_{\text{терм}} - t_{\text{межд}}$  имеют максимум, равный приблизительно  $+0,04 \text{ град}$  вблизи  $-80^\circ\text{C}$ . Ниже  $-100^\circ\text{C}$  некоторые из опубликованных разностей имеют противоположный знак. Эти разности имеют порядок возможных погрешностей при измерениях газовым термометром. Для точки кипения кислорода результаты, опубликованные после 1927 г. четырьмя лабораториями (и пересчитанные на основе значения  $T_0 = 273,15^\circ\text{K}$ , принятого в 1954 г.) дали  $90,191^\circ\text{K}$  в Физико-техническом институте (1932 г.),  $90,17^\circ\text{K}$  в университете Тохоку, Сендай, Япония (1935 г.),  $90,160^\circ\text{K}$  в Лейдене (1940 г.) и  $90,150^\circ\text{K}$  в Пенсильванском государственном университете (1953 г.). Присваивая одинаковый вес каждой из лабораторий, получаем среднее из этих четырех результатов, равное  $90,168^\circ\text{K}$  или  $-182,982^\circ\text{C}$  (терм.).

Практическая температурная шкала не определена ниже точки кипения кислорода.

Вблизи  $1000^\circ\text{C}$  за последние годы были проведены новые определения термодинамических температур точек затвердевания серебра и золота в ФРГ и Японии: в Физико-техническом федеральном институте (1958 г.) было получено  $962,16^\circ\text{C}$  (терм.) и  $1064,76^\circ\text{C}$  (терм.) для точки золота; в Токийском технологическом институте (1958 г.) для этих двух точек получено  $961,20^\circ\text{C}$  (терм.) и  $1063,73^\circ\text{C}$  (терм.), причем эти два последних значения очень мало отличаются от значений, опубликованных той же лабораторией в 1956 г.:  $961,28^\circ\text{C}$  (терм.) и  $1063,69^\circ\text{C}$  (терм.).\*

В области, расположенной выше точки затвердевания золота, применяется формула Планка. Эта формула соответствует термодинамической шкале и поэтому она должна бы давать истинное значение температур в градусах Кельвина, если бы были известны точные значения температуры в градусах Кельвина для точки затвердевания золота и константы  $C_2$ .

\* Ряд новых измерений термодинамической температуры был опубликован после рассмотрения настоящего Положения в Консультативном комитете по термометрии. Во ВНИИМ (СССР) с помощью нового газового термометра в 1959 г. получено значение  $419,57 \pm 0,02^\circ\text{C}$  (терм.) для точки затвердевания цинка, а в 1960 г. значение  $321,11 \pm 0,02^\circ\text{C}$  (терм.) для точки затвердевания кадмия. В 1959 г. во ВНИИМ с помощью двух газовых термометров получены значения для точки золота, равные  $1064,5 \pm 0,2^\circ\text{C}$  (терм.) и  $1064,4 \pm 0,2^\circ\text{C}$  (терм.). В 1961 г. сотрудники Физико-технического федерального института (ФРГ) пересчитали результаты своих работ 1958 г. и изменили значения точек серебра и золота на  $961,93^\circ\text{C}$  (терм.) и  $1064,48^\circ\text{C}$  (терм.) соответственно. (Ред.)

Анализ рассеяния значений атомных констант, опубликованный Калифорнийским технологическим институтом в 1955 г., привел к значению  $S_2$ , равному 0,0143888 м·град. Аналогичное исследование, выполненное в Университете Джона Гопкинса в 1957 г., дало значение 0,0143886 м·град.

Добавляя к определенным выше международным практическим температурам, выраженным в градусах Цельсия,  $T_0 = 273,15$  град, получают международные практические температуры, выраженные в градусах Кельвина. Вычитая  $T_0$  из абсолютных термодинамических температур, получают термодинамические температуры в градусах Цельсия.

Таблица III дает рекомендуемые обозначения; стрелки указывают направление перехода от температуры, определенной первоначально, к температуре, полученной путем изменения начала отсчета.

Таблица III

Международная практическая температурная шкала	
Международная практическая температура $t_{\text{межд}}$ Обозначение единицы: °С (межд. 1948) градус Цельсия международный практический 1948	Международная практическая температура (абсолютная) $T_{\text{межд}} = t_{\text{межд}} + T_0$ Обозначение единицы: °К (межд. 1948) градус Кельвина международный практический 1948
Термодинамическая температурная шкала	
Термодинамическая температура (в градусах Цельсия) $t = T - T_0$ Обозначение единицы: °С (терм.) градус Цельсия термодинамический	Термодинамическая температура (абсолютная) $T$ Обозначение единицы: °К градус Кельвина
$(T_0 = 273,15 \text{ град})$	

Примечание. В обозначении международной практической температуры индекс «межд» при  $t$  может быть опущен, если это не вызовет недоразумений.

И. И. КИРЕНКОВ  
ВНИИМ

## МЕТОДЫ ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРНОЙ ШКАЛЫ ВЫШЕ 10 000° С

*В статье рассматриваются пути создания аппаратуры для осуществления шкалы высоких температур, а также требования к этой аппаратуре и к высокотемпературным источникам излучения для этой работы.*

Осуществление температурной шкалы выше 10 000° С в принципе могло быть выполнено теми же методами, которые применяются для этой цели в настоящее время в пределах до 10 000° С [1—3]. Яркостный пирометр, визуальный или фотоэлектрический, градуируется методом секторных дисков или методом удвоения яркостей до температуры, допускаемой стабильностью лампы накаливания. Для более высоких температур применяются поглощающие светофильтры; их пирометрическое ослабление изучается с помощью того же градуируемого пирометра [3—4]. При этом допускается сложение поглощающих фильтров, которое облегчается, если применяется спектропирометр, использующий узкий спектральный интервал [3—5]. Ориентировочные расчеты подтверждают выполнимость такой градуировки до 40 000 + 50 000° С.

Однако передача значений от такой шкалы к рабочим приборам встретила бы непреодолимые затруднения. При температурах выше 10 000° С любое вещество находится в плазменном состоянии, и яркостные пирометры обычного типа неприменимы для измерения его температуры вследствие нестационарности и резких отступлений излучения вещества от излучения черного тела. Поэтому затруднительно построить излучатель, допускающий сравнение рабочих приборов с эталонными пирометрами существующих конструкций при температурах выше 10 000° С.

Для обеспечения возможности передачи значений шкалы высоких температур необходимо построить пирометр, по принципу действия способный измерять температуру какой-либо плазмы и в то же время допускающий градуировку эталонным методом по законам излучения абсолютно черного тела. При этом желательно применить такой плазменный источник, у которого характеристики излучения допускали бы возможно более широкое применение его для градуировки и поверки высокотемпературных пирометров разных типов.

Таким образом, построение температурной шкалы выше 10 000° С требует предварительного решения двух задач: выбора плазменного источника,

пригодного в качестве излучателя при градуировке или поверке пирометров разных типов, и разработки пирометра, способного измерять температуру выбранного источника и допускающего градуировку эталонным методом или методом сличения с эталонами.

В свете поставленной задачи интересным плазменным источником представляется «импульсный источник сплошного спектра» типа ЭВ-39 [6, 7]. Сплошной спектр излучения этого источника, по ориентировочным измерениям [7], близок к излучению черного тела при температуре около  $40\ 000^\circ\text{C}$ . Источник является импульсным: время горения составляет от 150 до 400  $\mu\text{сек}$ . Близость свойств излучателя к свойствам черного тела обеспечивает возможность его применения для градуировки и поверки разнообразных пирометров со спектральными характеристиками, не совпадающими с характеристиками образцового или эталонного прибора, применяемого для измерения температуры источника. Не исключена возможность применения других источников излучения. Этому вопросу посвящена статья В. В. Кандыбы\*.

При разработке пирометра, с помощью которого будет осуществляться шкала высоких температур при применении излучателя типа ЭВ-39, должны быть учтены особенности последнего.

Сплошной спектр излучателя типа ЭВ-39 обеспечивает возможность применения яркостного пирометра. Однако импульсный характер излучения требует создания малоинерционного прибора: его постоянная времени ориентировочно должна составлять  $10^{-5}$ – $10^{-6}$   $\text{сек}$ . Существующая эталонная фотоэлектрическая аппаратура не может обеспечить такую скорость изменения.

При разработке аппаратуры, позволяющей эталонными методами измерять высокую температуру импульсного источника излучения, желательно сохранить основной принцип действия существующей эталонной аппаратуры: модуляционный метод сравнения измеряемой яркости с эталонной. Однако при этом для обеспечения требуемого быстродействия необходима разработка принципиально новых систем модуляции.

Представляются целесообразными два способа осуществления малоинерционных систем модуляции для рассматриваемой цели:

1. **Электрическая модуляция.** Излучение от каждого из двух сравниваемых источников поступает на отдельный фотозлемент без модуляции. Фотозлементы включаются в мостовую схему, питаемую переменным током с частотой порядка  $10^5$ – $10^6$   $\text{гц}$ . Не исключено применение частоты  $10^6$   $\text{гц}$  от эталона частоты ВНИИМ. Разбаланс моста является мерой неравенства яркостей.

Для работы на указанной частоте можно применять вакуумные фотозлементы с внешним эффектом, например ЦВ-3, СЦВ-51 и т. д. Два фотозлемента целесообразно включить в два последовательных плеча моста, так как схема с последовательным включением двух вакуумных фотозлементов обладает высокой чувствительностью [8, 9]. Для лучшей работы фотозлементов питание моста должно содержать также постоянную составляющую. Напряжение разбаланса моста после усиления или без него подается на катодный осциллограф с фотоприставкой.

2. **Модуляция с помощью ячейки Керра.** При применении ячейки Керра излучение двух источников предварительно поляризуется в разных плоскостях (под углом  $90^\circ$  или меньше). Затем оба пучка света совмещаются и поступают в ячейку Керра, управляемую напряжением высокой частоты; при этом можно до некоторой степени сохранить принципы оптической модуляции, обеспечивающие высокую точность установок

\* См. статью настоящего сборника, стр. 165.

СПК и СП-4К [10, 11], и в то же время обеспечить высокую частоту модуляции. Для исключения тепловой инерции лампы при этом следует применять не строго нулевой метод, а записывать на катодном осциллографе переменную составляющую фототока, пропорциональную разности (по возможности — малой) сравниваемых яркостей.

Применяя указанные системы модуляции, необходимо учитывать неизбежную нестабильность фотоэлектронного устройства, измеряющего разность сравниваемых яркостей. Необходимо так построить оптическую часть установки, чтобы можно было непосредственно перед основным измерением и сразу после него проверять (градуировать) измерительное фотоэлектронное устройство путем сравнения известных яркостей. Кроме того, в оптической системе следует предусмотреть монохроматор, обеспечивающий использование узкого спектрального интервала.

Пирометрические установки, действующие по указанным принципам, позволят измерять яркостную температуру плазменного источника эталонным методом или методом сличения с эталонами. Тем самым может быть обеспечено осуществление и передача значений температуры до  $40\,000^\circ\text{C}$ .

Естественно, возможны другие способы измерения температуры указанного выше высокотемпературного плазменного источника, например основанные на радиотехнических методах измерения импульсных токов [7]. Однако описанные выше методы могут обеспечить надежную связь рассматриваемых измерений с основными пирометрическими эталонами и, следовательно, единство шкалы в широкой области температур.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Гордов А. Н., Лапина Э. А., Диомидова Т. Г., Воспроизведение международной шкалы температур на участке от  $1063^\circ\text{C}$  и выше, Труды ВНИИМ, вып. 5 (65), 1949, стр. 42.
2. Лапина Э. А., Воспроизведение международной температурной шкалы с помощью спектрального пирометра, Труды ВНИИМ, вып. 25 (85), 1955, стр. 54.
3. Киренков И. И., Ковалевский В. А., Крахмальникова Г. А., Воспроизведение шкалы яркостных температур фотоэлектрическим методом, «Измерительная техника», № 2, 1960, стр. 18.
4. Финкельштейн В. Е., О построении шкалы оптического пирометра в области высоких температур, Труды ВНИИМ, вып. 35 (95), 1958, стр. 36.
5. Рибо Г., Оптическая пирометрия, Гостехиздат, 1934.
6. Подмошенский И. В., Огурцова Н. Н., Исследование мощного импульсного разряда с ограниченным диаметром канала, «Оптика и спектроскопия», т. IV, вып. 4, 1958, стр. 539.
7. Огурцова Н. Н., Подмошенский И. В., Демидов М. И., Импульсный источник света с излучением, подобным излучению абсолютно черного тела при температуре  $\sim 40\,000^\circ$ , «Оптико-механическая промышленность», № 1, 1960, стр. 1.
8. Шерман А. Я., Березов Ф. А., Фотоэлектрический пирометр «Оптиматик», «Точная индустрия», № 12, 1939, стр. 13.
9. Турчин А. М., Электрические измерения неэлектрических величин, изд. 2, Госэнергоиздат, 1954.
10. Кандыба В. В., Ковалевский В. А., Фотоэлектрический спектропирометр высокой точности, ДАН СССР, т. 108, № 4, 1956, стр. 633.
11. Ковалевский В. А., О нулевом модуляционном методе при фотометрических измерениях, «Приборы и техника эксперимента», № 3, 1959, стр. 98.

Поступила в редакцию  
13/II 1961 г.

В. В. КАНДЫБА

ХГИМИП

## ОБ ИСТОЧНИКАХ ИЗЛУЧЕНИЯ ДЛЯ ПОСТРОЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРНОЙ ШКАЛЫ ВЫШЕ 10 000° С

*В статье приводится классификация высокотемпературных источников излучения и рассматриваются возможности их применения для построения шкалы высоких температур.*

В статье И. И. Киленкова «Методы осуществления температурной шкалы выше 10 000° С» \* поставлен актуальный вопрос обеспечения единства температурной шкалы в области весьма высоких температур, который является вполне своевременным в связи с современными направлениями развития техники и физики высоких температур.

Для решения поставленного вопроса в указанной работе предлагается использовать нулевой модуляционный метод, реализованный в спектропирометрических установках типа СПК [1, 2], позволяющий компарировать яркости градуируемого высокотемпературного источника и эталонной температурной лампы. В качестве высокотемпературного источника предлагается использовать «импульсный источник сплошного спектра» типа ЭВ-39 [3, 4].

Для передачи значений температуры от эталонной лампы к высокотемпературным излучателям должно быть осуществлено редуцирование яркости последних до уровня яркости лампы. Таким образом приемник излучения — фотоэлемент будет воспринимать световой поток, соответствующий яркостной температуре лампы. В этой связи представляют интерес следующие обстоятельства.

Для записи светового импульса излучателя типа ЭВ-39 длительностью порядка 150÷400 мксек необходимо применение усилительной аппаратуры с широкой по сравнению с установками СПК полосой пропускания, что приведет к усилению мешающего действия шумов фотоумножителя.

Поэтому при передаче значений температуры от эталонных ламп к высокотемпературным импульсным источникам излучения представляется целесообразным для повышения уровня полезного сигнала применять многоступенчатую систему сличения, например двухступенчатую.

Согласно такой системе с эталонной лампой компарируется промежуточный источник, с которым в свою очередь компарируется высокотемпера-

\* См. стр. 162 настоящего сборника.

турный источник. Целесообразно, чтобы в этом случае промежуточный источник работал не в импульсном режиме, а в непрерывном — как эталонная лампа. Это позволит повысить чувствительность первого компарирования за счет соответствующего повышения постоянной времени измерительной аппаратуры.

В качестве такого стабильного промежуточного источника может быть использована, например, плазменная струя (генерируемая электродуговым плазмотроном) при температурах порядка  $15\ 000^\circ\text{C}$  [5]. Градуированный плазмотрон далее используется для передачи значений температурной шкалы к высокотемпературным источникам, включая импульсные.

Стабильная плазменная струя формируется на воздухе при атмосферном давлении и поэтому имеет линейчатый спектр. Это обстоятельство требует высокой монохроматизации принимаемого фотозлементом излучения.

Мерой температуры плазмы является интенсивность спектральных линий. Согласно сообщению [5] могут быть использованы линии водорода, если их чернота излучения достаточно велика и постоянна.

Однако в связи с изложенным представляется возможным в данном случае применить — для получения стабильной яркости и для измерения температуры плазмы — метод, разработанный ранее в ХГИМИП для измерения температур несветящихся пламен [6, 7].

Согласно этому методу для измерения температуры пламя насыщается парами легкодиссоциирующих соединений соответствующих элементов, свободные атомы которых, находясь в термодинамическом равновесии, излучают линейчатый спектр с головной резонансной линией, интенсивность которой и является при известных условиях мерой температуры пламени. Применяя элементы с различными потенциалами возбуждения, возможно перекрыть весьма широкий диапазон температур. Для пламен обычно наиболее удобными являются элементы щелочной группы, в частности — натрий.

Результаты теоретического рассмотрения зависимости интенсивности спектральных линий от концентрации возбужденных атомов элемента в пламени [8], а также данные экспериментальных исследований, выполненных в ХГИМИП, показали, что при концентрации натрия в пламени порядка  $10^{12}$ — $10^{13}$  атомов в  $1\text{ см}^3$  резонансная *D*-линия натрия ( $\lambda = 0,589\ \mu\text{м}$ ) имеет в центре контура предельную при данной температуре яркость, соответствующую яркости черного тела. Спектральный интервал черного излучения линии при этом обычно составляет несколько десятых долей ангстрема, что является величиной, практически достаточной при применении специальных измерительных приборов [9, 10].

Использование промежуточного источника стабильной яркостной температуры, дающего монохроматическое черное излучение, очевидно, обеспечит возможность построения температурной шкалы до более высоких температур, например порядка  $40\ 000^\circ\text{C}$ , на основе метода интенсивности спектральных линий.

В случае применения излучения *D*-линии натрия длина волны такого источника, естественно, будет отличаться от эффективной длины волны, принятой в яркостной оптической пирометрии (порядка  $0,65\ \mu\text{м}$ ); это обстоятельство не является сколько-нибудь мешающим, так как пересчет температур для разных длин волн очень прост.

Однако, по-видимому, следует вообще отказаться от требования соблюдения «классической» эффективной длины волны в области весьма высоких температур, имея в виду смещение максимума излучения черного тела с ростом температуры, и практиковать применение новых значений эффективных длин волн, выбранных в коротковолновой части спектра.

Следует иметь в виду, что в области высоких температур могут быть использованы и другие источники высокой яркостной температуры. Одним



из высокотемпературных источников непрерывного действия, имеющим сплошной спектр, вероятно, может служить положительный кратер графитовой электрической дуги, в которой реализованы условия повышения температуры сублимации графита под действием высокого давления. Исключительно заманчивым представляется использование такого источника, как каналовая дуга [11], излучение которой достигает черного и характеризуется температурой порядка  $55\ 000^\circ\text{C}$ .

Представляет также большой интерес создание источников, использующих электрический взрыв проволоки [12]: сплошной спектр такого излучателя также близок к черному, реализуемые температуры достигают  $20\ 000 \pm 30\ 000^\circ\text{C}$  и даже  $70\ 000^\circ\text{C}$ .

Возможно применение для метрологических целей и иных источников высоких температур. В этой связи представляется возможным классифицировать источники высоких температур следующим образом:

- 1) источники, имеющие сплошной спектр излучения,
- 2) источники, имеющие линейчатый спектр излучения.

Эти источники в свою очередь подразделяются на:

- a) источники, работающие непрерывно,
- б) импульсные источники.

К группе 1.б можно отнести излучатель ЭВ-39 и электрический взрыв проволоки; группа 2.б характеризуется импульсными разрядными лампами; в группе 1.а находятся излучатели типа каналовой дуги; к группе 2.а относятся источники с плазменной струей и т. д.

В пределе задача осуществления температурной шкалы в области весьма высоких температур характеризуется случаем 2.б; техническое решение проблемы при этом сводится прежде всего к созданию быстродействующих компарирующих оптико-электронных систем, обеспечивающих большое разрешение по спектру и по времени.

Вопросы создания высокостабильных источников высоких яркостных температур при этом приобретают фундаментальное значение.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Кандыба В. В., Ковалевский В. А., Фотоэлектрический спектрометр высокой точности, ДАН СССР, т. 108, № 4, 1956.
2. Ковалевский В. А., О нулевом модуляционном методе при фотометрических измерениях, «Приборы и техника эксперимента», № 3, 1959.
3. Огурцова Н. Н., Подмошенский И. В., Исследования мощности импульсного разряда с ограниченным диаметром канала, «Оптика и спектроскопия», т. IV, в. 4, 1958.
4. Огурцова Н. Н., Подмошенский И. В., Демидов М. И., Импульсный источник света с излучением, подобным излучению абсолютно черного тела при температуре  $\sim 40\ 000^\circ$ , «Оптико-механическая промышленность», № 1, 1960.
5. Technical News Bull. NBS (USA), v. 44, № 7, 1960.
6. Кандыба В. В., Об измерении температуры пламени методом фотоэлектрической спектрометрии, Изв. АН СССР, сер. физ., в. 4, 1948.
7. Кандыба В. В., Об излучательной способности спектральных линий паров металла в пламени, Изв. АН СССР, сер. физ., т. 18, № 2, 1954, стр. 256.
8. Соболев Н. Н., К вопросу об измерении температуры пламен по линиям атомных спектров, ЖЭТФ, т. 19, № 1, 1949.
9. Кандыба В. В., Куцына Л. М., Варченко А. А., Дулашко Е. А., Аппаратура для измерения температуры пламени по интенсивности спектральных линий, Труды Комиссии по пирометрии при ВНИИМ, № 1, 1958.
10. Кандыба В. В., Боберский Г. А., Варченко А. А., Бюллетень технической информации ВНИИ Комитета стандартов, № 5-6, 1960.
11. Прайнинг О., Получение высоких температур (до  $55\ 000^\circ$ ) в лабораторных условиях, УФН, т. 55, в. 4, 1955.
12. Дотхе-Хольдгрёвен В., Получение и измерение высоких температур, УФН, т. 72, в. 3, 1960.

Поступила в редакцию  
3/V 1961 г.

К. С. ИЗРАИЛОВ

ВНИИМ

### ИНТЕРФЕРЕНЦИОННАЯ РАЗДЕЛИТЕЛЬНАЯ КАМЕРА ДЛЯ ГАЗОТЕРМИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ

*В статье описывается принцип действия, конструкция и основные параметры специального устройства — разделительной камеры, позволившего значительно улучшить метрологические свойства нового газового термометра и, тем самым, повысить точность газотермических измерений. Чувствительная металлическая мембрана камеры, смещение которой определяется интерференционным методом, отделяет газ в рабочем резервуаре термометра от газа в манометре и позволяет контролировать равенство давлений этих газов с погрешностью, меньшей 1 мк рт. ст.*

Термодинамическая шкала температур, теоретический способ построения которой был указан Кельвином [1], является единственной шкалой, не зависящей от рода и индивидуальных свойств термометрического вещества. Поэтому эта шкала служит эталоном, лежит в основе всех термометрических измерений и точность ее экспериментального осуществления определяет в конечном итоге точность любого измерения температуры.

Основным прибором для практического построения термодинамической шкалы температур до настоящего времени служит газовый термометр.

Данные измерений термодинамической температуры, полученные за последнее десятилетие, указывают на острую необходимость усовершенствования газотермической аппаратуры и на проведение на этой базе новых, более точных экспериментов.

В качестве примера, иллюстрирующего актуальность вопроса, укажем на тот факт, что разница между значениями термодинамической температуры затвердевания золота, полученными в Японии [2] в 1956 г. ( $1063,69 \pm \pm 0,05^\circ \text{C}$ ) и в ФРГ [3] — в 1957 г. ( $1064,76 \pm 0,1^\circ \text{C}$ ), составляет более 1 град и при этом значение, найденное в ФРГ, почти на 2 град отличается от численного значения температуры в точке золота ( $1063,0^\circ \text{C}$ ), принятого по международной шкале температур. Это значение, кстати, основывается на измерениях, выполненных еще в 1910 г. [4].

Определение термодинамической температуры с помощью газового термометра основано, как известно, на зависимости объема (при постоянном давлении) или давления (при постоянном объеме) определенной массы данного газа от температуры. Наиболее удобным и обеспечивающим большую точность измерений является газовый термометр постоянного объема, поэтому большинство газовых термометров в СССР и за рубежом построено по этому принципу.

Основным термометрическим параметром в газовом термометре является давление газа. Следовательно, точность газотермических измерений определяется в значительной степени точностью, с которой абсолютное давление газа может быть измерено. В настоящее время требуется, чтобы погрешность измерения давления для области средних температур была  $\pm 1$  мк рт. ст.

В связи с этим во ВНИИМ в течение ряда последних лет проводились научно-исследовательские работы по созданию нового точного газового термометра. Эти работы привели к введению в 1959 г. в строй более совершенного азотного газового термометра, в котором манометр в интервале температур от  $-182$  до  $+1000^\circ\text{C}$  может обеспечить измерение давления с требуемой точностью. Это позволило в 1960 и 1961 гг. получить новое значение термодинамической температуры затвердевания золота ( $T_{\text{Au}} = 1337,5 \pm 0,2^\circ\text{K}$ ) и кадмия ( $T_{\text{Cd}} = 594,260 \pm 0,013^\circ\text{K}$ ). Вместе с этим была впервые определена термодинамическая температура затвердевания цинка ( $T_{\text{Zn}} = 692,72 \pm 0,02^\circ\text{K}$ ).

Повышение точности измерения давления было достигнуто благодаря применению в новом термометре оригинальных устройств, составляющих основные его узлы. Конструкция и работа одного из этих устройств — разделительной интерференционной камеры — подробно рассматриваются в настоящей статье.

В новом газовом термометре применяется, кроме того, разделительная камера с емкостным отсчетом. Наличие двух камер, отличающихся принципом действия, позволяет более надежно определить погрешности, вносимые в измерения давления разделительной камерой. Устройство камеры второго типа, а также результаты ее исследования, приведены в другой статье автора\*.

Введение в конструкцию нового газового термометра разделительной камеры обеспечило ему ряд метрологических преимуществ, которых лишены существующие заграничные прецизионные газовые термометры. Характерным для этих газовых термометров является непосредственное присоединение (через узкую и короткую трубку) рабочего резервуара термометра к короткому колену манометра. Это приводит к возникновению ряда источников погрешностей измерения давления, а следовательно, и температуры. Рассмотрим основные погрешности, возникающие по этой причине.

Непосредственный контакт газа с парами ртути в манометре приводит к нарушению чистоты термометрического газа, что при измерениях различных температур может вызвать погрешность измерения давления из-за конденсации или испарения компонентов смеси рабочего газа.

Во всех газовых термометрах некоторая доля газа, содержащегося в части капилляра, идущего от резервуара к манометру, имеет температуру, отличающуюся от измеряемой. Это приводит к необходимости вводить поправку на температуру вредного объема\*\*. Для снижения связанной с этим погрешности уменьшают вредный объем. Поэтому манометр располагают в непосредственной близости от резервуара и, следовательно, рядом с термостатами, обслуживающими газовый термометр и имеющими различные температуры от  $0$  до  $1100^\circ\text{C}$  или до  $-182^\circ\text{C}$ . В таких условиях невозможно обеспечить требуемый температурный режим манометра. Это в свою очередь увеличивает погрешности, связанные с измерением температуры ртути по длине ртутного столба манометра, и погрешности, возникающие при отсчете высоты столба ртути по шкале манометра.

\* См. статью настоящего сборника, стр. 182.

\*\* Единственный газовый термометр без вредного объема, построенный в СССР под руководством проф. П. Г. Стрелкова, рассматривается ниже.

При измерении давления необходимо определять «нулевое» положение манометра, соответствующее равенству давлений газа в обоих его коленах. Однако требование обеспечить на время измерений постоянство массы и состава газа приводит для манометров прямого соединения с резервуаром к тому, что манометр на время длительных измерений не может быть отключен от резервуара. Таким образом исключена возможность контроля «нулевого» положения манометра в процессе измерения. Вместе с этим повышаются требования к чистоте и герметичности манометра. Кроме того, в этом случае использовать манометр параллельно для работы с резервуарами, наполненными другими газами, невозможно.

Перечисленные недостатки устраняются в новом газовом термометре ВНИИМ благодаря включению между коротким коленом манометра и рабочим резервуаром термометра специальной разделительной камеры. При помощи чувствительной и герметично заделанной мембраны эта камера разделяется на два отсека и позволяет по мере надобности отключать манометр от рабочего резервуара, не нарушая его наполнения. Короткое колено и линия, идущая от него к одному отсеку камеры, не являются теперь вредным объемом термометра, и поэтому размеры короткого колена и длина этой линии практически не ограничиваются. Манометр и рабочий резервуар термометра с термостатами могут быть размещены в разных помещениях, что исключает прямое воздействие термостатов на тепловой режим манометра.

Другой отсек камеры и присоединенный к нему резервуар могут быть предельно сближены, что уменьшает вредный объем. Размещение разделительной камеры в отдельном термостате позволяет ослабить и с большей надежностью учитывать влияние вредного объема на измерение температуры.

При наличии разделительной камеры измерение абсолютного давления в резервуаре сводится к измерению давления в коротком колене в момент уравнивания мембраны.

В СССР под руководством П. Г. Стрелкова был впервые создан газовый термометр без вредного объема [5] для измерения низких температур. Это было достигнуто путем разделения рабочего резервуара термометра при помощи металлической мембраны на две части: рабочую и измерительную, присоединенную к манометру. Такое, более совершенное использование мембраны для целей газовой термометрии возможно, однако, лишь при измерениях в области низких температур (от  $-182^{\circ}\text{C}$  и ниже), где изменение линейного коэффициента термического расширения материала мембраны и деталей, на которых она закреплена, вследствие изменения температуры сильно ослаблено. Благодаря этому погрешность от нестабильности «нулевого» положения мембраны вследствие термических деформаций сравнительно невелика, хотя и много больше  $\pm 1$  мк рт. ст., что при низких температурах пока приемлемо. В области средних и высоких температур термометры такой конструкции по этим причинам не могут быть использованы.

В литературе [6], без какого-либо описания, даются указания на то, что в Национальном бюро стандартов (США) применяется разделительная камера. Однако известно, что манометр, в комплекте с которым она работает, не используется в газовом термометре.

На рис. 1 представлена схема соединения разделительной камеры с другими основными узлами нового газового термометра постоянной плотности.

Рабочий резервуар 1 во время измерений погружается в термостат (на рисунке не показан), содержащий вещество, температура  $T$  которого определяется. Термометрический газ (применялся чистый азот), заполняющий рабочий резервуар, нагревается до этой температуры и передает свое давление  $P_T$  через капиллярную трубку 2 на ртуть в коротком колене 3 манометра. Как видно из рисунка, передача этого давления в манометр производится не непосредственно, а через разделительную камеру 3, постав-

ленную на пути от резервуара к манометру и заключенную в специальный термостат (на рисунке не показан).

Основным элементом камеры служит чувствительная к давлению металлическая мембрана 4, которая делит камеру на два независимых и вполне герметичных отсека. Мембрана является нулевым индикатором разности давлений газа, действующих со стороны резервуара термометра и со стороны короткого колена манометра. «Нулевое» положение мембраны, соответствующее равенству обоих давлений, фиксируется интерференционным или электронным измерительным устройством 5 и 6.

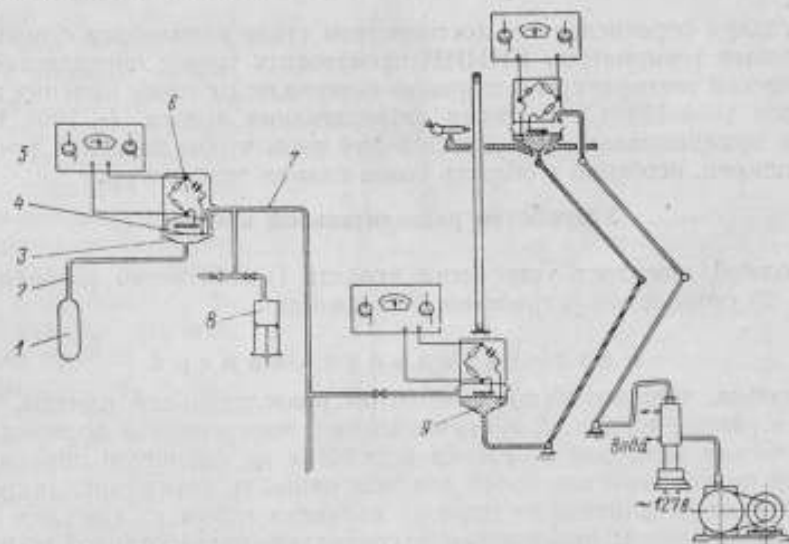


Рис. 1. Разделительная камера в газовом термометре.

Отсчет давления газа по манометру осуществляется в тот момент, когда мембрана, выведенная из «нулевого» положения под давлением газа в резервуаре, возвращается принудительно в это положение с помощью компенсатора давления 8. По измеренному таким образом давлению  $P_0$  при известной температуре  $T_0$  и давлению  $P_T$  при искомой температуре  $T$  последняя рассчитывается по формуле

$$T = T_0 \frac{P_T}{P_0} + \Delta T,$$

где  $\Delta T$  является поправкой, учитывающей неидеальность термометрического газа. Разделительная камера в газовом термометре позволяет:

- исключить загрязнение рабочего газа парами ртути;
- защитить ртуть в коротком колене манометра от окисления благодаря возможности содержать ртуть под вакуумом в перерывах между измерениями;
- уменьшить объем вредного пространства;
- не ограничивать объем газа в коротком колене и тем самым устранить влияние капиллярной депрессии ртути;
- значительно облегчить требования к герметичности короткого колена;
- проводить дистанционное измерение давления газа в резервуаре, что в свою очередь позволяет упростить задачу по термостатированию манометра, так как последний может быть установлен в отдельном термостатном помеще-

нии. \* Стабилизация же температурного режима манометра создает благоприятные условия для надежной работы его отсчетных устройств и для точного учета распределения температуры в важных для измерения участках;

ж) повысить точность измерения температуры вредного пространства за счет того, что большая его часть, принадлежащая разделительной камере, заключена в термостате самой камеры;

з) отделить в любой момент измерения манометр от резервуара, не нарушая его герметичности, и произвести проверку «нулевого» положения или использовать манометр для работы с резервуарами, наполненными другими газами.

Благодаря перечисленным достоинствам стало возможным с новым азотным газовым термометром ВНИИМ производить точное определение термодинамической температуры в широком интервале: от точки кипения жидкого кислорода ( $\sim -183^\circ\text{C}$ ) до точки затвердевания золота ( $+1064^\circ\text{C}$ ). Нет никаких принципиальных трудностей для того, чтобы интервал температур был расширен, особенно в область более низких температур.

### Устройство разделительной камеры

В полный комплект устройства входят: 1) собственно разделительная камера, 2) оптическое устройство, 3) термостат.

### Разделительная камера

Основным, чувствительным элементом разделительной камеры, изображенной в разрезе на рис. 2, является тонкая, полированная до зеркальности металлическая мембрана 5, слегка натянутая на фасонную оправку 3.

Отбор подходящей заготовки для мембраны, ее натяжение, закрепление и герметичное уплотнение на оправке являются одним из наиболее важных этапов сборки камеры, проводимым по специально разработанной технологии.

Из тонкого, хорошо прокатанного и отполированного листа металлической фольги, предварительно исследованной на отсутствие мелких царапин и сквозных микроотверстий, вырезают круглую мембрану требуемого диаметра. После обработки в растворителях (дихлорэтан, спирт, а затем дистиллированная вода) ее укладывают на оправку, предварительно промытую тем же способом. С помощью стального полого цилиндра, имеющего по торцу легко отделяемое кольцо, у мембраны по краю отгибают борт 11 высотой около 6 мм. По этому борту кольцо, снятое с цилиндра, закрепляет мембрану на оправке. Диаметр кольца и плотность его посадки на оправку подбирают так, чтобы создать необходимый натяг мембраны. Для повышения жесткости крепления и для вакуумного уплотнения мест соединения с оправкой мембрану запаивают по борту. Для этого в канавке 2 оправки расплавляют низкотемпературный ( $110 \div 160^\circ\text{C}$ ) припой \*\* (способ горячей пайки), поверх которого для лучшей герметичности заливают специальный клей (эпоксидная смола или гликольфталат). В ряде случаев можно ограничиться применением только клея (способ холодной пайки) и этим избежать нагрева мембраны, нарушающего до некоторой степени чистоту ее поверхности. Наиболее подходящим материалом для мембраны оказалась фосфористая бронза марки БРОФ 6,5-0,4 и БРОФ 4-25. Из расчета, а затем и экспериментально, были установлены оптимальные размеры мембраны: рабочий диаметр  $74 \div 76$  мм и толщина фольги  $26 \div 28$  мк.

\* На рис. 1 линией 7 условно изображена стеклянная трубка длиной  $\sim 20$  м, идущая от разделительной камеры, расположенной вблизи рабочего резервуара, к манометру, находящемуся в другой комнате.

\*\* Следует отметить сложность пайки: применение флюса при пайке исключено, так как последний легко проникает в подмембранное пространство и нарушает работу мембраны.

Материалом оправки 3 служит красная медь, близкая по термическому коэффициенту линейного расширения к материалу мембраны. Основание оправки, обращенное к мембране, обрабатывают до зеркальности по 14 классу чистоты поверхности и никелируют для защиты от коррозии. Оно имеет в центральной части выемку в форме сферического сегмента высотой около  $0,07 \pm 0,08$  мм, диаметром 76 мм и радиусом 6 м.

При стреле прогиба около 0,1 мм в мембране не возникают сильно ощутимые остаточные деформации. Таким образом, оправка является для мембраны одной из охранных поверхностей и образует вместе с ней первый отсек камеры с объемом, не превышающим  $0,2$  см<sup>3</sup>, что важно, так как подмембранное пространство камеры составляет часть вредного объема термометра, резервуар которого присоединяется к отсеку камеры с помощью стальной узкой (диаметр  $\sim 0,5$  мм) трубки 8.

К сферической выемке плавно, по закруглению радиусом 2 мм, примыкает плоский кольцеобразный участок оправки шириной приблизительно 3 мм. По этому участку нерабочая часть (край) мембраны прижата к оправке специальной перегородкой 4, приклеенной к дну крышки 7. Перегородка, толщиной 6 мм, изготовлена из оптического стекла и имеет со стороны мембраны точно такую же, как и у оправки, выемку. Благодаря этому перегородка служит другой охранный поверхностью, а пространство между ней и мембраной — вторым отсеком камеры. Кроме того, перегородка является важной деталью (зеркалом) оптического устройства камеры.

Крышка 7, изготовленная из красной меди, позволяет при помощи надежных на нее и на дно оправки фасонных фланцев, стягиваемых болтами, скрепить перегородку с оправкой так, что зажатый между ними край мембраны фиксируется жестко. По пазу 1 соединение крышки с оправкой запаивают припоем и дополнительно уплотнено клеем (эпоксидная смола или гликоль-фталат), чем достигается герметизация второго отсека. В верхней части крышки выточено углубление 9, в которое вводится интерференционная насадка 10, имеющая оптическую связь с мембраной и перегородкой через окно в крышке. Короткое колено манометра газового термометра сообщается со вторым отсеком камеры посредством штуцера, припаянного к крышке канала 6, идущего сквозь крышку, а также с помощью отверстий диаметром 0,5 мм, просверленных по окружности в перегородке.

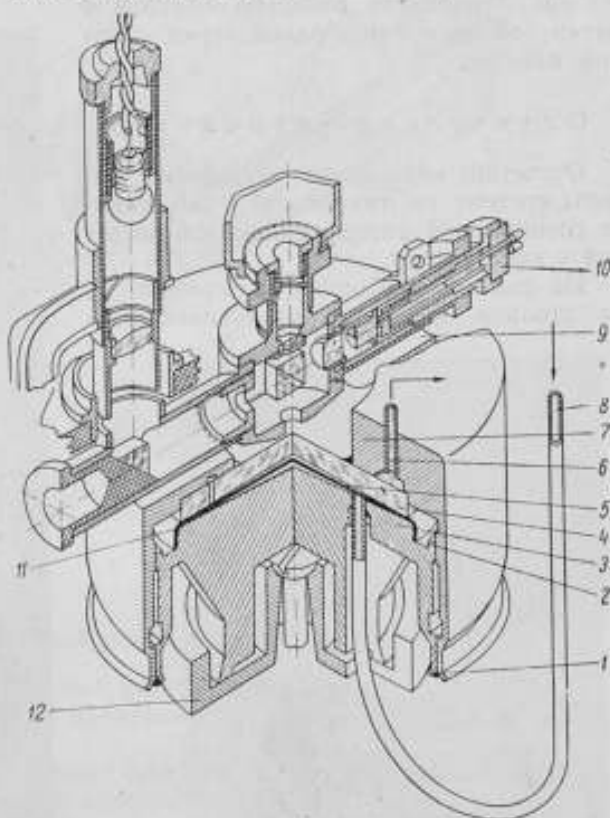


Рис. 2. Разделительная камера (разрез).

Вся камера установлена на плите 12, укрепленной на столике интерференционного микроскопа. Охранные поверхности, расположенные по обеим сторонам мембраны, ограничивают ее смещения в допустимых пределах, позволяющих исключить появление заметных остаточных деформаций при больших перепадах давления.

Было найдено, что прилегание мембраны к перегородке и оправке с газовыми отверстиями под действием избыточного давления 2 *ати* в отсеке также не вызывает у нее (мембраны) заметных вредных механических напряжений. На рис. 3 показана отдельно оправка с натянутой на нее мембраной перед сборкой камеры.

### Оптическое устройство

Отсчетное оптическое устройство камеры состоит из микроскопа, снабженного специальной интерференционной насадкой с светителем.

На рис. 4 изображен микроскоп 2, на столике которого установлена раз-



Рис. 3. Мембрана на оправке.



Рис. 4. Оптическое устройство разделительной камеры.

делительная камера. Винты 1 позволяют наклонять камеру в небольших пределах или же неподвижно закреплять ее на столике. С помощью винтов 9 камера может перемещаться на несколько миллиметров в горизонтальном направлении. Этим достигается «настройка» камеры вместе с оптическим устройством. На рис. 4, кроме того, видны фасонные фланцы 3 и 4, стягивающие детали камеры при помощи стальных винтов 8 (диаметр 6 мм), штуцер 7 и интерференционная насадка 5.

Микроскоп снабжен окуляр-микрометром 6 типа АМ-9-2 с увеличением 15 $\times$  и объективом 7  $\times$  0,18 со свободным рабочим расстоянием около 20 мм и дает видимое стократное увеличение проверяемого участка мембраны диаметром около 1,2 мм.



Интерференционная насадка, изображенная в разрезе на рис. 5, позволяет вместе с камерой получить в белом свете двойную интерференционную картину, с помощью которой фиксируется нулевое положение мембраны и можно измерять ее смещение. Картины интерференции возникают при взаимодействии световых пучков, отраженных от зеркальной поверхности мембраны 2 и зеркала 10 насадки (подвижная картина) и от зеркального слоя 4

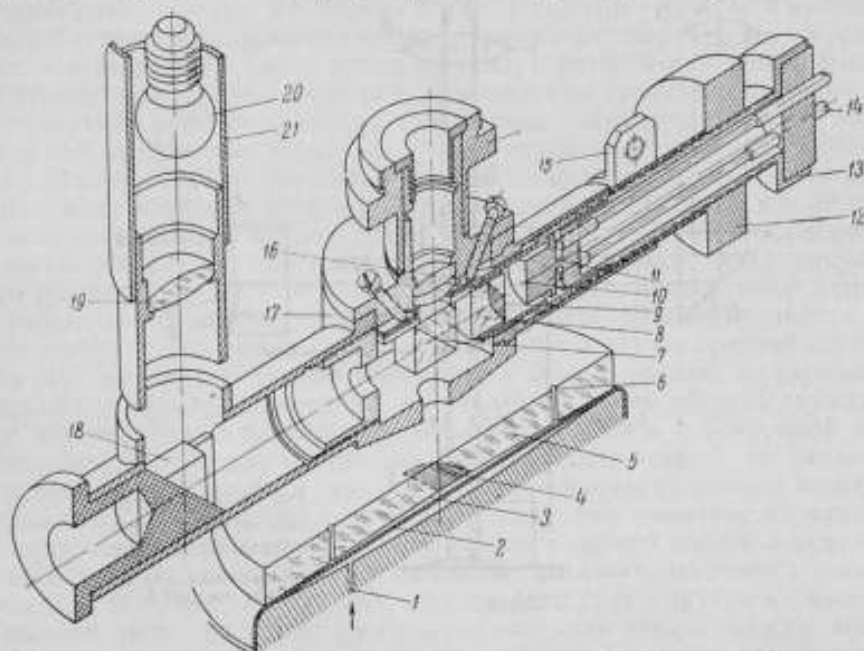


Рис. 5. Интерференционная насадка с осветителем (разрез).

на перегородке 5 и второго зеркала 9 насадки (неподвижная картина). Зеркальность мембраны достигается полировкой ее поверхности пастой ГОИ «4 микрона».

Зеркалом 10 служит полированная плоская поверхность торца цилиндра из фосфористой бронзы. Тонкая и короткая шейка 11 соединяет цилиндр с большой резьбовой втулкой 13, при завинчивании которой в средней втулке 12 зеркало 10 перемещается вдоль оси. Через отверстия в основании втулки 13 проходят винты 14, позволяющие за счет гибкости шейки 11 изменять в небольших пределах наклон зеркала 10. Изготовление этого зеркала из того же материала, что и мембрана, дает возможность повысить четкость соответствующей интерференционной картины вследствие уравнивания интенсивностей отраженных световых лучей. Зеркало 9 (на рис. 5 заштриховано) получается путем серебрения половины основания круглой стеклянной подушки 8, вырезанной из той же заготовки, из которой сделана перегородка 5. Этим достигается идентичность формы и толщины зеркал 4 и 9 и тем самым обеспечивается равенство длины оптических путей для проходящих через них лучей. Точность изготовления и установки зеркал 9 и 10 должна быть такова, чтобы иметь возможность при юстировке установить их строго на том же расстоянии друг от друга, на каком после сборки окажется зеркало 4 перегородки 5 относительно мембраны 2. Величина воздушного зазора 3 между последними колеблется в пределах  $60 \pm 70$  мк.

Средняя втулка 12, в которой цапговым зажимом и дополнительным проклеиванием неподвижно закреплены подушка и зеркало 9, завинчивается

в малую втулку 15 и вместе с ней через резьбовое соединение прикрепляется к основанию насадки 17. Втулки 12 и 13 неподвижно соединяются друг с другом и с втулкой 15 при помощи разрезных хомутиков, стягиваемых винтами. В результате достигается жесткая механическая связь всех опти-

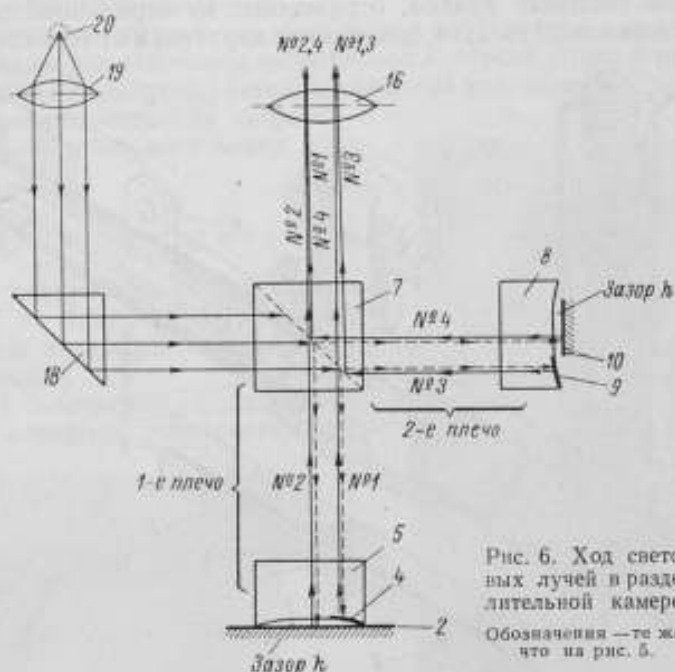


Рис. 6. Ход световых лучей в разделительной камере. Обозначения — те же, что на рис. 5.

ческих элементов интерференционного узла друг с другом и с тубусом микроскопа. Механические детали насадки изготовлены из фосфористой бронзы. На рисунке показаны осветитель 21 с лампочкой 20, конденсором 19, призмой 18, а также объектив 16 и отверстия 1 и 6 в оправке и перегородке, через которые в камеру поступает газ.

Ход световых лучей схематично показан на рис. 6, на котором сохранены обозначения рис. 5.

Свет от осветительной лампочки 20 (6,3 в и 0,28 а) через конденсор 19 поворотной призмой 18 направляется по оси насадки на полупрозрачную диагональную плоскость кубка 7. Здесь свет делится на два отдельных потока. Один поток падает на перегородку 5 и частью отражается от зеркала 4 (пучок № 1), а частью проходит насквозь и отражается от мембраны 2 (пучок № 2). Другой поток, пройдя кубик 7 и подушку 8, расщепляется на пучки, отражающиеся: пучок № 3 — от зеркала 9 и № 4 — от зеркала 10. Затем пучки обоих потоков направляются кубиком в тубус микроскопа и после прохождения через объектив 16 интерферируют соответственно: № 2 с № 4 и № 1 с № 3. В результате этого в поле зрения микроскопа через его окуляр наблюдаются две системы (картины) интерференционных полос.

Отметим особенности юстировки. При удалении из насадки втулок 12 и 13 (рис. 5) с зеркалами 9 и 10 тубус микроскопа наводят на резкую видимость зеркальной поверхности мембраны. Перемещая столик микроскопа с камерой, добиваются того, чтобы одна половина поля зрения была занята изображением мембраны, а другая — изображением зеркала 4.

При этом стремятся, чтобы прямолинейная граница зеркала 4 (линия раздела) оказалась приблизительно в середине поля. В центральной части

изображения мембраны всегда можно найти хорошо видимую точку пересечения двух тонких рисок (царапин), которые подходят вплотную к линии раздела. Эту точку принимают за нулевой отсчетный индекс. Глубина фокусировки такова, что можно отчетливо видеть индекс и линию раздела.

Фиксируя глазом это положение, заворачивают в малую втулку 15 среднюю втулку 12 до тех пор, пока не появится первая интерференционная (неподвижная) картина от зеркал 4 и 9. Наклоном камеры и вращением зеркала 9 устанавливают необходимую ширину полос картины и располагают эти полосы перпендикулярно линии раздела, с которой при этом совмещают и прямолинейную границу зеркала 9. Центральную ахроматическую (черную) полосу картины наводят на индекс. После этого хомутиком втулки 15 закрепляют в ней неподвижно втулку 12 и постепенно ввертывают в последнюю втулку 13 с зеркалом 10. Когда зеркала 9 и 10 окажутся друг от друга на расстоянии, равном ширине зазора между мембраной и зеркалом 4, в поле зрения микроскопа возникает вторая (подвижная) система полос интерференции. Наклоном зеркала 10 эти полосы также устанавливают перпендикулярно линии раздела и по ширине уравнивают с полосами неподвижной картины. Центральную ахроматическую (соответствующую нулевой разности хода лучей) полосу этой картины подводят к индексу. Хомутки средней втулки 12 полностью затягивают винтом и благодаря этому зеркало 10 укрепляется неподвижно в насадке. Положение выставленных таким образом двух систем полос интерференции является исходным для работы с мембраной и при соотнесенных друг с другом отсеках камеры соответствует ее «нулевому» положению. При появлении разности давлений в отсеках камеры подвижная картина смещается относительно неподвижной. Это смещение определяется в полосах подвижной картины по отношению к черной полосе неподвижной картины, выведенной на индекс. Равенство давлений отмечается моментом совмещения ахроматических полос обеих картин друг с другом и с индексом. Установкой полосу на индекс достигается фиксация зазора между мембраной и зеркалом 4 в одном и том же месте мембраны. Это позволяет исключить погрешность, которую могло вызвать изменение величины зазора вследствие местных неровностей на поверхности мембраны и кривизны зеркала 4, и избежать влияния перекосов тубуса и оптической части микроскопа на определение нулевого положения мембраны. Большое внимание поэтому уделяется качеству изготовления кубика 7 (рис. 5) и жесткости его закрепления в насадке, поскольку неточное выполнение формы кубика и его смещения до некоторой степени могут влиять на характер интерференционной картины.

### Термостат

Камера вместе с оптическим устройством помещена в термостат, служащий одновременно кожухом прибора. Температура в термостате поддерживается постоянной и близкой к комнатной (приблизительно 20° С) с погрешностью менее  $\pm 0,1$  град. Это достигается перегонкой воды из отдельного термостата типа ТС-15 с автоматическим регулированием температуры в пространство между стенками термостата камеры.

Осветитель микроскопа укреплен отдельно на специальном кронштейне вне термостата, имеет с разделительной камерой и микроскопом чисто оптическую связь и не нарушает поэтому их теплового режима.

### Результаты исследования

#### Чувствительность и стабильность мембраны

Мембрана пригодна для работы в камере, если она наряду с гладкой, не имеющей пор зеркальной поверхностью обладает достаточной чувствительностью вблизи «нулевого» положения и хорошей стабильностью, т. е. воспроизводимостью этого положения в рабочем диапазоне давлений.

$$\delta = \frac{\Delta w}{\Delta P}$$

подразумевается изменение стрелы прогиба  $\Delta w$  (в  $\mu\text{к рт. ст.}$ ) в центре мембраны, приходящееся на единицу изменения разности давлений  $\Delta P$ , действующих по обе ее стороны. Чувствительность зависит от материала мембраны, размеров, формы, способа закрепления и силы натяжения ее по краю. Влияние характера натяжения мембраны на чувствительность очень велико. Теоретически, из-за больших трудностей, возникающих при учете силы натяга, удается получить лишь грубую оценку чувствительности. Поэтому для данного экземпляра мембраны она рассчитывается по найденной из опыта кривой зависимости прогиба мембраны от давления.

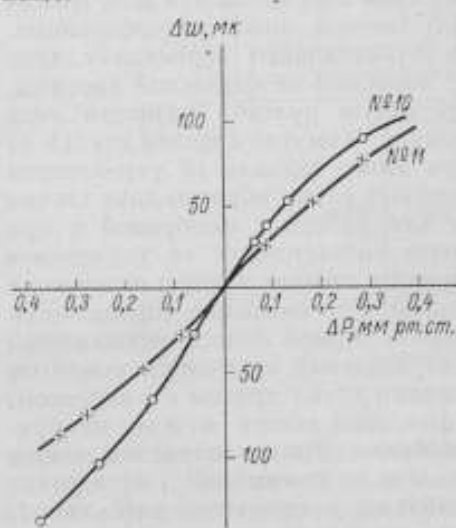


Рис. 7. Механические характеристики мембран.

ния определяется по смещению черной полосы подвижной интерференционной картины и оценивается в долях ширины полосы. Изображенная на рис. 7 кривая № 11 характеризует мембрану № 11, работающую в данное время в разделительной интерференционной камере, описываемой в настоящей статье. Из рисунка следует, что чувствительность мембраны № 11 вблизи «нулевого» положения очень большая и составляет  $\delta = 0,25 \mu\text{к}/\mu\text{к рт. ст.}$

Участок кривой в пределах стрелы прогиба  $\pm 90 \mu\text{к}$  прямолинейный и смещение мембраны в этом интервале можно считать вполне упругим.

Стабильность мембраны характеризуется погрешностью, с которой воспроизводится «нулевое» положение, т. е. положение, в которое возвращается мембрана при нулевой разности давлений. Стабильность зависит от упругих свойств материала мембраны, от качества его проката (равномерности толщины фольги, гладкости ее поверхности, наклепа и т. д.), от силы и равномерности натяга, от рода материала и чистоты обработки поверхностей деталей, прилегающих к мембране и закрепляющих ее по краю, а также от условий работы мембраны. В последнем случае нагрузка, которой подвергается мембрана, как и происходящее при этом смещение ее, должны быть такими, чтобы механические напряжения, возникающие в мембране,

полученные экспериментально типичные кривые приведены на рис. 7. Для снятия кривых мембрану на оправке (когда она еще не закрыта перегородкой и крышкой) устанавливают на столике интерференционного микроскопа. В подмембранном пространстве создается плавно меняющееся по величине избыточное давление или разрежение. Стрелу прогиба в центре мембраны измеряют при помощи микроскопа, а соответствующую этому прогибу разность давлений — микроманометром. В результате этих измерений устанавливают не только чувствительность, но и допустимую величину максимального прогиба мембраны, определяющую положение и основной размер охранных поверхностей. Чувствительность более точно проверяется после окончательной сборки камеры. В этом случае ее величина вблизи «нулевого» положения

не превосходили предела пропорциональности для данного материала. Выше было показано практическое решение этих вопросов. Рассмотрим здесь лишь одну весьма важную для стабильности мембраны юстировочную операцию, определяющую равномерность ее натяжения.

На мембране после закрепления ее на оправке почти всегда остаются в отдельных местах поверхности не выбранные натяжением небольшие складки. Это относится прежде всего к высокочувствительным мембранам, у которых натяг особенно мал. Если такие складки проходят по середине мембраны, то последняя считается негодной. Но если складки расположены ближе к краю, то при правильной дальнейшей сборке крышки они могут быть убраны. Определилась следующая последовательность сборки. Перегородку, крышку и оправку с мембраной собирают вместе при незатянутых болтах и устанавливают на столике интерференционного микроскопа. Его оптическое устройство настраивают, как и при основных измерениях, так, чтобы в поле зрения были видны две системы интерференционных полос, фиксированных на индексе. Затем, постепенно затягивая болты, наблюдают поведение этих полос. Если наступает сильное искажение их формы и ширины, то очередность и силу затяжки болтов изменяют, пока искажения станут незаметными. Вместе с этим после каждой затяжки в отсеки камеры подают воздух, давление которого постепенно увеличивают от долей до 1 атм. После сброса давления проверяют положение ахроматических полос. Затяжка идет правильно, если полосы, каждый раз не меняя вида, возвращаются в исходное положение. Только после полной затяжки болтов и при соблюдении указанных условий крышку спаивают с оправкой. Стабильность мембраны окончательно проверяют, когда все устройство разделительной камеры собрано и отъюстировано. Для этого к мембране попеременно с каждой стороны или одновременно прикладывают нагрузку различной интенсивности, знака и продолжительности. Сняв нагрузку, определяют положение ахроматической полосы интерференционной картины, полученной от мембраны, по отношению к ахроматической (черной) полосе от зеркала *A*. (Предельная нагрузка бралась с двухкратным запасом по сравнению с рабочей.) В результате многократных испытаний было установлено, что для мембраны № 11 разброс отклонений «нулевого» положения носит случайный характер и в диапазоне давлений от 0 до 1,5 атм наибольшее отклонение не превышает 0,25 полосы. В пересчете на давление фиксация «нуля» мембраны дается, таким образом, с погрешностью, меньшей  $\pm 0,5$  мкрт. ст. Чувствительность и стабильность мембраны № 11 оказались значительно более высокими, чем у мембран, работающих в прецизионных устройствах за рубежом.

#### Чувствительность и стабильность отсчетного устройства

Надлежащей юстировкой видимая в поле зрения микроскопа ширина полос интерференции может быть сделана сколь угодно большой. При ширине полос около 2 мм, что оказалось наиболее подходящим для измерения, смещение полос на  $\frac{1}{3}$  этой ширины может быть надежно зарегистрировано с помощью окуляр-микрометра, имеющего отсчетную сетку и бисектор. Таким образом, чувствительность устройства в единицах давления составляет около 0,2 мкрт. ст.

Стабильность работы отсчетного устройства определяется жесткостью механической связи между оптическими элементами и их держателями, участвующими в создании интерференционной картины, а также слабой его зависимостью от колебаний температуры. Это в первую очередь относ-

сится к кубику 7, зеркалам 9 и 10 и к держателям 12, 13, 15, к оправке с мембраной 2 и зеркалу 4 на перегородке (рис. 5).

Применение оригинальной насадки, создающей двойную картину интерференции, позволило полностью исключить влияние смещения тубуса микроскопа вместе с насадкой по отношению к оправке и мембране с перегородкой независимо от причины, вызывающей это смещение. Поэтому задача по созданию стабильного в работе отсчетного устройства упростилась и свелась к обеспечению лишь постоянства зазора между мембраной и перегородкой, с одной стороны, и между зеркалами 9 и 10 — с другой. Прочным механическим скреплением деталей насадки относительное смещение зеркал 9 и 10 было практически устранено. Втулки-держатели зеркал

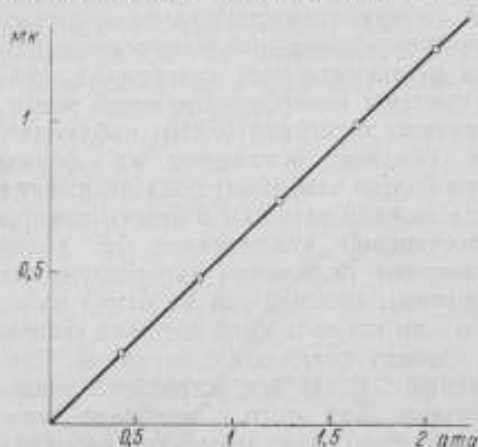


Рис. 8. Кривая смещения перегородки.

По оси абсцисс — избыточное давление в камере, по оси ординат — прогиб.

были изготовлены из однородного материала (бронза), места их соединения были предельно сближены, а линейные размеры их сделаны возможно малыми (длина наибольшей из втулок около 50 мм). Благодаря этому влияние температурных деформаций насадки, которое могло иметь место вследствие различия в тепловом расширении отдельных ее частей из-за неоднородности материала или градиента температуры по оси насадки, оказалось пренебрежимо малым. Прочность соединения крышки и перегородки с оправкой мембраны была обеспечена, как указывалось, стягиванием их при помощи фланцев и болтов. Контроль надежности этого соединения проверялся с помощью чувствительного оптиметра, щуп которого устанавливался в различных местах крышки. При надежной стяжке болтов деформации в этих местах под действием давления в камере (барометрический эффект) не были обнаружены.

Несмотря на значительную толщину стекла (6 мм), центр перегородки испытывает, вследствие изгиба стекла под давлением газа в камере, смещение, которое можно рассматривать как систематическую погрешность отсчетного устройства камеры. Определение этой погрешности проводилось отдельно. С этой целью одновременно в обоих отсеках камеры создавалось одинаковое давление, начиная от нуля до 1,5 ата. После приведения полос интерференции от зеркала 4 к индексу в полосах интерференции от мембраны измерялось смещение «нуля» (черной полосы) последней. На рис. 8 приводится полученный таким образом график, по которому может быть найдена необходимая поправка и исключена указанная систематическая погрешность.

#### Температурная погрешность камеры

Для определения суммарной температурной погрешности и установления необходимого температурного режима работы разделительной камеры были проведены исследования, при которых в термостате камеры, при одинаковых давлениях газа в ее отсеках, устанавливалась различная, но постоянная в течение определенных интервалов времени температура. В результате этих исследований, продолжавшихся 21 день в среднем около 7 ч в день и при различных вариантах изменения температуры от 17,5 до 23,5° С (что соответствует годовому колебанию температуры помещения), было установлено, что суммарная температурная погрешность камеры с мембра-

ной № 11 не превышает одной полосы интерференции на 1 град, что в пересчете на давление равноценно погрешности  $\pm 1$  мк рт. ст.

Таким образом, если проводить работу с камерой вблизи  $20^\circ \text{C}$  и поддерживать постоянно этой температуры с точностью  $\pm 0,1$  град, что обеспечивается термостатом, то суммарная температурная погрешность камеры составит по давлению не более  $\pm 0,1$  мк рт. ст.

Небольшая систематическая погрешность, которая, вообще говоря, должна быть учтена, возникает, кроме того, из-за смещения полос интерференции подвижной картины вследствие изменения показателя преломления газа в промежутке между зеркалом 4 и мембраной. Величина такого смещения пропорциональна длине  $l$  этого промежутка и давлению  $P$ . Однако при  $l < 0,1$  мм и  $P = 1,0$  ата указанная погрешность мала и может не учитываться. К важным параметрам разделительной камеры следует отнести также: 1) объем подмембранного пространства, поскольку он составляет часть объема вредного пространства термометра, и 2) герметичность камеры, поскольку ею определяется основное условие работы термометра: постоянство и чистота рабочего газа. В камере с мембраной № 11 объем подмембранного пространства может быть оценен в  $0,2 \text{ см}^3$  с погрешностью меньшей  $0,4 \text{ мм}^3$ .

Герметичность камеры должна рассматриваться как способность всего устройства обеспечить высокие требования вакуумной гигиены. Этот вопрос сам по себе представляет самостоятельный интерес и не может быть рассмотрен в рамках настоящей статьи. Несмотря на обильную литературу по этому вопросу, решение его применительно к рассматриваемой задаче потребовало: разработки специальной методики по вакуумной обработке и испытанию камеры на герметичность, отдельного исследования различных материалов с точки зрения их способности к адсорбции и десорбции газа в различных условиях измерения, а также выяснения необходимых мер по обеспечению чистоты и по защите от коррозии ответственных узлов камеры под действием влаги и паров ртути.

Разделительная интерференционная камера представляет собой портативное устройство и при небольших конструктивных дополнениях может быть превращена в прибор для измерения малых разностей давления с погрешностью  $\pm 1$  мк рт. ст. Диапазон измеряемых давлений может быть значительно расширен при использовании интерференции в монохроматическом свете с применением автоматического электронного счетчика интерференционных полос.

Разделительная камера сконструирована при участии КБ ВНИИМ (руководитель В. И. Лейкум) и изготовлена на заводе «Эталон» механиками С. Т. Васильевым, П. Ф. Катковым, В. Ф. Фроловым-Багреевым и оптиками Г. С. Ермолинским и Ю. А. Федосеевым под руководством начальника цеха А. И. Наам. Юстировка и испытание камеры выполнены старшим техником Н. А. Арефьевой.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Thomson W., Phil. Mag. 33, 1948, p. 313.
2. Oishi I., Awano M., Mochizuki T., J. Phys. Soc. of Japan, 11, 1956, p. 311.
3. Moser H., Otto I. und Thomas W., Z. f. Physik, Bd. 147, 1957, S. 59—75.
4. Day A. and Sosman R. B., Am. J. Sci. 29, 1910, p. 93.
5. Стрелков П. Г. и Боровик-Романов А. С., Газовый термометр нового типа и определение точки кипения водорода, ДАН СССР, т. 83, в. 1, 1952, стр. 59.
6. Procès-Verbaux CIPM, 23V, 1952, T87—93, T101—102.

Поступила в редакцию  
13/II 1961 г.

К. С. ИЗРАИЛОВ

ВНИИМ

### РАЗДЕЛИТЕЛЬНАЯ КАМЕРА С ЕМКОСТНЫМ ОТСЧЕТОМ

*В статье рассматриваются устройство и результаты эксперимента нового исследования разделительной камеры газового термометра, созданного во ВНИИМ. Камера представляет собой нулевой дифференциальный манометр, позволяющий по электрической емкости установить равенство давлений газом, отделенных друг от друга при помощи мембраны, с погрешностью, меньшей 1 мк рт. ст.*

Разделительная камера позволяет:

- а) исключить загрязнение рабочего газа парами ртути, находящейся в коленах манометра;
- б) значительно уменьшить объем вредного пространства термометра;
- в) удалить на значительное расстояние (около 20 м) манометр от термостатов, работающих с термометром, и расположить его в отдельном специально термостатированном помещении, обеспечив этим манометру требуемый температурный режим;
- г) отключать в любой момент манометр от рабочего резервуара термометра для проверки «нулевого» положения манометра или для использования его с другими рабочими резервуарами, наполненными другими газами.

Для выявления систематических погрешностей, обусловленных работой камеры, оказалось целесообразным применение разделительных камер\* двух типов, различающихся по принципу отсчета: интерференционной камеры и камеры с емкостным способом отсчета, рассматриваемой в настоящей статье. При наличии двух камер, присоединенных к различным резервуарам, в распоряжении исследователя оказываются, по существу, два отдельных газовых термометра, что дает возможность путем взаимных сличений повысить точность измерения.

#### Разделительная камера

Разделительная камера представляет собой нулевой дифференциальный манометр, который при помощи мембраны отделяет термометрический газ, находящийся в рабочем резервуаре газового термометра, от газа в коротком колене ртутного манометра и позволяет определить равенство давлений этих газов по положению мембраны в момент равновесия («нулевое» положение).

\* См. статью настоящего сборника, стр. 168.



Работа емкостной камеры основана на преобразовании прогиба упругой металлической мембраны под действием давления в изменение электрической емкости конденсатора, составленного из мембраны и помещенной вблизи нее проводящей пластины. Емкость конденсатора, соответствующая «нулевому» положению мембраны, фиксируется при помощи уравновешенного моста переменного тока, и, тем самым, контролируется равенство давлений по обе стороны мембраны.

Мостовой метод обеспечивает контроль равенства давлений в камере с погрешностью, меньшей  $\pm 1$  мк рт. ст.

В комплект камеры входят: собственно камера с термостатом (рис. 1) и мостовая электрическая схема.

Основным органом, воспринимающим изменение давления, служит мембрана 7 (рис. 1) из фосфористой бронзы с рабочим диаметром 74 мм, закрепленная по краю на основании оправки 9 (диаметром 82 мм) из красной меди. Способ натяжения мембраны и конструкция оправки описаны на стр. 172.

Круглый электрод 6 из нержавеющей стали, гальванически изолированный от мембраны, прижимает ее к оправке по плоскому участку шириной 3 мм и образует с мембраной конденсатор. Рабочие поверхности электрода и оправки, обращенные к мембране, имеют выемки в форме сферического сегмента высотой  $80 \pm 90$  мк и радиусом 6 мм. Благодаря этому по обе стороны мембраны создаются малые воздушные зазоры, составляющие отсеки камеры. Обе поверхности, обработанные по 14 классу чистоты поверхности, являются охранными, обеспечивающими защиту мембраны от недопустимых деформаций (см. стр. 173).

Отсек камеры, расположенный под мембраной, сообщается с резервуаром газового термометра при помощи капиллярной трубки 12 (диаметром 0,5 мм) из нержавеющей стали, проходящей внутри центрального узкого канала 8 в оправке.

Отсек между мембраной и электродом сообщается с коротким коленом ртутного манометра газового термометра при помощи восьми отверстий 17 (диаметром 0,5 мм), высверленных в электроде.

Фундаментом камеры служит фасонная стальная опорная плита 10, имеющая два ряда выступов, расположенных концентрически по кругу. На внутренних выступах устанавливается оправка с мембраной, а на наружных — стальная крышка 15, привинченная к опорной плите. Через отверстия в верхнем основании крышки проходят стальные винты, которые, упирясь в стальное кольцо 16, надетое на выступ 5 электрода, прижимают

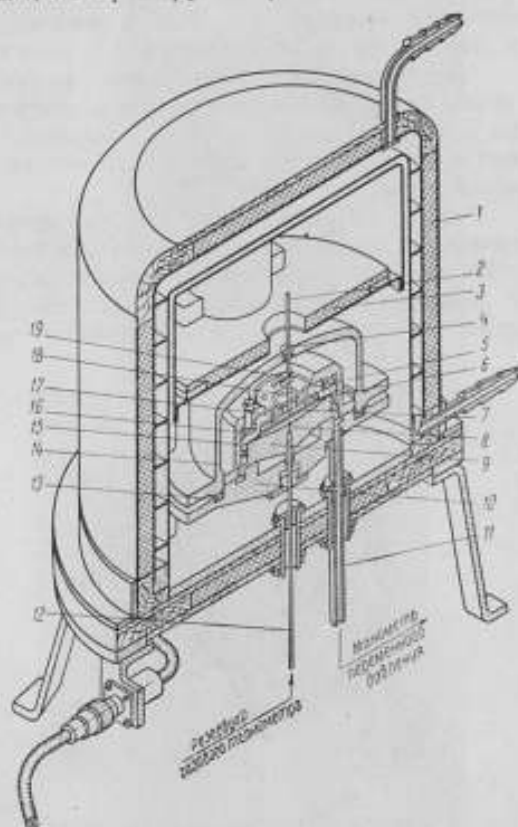


Рис. 1. Разделительная емкостная камера (разрез).

электрод к оправке с мембраной и весь этот пакет — к основанию плиты. Этим обеспечивается чрезвычайно важная для стабильной работы конденсатора относительная неподвижность его обкладок в местах их прилегания.

Опорная плита 10 при помощи стоек укреплена на столике из теплоизолирующего материала, поддерживающем камеру и кожух 1 термостата. Внутри кожуха разделительная камера закрыта стальным колпаком 14, который соединяется с плитой девятью болтами и своим выступом заходит в паз 13 плиты, заполненный уплотняющим резиновым кольцом.

Через отверстие 4 в колпаке проходит вывод 2 от электрода для включения мембранного конденсатора камеры в мост емкостей. Мост расположен на отдельном шасси 3, установленном на стойках столика вблизи камеры, и жестко механически связан с ней.

Вывод от электрода не нарушает герметичности колпака благодаря уплотнению отверстия при помощи изолятора из радиофарфора и покрытия эпоксидной смолой. Вывод 2 соединен со стержнем 18, идущим от электрода.



Рис. 2. Электрод мембранного конденсатора в стальной обойме.



Рис. 3. Электрод на оправке с мембраной.

ленточной пружиной 19, предохраняющей электрод от действия внешних толчков и возможных деформаций колпака. Пружина удалена от стенок колпака и других заземляемых вместе с мембраной частей камеры настолько, что небольшие ее смещения не вызывают заметных изменений емкости в измерительном плече моста.

Трубка 11, припаянная ко дну плиты, служит для подачи газа под колпак, а из него — в отсек камеры над мембраной.

Термостатный кожух 1 камеры имеет двойные стенки, между которыми протекает вода, поддерживающая в камере постоянную, близкую к комнатной температуру (примерно  $+20^{\circ}\text{C}$ ). Вода перегоняется в кожух из отдельного термостата типа ТС-15, в котором температура воды автоматически регулируется и может поддерживаться постоянной с точностью  $\pm 0,05$  град.

Электрод, диаметром 82 мм, являясь, наряду с мембраной, одним из наиболее важных элементов камеры, представляет собой сборную деталь (рис. 2), состоящую из трех отдельных частей: центральной — круглой пластины с выступающим стержнем, изолятора и обоймы. Служащая одной из обкладок конденсатора, пластина диаметром 50 мм, из нержавеющей



Рис. 4. Емкостная разделительная камера с крышкой.

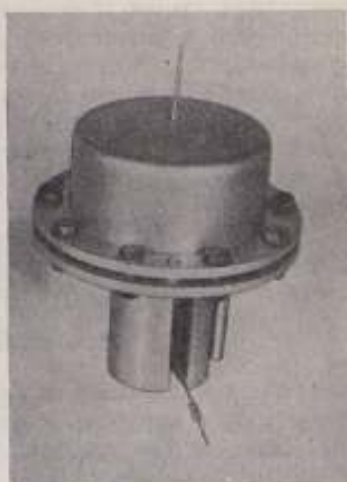


Рис. 5. Разделительная камера с колышком.



Рис. 6. Разделительная камера с мостом.



Рис. 7. Внешний вид емкостной разделительной камеры в термостатном кожухе.

стали, помещена внутрь обоймы и электрически изолирована от нее шайбой из кварца и боковым кольцевым пазом шириной около 0,5 мм. Гайка, навинчиваемая на стержень пластины, скрепляет ее с изолятором и обоймой.

Эпоксидная смола, заполняющая кольцевой паз и воздушные зазоры между обоймой и пластиной, повышает надежность электрической изоляции пластины и придает механической связи между частями электрода (пакету) дополнительную прочность.

Сопряжение частей электрода со стороны, обращенной к мембране, выполнено настолько тщательно, что переход от пластины к обойме на границе кольцевого паза не вызывает появления у мембраны заметных остаточных деформаций.

На рисунках изображены: электрод на мембране с оправкой (рис. 3), разделительная камера — с крышкой (рис. 4), с колпаком (рис. 5), с мостом (рис. 6) и в сборе под кожухом термостата (рис. 7).

### Мостовая электрическая схема

Схема предназначена для улавливания малых (менее 0,01 дж) смещений мембраны и для контроля постоянства емкости мембранного конденсатора камеры. Она состоит из следующих основных узлов: 1) моста емкостей с выходным трансформатором, 2) фазочувствительного индикатора равновесия моста (ФЧИ) и 3) источников стабилизированного питания.

Мембранный конденсатор камеры, составленный из мембраны и электрода, включен в плечо моста переменного тока, три остальных плеча которого имеют строго фиксированные по величине параметры. Принципиальная схема моста с разделительным трансформатором изображена на рис. 8. Плечо  $C_1$  представляет собой мембранный конденсатор.

Активные плечи  $R_2$  и  $R_3$  составлены из постоянных, прошедших старение марганцовых сопротивлений. Конденсаторы  $C_2$  и  $C_3$ , шунтирующие эти сопротивления, включены в мост для уравнивания его по фазе. Экспериментально было найдено, что подстройку моста по фазе наиболее целесообразно вести в плече  $R_2$  с помощью переменного воздушного конденсатора  $C_2$ .

В четвертое плечо моста входят два параллельно соединенных высокооборотных конденсатора с малым температурным коэффициентом емкости: 1) слюдяной конденсатор постоянной емкости  $C_4$  и 2) подстроечный воздушный конденсатор  $C_4'$ , имеющий, как и  $C_2$ , механическую фиксацию положения роторных пластин.

Подстроечный конденсатор  $C_4'$  выполняет вспомогательную роль и служит для окончательного подбора емкости плеча  $C_4$ , при которой мост с данным мембранным конденсатором и выбранными плечами  $R_2$  и  $R_3$  уравновешен. Роторные пластины конденсаторов  $C_2$  и  $C_4'$  присоединены к входным вершинам моста. К этим вершинам приложено питающее мост синусоидальной формы напряжение  $U = 4$  в эталонной частоты  $f = 1000$  гц.

Плечи моста ( $R_2, C_2$ ), ( $R_3, C_3$ ) и ( $C_4, C_4'$ ) укреплены неподвижно в отдельных колодках, жестко присоединенных к металлическому шасси моста. Колодки изготовлены из фторопласта-3, обеспечивающего сопротивление изоляции выше  $10^{12}$  ом\*, обладающего малым термическим коэффициентом линейного расширения в области температур  $10 \div 40^\circ$  С и способностью совершенно не воспринимать влагу.

На выходе моста стоит трансформатор (коэффициент трансформации 1:1), вторичная обмотка которого подключена к электронному индикатору равновесия со стрелочным выходным прибором.

\* Здесь, как и в дальнейшем, если не будет оговорено, имеется в виду сопротивление изоляции по постоянному току.

Сердечник трансформатора состоит из пермалловых пластин, покрытых тонким слоем шеллака. Обе обмотки трансформатора проклеены и плотно уложены в отдельные, изолированные друг от друга незамкнутые латунные экраны. При таких экранах короткозамкнутые витки отсутствуют. Изолятором между экранами служит фторопласт-3.

Трансформатор заключен в кожух, состоящий из железного герметичного футляра и вложенного в него набора полых цилиндров из латуни и пермаллоя. Кожух защищает трансформатор от влияния помех, вызванных внешними электромагнитными полями, и устраняет паразитную связь между трансформатором и мостом. Трансформатор смонтирован на том же шасси, что и мост, но достаточно удален от его плеч.

Весь мост вместе с трансформатором плотно закрыт со всех сторон железным экраном (на рис. 8 обозначен пунктиром) и, кроме того, помещен внутри кожуха термостата камеры. Этим достигается надежная защита моста от действия влаги и изменения температуры в помещении.

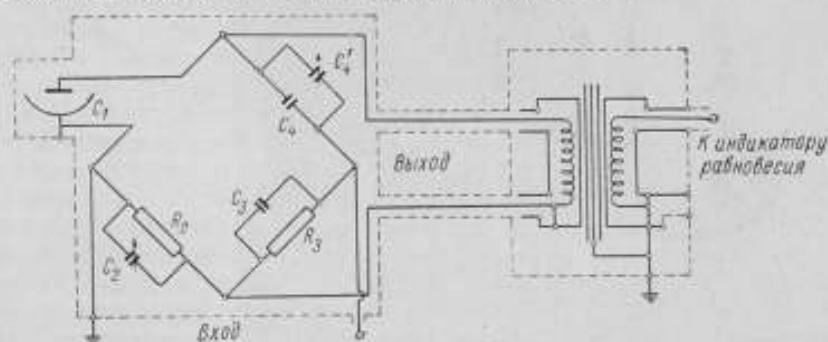


Рис. 8. Принципиальная схема моста разделительной камеры.

Одна из входных вершин моста, его экран, кожух трансформатора с сердечником и экраном вторичной обмотки, оправка с мембраной, а также столик с кожухом термостата разделительной камеры — заземлены. Один из концов каждой обмотки трансформатора присоединен к экрану обмотки согласно схеме (рис. 8).

Было установлено, что помещать плечи моста в особые экраны нет необходимости. При монтаже стремились расположить плечи моста так, чтобы, с одной стороны, они оказались вблизи одной и той же изотермической поверхности, а с другой стороны, — на таком удалении друг от друга и от экрана моста, чтобы возможное изменение емкостной или индуктивной связи между ними было практически пренебрежимо малым.

Жесткий монтаж всех плеч моста и трансформатора позволил исключить механическое смещение этих элементов по отношению друг к другу и к кожуху моста и обеспечил относительную неподвижность как обмоток трансформатора, так и первичной обмотки по отношению к измерительной (выходной) диагонали моста.

При такой схеме мост сам по себе оказался максимально освобожденным от искажающего влияния переменных паразитных емкостей и утечек. Мост со снятым экраном изображен на рис. 9.

В качестве индикатора равновесия моста применяется фазочувствительная электронная схема, имеющая на выходе стрелочный магнитоэлектрический прибор с нулем посередине шкалы (микроамперметр 50—0—50 мкА, типа М-24).

Мостовая схема в сочетании с таким указателем равновесия позволяет не только точно установить момент прихода мембраны в «нулевое» поло-

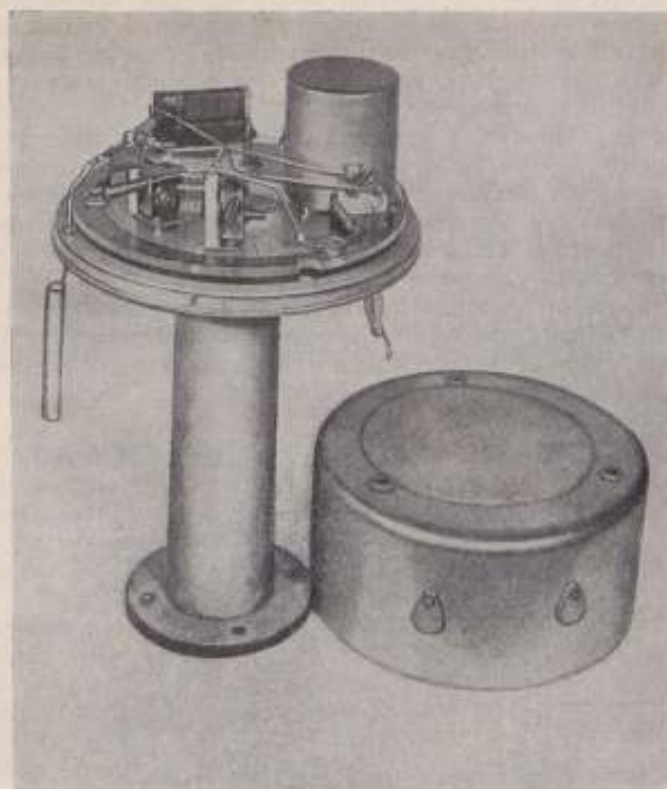


Рис. 9. Мост емкостей со снятым экраном.



Рис. 10. Внешний вид фазочувствительного индикатора ранновесия моста (ФЧИ).

жение, соответствующее равенству давлений в отсеках камеры, но и по отклонению стрелки выходного прибора при разбалансе моста судить о знаке разности этих давлений, что требуется знать для быстрой и необходимой регулировки компенсатора давления, предназначенного для выравнивания давлений в камере.

Индикатор равновесия моста вместе со своим усилителем, служащим для питания моста, и с другими вспомогательными приборами объединены в одно устройство — фазочувствительный индикатор равновесия моста (ФЧИ), смонтированное на общем шасси (рис. 10).

### Особенности конструкции и юстировки

Одной из важных особенностей емкостной камеры, способствующей повышению стабильности ее работы, является максимальное освобождение электрода от действия разности между давлениями наружного воздуха и газа внутри камеры. Согласно принятой конструкции электрод расположен под колпаком, который сообщается с пространством между мембраной и электродом. Таким образом, в момент измерения, когда давления в обоих отсеках камеры уравновешены, давление газа на электрод одинаково со всех сторон и, следовательно, не может вызвать его смещений.

При неравенстве давлений в отсеках мембрана прижимается к электроду и тем самым передает на него давление газа. Сила этого давления достаточно велика (при давлении в 1,5 *атм* сила составит около 50 *кГ*), если иметь в виду, что в расчет принимаются смещения электрода порядка 0,01 *мк*. Поскольку в таком положении мембраны измерение давления не производится, то для устранения влияния указанной силы на емкость достаточно, чтобы смещение электрода под действием силы давления было упругим. В этом случае емкость, соответствующая «нулевому» положению мембраны (равенству давлений), будет надежно воспроизводиться.

Выполнение этого требования, как было показано выше, достигается плотным соединением пакета, составленного из диска, изолятора и обоймы, обеспечением необходимой механической прочности электрода в целом и жесткостью его связи с оправкой мембраны (см. стр. 185).

Заметные остаточные деформации в мембране могут возникнуть, если качество сборки ее охранных поверхностей и чистота их обработки будут недостаточно высокими. Обработка прилегающих к мембране поверхностей деталей производилась по 14 классу чистоты поверхности. Появление заметного града на краях высверленных отверстий в электроде не допускалось. Контроль при сборке осуществлялся с помощью интерференционного микроскопа и измерителя емкостей. По ширине и кривизне интерференционных линий оценивалась не только чистота обработки поверхностей, но и плавность переходов между сопрягаемыми поверхностями, особенно на участке, где электрод соединяется с оправкой, а также на границе между диском и обоймой. Было найдено, что радиус сопряжения в этих местах должен быть порядка 20 *мм*.

Равномерность и сила давления винтов, прижимающих электрод к оправке, проверялись по электрической емкости между мембраной и электродом. Нестабильность емкости указывала, до некоторой степени, на недостаточность этой силы и на возможность появления складок на мембране в момент затяжки винтов. Изменением порядка и силы затяжки винтов это обстоятельство устранялось.

Требования к общей чистоте всех частей разделительной камеры, сформулированные в другой нашей статье\*, здесь имеют еще большую силу.

\* См. статью настоящего сборника, стр. 172.

так как прибавляется условие создать между диском и мембраной высокую (не менее  $10^{10}$  ом) электрическую изоляцию и получить достаточно малую активную составляющую полного сопротивления плеча моста с мембранным конденсатором.

Решение этого вопроса усложняется из-за малых зазоров между обкладками конденсатора ( $\sim 80$  мк) и между диском и обоймой ( $\sim 0,5$  мм). Попадание в эти зазоры пылинок из атмосферы может привести к резкой потере электрической добротности конденсатора, к изменению чувствительности и стабильности работы электрической схемы, а также к уменьшению стабильности прогибов самой мембраны. В связи с этим была разработана специальная методика промывки, высушивания и покрытия ответственных деталей изоляционным слоем эпоксидной смолы.

Установка электрода на оправке с выгодным расстоянием между ним и мембраной (80 мк) производилась экспериментально. По кривой зависимости стрелки прогиба  $\Delta w$  в центре мембраны от давления  $\Delta P$  (рис. 11)

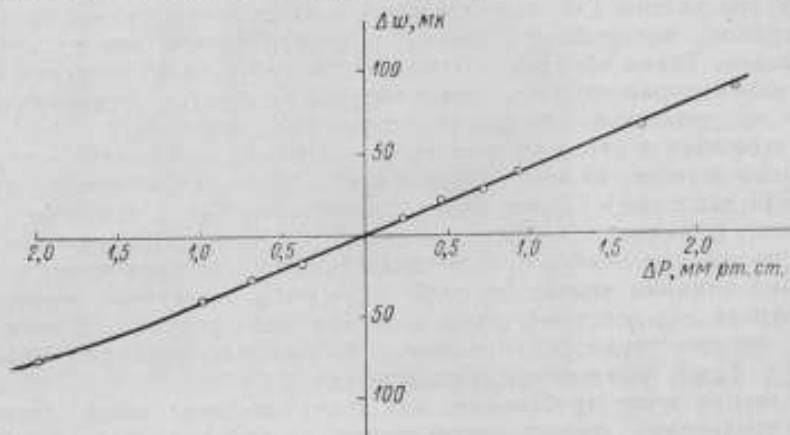


Рис. 11. Механическая характеристика мембраны 1Е емкостной камеры.

определялся наибольший прогиб в пределах ее прямолинейного участка. Величина прогиба служила оценкой допустимого зазора. Учитывая некоторые местные неровности на мембране, при установке электрода на этот зазор постепенно сошлифовывали прилегающий к мембране плоский участок электрода. Процесс подгонки зазора состоял в следующем.

При изготовлении электрода зазор между электродом и мембраной создавался несколько большим рабочего ( $\sim 90$  мк). Выполнение этого требования проверяли оптиметром. Однако после доводки поверхностей вмешательство щупа оптиметра было нежелательно, поэтому в процессе подгонки оценка зазора производилась по емкости между электродом и пробной плоской пластиной.

Окончательную подгонку зазора контролировали двояко: по емкости между электродом и мембраной, на которой его устанавливали, а также по давлению, при котором между мембраной и электродом наступает короткое замыкание. В последнем случае, зная величину этого давления и чувствительность мембраны (стрела прогиба, приходящаяся на 1 мк рт. ст.), можно было определить полный прогиб, а следовательно, и зазор между мембраной и диском. В процессе такой проверки предварительно оценивалась и стабильность смещений мембраны.

Для измерения емкости мембранного конденсатора служил прибор типа ИЕ-2 завода «Эталон», позволяющий заметить изменение емкости меньше 0,1 пф.



Юстировка электрической схемы сводилась:

- а) к уравниванию моста по двум параметрам: модулю и фазе;
- б) к настройке ФЧИ таким образом, чтобы его показания при постоянных  $R_2$ ,  $R_3$  и  $C_4$  определялись только величиной  $C_1$  конденсатора камеры в измерительном плече моста и в требуемых пределах не зависели от расстройки конденсатора  $C_2$  моста при его фазировке.

Такую особенность ФЧИ приобретает благодаря наличию в его схеме синхронного детектора с присущими ему фазочувствительными свойствами и специального электронного фазовращателя на входе этого детектора. С помощью фазовращателя производится корректировка фазового сдвига, вносимого в сигнал разбаланса моста его разделительным трансформатором и следующим за ним усилительным трактом. Это позволяет сделать ФЧИ нечувствительным в достаточно широких пределах к изменениям реактивной составляющей вектора напряжения разбаланса моста, зависящей от величины  $C_2$ .

В процессе юстировки анализировали с помощью осциллографа форму сигнала на выходе усилителя моста при различных вариантах разбаланса, а с помощью лампового вольтметра определяли наибольшую величину этого сигнала, при которой не возникает перегрузка схемы ФЧИ. Это обеспечило при дальнейшей работе дополнительный контроль момента полного уравнивания моста и позволило определить ту долю, которую вносит в разбаланс моста отдельно расстройка его по фазе. Помимо уверенности в надежности работы всей электрической схемы индикатора равновесия моста, такой двойной контроль дает возможность судить о поведении паразитных утечек в мосте, оценить активную составляющую полного сопротивления его измерительного плеча, а также установить момент, когда случайные изменения величины этой активной составляющей вышли из допуска. В результате перечисленных мер было достигнуто все необходимое для того, чтобы постоянно следить за чувствительностью и стабильностью работы разделительной камеры и ее мостовой схемы.

#### Результаты исследования камеры

Электрическая мостовая схема дает возможность регистрировать очень малые (менее 0,01 мк) смещения мембраны. Следовательно, требования к чувствительности мембраны могут быть снижены. В свою очередь это облегчает изготовление стабильных в работе мембран, поскольку сила натяга может быть повышена. На рис. 11 приведена механическая характеристика мембраны 1Е, работающей в разделительной емкостной камере нового газового термометра, с которым недавно были получены точные данные о термодинамической температуре плавления и затвердевания золота, цинка и кадмия. Из этой характеристики следует, что чувствительность мембраны 1Е вблизи «нулевого» положения составляет

$$\delta_w = 0,04 \text{ мк/мк рт. ст.},$$

а прогибы вплоть до 100 мк прямо пропорциональны давлению. Поэтому принятые зазоры между мембраной и охранными поверхностями в 80 мк являются оптимальными при данных условиях.

Небольшой загиб характеристики (левая нижняя ветвь), наступающий при прогибах больших 70 мк, указывает на приближение мембраны к охранной поверхности оправки. При снятии характеристики над мембраной не была установлена охранный поверхность (электрод).

Исследование одного из наиболее важных параметров разделительной камеры — стабильности ее работы при «нулевом» положении мембраны — складывается из комплекса экспериментов, позволяющих выделить и оценить влияние отдельных источников нестабильности. Сюда относятся главным

образом вопросы, связанные с влиянием на работу комплекта камеры внешних электромагнитных полей и механических толчков (вибраций), влажности воздуха, изменений температуры, величины давлений газа в камере, а также непостоянства частоты и величины напряжений, питающих мостовую электрическую схему.

Влияние на баланс моста и показания ФЧИ электромагнитных наводок, которые могут, вообще говоря, изменять амплитуду и гармонический состав как напряжения, питающего мост, так и напряжения измеряемого сигнала, рядом принятых мер было доведено до пренебрежимо малой величины.

Помимо надлежащей экранировки схемы, о которой говорилось выше, в схемы усилителей на входе и выходе моста были введены электронные резонансные фильтры — пробки, остро настроенные на частоту питания моста (1000 гц) и имеющие достаточно стабильные параметры.

Ширина полосы пропускания фильтра вблизи резонансной частоты 1000 гц составляет не более  $5 \pm 8$  гц. Кроме того, принятая схема вполне уравновешенного моста обеспечила слабую зависимость условий равновесия от частоты и амплитуды питающего напряжения, а применение в качестве индикатора равновесия фазочувствительного синхронного детектора, представляющего собой симметричный электронный мост и обладающего высокими избирательными свойствами, позволило исключить практически влияние гармоник.

Помехи, носящие импульсный характер и вызванные, например, искрением в близко расположенных к установке термоконтактных реле, проникают до некоторой степени в измерительную схему. Но они вызывают лишь кратковременные и к тому же характерные, легко отличаемые от действия полезного сигнала «толчки», приводящие к небольшим (в пределах пяти делений) кратковременным смещениям «нуля» стрелки прибора на выходе индикатора равновесия моста. «Ноль» полностью восстанавливается вместе с исчезновением помехи, и потому затруднений в отсчете такая помеха не вызывает. В результате подбора постоянной времени прибора быстро сменяющиеся импульсные помехи вообще не оказывали действия на показания прибора.

Небольшая зависимость баланса моста от частоты также не играет заметной роли, поскольку в нашем случае для питания моста использовалось усиленное напряжение от эталонного генератора высокостабильной ( $2 \cdot 10^{-8}$ ) частоты 1000 гц. После прохождения через фильтр этот сигнал приобретает синусоидальную форму и достаточно стабилизируется по амплитуде.

Возможность питать мост напряжением от генератора эталонной частоты явилась одной из причин применения мостовой схемы для фиксации емкости мембранной камеры. Мостовая схема, помимо простоты, оказывается более надежной в смысле обеспечения стабильности по сравнению с методом генератора на биениях, который был применен для емкостного отсчета в Национальном бюро стандартов (НБС) \* США и обладает большей разрешающей способностью. Последний метод требует для контроля частоты генератора, питающего схему, периодического включения в его колебательный контур замещающего эталонного конденсатора. Подключение должно производиться переключателем, обладающим высокостабильной собственной емкостью. Исследования показали, что при тех требованиях, которые предъявляются к стабильности емкости (сотые доли пикофарад), создание такого переключателя наталкивается на трудности, преодолеть которые полностью не удастся. А именно, из-за емкостной связи через переключатель изменительная емкость при ее отключении все же влияет на параметры колебательного контура генератора, чем сильно затрудняется контроль его частоты.

\* *Proces-Verbaux* СІРМ, 23-В, 1952, Т87—93, Т101—102.

Питание анодных цепей и цепей накала всей электронной схемы моста производилось от источников, имеющих, помимо фильтров, электронную стабилизацию выпрямленного напряжения. Это позволило полностью устранить влияние помех, которые могли бы проникать в измерительную схему по цепям питания.

Испытание чувствительности мостовой схемы к внешним механическим толчкам путем воздействия на мост искусственно созданных вибраций, показало, что механическая жесткость монтажа схемы моста и камеры, а также их соединение друг с другом достаточно обеспечены.

Наличие влажности в воздухе помещения (в различное время года) на работе камеры и моста заметно не сказывалось. Через камеру пропускаться воздух непосредственно из помещения и через влагопоглощающие фильтры. Нарушения равновесия мостовой схемы при этом не было обнаружено, что свидетельствует о надежной герметизации и о слабой восприимчивости устройства камеры и моста к действию влажного воздуха, а также о достаточной сухости воздуха в термостатном помещении для газового термометра.

Исследование стабильности работы камеры в зависимости от давления газа в ее отсеках состояло из двух основных этапов. Отдельно проверялась стабильность «нуля» мембраны на оправке до сборки ее с электродом, а затем с той же целью испытывалась полностью собранная камера. Последнему испытанию предшествовали исследования температурной зависимости камеры и моста. Такая последовательность в комплексе исследований способствовала выявлению и устранению отдельных причин нестабильности и давала возможность получить более точную количественную оценку соответствующих погрешностей.

Предварительная проверка стабильности «нулевого» положения собственно мембраны, когда ее поверхность открыта с одной стороны (нет электрода), так же как и снятие механической характеристики для определения ее чувствительности, производились интерференционным методом. Принцип измерения и применяемое для этой цели интерференционное устройство подробно описаны в нашей статье\*.

Температурные исследования камеры проводились по следующей общей схеме. С помощью отдельного термостата типа ТС-15 в термостате камеры была создана исходная для измерений температура, которая могла поддерживаться постоянной с погрешностью  $\pm 0,05$  град. При этой температуре, когда давления газа в отсеках камеры одинаковы, мост камеры уравнивали регулировкой конденсаторов  $C_4$  и  $C_2$ . Это соответствовало «нулевому» показанию по шкале выходного прибора ФЧИ.

Измерение температуры и ее распределение в камере производили термометрами, укрепленными на разных частях камеры под кожухом ее термостата. Изменение показаний термометра и индикатора равновесия моста свидетельствовало об отсутствии стационарного температурного поля в камере, а постоянство этих показаний во времени — о принятии частями камеры задаваемой температуры. Анализируя результаты, полученные при различных исходных температурах, можно было оценить тепловую инерционность устройства, определить интервал времени, необходимый для достижения стационарного распределения температуры в камере, а также судить о температурной погрешности камеры и ее моста.

Эти данные были использованы как при более точных испытаниях на стабильность камеры в зависимости от давления, так и при подготовке и проведении основных измерений термодинамической температуры газовым термометром.

\* См. статью настоящего сборника, стр. 174.

Из проведенных таким образом весьма трудоемких экспериментов было найдено, что мост, у которого в измерительном плече вместо разделительной камеры был включен замещающий конденсатор, имеет весьма слабую температурную зависимость. В пересчете на давление температурная погрешность моста выражается величиной

$$\delta_t^m = 0,1 \text{ мк рт. ст./град.}$$

Это позволяет заключить, что режим работы и все основные элементы моста (плечи, трансформатор, монтаж и т. д.) были сформированы правильно.

Исследование моста с включенной в него камерой было проведено по указанной выше методике. На рис. 12 приведена для этого случая типичная кривая зависимости показаний  $I$  ФЧИ от температуры  $t''$ , измеряемой термпарой, расположенной на колпаке камеры. Кривая показывает, что изменение температуры в термостате камеры на  $\Delta t = 4 \text{ град}$  вызывает разбаланс моста, равный  $\Delta I = 214$  делениям шкалы выходного прибора ФЧИ. Поэтому суммарная температурная погрешность  $\delta_t^k$  устройства камеры 1Е в целом, если учесть, что чувствительность ее электрической схемы была найдена равной (см. ниже)

$$\delta_t = 18 \text{ дел/мк рт. ст.}$$

составляет в единицах давления

$$\delta_t^k = \pm 3 \text{ мк рт. ст./град.}$$

Обеспечивая термостатирование камеры при температуре, близкой к комнатной (около  $20 \pm 0,1^\circ \text{C}$ ), можно снизить эту погрешность до значения, меньшего допустимой погрешности измерения давления.

Показания другой термпары, закрепленной на шасси (не приведенные на рис. 12), были совершенно аналогичны рассмотренным выше, отличаясь не более чем на  $0,1 \text{ град}$ . Этой величиной, таким образом, может быть оценен градиент температуры по высоте камеры.

Представление о временном ходе процесса выравнивания температуры в камере дает рис. 13. Он позволяет также судить и о тепловой инерции камеры. После изменения температуры в термостате типа ТС-15 (кривая 1) температура  $t''$  в камере (кривая 2) и расстройка моста, регистрируемая по показаниям ФЧИ  $I = f(\tau)$  (кривая 3), полностью стабилизировались за промежуток времени  $\Delta \tau \approx 6 \text{ с}$ .

По достижении такого режима и после уравнивания моста (при равенстве давления газа в отсеках камеры) была определена чувствительность электрической схемы. Для этого в одном из отсеков камеры создавали различные по величине и знаку избыточные давления, не вызывающие смещений у мембраны, превосходящих  $80 \text{ мк}$  (ширину рабочего зазора). Соответственно каждому из задаваемых значений разности давлений  $\Delta P$ , измеряемой микроманометром, регистрировали изменение показаний ФЧИ ( $\Delta I$ ) в делениях шкалы выходного прибора и по этим данным определяли чувствительность электрической схемы камеры, т. е. величину

$$\delta_I = \frac{\Delta I}{\Delta P},$$

которая для камеры 1Е оказалась равной

$$\delta_I = 18 \text{ дел/мк рт. ст.}$$

Следовательно, мостовая схема уверенно обеспечивает фиксацию разности давлений в камере в  $0,1 \text{ мк рт. ст.}$

Исследование стабильности камеры в зависимости от действующих на мембрану давлений газа было проведено с учетом тепловых свойств камеры.

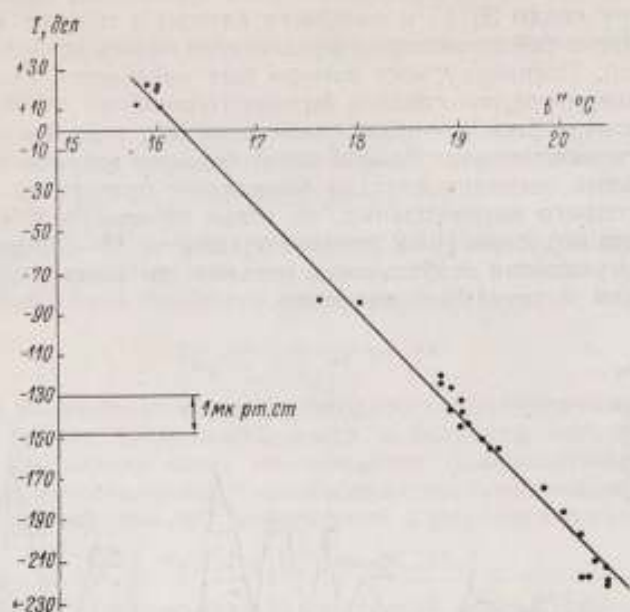


Рис. 12. График температурной зависимости моста с камерой.

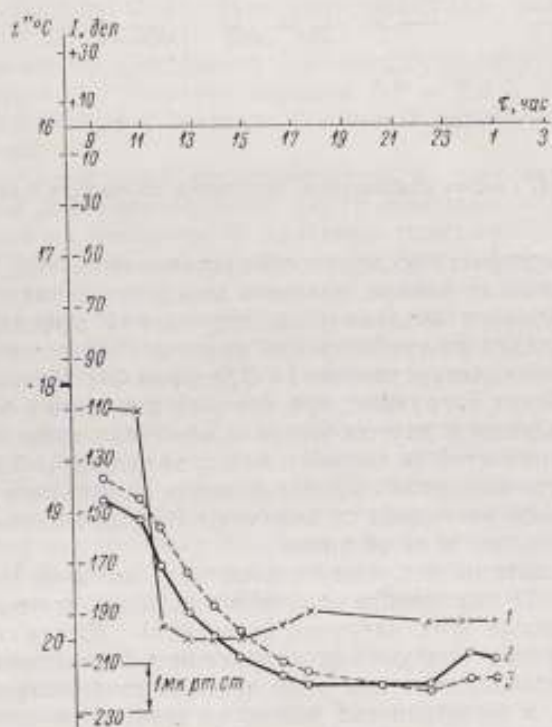


Рис. 13. График процесса выравнивания во времени температуры в камере.

1 — температура термостата; 2 — температура в камере  
 $t^{\circ} = \varphi(t)$ ; 3 — настройка моста  $I = f(t)$ .

Показания ФЧИ отмечали после включения термостата, отрегулированного на температуру около  $20^{\circ}\text{C}$ , и выдержки камеры в течение 4—5 ч с сообщенными между отсеками камеры, содержащими воздух под атмосферным давлением. Поскольку мост камеры был предварительно уравновешен при этой температуре, то стрелка выходного прибора ФЧИ должна была оказаться на нуле шкалы («нуль» прибора ФЧИ), если бы температурный режим достиг стабилизации. Однако ввиду большой затраты времени на эти подготовительные операции считали возможным приступить к измерениям до момента полного выравнивания, но когда показания ФЧИ изменялись уже достаточно медленно (1—2 деления шкалы за 15—20 мин). Неполный баланс моста, учитывая стабильность питания, не вносил при этом заметного искажения в результат измерения.

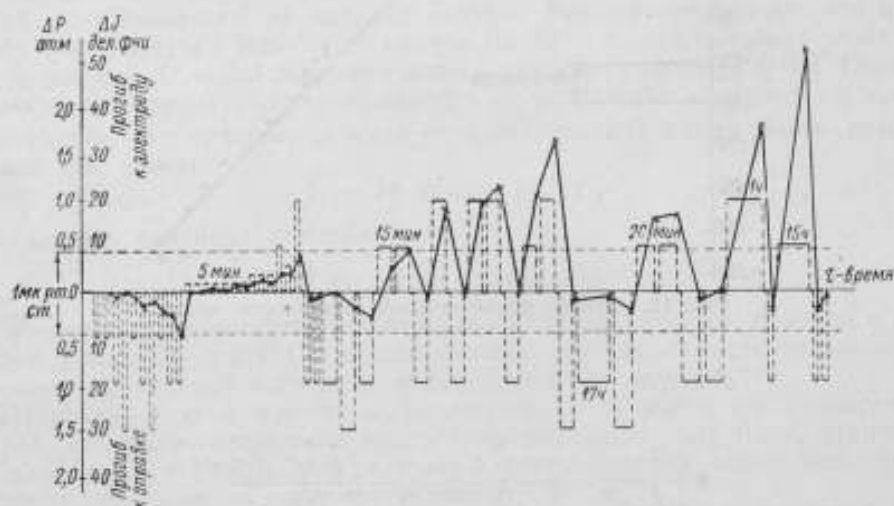


Рис. 14. График стабильности «нулевого» положения камеры.

В итоге проведенных исследований установлено, что при равенстве давлений газа в отсеках камеры разность между давлением внутри камеры и давлением наружного воздуха (барометрический эффект) не оказывает значительного влияния на стабильность камеры. При разности этих давлений 2 *атм* смещение «нуля» составляет 1—2 деления ФЧИ (около 0,1 мк рт. ст.).

При односторонних нагрузках, при которых давление в одном из отсеков отличалось от давления в другом отсеке и мембрана прижималась к одной из охранных поверхностей (к оправке или к электроду), было обнаружено смещение «нулевого» положения мембраны после снятия нагрузки. Смещение оказалось зависящим не только от величины и продолжительности предварительной нагрузки, но и от ее знака.

На рис. 14 показаны последовательность, с которой создавались различные нагрузки  $\Delta P$  на мембрану (горизонтальные отрезки), и смещение «нуля»  $\Delta l$  ФЧИ после этих нагрузок (крестики). Длина горизонтальных отрезков и числа над отдельными отрезками обозначают длительность нагрузки, а их расположение над осью времени соответствует случаю, при котором давление в пространстве между мембраной и оправкой больше, чем давление в верхнем отсеке камеры. Двумя горизонтальными пунктирными линиями ограничена область смещения «нуля», соответствующая вполне допустимой погрешности установления разности давлений в камере ( $\pm 0,5$  мк рт. ст.).

Из рис. 14, а также из анализа полученных экспериментальных данных следует:

а) после разных по величине (от 0 до 1,5 *ати*) и продолжительности нагрузок, прижимающих мембрану к оправке, наибольшее смещение «нуля» составляло 9 делений шкалы прибора ФЧИ, что приводило к погрешности

$$\delta_{p_-} < \pm 0,5 \text{ мк рт. ст.}$$

Разброс показаний носит, вероятней всего, случайный характер;

б) после таких же нагрузок, но в результате которых мембрана прилегает к электроду, нуль смещается максимум на 52 деления, что дает погрешность

$$\delta_{p_+} < \pm 3 \text{ мк рт. ст.}$$

В этом случае в смещении «нуля» наблюдается систематичность и оно увеличивается с ростом продолжительности и величины нагрузки;

в) как бы ни велико было это смещение, кратковременная нагрузка обратного знака восстанавливает «нулевое» положение мембраны в пределах меньших  $\pm 5$  делений, что дает погрешность в фиксации «нуля»

$$\delta_{p_+} < \pm 0,3 \text{ мк рт. ст.}$$

Таким образом, предписывается следующий режим работы камеры 1Е, который соблюдался во всех дальнейших измерениях.

Давление в камере должно быть всегда таким, чтобы мембрана не прилегала к электроду. Последнее допустимо при разности давлений, не превышающих 0,1 *ати* (см. рис. 14).

Если это условие по каким-либо причинам будет нарушено, необходимо дать восстановительную нагрузку порядка  $\Delta P = 1,0 \div 1,5 \text{ ати}$  в течение 5 мин, после чего камера в пределах указанной погрешности возвращается в «нулевое» положение.

Причина описанной выше закономерности, по всей вероятности, объясняется небольшой деформацией поверхности мембраны из-за неполной идентичности действия на мембрану ее охранных поверхностей. Возможно, что когда мембрана прижата к электроду вследствие дефектов сборки, происходит некоторое уплотнение посадки диска в обойме, из-за чего образуется ступенька на границе диск — обойма, вызывающая временную «перештамповку» мембраны (напомним, что речь идет об отклонениях «нуля», измеряющихся сотыми долями микрона). Это в какой-то мере может объяснить и положительную роль восстановительной нагрузки.

В настоящее время испытывается новая конструкция электрода. В ней обойма изготовлена из стекла (пирекс). Металлический диск в обойме посажен на оптический контакт. Благодаря прозрачности стенок обоймы посадка может быть хорошо проконтролирована интерференционным методом. Наряду с этим при такой конструкции наиболее просто разрешается вопрос изоляции диска от обоймы и отпадает необходимость в кольцевом пазу между ними. Все это позволяет ожидать дальнейшего повышения стабильности работы устройства.

Элементы и параметры анализируемой мостовой схемы характеризуются следующими показателями.

Емкость конденсаторов для камеры 1Е составляет:

в реактивных плечах моста:  $C_1 = 249 \text{ нф}$  (емкость мембранного конденсатора);  $C_4 = 261 \text{ нф}$ ,  $C_4' = 6 \div 25 \text{ нф}$  (при балансе роторные пластины выведены наполовину);

в активных плечах:  $C_3 = 150 \text{ нф}$ ,  $C_2 = 6 \div 77 \text{ нф}$  (роторные пластины выведены наполовину) и параллельно с  $C_2$  — конденсатор постоянной емкости, равной 50 *нф*.

Чтобы обеспечить слабую температурную зависимость плеч моста, емкости  $C_1$ ,  $C_2$  и  $C_3$  были набраны из конденсаторов с положительными и отрицательными температурными коэффициентами емкости (ТКЕ). Сопротивления активных плеч были приблизительно  $R_2 = 18 \text{ ком}$  и  $R_3 = 17 \text{ ком}$ .

Каждая обмотка разделительного трансформатора с сердечником из пермаллоя была с активным сопротивлением порядка  $R = 2,9 \text{ ком}$  и индуктивностью  $L = 200 \text{ гн}$ , что обеспечило на частоте  $1000 \text{ гц}$  достаточно высокое полное сопротивление  $Z = 1,2 \text{ мгом}$  и позволило с достаточной точностью считать режим работы моста близким к режиму холостого хода. Сопротивление изоляции между выводом электрода и землей в мембранном конденсаторе (плечо  $C_1$ ) было не меньше  $R_0 = 2 \cdot 10^{10} \text{ ом}$ .

При указанных условиях мост обеспечил практически достижимую для принятой схемы максимальную чувствительность

$$\delta_c = 4 \text{ мв/пф}$$

при входном напряжении моста  $U = 4 \text{ в}$ .

Принятый вариант подключения трансформатора к мосту выгоден тем, что емкость экрана первичной обмотки относительно земли не шунтирует измерительное плечо  $C_1$ , что могло бы привести к снижению чувствительности и стабильности схемы. В то же время включение трансформатора дает возможность осуществить заземление как на входе, так и на выходе моста, а также подключить внешнюю схему ко входу и выходу моста с помощью гибких кабелей, емкость которых в этом случае не влияет на баланс моста.

Присоединение роторных пластин конденсатора  $C_4$  к входной вершине моста исключило влияние на настройку моста емкости этих пластин относительно земли.

Чтобы обеспечить оптимальные условия режима работы моста, в принятой схеме допущено неравенство полных сопротивлений активных и реактивных плеч. С одной стороны, сопротивления  $R_2$  и  $R_3$  были взяты достаточно большими, так что потребляемая мостом мощность оказалась малой (доли милливатта) и не приводила к заметному изменению параметров плеч вследствие нагрева. С другой стороны, сопротивления  $R_2$  и  $R_3$  были выбраны настолько малыми, что обеспечивали выгодный коэффициент передачи напряжения разбаланса моста в нагрузку (к индикатору) и исключали шунтирующее действие на работу моста электронной схемы индикатора равновесия вместе с его приборами. Наряду с этим, при малых сравнительно значениях  $R_2$  и  $R_3$  влияние возможных изменений утечки на землю в первичной обмотке трансформатора будет ослаблено. Это является дополнительной мерой предосторожности, поскольку достигнутая высокая электрическая изоляция между обмотками трансформатора и экранами ( $10^{10} \text{ ом}$ ), как и высокая герметичность защитных кожухов схемы, создают необходимые условия для целесообразного распределения в ней паразитных емкостей и утечек и поддержания их стабильности во время работы схемы.

Максимальный коэффициент усиления, который дает электронная схема ФЧИ на частоте  $1000 \text{ гц}$ , составляет  $6 \cdot 10^4$  (работа производилась при коэффициенте усиления  $17 \cdot 10^3$ ). Собственные шумы усилителя в пересчете на напряжение по входу ФЧИ оказались эквивалентными  $0,2 \text{ мкв}$ .

Чувствительность синхронного детектора ФЧИ такова, что сигнал разбаланса моста напряжением  $40 \text{ мкв}$  вызывает отклонение стрелки выходного прибора ФЧИ на полную шкалу (50 делений). Следовательно, отклонение стрелки на одно деление соответствует напряжению  $0,8 \text{ мкв}$ , что в четыре раза превышает уровень собственных шумов усилителя ФЧИ.

Дрейф «нуля» синхронного детектора при закороченном входе составляет не более двух делений за первый час работы и менее одного деления в последующие часы.



На рис. 15 приведена амплитудная характеристика синхронного детектора. Отклонение от линейности наступает вследствие перегрузки схемы только при напряжениях на входе детектора больших  $2,5 \div 3$  в.

Для контроля за постоянством коэффициента усиления и правильной работой фазовращателя ФЧИ применялось специальное калибровочное устройство, замещающее в момент контроля мост.

Наблюдения свыше двух лет за чувствительностью и стабильностью работы мембраны и мостовой схемы не выявили заметного влияния на работу всего устройства изменений его параметров вследствие их старения.

Мостовая схема вместе с разделительной камерой обеспечила при определении термодинамической температуры газовым термометром емкостный контроль компенсации давления в коротком колене манометра с погрешностью, не превышающей  $\pm 1$  мк рт. ст.

Применение разделительной камеры и использование для контроля ее работы электрического устройства с выходом на стрелочный прибор сильно облегчило проведение не только газотермических измерений, но и выполнение серьезных и трудоемких работ: контроль герметичности системы термометра, проходимости газа через капиллярные трубки в рабочий резервуар термометра, установление начального давления в этом резервуаре и т. д.

В заключение следует отметить, что разделительная камера, являясь чувствительным микроманометром, может найти применение в технике измерений малых разностей давлений. В частности, она может быть использована как прибор, запоминающий заданное давление, равное давлению, которое необходимо поддерживать в другом каком-нибудь специальном устройстве. При этом имеются все необходимые возможности для осуществления автоматического контроля и регулирования давления.

Поступила в редакцию  
14/1 1961 г.

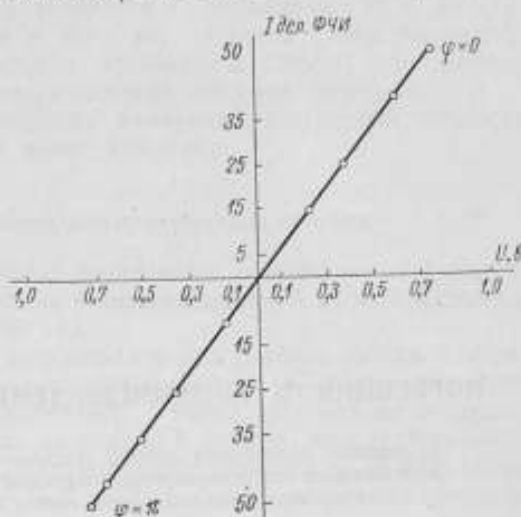


Рис. 15. Амплитудная характеристика синхронного детектора ФЧИ.

По оси абсцисс — напряжение на входе ФЧИ; по оси ординат — ток в измерителе ФЧИ.

Ф. З. АЛИЕВА, А. Х. ФАЯНС  
ВНИИМ

### ПОГРЕШНОСТЬ ВОСПРОИЗВЕДЕНИЯ ТРОЙНОЙ ТОЧКИ ВОДЫ

*В статье приводится анализ погрешностей физико-химического свойства, возникающих при осуществлении тройной точки воды, и методы, обеспечивающие воспроизведение этой точки с максимальной точностью.*

Точность измерений в тройной точке воды в значительной мере зависит от условий проведения опыта. Этому вопросу посвящено несколько работ [1—4].

В лаборатории средних температур ВНИИМ были изучены следующие факторы, влияющие на воспроизведение температуры тройной точки воды:

- 1) время установления равновесного состояния;
- 2) температура тройной точки воды в разных сосудах;
- 3) глубина погружения термометра;
- 4) измерительный ток;
- 5) высота ледяной рубашки в сосуде;
- 6) гидростатическое давление столба воды;
- 7) температура в прилегающем водном слое.

Рассмотрим, в какой мере следует учитывать влияние этих факторов.

#### Время установления равновесного состояния тройной точки воды

В докладе Национальной физической лаборатории (Англия), представленном Консультативному комитету по термометрии [5], было сообщено, что при измерении в тройной точке воды всегда использовалась свежее замороженная ледяная рубашка, а в докладе Научно-исследовательского совета (Канада) [5] указывается, что измерения можно проводить только спустя двое суток после намораживания. Наши исследования подтвердили методику Научно-исследовательского совета.

Для проведения опыта наморозили одновременно ледяные рубашки в двух разных сосудах. Погрузили в их колодцы два 25-омных термометра и через полчаса начали проводить периодические измерения сопротивлений на мосте-компараторе. Вначале измерения проводили через меньшие интервалы времени, а затем, когда равновесие практически установилось, — через большие.

Результат эксперимента, продолжительность которого для термометра № 20 была 260 ч, а для термометра № 19 — 24 ч, показывает, что темпера-

тура равновесия тройной точки воды устанавливается не мгновенно после получения ледяного слоя, а значительно позже, практически спустя приблизительно 24 ч. При этом в течение первых 14 ч температура возрастает на  $3 \cdot 10^{-4}$  град, а затем медленнее: в течение следующих 10 ч на  $5 \cdot 10^{-5}$  град. Температура продолжает расти и в дальнейшем в продолжение 36 ч, но приращение ее незначительно (одного и того же порядка с погрешностью измерения). Таким образом, градуировку термометров следует производить не ранее, чем через 24 ч после намораживания ледяной рубашки.

В тех случаях, когда для проведения измерений достаточна точность  $\pm 0,001$  град, возраст рубашки не имеет значения.

#### Температура тройной точки воды в разных сосудах

Для измерения температуры тройной точки воды, осуществленной в разных сосудах, были выбраны термометры сопротивления № 20 и 21 и сосуды № 1, 2, 4, 8 и 24 из стекла № 29 [4].

Два термометра сопротивления погружали в два разных сосуда с ледяными рубашками одного возраста; на мосте-компараторе [6] измеряли последовательно сопротивление обоих термометров, а затем, поменяв их местами, вновь измеряли сопротивление. Было проведено 5 опытов, результаты которых показаны в табл. 1. Как видим, сопротивление термометра № 20 в сосудах № 2 и 4 выше, чем в сосудах № 1, 8 и 24. Но при проведении третьего

Таблица 1

Опыт №	Сосуды №	Сопротивления $R$ ом, термометров		Средние значения $\Delta R \cdot 10^6$
		№ 20	№ 21	
1	1	25,653969	25,657953	4
	2	25,653971	25,657959	
		$\Delta R = 0,000002$	0,000006	
2	1	25,653972	25,657951	4
	2	25,653974	25,657958	
		$\Delta R = 0,000002$	0,000007	
3	1	25,653971	—	8
	24	25,653979	—	
		$\Delta R = 0,000008$	—	
4	24	25,653999	25,657954	0
	8	25,653999	25,657953	
		$\Delta R = 0,000000$	0,000001	
5	24	25,653999	25,657954	4
	4	25,654012	25,657959	
		$\Delta R = 0,000003$	0,000005	

опыта в одном и том же сосуде № 24 сопротивление термометра было 25,653979 ом, а при проведении четвертого и пятого опытов оно было 25,653999 ом. Такой «скачок», очевидно, можно объяснить или изменением сопротивления самого термометра или какой-то другой систематической погрешностью, оставшейся во время опыта незамеченной. В сосудах № 1, 8 и 24 сопротивления термометра № 21 практически равны, а в сосудах № 2 и 4 они выше на  $6 \cdot 10^{-6}$  ом ( $6 \cdot 10^{-5}$  град).

Таким образом, видно, что температура тройной точки в разных сосудах различается в среднем приблизительно на  $5 \cdot 10^{-5}$  град.

Такое расхождение в температурах разных ледяных рубашек, по-видимому, можно объяснить тем, что в процессе подготовки в сосудах остается некоторое количество воздуха, давление которого и снижает температуру. Но эта разница в температурах находится, в сущности, за пределами погрешностей измерения и ее удалось обнаружить только благодаря тому, что эксперимент проводили, одновременно измеряя сопротивления термометров, погруженных в два разных сосуда.

### Глубина погружения термометра

Термометр, помещенный своим чувствительным элементом в среду, температура которой должна быть измерена, является одновременно тепловым мостом, отводящим тепловой поток из среды с измеряемой температурой в окружающую среду или, наоборот, подводящим тепловой поток в случае измерения температур ниже комнатной. Наша задача состояла в том, чтобы определить как ошибку, возникающую от теплоотвода по стержню термометра, так и необходимую глубину погружения термометра в среду с измеряемой температурой.

Необходимое минимальное погружение, при котором показания термометра не будут изменяться, зависит от его конструктивных особенностей.

Допустимая глубина погружения термометра была определена экспериментально. Подготовив термостат, имеющий температуру плавления льда, погружали в него на разную глубину платиновый термометр сопротивления. Измерения проводили на мосте типа МКС-1 с чувствительностью до 0,00005 град. Применительно тающего льда для опыта преследовало цель иметь четкую

Таблица 2

Глубина погружения термометра, мм	Сопротивление термометра, ом
75	26,653075
85	25,652926
90	865
160	865
250	865
260	865
270	865

границу сред с разными температурами. Результаты экспериментов приведены в табл. 2.

Как видно из таблицы, погружение на 90 мм (при длине чувствительного элемента 75 мм) является минимально достаточным.

Теоретическая оценка погрешности, возникающей из-за отвода тепла по стержню термометра, может быть сделана отдельно для защитной трубки термометра и для подводящих проводов.

Погрешность, возникающая вследствие теплоотвода по защитной трубке, можно рассчитать по формуле [7]

$$\Delta\theta = - \frac{t_{ж} - t_{г}}{\operatorname{ch} \left( l \sqrt{\frac{\alpha u}{\lambda l}} \right)}, \quad (1)$$

где  $t_{г}$  — температура головки;

$t_{ж}$  — температура жидкости в колоде сосуда;

- $l$  — глубина погружения;  
 $u = \pi d$ ;  
 $d$  — наружный диаметр трубки;  
 $\alpha$  — коэффициент теплоотдачи от трубки к измеряемой среде;  
 $\lambda$  — коэффициент теплопроводности кварца;  
 $f$  — площадь сечения трубки.

Для нашего случая можно считать, что величины, входящие в формулу (1), имеют следующие значения:  $t_z = 15$  град;  $t_{ж} = 0,01$  град;  $l = 0,09$  м;  $d = 0,008$  м;  $\alpha = 400$  вт/м<sup>2</sup>·град;  $\lambda = 1,26$  вт/м<sup>2</sup>·град;  $f = 0,000022$  м<sup>2</sup>.

Тогда, произведя вычисления по формуле (1), получим, что  $\Delta\theta < 10^{-5}$  град.

В работе [8] приведен расчет погрешности измерения температуры, возникающей вследствие теплоотвода по проводам термометра. Расчет ведется по формуле

$$\Delta\theta = \frac{m \operatorname{ch}(bx)}{b \operatorname{sh}(bl)}, \quad (2)$$

где  $\theta$  — разность температур чувствительного элемента и окружающей его среды;

$l$  — длина чувствительного элемента;

$x$  — расстояние от нижнего конца чувствительного элемента до точки, имеющей среднюю объемную температуру чувствительного элемента;

$b$  и  $m$  — коэффициенты, взятые из таблиц, приведенных в работе [8].

Расчет по формуле (2) показывает, что значение  $\Delta\theta$  для условий нашего эксперимента не превосходит  $10^{-4}$  град.

#### Влияние измерительного тока

Поскольку при пропускании измерительного тока по чувствительному элементу термометра происходит выделение тепловой энергии, можно предполагать, что значение измеряемой температуры будет искажено. При этом теоретически возможны следующие крайние случаи:

1) теплообмен между чувствительным элементом термометра и окружающей средой полностью отсутствует, при этом температура чувствительного элемента может стать как угодно высокой;

2) между чувствительным элементом термометра и окружающей средой имеет место идеальный теплообмен. При этом температура чувствительного элемента термометра будет всегда равна температуре окружающей среды, независимо от того, какой по величине ток идет через чувствительный элемент. На практике всегда имеет место некоторый промежуточный случай.

В реальных условиях, когда коэффициент теплоотдачи термометра имеет конечное значение, нагрев измерительным током чувствительного элемента термометра будет вполне определенным.

Качественное распределение температуры в сосуде тройной точки воды дано на рис. 1. Ломаная линия 2, характеризующая распределение температуры в поперечном сечении в районе чувствительного элемента термометра, дает приближенную картину изменения температуры по мере удаления от проволоки. Из рисунка видно, что наиболее высокая температура имеет место в осевой части чувствительного элемента термометра.

Для улучшения теплопередачи между чувствительным элементом термометра и граничным слоем лед — вода может быть рекомендовано только одно средство — уменьшение до минимума теплового сопротивления системы на пути от чувствительного элемента до границы лед — вода. Это может быть обеспечено, если [9]:

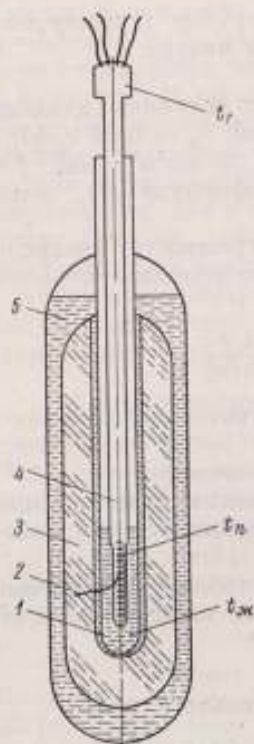


Рис. 1. Качественное распределение температуры в сосуде тройной точки воды.

1 — жидкость, залитая в колодец; 2 — линия распределения температуры; 3 — лед; 4 — термометр; 5 — вода.  
 $t_r$  — температура головки термометра;  $t_ж$  — температура жидкости, залитой в колодец;  $t_n$  — температура поверхности защитной трубки.

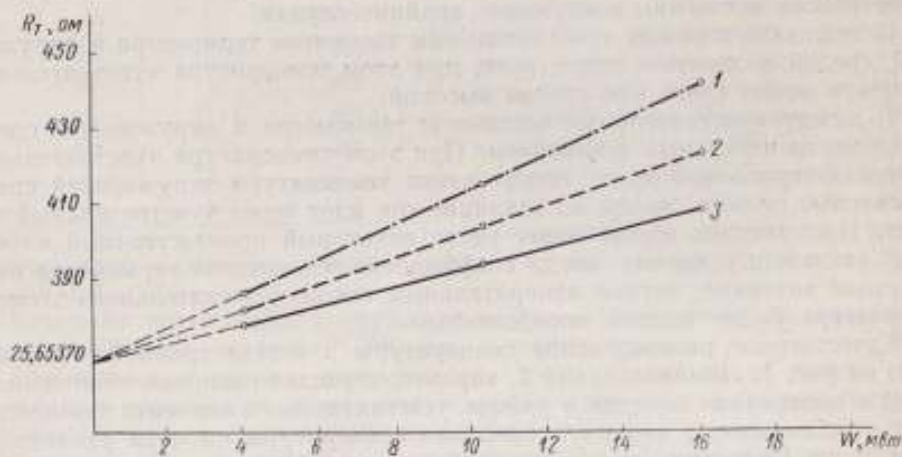


Рис. 2. Сопротивление термометра № 20 при различных наполнителях. В колодец залиты: глицерин (1), вода (2), ртуть (3).

1) колодец сосуда тройной точки воды будет заполнен жидкостями с высокой теплопроводностью;

2) вокруг чувствительного элемента термометра в колодце сосуда будут помещены втулки-вкладыши из серебра или меди;

3) втулки-вкладыши и жидкости для заливки в колодец прибора будут применены совместно;

4) будут созданы такие конструкции самого чувствительного элемента термометра, при которых проволока термосопротивления расположена на минимальном расстоянии от стенки термометра.

Для определения наиболее эффективной жидкости для заливки колодцев сосудов был проведен ряд экспериментов:

1. В колодцы двух разных сосудов тройной точки заливали последовательно глицерин, воду и ртуть. Измерения осуществляли с помощью двух платиновых термометров, через которые проходил ток 3,2 *ма*. Результаты измерений, полученные на мосте типа МКС-1, показаны в табл. 3.

Таблица 3

Сопротивление (ом) при наполнителе					
ртуть	вода	глицерин	ртуть	вода *	глицерин
термометра № 20			термометра № 22		
25,653950	25,654100	25,654192	25,656543	25,656681	25,656784
25,653956	—	—	—	—	—
25,653974	—	25,654209	25,656548	25,656694	—
25,653974	25,654140	25,654197	25,656551	25,656702	25,656766
25,653979	—	—	25,656548	—	—

Из табл. 3 видно, что чем больше теплопроводность жидкости, тем меньше сопротивление термометра. Для 25-омного термометра это уменьшение сопротивления при переходе от ртути к воде составляет в среднем  $150 \cdot 10^{-6}$  ом, а от ртути к глицерину —  $240 \cdot 10^{-6}$  ом.

2. Термометр сопротивления № 20 погружали в один и тот же сосуд тройной точки воды, когда колодец сосуда был заполнен последовательно ртутью, водой и глицерином. Измерения производили на компенсаторе при трех различных токах. Результаты опытов приведены на рис. 2.

Здесь по оси ординат отложены значения сопротивления термометра  $R_t$ , по оси абсцисс — мощность  $w$ , выделяемая в термометре. Из графика видно, что кривая с меньшим углом наклона получается в случае заполнения колодца ртутью. Кроме того, значения  $R_t$  для разных измерительных токов ложатся на одну прямую. Отсюда наиболее простой способ экстраполяции к нулевому току — продолжение прямых до пересечения с осью ординат. В пределах ошибки опыта все три прямые пересекают ось ординат в одной точке.

Следовательно, для заливки колодцев сосудов могут, в принципе, применяться и глицерин, и вода, и ртуть. Но применение ртути предпочтительнее, так как благодаря ее высокой теплопроводности и малой теплоемкости время выдержки ртути в сосуде может быть сокращено до 30 мин, тогда как для глицерина и воды необходимы несколько часов. Кроме того, при использовании ртути разброс значений сопротивлений термометра меньше, чем при заполнении сосуда другими наполнителями.

Экстраполяция к нулевому току может быть произведена следующим образом: пусть при измерении сопротивлений термометра при токах  $i_2$  и

$i_3$  (2 и 4 ма) мы получили значения  $R_2$  и  $R_4$ , тогда значение  $R_0$  сопротивления термометра при нулевом токе  $i_0$  может быть вычислено по формуле

$$R_0 = \frac{R_4 R_2 (i_3^2 - i_2^2)}{i_3^2 R_4 - i_2^2 R_2}. \quad (3)$$

Для установления зависимости показаний термометра от теплопроводности газа, окружающего чувствительный элемент, были проведены испытания термометров, заполненных гелием и воздухом. Рассмотрение зависимостей сопротивления термометров от выделяемой в них мощности  $R_w = \dot{i}^2(w)$ , приведенных на рис. 3 для негерметизированного термометра № 2

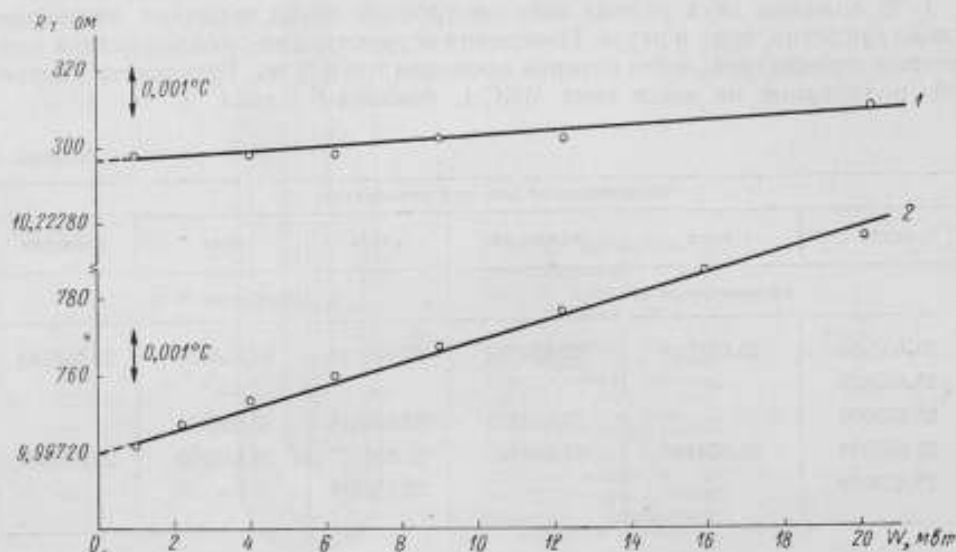


Рис. 3. Зависимость сопротивления термометров от выделяемой в них мощности.

1 — термометр сопротивления № 12; 2 — термометр № 2.

и герметизированного, заполненного гелием термометра № 12, показывает что влияние величины измерительного тока в 5—7 раз меньше для термометров, заполненных гелием, что объясняется высокой теплопроводностью гелия по сравнению с воздухом.

Таким образом становится ясно, что влияние заполнения термометра гелием имеет тот же характер, что и применение для заливки колодца сосуда тройной точки жидкости с большим коэффициентом теплопроводности.

Так как зависимости сопротивления термометров на рис. 3 представляют собой прямые линии, то экстраполяция к нулевому току может производиться или графически продолжением прямой до пересечения с осью ординат, или аналитически с помощью формулы (3).

#### Влияние высоты ледяной рубашки в сосуде

Для эксперимента были выбраны сосуды тройной точки № 1 и 2. Ледяные рубашки в этих сосудах вначале были заморожены как обычно, т. е. их высота была равна высоте столба воды. В колодцы сосудов погрузили термометры № 20 и 21, сопротивления которых последовательно измеряли на мосте-компараторе. Затем ледяные рубашки были разморожены и заморожены вновь только в нижней части колодца. Сопротивления термометров измерили вновь при высоте ледяных рубашек 90 мм. Было проведено пять серий наблюдений.



средние значения которых следующие: сопротивление термометра № 20 (сосуд № 1) с ледяной рубашкой нормальной высоты 25,653971 ом, с укороченной рубашкой 25,653974 ом; сопротивление термометра № 21 (сосуд № 24) с ледяной рубашкой нормальной высоты 25,657948 ом, с укороченной — 25,657951 ом.

Значения сопротивлений термометров в «коротких ледяных слоях» для обоих сосудов несколько выше, чем в «нормальных», но всего лишь на  $3 \cdot 10^{-6}$  ом, т. е. на  $3 \cdot 10^{-5}$  град, и находятся за пределами погрешности измерений.

Из этого опыта следует, что если при ежедневной практике иногда ледяная рубашка в верхней части сосуда оттаивает даже наполовину, результат измерений практически не изменяется. Такой вывод возможен только при том условии, если вокруг чувствительного элемента термометра ледяной слой сохраняется.

Необходимость такого условия показывает следующий факт. В процессе проведения эксперимента в одном из сосудов верхняя часть ледяной рубашки отделилась от нижней и всплыла наверх. Таким образом, в средней части сосуда по высоте на участке приблизительно 40 мм не оказалось ледяного слоя. Помещая чувствительный элемент термометра в колодец сосуда последовательно на разные глубины (на участки *a*, *b* и *в* рис. 4) и измерив его сопротивление, убедились в том, что там, где нет ледяного слоя, т. е. на участке *b*, температура чувствительного элемента термометра выше на  $8 \cdot 10^{-3}$  град, чем на участке *a*, и на  $4 \cdot 10^{-3}$  град выше, чем на участке *в*. Таким образом, если в процессе работы ледяная рубашка оттаяла снизу или если около чувствительного элемента, помещенного на дно колодца, нет ледяного слоя, то измерения производить не следует.

#### Влияние гидростатического давления

Принятая глубина погружения термометра в сосуд тройной точки равна 23—25 см. Таким образом чувствительный элемент термометра находится на глубине около 180 мм от поверхности воды сосуда.

В зоне расположения чувствительного элемента термометра температура равновесия лед — вода — пар несколько ниже температуры того же равновесия в верхней части сосуда. Действительно, верхние слои воды и льда находятся под давлением лишь своих собственных насыщенных паров, которое при температуре  $+0,01^\circ \text{C}$  равно 4,58 мм рт. ст. В зоне же чувствительного элемента термометра давление будет  $4,58 + \frac{180}{13,6} = 17,81$  мм рт. ст.

Для вычисления изменения температуры равновесия лед — вода — пар при этом давлении воспользуемся следующим соотношением, известным из литературы [1]:

$$\Delta t = -0,072 \cdot 10^{-5} h.$$

В нашем случае  $h = 180$  мм — глубина погружения от поверхности воды середины чувствительного элемента термометра. Тогда

$$\Delta t = -1,3 \cdot 10^{-4} \text{ град.}$$

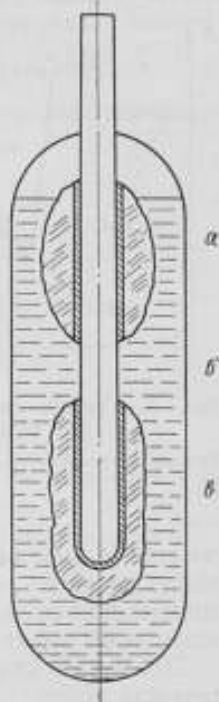


Рис. 4. Сосуд тройной точки воды с отделившейся верхней частью рубашки.

Знак минус говорит о том, что температура в районе чувствительного элемента будет ниже, чем в верхней части сосуда, что легко понять, если рассмотреть график состояния трех фаз воды (рис. 5).

Из рисунка видно, что кривая *BC* равновесия лед — вода имеет небольшой наклон к оси ординат, т. е. с ростом давления температура равновесия лед — вода медленно падает.

Таким образом, при погружении на 180 мм мы имеем постоянную ошибку  $1,3 \cdot 10^{-4}$  град, причем при изменении глубины погружения на 1 см эта ошибка

изменяется на  $0,72 \cdot 10^{-5}$  град. Следует учесть, что за счет теплопроводности и конвекции воды и воздуха, а также за счет теплопроводности стекла колодца прибора происходит некоторое выравнивание температуры по длине этого колодца.

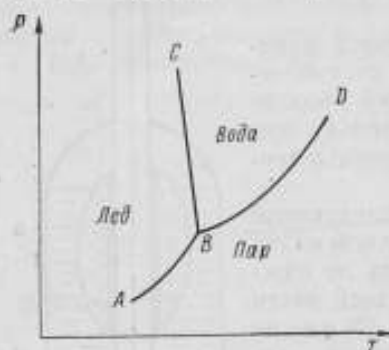


Рис. 5. График состояния трех фаз воды.

Кривые равновесия: *AB* — лед — пар; *BC* — лед — вода; *BD* — вода — пар.

### Температура в прилегающем водном слое

С целью исследования распределения температуры в прилегающем к колодцу водном слое сосуда тройной точки был изготовлен специальный сосуд со впаянной по длине колодца золото-платиновой многоточечной дифференциальной терморпарой. Корольки терморпары были расположены вблизи поверхности стекла с таким расчетом, чтобы они оказались в слое воды, прилегающем к колодцу сосуда.

В нижней части этого сосуда ледяная рубашка всегда касается дна колодца, поэтому нижний корольки терморпары также соприкасается со льдом, в то время как верхний — находится над поверхностью воды, в ее парах.

Применяя самую чувствительную аппаратуру, способную обнаружить разность потенциалов  $10^{-8}$  в, что соответствует температуре менее 0,001 град, не удалось заметить никаких температурных градиентов по всей длине колодца даже между верхним и нижним корольками. Терморпара золото — платина дает вблизи  $0^\circ \text{C}$  э. д. с. около 13 мкв/град.

### Заключение

Рассмотрение влияния изложенных выше факторов показало, что существенное значение имеют только три из них: время установления равновесия тройной точки, нагревание измерительным током и гидростатическое давление столба воды. Все эти факторы легко учитываются; для этого соответственно необходимо: измерения в тройной точке воды начинать спустя сутки после намораживания рубашки, а результаты измерения приводить к нулевому измерительному току и нулевому гидростатическому давлению.

Обеспечение указанных условий опыта и применение точной электроизмерительной аппаратуры позволяют осуществить воспроизведение основной реперы температурной шкалы — тройной точки воды с погрешностью, не превышающей  $\pm 0,0001$  град.

В выполнении данной работы принимали участие сотрудники лаборатории средних температур ВНИИМ И. В. Войчниская, А. А. Долинская и З. В. Дмитриева.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Moser H., Ann. d. Phys., v. 1, 1929, p. 341.
2. Barber C. R., British Journal of Appl. Phys., v. 5, 1954, pp. 41—44.
3. Berry R. I., Can. J. Phys., v. 37, 1959.
4. Алнева Ф. З., Осуществление тройной точки воды и исследование ее воспроизводимости, Труды ВНИИМ, вып. 35 (95), 1958.
5. Procès-Verbaux des séances 5 session (1958) Comité Consultatif de thermométrie, t. 35.
6. Шигорин В. П., Мост для сравнения эталонных и образцовых сопротивлений в пределах от 0,001 до 100 000 ом, «Измерительная техника», № 4, 1960.
7. Преображенский В. П., Теплотехнические измерения и приборы, Госэнергоиздат, 1953.
8. Розанова С. С., Воспроизведение международной температурной шкалы в интервале 0—660° С, Канд. диссертация ВНИИМ, 1948.
9. Температура и ее измерение, Сборник докладов на III Международном симпозиуме по термометрии, Вашингтон, 28—30 октября 1954 г., стр. 109.

Поступила в редакцию

15/III 1961 г.

Ф. З. АЛIEВА  
ВНИИМ

### ПОВЫШЕНИЕ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ НА КОМПЕНСАТОРЕ ПРИ ИСПОЛЬЗОВАНИИ ЗОЛОТО-ХРОМОВЫХ МЕР СОПРОТИВЛЕНИЯ

*В статье приводятся результаты исследования новых золото-хромовых мер сопротивления, созданных и примененных для точных измерений температуры в термометрической лаборатории ВНИИМ. Новые меры термостатизируются в тройной точке воды и имеют номинальные значения, близкие к значению сопротивления платинового термометра в соответствующей репере. Применение новых мер сопротивления взамен обычных образцовых катушек сопротивления обеспечивает повышение точности измерений на компенсаторе на один порядок.*

При точных измерениях температуры существенное значение имеет высокая стабильность электрического сопротивления платинового термометра. Однако сопротивление термометра остается достаточно постоянным в течение ограниченного времени. Так, например, наиболее стабильные термометры,

Таблица 1

Дата		Сопротивление термометра, $R_0$ , ом	
месяц	год	R-13	S-167
I	1953	28,63864	25,47906
III	1954	885	918
XI	1954	916	936
XI	1956	925	968
XI	1958	924	963

$\pm (1 \div 2) \cdot 10^{-4}$  град. Сопротивления этих термометров были измерены на одной и той же весьма совершенной электроизмерительной аппаратуре в Национальной физической лаборатории Англии.

Точность электроизмерительной аппаратуры, применяемой во ВНИИМ для температурных измерений, до настоящего времени была недостаточной. В связи с этим изучение воспроизводимости постоянных точек практической температурной шкалы было в значительной мере затруднено.

Одной из наиболее важных для термометрии постоянных точек является тройная точка воды, погрешность измерения в которой определяет точность измерения температуры в широком диапазоне температур.

Условиям воспроизведения тройной точки воды с наивысшей точностью в зарубежных лабораториях посвящено немало работ. Результаты их изложены, например, Мозером [2], Барбером [3], Берри [4] и т. д. Зарубежным исследователям удалось поставить ряд тонких экспериментов, удавливающих изменение температуры тройной точки воды в зависимости от различных факторов физико-химического свойства. Проведение таких экспериментов не лимитировалось ограниченной точностью электроизмерительной аппаратуры, поскольку в работах упоминается, что она позволяла заметить изменение температуры на несколько сотых долей градуса. Исследователи приходят к такому основному выводу: тройная точка воды может быть стабильна с точностью  $\pm 5 \cdot 10^{-5}$  град в течение долгого времени и при осуществлении с некоторыми изменениями условий опыта воспроизводится с точностью  $\pm 1 \cdot 10^{-4}$  град.

Во ВНИИМ погрешность воспроизведения тройной точки воды зависела от погрешностей электрических измерений, которые осуществлялись с помощью 5-декадного компенсатора Диссельхорста и образцовой 10-омной катушки сопротивления 1-го разряда. Относительная погрешность электрических измерений составляла  $\pm 5 \cdot 10^{-5}$ , что соответствует  $\pm 0,001$  град [5].

С целью повышения точности измерения температуры тройной точки воды была проведена работа, включавшая три основные задачи:

1) выбор и исследование аппаратуры для измерения электрического сопротивления платиновых термометров с максимальной точностью;

2) создание новых герметизированных термометров сопротивления высокой стабильности; \*

3) детальное изучение погрешностей, возникающих при воспроизведении тройной точки воды\*. Создание методики исключения систематических погрешностей.

Измерения сопротивления платиновых термометров вели одновременно и мостовым и компенсационным методами, что давало возможность выбрать наиболее рациональный метод. Был использован новый мост-компаратор типа МКС-1, разработанный В. П. Шигориным в лаборатории эталонов электрических единиц ВНИИМ [6].

В мосте-компараторе, который может работать по схеме как двойного, так и одинарного моста, применяется метод уравнивания по частям, благодаря чему влияние сопротивлений зажимов и соединительных проводов на результат измерения исключается.

В комплект установки моста-компаратора входят: 1) мост; 2) мера отношений, используемая в качестве образцовой меры сопротивления; 3) блоки сопротивлений, включаемые в схему моста-компаратора в качестве основных его плеч; 4) магазин отношений, используемый для калибровки катушек регулируемых плеч моста-компаратора.

Мост помещен в масляную ванну, температура которой регулируется с помощью электрического нагревателя и змеевика с холодной водой и поддерживается равной  $22 \pm 0,01^\circ \text{C}$ . Для измерения сопротивления платинового термометра применяется метод замещения отношений измеряемого сопротивления к сопротивлению образцовой катушки заранее известным и близким по значению отношением сопротивлений отдельных секций меры.

\* О новых герметизированных термометрах сопротивления и воспроизводимости тройной точки воды см. статьи настоящего сборника на стр. 200 и 218.

Процесс измерения на мосте требует много времени, поскольку компарирование должно производиться при двух значениях силы тока через платиновый термометр. Поэтому в лаборатории мост-компаратор используется для проведения измерений сопротивления платиновых термометров главным образом в тех случаях, когда требуется наиболее высокая точность ( $\pm 0,0001$  град).

Несколько меньшая точность может быть получена при измерениях на компенсаторе при условии применения золото-хромовых мер, термостатированных в тройной точке воды ( $\pm 0,0002$  град).

Значения сопротивления золото-хромовых мер должны быть определены на мосте-компараторе каждый месяц с высокой точностью.

#### Опытные золото-хромовые и марганцевые меры сопротивления

Основными источниками погрешностей электрических измерений на компенсаторе являются:

- 1) нестабильность сопротивления декад компенсатора;
- 2) нестабильность сопротивления образцовой катушки;
- 3) погрешность поправок компенсатора;
- 4) нестабильность сопротивления платинового термометра.

Если не рассматривать вопроса о погрешностях от нестабильности термометров сопротивления, который подробно изложен в отдельной статье\*, все другие погрешности электрических измерений могут быть существенно уменьшены при условии замены обычных образцовых катушек сопротивления новыми стабильными мерами.

Погрешности, указанные в пп. 1 и 3, сводятся к минимуму и не могут заметно влиять на результат измерений, если значение измеряемого сопротивления платинового термометра будет близким к сопротивлению образцовой меры. Снижение погрешности от нестабильности образцовой катушки (п. 2) может быть достигнуто, если новые меры сопротивления будут более стабильны, чем образцовые катушки. В основу создания новых мер положена идея термостатирования проволоки с низким температурным коэффициентом при весьма стабильной температуре. Опыт работы лаборатории показал, что такой стабильной температурой является тройная точка воды.

Выбор конструкции мер сопротивления был предпринят размерами сосуда для тройной точки воды: новые меры конструктивно идентичны термометрам сопротивления.

Первоначально были изготовлены опытные меры сопротивления трех номинальных значений: 10, 14 и 26 ом, т. е. таких значений, которые принимает 10-омный платиновый термометр в трех постоянных точках: тройной точке воды, точке кипения воды и точке затвердевания цинка.

В 1956 г. были созданы три 10-омных меры сопротивления: одна мера (ЗХ) из золото-хромовой проволоки, изготовленной до войны Б. В. Блиновым, вторая мера (№ I) из австрийского марганца и третья (№ II) — из отечественного марганца, также изготовленного Б. В. Блиновым.

В 1957 г. с новыми мерами были проведены отдельные измерения; периодическое наблюдение за стабильностью этих мер было начато в 1958 г.

В статье приводятся результаты исследования лишь тех опытных мер, которые применялись при измерениях в тройной точке воды.

Сопротивление новых мер определяли с помощью компенсатора, принимая за образцовую меру обычную образцовую катушку 1-го разряда. Судить о стабильности новых мер по абсолютному значению их сопротивлений, однако, было затруднительно, так как образцовые негерметизированные катушки

\* См. статью настоящего сборника, стр. 218.

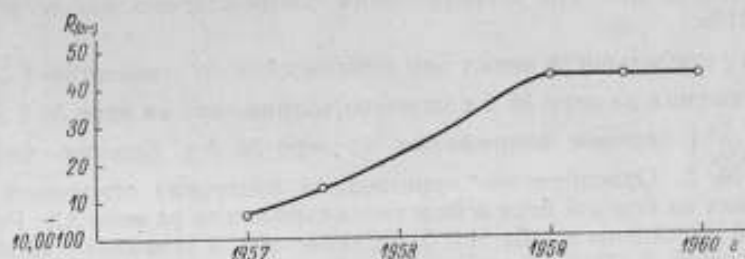
1-го разряда не являются достаточно стабильными. Поэтому осуществляли наблюдение за изменением отношения падения напряжения на одной мере к падению напряжения на другой.

Значения сопротивлений сравниваемых мер были настолько близкими, что в результат измерений не входила погрешность двух первых декад компенсатора. При измерении отношения  $\frac{U_{\kappa}}{U_{\mu}}$  (где  $U_{\kappa}$  и  $U_{\mu}$  — падение напряжения на образцовой катушке и на мере) вводилась поправка на температурный коэффициент сопротивления образцовой катушки.

Таблица 2

Год	$\frac{U_7}{U_I}$	$\frac{U_7}{U_{II}}$	$\frac{U_7}{U_{3X}}$	$\frac{U_I}{U_{3X}}$	$\frac{U_{II}}{U_{3X}}$	$\frac{U_8}{U_{3X}}$
1958	1,001733	1,001817	1,001805	1,000062	0,999986	0,999792
	739	819	807	062	984	793
	742	819	803	061	983	789
	743	820	799	064	—	—
	743	—	801	—	—	—
1959	—	—	802	—	—	—
	734	—	804	070	983	793
	734	—	801	075	983	792
	—	—	804	085	—	786
1960	700	819	802	093	983	794
	1,001722 $\pm 22 \cdot 10^{-6}$	1,001819 $\pm 1 \cdot 10^{-6}$	1,001803 $\pm 2,5 \cdot 10^{-6}$	1,000077 $\pm 16 \cdot 10^{-6}$	0,999983 $\pm 0,6 \cdot 10^{-6}$	0,999791 $\pm 3 \cdot 10^{-6}$

В табл. 2 приведены значения отношений падений напряжения исследуемых мер № I, II, 3X и образцовых катушек сопротивления № 7 и № 00156, которую условно обозначим № 8. Из табл. 2 видно, что наиболее стабильным является отношение  $\frac{U_{II}}{U_{3X}}$ .



Стабилизация золото-хромовой меры сопротивления 3X.

Если исключить первое измерение, то нестабильность отношения  $\frac{U_{II}}{U_{3X}}$ , оцененная средней квадратичной погрешностью, составляет  $\pm 0,6 \cdot 10^{-6}$ . Следовательно, можно полагать, что обе меры, и золото-хромовая и марганцевая, в достаточной мере стабильны.

Таким образом, из трех новых мер сопротивления одна, изготовленная из отечественного марганца, оказалась нестабильной. Что касается золото-хромовой меры и меры, изготовленной из австрийского марганца, то отношение их сопротивлений за

Таблица 3

Год измерения	Сопротивления мер		
	№ 1	№ 2	3X
1958	10,00203	10,00126	10,00123
1959	—	10,00127	10,00143
1960	10,00249	10,00129	10,00144

3 года оказалось стабильным в пределах  $0,6 \cdot 10^{-6}$ . Кривая стабилизации золото-хромовой меры 3X показана на рисунке.

Значения сопротивлений опытных мер, измеренные в лаборатории эталонов электрических единиц, приведены в табл. 3.

### Золото-хромовые меры для 10- и 25-омных термометров сопротивления

На основании результатов исследований стабильности опытных мер было сочтено целесообразным для дальнейших работ изготовить меры сопротивления только из золото-хромовой проволоки. Для этой цели была изготовлена проволока из спектрально чистых золота и хрома с содержанием золота 97,99%.

Для проведения работ в тройной точке воды были изготовлены по две 10- и 25-омные меры сопротивления. Все они были заполнены гелием под давлением, близким к 1 атм. Наблюдения за стабильностью новых золото-хромовых мер сопротивления были начаты в июле 1960 г. и продолжались в течение 8 мес.

Золото-хромовая мера 3X была принята в качестве образцовой при определении сопротивлений новых мер на компенсаторе. Из двух новых 10-омных мер, получивших обозначение № 1 и 2, значение сопротивления на компенсаторе определяли по мере 3X только у меры № 1. Сопротивление меры № 2 определяли по сопротивлению меры № 1. Таким же способом определяли сопротивление 25-омных мер № 4 и 5.

Погрешность измерения сопротивления мер № 1 и 4 составляет  $\pm 0,002\%$ , так как их номиналы значительно отличаются от номинала меры 3X. Но отношения сопротивлений мер № 1 и 2, а также мер № 4 и 5 измерены с большей точностью, так как эти сопротивления соответственно равны в пределах до  $\pm 0,01\%$ .

Оценку стабильности новых мер производили по отношению  $\left(\frac{U_2}{U_1}\right)$  падения напряжения на мере № 2 к падению напряжения на мере № 1 и по отношению  $\left(\frac{U_4}{U_5}\right)$  падения напряжения на мере № 4 к падению напряжения на мере № 5. Одновременно производили измерения отношений падений напряжения на каждой мере к падению напряжения на мере 3X. Результаты измерений приведены в табл. 4 и 5. Данные табл. 4 указывают на нестабильность меры № 2. Рассмотрение табл. 5 приводит к следующему выводу: в течение 8 мес. соотношение  $\frac{U_4}{U_5}$  держится постоянным в пределах средней квадратичной погрешности  $\pm 1 \cdot 10^{-6}$ , а соотношения  $\frac{U_2}{U_{3X}}$  и  $\frac{U_4}{U_{3X}}$  менее стабильны и колеблются за то же время в пределах  $(1,6 \pm 2) \cdot 10^{-6}$ . Т. е. сравнение неравных сопротивлений (измеряемое 25-омное и образцовое 10-омное) на компенсаторе сопровождается значительной погрешностью вследствие погрешностей декад компенсатора.



Таблица 4

$\frac{U_1}{U_{3X}}$	$\frac{U_2}{U_{3X}}$	$\frac{U_3}{U_1}$
1,022147	1,022679	1,000521
148	678	520
148	681	522
148	678	519
145	672	514
138	674	516
145	677*	522*
143	1,025308	1,003092
144	5302	3092
145	5302	3090
144	5302	—
145	1,026852	1,004603
144		1,002236
144		1,002223
144		
146		
146		
148		
148		
147		
147		
146		
146		
146		
146		
146		
147		
150		
147		
147		
146		
146		
145		
144		
149		
Среднее 1,022146 $\pm 0,000002$	—	—
* После этого опыта был проведен отжиг меры № 2.		

Таблица 5

$\frac{U_1}{U_{3X}}$	$\frac{U_2}{U_{3X}}$	$\frac{U_3}{U_1}$
2,564810	2,565094	1,000112
793	089	112
787	075	112
748	050	111
789	060	112
793	048	112
742	066	111
751	060	113
789	066	111
801	094	110
798	074	111
804	089	110
805	086	110
805	090	111
803	088	112
797	091	112
		112
		112
		112
		112
		112
		113
		113
		112
		111
		111
Среднее 2,564788 $\pm 0,000021$	2,565076 $\pm 0,000016$	1,000112 $\pm 0,000001$

Результаты сравнения 10-омных мер менее показательны, так как одна из них (№ 2) оказалась нестабильной. Отношение же  $\frac{U_1}{U_{3X}}$  оказалось довольно

Таблица 6

Сопротивления золото-хромовых мер, ом		
№ 1	№ 4	№ 5
10,222835	25,654584	25,651741
850	586	740
859	587	774
885		778
		785
		817
		817

стабильным, но с меньшей точностью, чем у 25-омных мер.

В дальнейшем сопротивления новых мер измеряли уже на мосте-компараторе. Из табл. 6, где приведены результаты измерений, можно видеть, что наблюдается некоторый рост сопротивления новых мер. Это, по-видимому, можно объяснить тем, что процесс стабилизации их сопротивлений еще не закончен. Выше было отмечено, что у 10-омной золото-хромовой меры 3X вначале почти в течение года также по-

вышалось сопротивление, а затем оно оставалось стабильным в течение трех лет. Можно ожидать, что меры № 1, 4 и 5 также со временем стабилизируются.

Наличие в лаборатории моста-компаратора позволяло определять значение сопротивлений новых мер так часто, как это было необходимо при использовании этих значений для измерений на компенсаторе. Применение новых мер даже с не вполне установившимися значениями сопротивлений обеспечивало проведение более точных измерений на компенсаторе, нежели применение образцовых катушек сопротивления. Ранее, когда суммарная погрешность измерений с помощью платиновых термометров была значительной и не было возможности оценить величины отдельных составляющих, мы

Таблица 7

Сопротивление в тройной точке воды (ом) термометров						
№ 8	№ 9	№ 12	№ 16	№ 21	№ 24	№ 26*
10,22659	10,27890	10,22303	10,22686	25,65774	25,64945	25,66106
658	889	302	685	774	953	137
658	891	300	684	778	953	128
658	891	301	686	779	949	114
659	891	301	685	776	948	130
660	890	302	685	777	944	099
	891	300	685	778	948	142
		299		776	948	144
					946	—
Среднее						
10,22659	10,27890	10,22301	10,22685	25,65776	25,64948	25,66125
±0,00001	±0,00001	±0,00001	±0,00001	±0,00002	±0,00003	±0,00016

\* 25-омный термометр № 26 сравнивали с 10-омной золото-хромовой мерой.

предполагали, что основной причиной этой погрешности является нестабильность образцовых катушек. Теперь становится совершенно очевидным, что главной причиной большого разброса результатов измерений является погрешность поверки 1-й декады и нестабильность декад компенсатора. Поэтому при измерении на компенсаторе особо важное значение имеет равенство падений напряжения на термометре и образцовой мере.

В табл. 7 приводятся результаты измерений сопротивлений платиновых термометров в тройной точке воды на компенсаторе с новыми золото-хромовыми мерами. Для сравнения приводятся результаты измерения 25-омного термометра сопротивления № 26 с 10-омной золото-хромовой мерой ЗХ. В этом случае средняя квадратичная погрешность измерения достигает  $\pm 0,00016$  ом, что может быть отнесено только за счет погрешности поверки или нестабильности декад компенсатора.

В настоящее время в лаборатории изготовлены и применяются золото-хромовые меры с номинальными значениями, близкими к сопротивлению платиновых термометров в каждой постоянной точке.

Таким образом, применение новых мер сопротивления обеспечивает повышение точности измерения сопротивления платиновых термометров на компенсаторе на один порядок: относительная погрешность снижена до  $\pm 2 \cdot 10^{-6}$ .

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Procès-Verbaux des seances 5<sup>ème</sup> Session (1958) Comité consultatif de thermométrie.
2. Moser H., Ann. d. Phys., t. 1, 1929, p. 341.
3. Barber C. R., British Journal of Applied Physics, v. 5, 1954, pp. 41—44.
4. Berry R. I., Can. J. Phys., v. 37, 1959.
5. Алиева Ф. З., Осуществление тройной точки воды и исследование ее воспроизводимости. Труды ВНИИМ, вып. 35 (95), 1958, стр. 5—10.
6. Шигорин В. П., Мост для сравнения эталонных и образцовых сопротивлений в пределах от 0,001 до 100 000 ом, «Измерительная техника», № 4, 1960.

Поступила в редакцию  
8/III 1961 г.

Ф. З. АЛНОВА, В. П. ЧЕКУЛАЕВ

ВНИИМ

## О КОНСТРУКТИВНЫХ ОСОБЕННОСТЯХ ТЕРМОМЕТРОВ СОПРОТИВЛЕНИЯ

*В статье приводится обзор существующих конструкций платиновых термометров сопротивления. Дается описание герметизированных газонаполненных термометров сопротивления, изготовленных во ВНИИМ из платины с  $\alpha \geq 3,926 \cdot 10^{-3} \text{ град}^{-1}$ , и результаты исследования их стабильности.*

О применении термометров сопротивления для измерения температуры впервые было упомянуто Сименсом в 1871 г. [1]. Однако в результате работы Сименса был сделан вывод о том, что вследствие нестабильности термометры сопротивления непригодны для точного измерения температуры.

В 1887 г. Каллендаром [2] была разработана конструкция термометра, обеспечивающая высокую степень постоянства сопротивления. В этой конструкции на зубчатый слюдяной каркас намотана платиновая проволока таким образом, чтобы при изменениях температуры она могла свободно расширяться и сокращаться. Выводы термометра жестко укреплены на слюде, благодаря чему исключается возможность натяжения проволоки при их движении. В дальнейшем конструкция термометра Каллендара несколько видоизменялась [3—5], но эти видоизменения относились главным образом к способу крепления проволоки на каркасе.

Основным недостатком термометров Каллендара явились значительные размеры чувствительного элемента, на уменьшение которых было обращено большое внимание при следующих этапах развития платиновой термометрии. Одновременно с этим, в связи с дальнейшим повышением требований к точности температурных измерений, были предприняты меры, обеспечивающие повышение стабильности термометров сопротивления. Существенное уменьшение размеров чувствительного элемента было достигнуто благодаря применению спиральной намотки проволоки. В настоящее время наибольшее признание нашли три конструкции термометров сопротивления с чувствительными элементами в виде спирали: Мейерса, Барбера и П. Г. Стрелкова.

В термометре Мейерса [6] проволока свивается в спираль диаметром 0,4 мм и бифилярно наматывается на слюдяной крестообразный каркас. Охранная трубка диаметром 7—7,5 мм изготовлена из стекла пирекс. Чувствительный элемент соединяется с головкой термометра золотыми подводными проводами длиной 430 мм. Сопротивление термометра при 0°С равно приблизительно 25,5 ом. Проволока чувствительного элемента имеет диаметр 0,087 мм. Термометр заполняется сухим гелием.

Термометр, описанный Барбером [7,11] и имеющий при  $0^{\circ}\text{C}$  сопротивление приблизительно  $25\ \text{ом}$ , сделан из платиновой проволоки диаметром  $0,05\ \text{мм}$ . Неотожженную проволоку длиной  $600\ \text{мм}$  наматывают на серебряный стержень диаметром в  $1\ \text{мм}$  таким образом, чтобы витки спирали соприкасались. При освобождении натяга спираль слегка расширяется, серебряный стержень можно легко вынуть, а спираль получается длиной  $20\ \text{мм}$  и диаметром  $1,5\ \text{мм}$ . Затем спираль растягивают до  $110\ \text{мм}$ , и когда растягивающее усилие снимается, она становится длиной  $60\ \text{мм}$ . После этого спираль моют в бензине, кипятят в  $50\%$  растворе азотной кислоты, а затем моют в дистиллированной воде. Подготовленную таким образом спираль помещают в тонкую U-образную пирексовую трубку с внутренним диаметром приблизительно  $1,5\ \text{мм}$  и толщиной стенки  $0,2\ \text{мм}$ .

Если сопротивление термометра измеряют при помощи компенсатора, то в качестве подводящих проводов может быть использована тонкая платиновая проволока диаметром  $0,2\ \text{мм}$ , так как в этом случае их сопротивление не входит в результат измерения. Если же для измерений используют мост сопротивления, то становится важным уменьшение сопротивления подводящих проводов, и в этом случае выводы могут быть золотые или платиновые диаметром  $0,5\ \text{мм}$ . Четыре подводящих провода изолируются двумя фарфоровыми двухканальными трубочками.

Термометр после изготовления откачивают в течение приблизительно  $12\ \text{ч}$  при температуре  $450^{\circ}\text{C}$ . Затем в охранный чехол прибавляют тщательно высушенный воздух, и термометр откачивают снова. Этот процесс повторяют несколько раз и в конце концов термометр герметизируют с находящимся в нем сухим воздухом, причем в процессе герметизации в печи поддерживается температура  $450^{\circ}\text{C}$ .

При такой обработке термометр освобождается от влаги, что является важным требованием для хорошей электрической изоляции. Для этой же цели поверхность стекла около внешних запаек платина — стекло, т. е. в местах, где платина выходит из охранный чехла, промазывают раствором полистирола, что уменьшает поверхностную утечку. Изготовленный термометр отжигают, пропуская через проволоку чувствительного элемента в течение  $30\ \text{мин}$  ток  $\sim 0,3\ \text{а}$ . При этом температура проволоки достигает  $\sim 700^{\circ}\text{C}$ .

В термометрах сопротивления Стрелкова на кварцевый геликоидальный каркас монтируется платиновая проволока, свитая предварительно в спираль диаметром  $0,7\ \text{мм}$ . Для термометров, имеющих сопротивление  $10\ \text{ом}$  при  $0^{\circ}\text{C}$ , применяется проволока диаметром  $0,1\ \text{мм}$  и длиной  $920\ \text{мм}$ . Четыре вывода — токовые и потенциальные, проходящие внутри термометра, — сделаны из платиновой проволоки диаметром  $0,3\ \text{мм}$  и длиной  $500\ \text{мм}$ . Защитным чехлом термометра служит пробирка из плавленого кварца длиной  $550\ \text{мм}$  с внутренним диаметром  $3,5 \div 4\ \text{мм}$  и наружным около  $5\ \text{мм}$ . Четыре внутренние вывода изолируются друг от друга соломкой из плавленого кварца. Для удаления загрязнения чувствительный элемент промывают последовательно щелочью, хромовой смесью и раствором азотной кислоты (после каждой операции чувствительный элемент необходимо промывать дистиллированной водой). Затем его просушивают в потоке чистого сухого воздуха. Отжиг термометров производится в течение  $44\ \text{ч}$  в электрической печи при температуре  $800 \div 850^{\circ}\text{C}$ . В процессе отжига через кварцевую пробирку, в которую уложены каркасы термометров, пропускают газообразный кислород. После сборки производится дополнительный отжиг термометра при  $700^{\circ}\text{C}$ . Более подробное описание конструкции и технологии изготовления термометров сопротивления Стрелкова приведено в Трудах МГИИП [8].

Во ВНИИМ в целях повышения точности измерения было очень существенно иметь номинальные значения сопротивления термометров близкими к значению сопротивления образцовых мер. Поэтому при изготовлении тер-

мометров была предусмотрена возможность подгонки их сопротивления (рис. 1); спираль чувствительного элемента 2 предварительно была разрезана на две равные части, затем каждая половина уложена по спирали каркаса 3 и концы чувствительного элемента сварены между собой. При этом в месте развилки каркаса образуются шлейфы 1 для подгонки сопротивления.

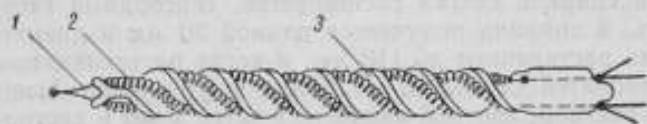


Рис. 1.

Значение сопротивления термометров подгоняли под номинальное с точностью  $\pm 0,1\%$ . Для улучшения условий теплообмена между чувствительным элементом и измеряемой средой большая часть термометров была заполнена гелием, содержащим около 10% кислорода. Кроме того, с целью исследования два термометра заполнили чистым гелием, четыре термометра — сухим воздухом, а два термометра оставили незаполненными и негерметизированными.

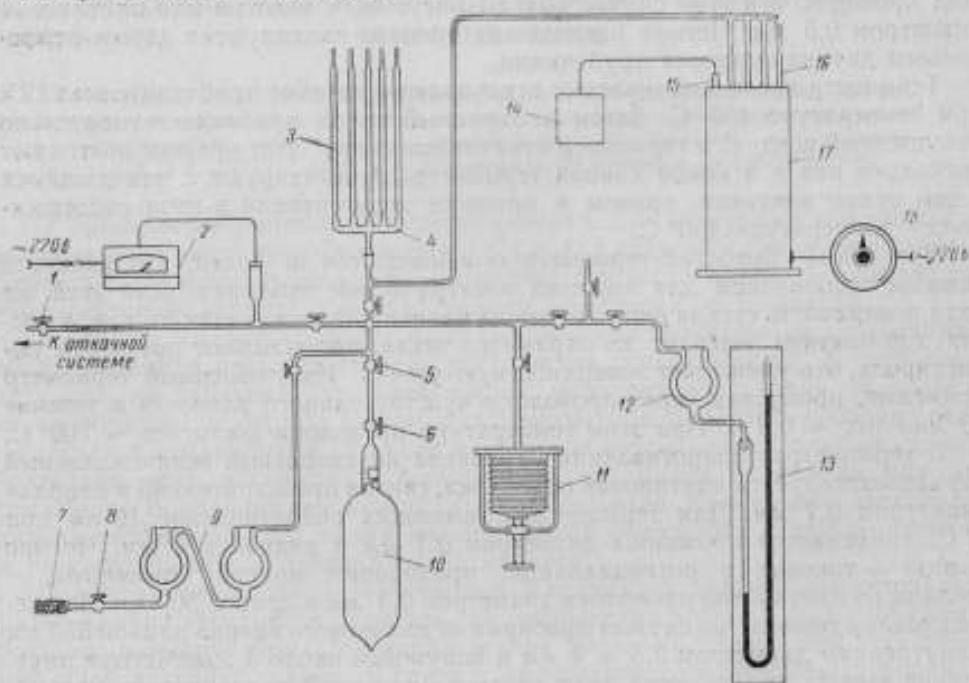


Рис. 2.

Для заполнения термометров сопротивления гелием, сухим воздухом или гелием с примесью кислорода создана специальная установка, принципиальная схема которой представлена на рис. 2.

При заполнении термометров гелием стеклянный баллон 10 с чистым гелием, находящимся под давлением 600 мм рт. ст., соединяют с установкой через систему кранов. Термометры 16, помещенные в нагревательную печь 17, или меры сопротивления 3, подпаянные к гребенке 4, присоединяются к установке. В процессе откачки, продолжающейся 100 ч, в нагревательной печи поддерживается температура приблизительно 500° С. Режим печи регулируется автотрансформатором 18; контроль температуры осуществляется термопарой 15 и компенсатором 14.

Краны 5 и 6 служат для подачи гелия отдельными порциями из объема трубки, заключенного между этими кранами.

Для регулирования давления гелия в системе служит сильфонный пресс 11. Давление определяется с помощью ртутного манометра 13. Ловушка 12 предназначена для предотвращения попадания паров ртути в систему.

Установка подсоединена через кран 1 к откачной системе. Остаточное давление контролируется с помощью вакуумметра 2 типа ВТ-2.

Для заполнения термометров сухим воздухом через кран 8 подается порция атмосферного воздуха, механические примеси которого задерживаются фильтром 7, а влага вымораживается в ловушках 9. При заполнении термометров гелием с добавлением кислорода баллон с кислородом соединяют с фильтром 7, и процесс подачи кислорода производится аналогично подаче сухого воздуха.

По описанной технологии было изготовлено около 20 термометров сопротивления из платиновой проволоки высокой чистоты, специально изготовленной на аффинажном заводе. Значения температурного коэффициента  $\alpha$  для 15 термометров, приведены в табл. 1.

Данные табл. 1 показывают, что значения  $\alpha$  до и после опыта у некоторых термометров отличаются незначительно (в пределах погрешности измерения  $R_{100}$ , что составляет 0,0005—0,0007°С), а у некоторых это отличие выше. Значения  $\alpha$  могли изменяться для одних термометров вследствие отжига, для других — вследствие наклепа при недостаточно осторожном обращении в период эксплуатации.

Таблица 1

№ термометра	Заполнение термометров	$\alpha \cdot 10^3 \text{ град}^{-1}$		Разница значений $\alpha \cdot 10^3 \text{ град}^{-1}$
		после изготовления	после опыта	
1	Воздух . . . . .	3,92641	3,92654	+0,00013
2	» . . . . .	3,92652	3,92653	+0,00001
3	Гелий . . . . .	3,92657	3,92660	+0,00003
4	Гелий с 10% кислорода . . . . .	3,92639	3,92655	+0,00016
8	Гелий . . . . .	3,92651	3,92641	-0,00010
12	То же . . . . .	3,92659	3,92638	-0,00021
13	» . . . . .	3,92649	3,92655	+0,00006
14	» . . . . .	3,92633	3,92640	+0,00007
15	» . . . . .	3,92571	3,92649	+0,00078
17	» . . . . .	3,92652	3,92647	-0,00005
21	» . . . . .	3,92637	3,92653	+0,00016
22	» . . . . .	3,92629	3,92639	+0,00010
23	» . . . . .	3,92640	3,92636	-0,00004
24	» . . . . .	3,92651	3,92653	+0,00002
26	» . . . . .	3,92654	3,92646	-0,00008

Примечание. Для термометров № 1, 2, 4 и 17 значения  $\alpha$  приведены до и после тепловой обработки. Для всех других термометров после первоначального отжига никакой другой тепловой обработки произведено не было.

В практике работы лаборатории верхним пределом применения большинства термометров является температура затвердевания цинка. Передача

значения температуры в интервале  $419,5+630,5^{\circ}\text{C}$  и измерение температуры затвердевания сурьмы осуществляются обычно двумя-тремя специально выделенными термометрами, к стабильности которых для указанного интервала температур предъявляются меньшие требования. Поэтому новые термометры были подготовлены главным образом для работы до температуры затвердевания цинка. Однако в случае необходимости все термометры можно использовать и при температурах более высоких, но для этого требуется дополнительная тепловая обработка. Как было уже упомянуто, из тренированных при  $500^{\circ}\text{C}$  с дальнейшим тепловым воздействием подвергались лишь термометры № 1, 2, 4 и 17.

Испытание стабильности термометров производилось по очень несложной программе: измерение их сопротивления в тройной точке воды чередовали с отжигом в нагревательной печи при температуре  $430^{\circ}\text{C}$  в течение приблизительно 2 ч.

Результаты отжига показаны в табл. 2.

Таблица 2

Обработка и сопротивление* термометров		Термометры сопротивления			
		№ 1	№ 2	№ 4	№ 17
Заполнение . . . . .		Воздух	Воздух	Гелий с кислородом	Гелий
Сопротивление: после изготовления . . . . .		9,99750	9,99773	9,99867	10,00169
после отжига:					
$t^{\circ}\text{C}$	час				
560	4	—	—	9,99923	—
200	2	—	—	—	10,00169
430	2	9,99741	9,99771	9,99923	10,00177
430	2	9,99741	9,99771	9,99922	10,00178
430	2	9,99742	9,99772	9,99923	10,00180
430	2	—	—	9,99923	10,00182
430	2	—	—	—	10,00185
430	2	—	—	—	10,00184 **
500	4	—	—	—	10,00187
430	2	—	—	—	10,00189
430	2	—	—	—	10,00188
430	2	—	—	—	10,00187
430	2	—	—	—	10,00188

Примечания.\* Сопротивление указано в тройной точке воды.  
\*\* После этого опыта произошло замыкание витков термометра и произведен его ремонт.

Как видим, термометры, содержащие воздух, при первом отжиге незначительно снизили сопротивление, а при последующих отжигах значение сопротивления не изменили. Термометр № 17, содержащий чистый гелий, и термометр № 4, содержащий смесь гелия с кислородом, тренировали разными способами: термометр № 4 в течение 4 ч отжигали при  $560^{\circ}\text{C}$ , в результате чего сопротивление «подскочило» более чем на  $5 \cdot 10^{-4}\text{ом}$  (т. е. более  $0,01\text{град}$ ). При дальнейшем нагреве термометра в течение 2 ч при  $430^{\circ}\text{C}$  сопротивление уже не изменялось.



Термометр № 17 вначале нагревали при 200° С, что, конечно, не отразилось на постоянстве сопротивления. Первый отжиг при 430° С дал заметное повышение сопротивления, но меньше, чем у термометра № 4, — всего лишь на  $8 \cdot 10^{-5}$  ом, или, в температурном выражении, на 0,002 град. Четыре последующих отжига вызвали повышение сопротивления — в общей сложности на  $5 \cdot 10^{-5}$  ом, при двух следующих отжигах сопротивление осталось

Таблица 3

Сопротивления в тройной точке воды (ом) термометров		
№ 20	№ 21	№ 22
25,553965	25,657968	25,656573
978	962	574
961	966	557
969	974	561
969	974	577
974	974	576
974	966	577
971	974	566
975	955	566
971	958	564
969	948	566
971	954	—
969	948	—
972	950	—
974	958	—
971	—	—
975	958	—
974	961	—
974	954	—
969	951	—
971	—	—
971	951	—
974	958	—
974	971	—
976	958	—
974	—	—
979	959	—
971	953	—
979	—	—
974	—	—
974	—	—
979	—	—
Среднее 25,653973 $\pm 4 \cdot 10^{-6}$	25,657960 $\pm 8,4 \cdot 10^{-6}$	25,656569 $\pm 6 \cdot 10^{-6}$

практически неизменным, но в дальнейшем было обнаружено, что два соседних витка термометра замкнулись. Термометр был отремонтирован, вновь отожжен при 500° С, после чего были повторены серии наблюдений, в которых измерение сопротивления в тройной точке воды снова чередовали с отжигом при 430° С в течение 2 ч. Из табл. 2 видно, что при четырех сериях отжигов сопротивление термометра оставалось неизменным в пределах погрешности измерений.

При исследовании стабильности термометров наблюдали не за изменением температурного коэффициента сопротивления  $\alpha$ , а только за сопротивлением в тройной точке воды  $R_{тр}$ , по той причине, что благодаря недостаточной точности измерений в точке 100° С сравнительно с измерениями в тройной точке воды в оценку стабильности могла быть внесена неопределенность.

Таблица 4

Сопротивление в тройной точке воды (ом) термометров	
№ 51-2	№ 51-4
11,68988	11,75460
993	442
991	452
982	435
978	489
955	439
Среднее 11,68981 $\pm 15,6 \cdot 10^{-6}$	11,75453 $\pm 19,9 \cdot 10^{-6}$

О высокой стабильности новых термометров сопротивления можно судить по данным табл. 3, полученным при измерениях на мосте-компараторе типа МКС-1 [9] в течение 3—4 мес.

Для сравнения в табл. 4 приводятся результаты исследования в течение тех же 4 мес. стабильности газонаполненных герметизированных термометров сопротивления № 51-2 и 51-4, изготовленных из платины с более низким значением  $\alpha$ , чем новые термометры. Как видим, стабильность новых термометров более высокая.

Термометры № 51-2 и 51-4, так же как и термометры № 20, 21 и 22, являются наиболее стабильными из соответствующих серий.

### Вывод

Стабильность термометров сопротивления повышается, если их чувствительный элемент находится в атмосфере сухого газа.

Очень важное значение имеет режим тепловой обработки. Термометры сопротивления, наполненные воздухом, стабилизируются сразу же после тренировки при  $500^{\circ}\text{C}$ , но для стабилизации термометров, наполненных гелием, необходима длительная тепловая обработка. Этот вывод совпадает с выводом, сделанным в Национальной физической лаборатории (Англия) [10].

Термометры, изготовленные из платины с температурным коэффициентом сопротивления  $\alpha \geq 3,926 \cdot 10^{-3} \text{ град}^{-1}$ , более стабильны, чем с  $\alpha = 3,923 \cdot 10^{-3} \text{ град}^{-1}$ .

В изготовлении новых термометров принимали участие Э. В. Ловцос и В. С. Алифанов.

### ЛИТЕРАТУРА

1. Siemens C. W., Proc. Roy. Soc., v. 19, 1871, p. 351.
2. Callendar H. W., Phil. Trans., v. 178, 1887, p. 160.
3. Neyscock C. T., Neville F. H., J. Chem. Soc., v. 67, 1895, p. 160.
4. Sligh T. S., Bur. Stand. Sci., Papers, v. 17, 1922, p. 49.
5. Beattie I. A., Jacobus D. D., Gaines I. M., Proc. Am. Acad. Arts. Sci., v. 66, 1930—1931, p. 167.
6. Температура и ее измерение, Сборник докладов на III Международном симпозиуме по термометрии, Вашингтон, 28—30 октября 1954 г., стр. 114—115.
7. Varber, J. of scientific instruments, v. 27, № 2, 1950, p. 47.
8. Бриллиантов Н. А., Линьков В. И., Стрелков П. Г., Изготовление и эталонирование группы термометров сопротивления с кварцевыми каркасами, Труды МГИМИП, вып. 3, Машгиз, 1950.
9. Шигорин В. П., Мост для сравнения эталонных и образцовых сопротивлений в пределах от 0,001 до 100 000 ом, «Измерительная техника», № 4, 1960.
10. La stabilité des thermomètres à résistance de platine contenant de l'hélium, Procès-Verbaux, v. 24, 1955, p. 167.
11. Мюллер Е., Точная термометрия, основанная на измерении сопротивления, Сб. «Методы измерения температуры», ч. 2, под ред. В. А. Соколова, ИЛ, 1954.

Поступила в редакцию  
18/III 1961 г.

А. Д. БРОДСКИЙ  
ВНИИМ

### РАДИОЧАСТОТНЫЕ МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ

*В статье рассматриваются различные способы преобразования температурных измерений в радиочастотные. Показывается преимущество применения радиочастотных методов для измерения низких температур.*

Радиочастотные методы измерения температуры относятся к разделу техники, который теперь общезвестен как область измерения неэлектрических величин электрическими методами. Преобразование механической энергии в электрическую, а также различные другие виды преобразований достаточно подробно освещены в общей теории преобразователей [1]. Все задачи, которые обычно решаются в термометрии, могут быть сведены к рассмотрению термоэлектрических или термомеханических четырехполюсников. Например газовый термометр с идеальным газом можно представить как четырехполюсник, у которого одна сторона тепловая, а другая механическая. Схематически такой четырехполюсник представлен на рис. 1. С левой сто-

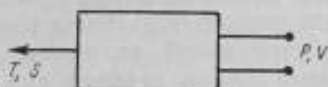


Рис. 1.

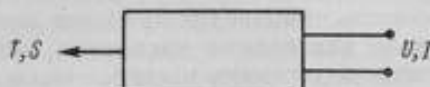


Рис. 2.

роны четырехполюсника — измеряемая температура  $T$  и энтропия  $S$ , с правой — объем газа  $V$  и величина его давления  $P$ .

Из теории электромеханических преобразователей известно, что линеаризованные уравнения преобразователя с идеальным газом для малых отклонений от начальных значений будут

$$P = -\frac{\gamma P_0}{V_0} V_0 + \frac{P_0}{C_V} S; \quad T = -\frac{P_0}{C_V} V + \frac{T_0}{C_V} S. \quad (1)$$

В тех случаях, когда для измерения температуры мы пользуемся термопарой, ее можно рассматривать как термоэлектрический преобразователь, представленный на рис. 2.

В общем виде линеаризованные уравнения такого четырехполюсника будут

$$U = a_{11}I + a_{12}S; \quad T = a_{21}I + a_{22}S. \quad (2)$$

Коэффициенты  $\alpha$  должны определяться для каждого конкретного случая. При этом следует учитывать, является ли этот преобразователь обратимым. (Под обратимостью понимают наличие взаимной реакции между обеими сторонами преобразователя.) Применение радиочастотных преобразователей позволяет упростить задачу и перейти от системы четырехполюсных к двухполюсным преобразователям. Этот вид преобразования мы назовем термочастотным. С одной стороны двухполюсника параметром будет температура, а с другой — частота электромагнитных колебаний. Такой преобразователь изображен на рис. 3. Мы будем характеризовать его при малых отклонениях от начальных условий коэффициентом преобразования  $K$ :

$$K = \frac{f}{T}. \quad (3)$$

В тех случаях, когда результатом преобразования будет фаза колебаний  $\varphi$ , коэффициент преобразования обозначим

$$K' = \frac{\varphi}{T}. \quad (4)$$

Первой отличительной особенностью термочастотных преобразователей является возможность применения на их выходе частотоизмерительных приборов, обладающих наибольшей точностью в сравнении с любыми другими измерительными приборами. Достаточно указать, что в настоящее время возможно измерять и воспроизводить абсолютное значение частоты с точностью до  $10^{-9}$  и отношение частот — с точностью до  $10^{-12}$ . В большинстве случаев эти приборы являются уникальными. Для того чтобы использовать их точность для большого количества потребителей, предусмотрено транслирование частоты эталонного генератора по радио.

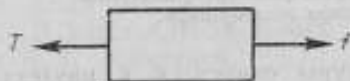


Рис. 3.

Для промышленных целей выпускаются электронные частотомеры, стабилизированные кварцевым генератором, обеспечивающим стабильность частоты до  $2 \cdot 10^{-6}$ .

В том случае, когда на выходе радиочастотного преобразователя изменяется фаза, в качестве индикатора рационально использовать электронный фазометр или синхронный двигатель.

Второй отличительной особенностью таких преобразователей является возможность применения приборов дискретного счета с практически неограниченным диапазоном численных значений измеряемой величины. Если в обычных измерениях мы ограничены размерами шкалы прибора или количеством декад на мосте или компенсаторе, то частотоизмерительные приборы (электронные частотомеры) позволяют производить счет от 1 до  $10^6$  и более. Применение синхронных двигателей для измерения фазы также не ограничивает диапазон счета, в этом случае число оборотов вала соответствует целым величинам, а угол поворота — дробным.

Третьей отличительной особенностью термочастотных преобразователей является возможность применения их для дистанционных и неконтактных методов измерения температуры.

Рассмотрим общие случаи осуществления термочастотных преобразований. Известно, что стабильность любого генератора электромагнитных колебаний зависит от постоянства температуры окружающей среды. (Для стабилизации частоты генераторов их термостатируют.) Тепловое воздействие окружающей среды на параметры генератора  $L$ ,  $C$  или  $R$  (где  $C$  — емкость контура,  $L$  — индуктивность и  $R$  — сопротивление) приводит к изменению частоты его колебаний. Если представить себе простейший релаксационный  $RC$ -генератор, то, используя температурную зависимость сопротивления  $R$ , можно осуществить термочастотный преобразователь. На

рис. 4 представлена простейшая принципиальная схема такого преобразователя.

Частота его будет определяться по формуле

$$f = \frac{1}{2,3RC \ln \frac{U - U_n}{U - U_a}} \quad (5)$$

где  $U_n$  — напряжение погасания;

$U_a$  — напряжение зажигания.

Полагая, что имеет место температурная зависимость сопротивления  $R = \psi(T)$ , и обозначая все постоянные величины через  $A$ , получим следующее значение для коэффициента преобразования

$$K = \frac{A}{T^2} \quad (6)$$

Как видно из формулы (6), коэффициент преобразования с понижением температуры возрастает.

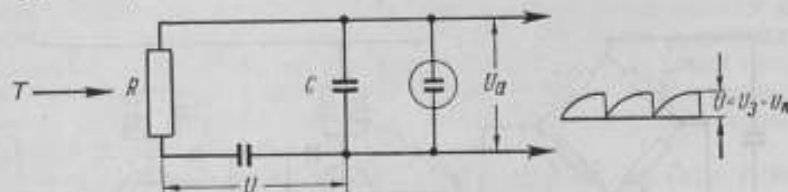


Рис. 4.

На практике целесообразно использовать сопротивление с большим температурным коэффициентом, например полупроводниковые сопротивления. Имеются также пути повышения чувствительности частотных преобразователей со сравнительно небольшим температурным коэффициентом термосопротивлений. В этом случае термосопротивление является частью мостовой схемы, в диагонали которой находится первичная обмотка трансформатора с ферритовым сердечником. Вторичная обмотка трансформатора с параллельно подключенным к ней конденсатором образует контур LC-генератора. Блок-схема такого прибора изображена на рис. 5.

Как видно из рис. 5, величина сопротивления  $r_T$  зависит от температуры. Изменение сопротивления  $r_T$  сопровождается изменением тока в первичной обмотке  $I$  трансформатора  $Tr$ ; при этом изменяется магнитная проницаемость ферритового сердечника. Это изменение, в свою очередь, приводит к изменению индуктивности  $L$  вторичной обмотки трансформатора. Перед началом измерений при  $T = \text{const}$  с помощью подстроечной емкости  $C_1$  оба генератора  $G_1$  и  $G_2$  настраиваются на одинаковую частоту (приблизительно 100 кГц). Тогда на выходе после смесителя разность частот  $\Delta f = 0$ . При изменении температуры изменяется сопротивление  $r_T$ , что приводит к изменению частоты генератора  $G_1$  (так как при этом изменяется индуктивность  $L$  вторичной обмотки трансформатора). Тогда на выходе после смесителя возникает разность частот  $\Delta f = \psi(T)$ . Такая схема при частоте генерации около 100 кГц обладает очень высокой чувствительностью. На практике, применяя эту схему с медным термометром сопротивления, удалось получить чувствительность больше  $0,001^\circ$  в интервале температур от  $+20$  до  $-4^\circ\text{C}$ .

Другим способом осуществления термочастотных преобразований является тепловое воздействие на электрическую емкость колебательного контура. В этом случае термометрическим параметром будет являться температурная зависимость диэлектрической постоянной  $\epsilon$ . Такая зависимость имеет место для кварца и для сегнетоэлектриков, причем в сегнетоэлектри-

ках температурная зависимость наиболее ярко выражена вблизи точек Кюри. Например для титаната бария [2] вблизи 100—120° С имеет место изменение диэлектрической постоянной более чем в три раза. Выше точки Кюри справедлив закон Кюри — Вейсса

$$\epsilon = \epsilon_0 + \frac{A}{T - T_K} \quad (7)$$

где  $\epsilon_0$  — диэлектрическая постоянная при температуре, во много раз большей  $T_K$ ;

$T_K$  — температура в точке Кюри.

Если в формулу (3) подставить значение собственной частоты колебательного контура  $f = \frac{1}{\sqrt{LC}}$ , где  $C = \frac{\epsilon S}{4\pi h}$  и температурная зависимость  $\epsilon = \epsilon(T)$  подчиняется закону Кюри — Вейсса (7), то в общем случае для коэффициента преобразования получим

$$K = \frac{B}{\sqrt{T}} \quad (8)$$

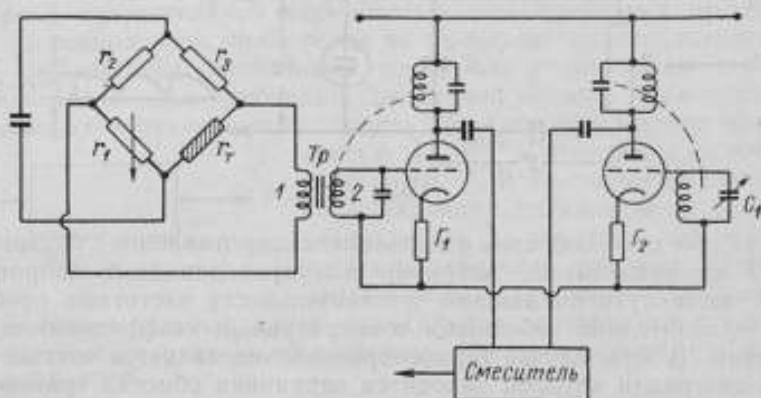


Рис. 5.

Из формулы (8) мы видим, что в случае использования температурной зависимости диэлектрической постоянной в большинстве случаев коэффициент преобразования возрастает с понижением температуры.

Аналогичным является случай термочастотного преобразования при тепловом воздействии на индуктивность колебательного контура. В данном случае в качестве термометрического вещества используются парамагнитные соли или ферромагнетики. Индуктивность контура пропорциональна магнитной восприимчивости  $\chi$ . Для  $\chi$  также справедлив закон Кюри — Вейсса

$$\chi = \frac{D}{T} \quad (9)$$

и коэффициент преобразования будет равен

$$K = \frac{D}{\sqrt{T}} \quad (10)$$

Исключение составляют случаи, когда температурная зависимость диэлектрической постоянной не подчиняется закону Кюри — Вейсса.

Для всех рассмотренных случаев мы видим, что коэффициент преобразования с понижением температуры возрастает. Это свойство всех термочастотных преобразователей представляет особый интерес для использования их

при измерении низких температур. Увеличение коэффициента преобразования с понижением температуры дает нам право считать, что при этом чувствительность радиочастотных методов измерения температуры также будет возрастать.

Легко показать, что чувствительность метода равна коэффициенту преобразования. Из формулы (3) мы видим, что частота связана с коэффициентом преобразования линейной зависимостью  $f = KT$ , поэтому чувствительность радиочастотных методов будет

$$\gamma = \frac{df}{dT} = K. \quad (11)$$

Отсюда видно, что чувствительность радиочастотного метода и коэффициент преобразования равнозначны.

Особое место в радиочастотных измерениях занимают термодинамические процессы, сопровождающиеся возбуждением тепловых колебаний в молекулах и атомах различных веществ. В этом случае термочастотная зависимость будет в основном определяться не электрическими параметрами электромагнитного колебательного контура, а сложными законами теплового движения частиц. В большинстве случаев эти законы позволяют с помощью радиочастотных методов измерить термодинамическую температуру. К числу таких процессов относятся температурные зависимости скорости распространения звука в различных телах, явления тепловых шумов электрических сопротивлений и ядерный квадрупольный резонанс.

Применение радиочастотных методов для измерения термодинамической температуры с использованием внутримолекулярных термометрических свойств вещества относится к новой области измерения температуры.

В заключение необходимо отметить основные моменты, определяющие перспективность развития радиочастотных методов для измерения низких температур.

1. Эти методы основаны на термочастотных способах преобразования температуры в частоту электромагнитных колебаний, которая может быть определена с очень высокой степенью точности ( $10^{-9} \div 10^{-8}$ ).

2. Они могут быть использованы как для абсолютных, так и для относительных измерений температуры.

3. Радиочастотные методы позволяют применять приборы дискретного счета, которые дают возможность с большой точностью производить отсчет измеряемой величины в большом интервале численных значений.

4. Они могут быть использованы для дистанционных и неконтактных способов контроля температуры.

5. Их чувствительность возрастает с понижением температуры.

На практике эти отличительные свойства термочастотных преобразований в настоящее время используются для измерения термодинамической температуры [3, 4], а также могут быть рекомендованы для повышения точности технических измерений температуры и других термодинамических параметров.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Харкевич А., Теория преобразователей, Энергоиздат, 1938.
2. Мэзон У., Пьезоэлектрические кристаллы и их применение в ультразвуке, ИЛ, 1952.
3. Бродский А. Д., Кремлевский В. П., Саватеев А. В., Новые методы осуществления термодинамической шкалы низких температур, Сообщения НИИ Комитета стандартов по термометрии, Стандартгиз, 1960.
4. Бродский А. Д., Ковалевская В. В., Акустический термометр для телеметрических измерений, Сборник работ по вопросам электромеханики, вып. V, изд. АН СССР, 1961.

Поступила в редакцию  
13/II 1961 г.

А. Д. БРОДСКИЙ, В. И. СОЛОВЬЕВ

ВНИИМ

### О ВОЗМОЖНОСТИ ВОСПРОИЗВЕДЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРНОЙ ШКАЛЫ НА ОСНОВЕ ЯДЕРНОГО КВАДРУПОЛЬНОГО РЕЗОНАНСА

*В статье рассматривается вопрос о возможности осуществления температурной шкалы на основе ядерного квадрупольного резонанса. Приводятся принципиальная схема радиоспектрометра для измерения температурной зависимости квадрупольного резонанса, а также результаты предварительных измерений температурной зависимости квадрупольного резонанса для кристаллов парадихлорбензола и хлората натрия.*

В последние годы придается большое значение повышению точности и достоверности результатов измерений физических величин. Существующие точности воспроизведения единиц измерений с помощью материальных искусственных эталонов уже не удовлетворяют современную метрологию. Переход к системе единиц, основанной на мировых постоянных, является единственно правильным решением вопроса хранения и повышения точности воспроизведения единиц измерения. В этом направлении уже достигнуты большие успехи в области линейных измерений (воспроизведение метра в единицах длин волн атома  $Kr^{86}$ ) и в осуществлении эталона напряженности магнитного поля (на основе ядерного протонного резонанса).

В настоящей работе рассматривается возможность воспроизведения температурной шкалы с помощью эталонного термометра, основанного на использовании температурной зависимости резонансной частоты чистого ядерного квадрупольного расщепления уровней. Работы эти проводятся в лаборатории низких температур ВНИИМ с 1960 г. В настоящее время создан макет специально разработанного для этих целей радиоспектрометра и проводятся исследования температурной зависимости квадрупольного резонанса для ряда различных веществ.

При разработке ядерного квадрупольного резонансного термометра (ЯКРТ) исследованию подвергается температурная зависимость частоты ядерного квадрупольного резонанса. Этот резонанс проявляется как результат электрического квадрупольного взаимодействия между ядрами и электронным окружением. Основным параметром, характеризующим это взаимодействие, является константа квадрупольной связи

$$n_k = eQq, \quad (1)$$

где  $e$  — заряд электрона;

$Q$  — квадрупольный момент;

$q$  — градиент электрического поля.



Вследствие применения современных методов измерения частоты при измерениях  $\nu_k$  обеспечивается точность свыше  $\pm 0,001\%$ . Частота, соответствующая чисто квадрупольному резонансному поглощению, зависит от температуры  $T$  и некоторых факторов второго порядка. Изменение температуры приводит к изменению градиента электрического поля  $q$ , обусловленного тепловым возбуждением кристаллической решетки вещества. Поскольку  $\nu_k$  задается с высокой точностью, оказывается возможным производить определение  $T$  с точностью, зависящей в основном от знания упомянутых выше параметров.

Теория зависимости чистого квадрупольного расщепления уровней энергий атома была предложена Байером и позднее обобщена в работах Кушида и Янга [1—3].

В соответствии с этой теорией средний градиент внутреннего поля атомов понижается с возрастанием температуры в основном за счет увеличения амплитуды тепловых колебаний. Кроме того, напряжение механических деформаций при постоянной температуре также изменяет градиенты внутреннего электрического поля.

Температурные вариации резонансной частоты определяются полностью температурными вариациями  $q$  и  $\eta$ , где  $\eta$  зависит от величины температурных и механических напряжений в кристалле. Количественное соотношение между средними квадратичными амплитудами вибраций решетки определяется из выражения для нормальных составляющих вибрации.

Соотношение между частотой  $\nu$  и температурой описывается уравнением

$$\nu = \nu_k \left[ 1 - \frac{3}{2} \sum_{l=1}^N \frac{A_l}{\omega_l} \hbar \left( \frac{1}{2} + \frac{1}{e^{\hbar\omega_l/kT} - 1} \right) \right], \quad (2)$$

где  $\nu_k$  — резонансная частота, в случае абсолютно жесткой решетки равная  $\frac{eQq}{\hbar}$ .

Эта формула приводится к виду

$$\nu = a \left( 1 + bT + \frac{C}{T} \right), \quad (3)$$

где член  $C/T$  учитывает зависимость от температуры механических напряжений в кристалле.

Изложенное выше показывает, что, выполняя измерение частоты, соответствующей квадрупольному резонансному поглощению энергии внешнего электромагнитного поля, можно осуществить измерение температуры, а также получить ценную информацию о строении молекул, изотопическом составе вещества и т. д. В то же время необходимо указать, что для выполнения этих измерений необходимо преодолеть значительные экспериментальные трудности, связанные с чрезвычайной малостью наблюдаемого эффекта поглощения энергии.

Для обнаружения чистого ядерного квадрупольного резонанса образцы помещают в радиочастотное поле, создаваемое катушкой, которая входит в колебательный контур генератора-детектора. Частота генератора модулируется, и при каждом ее прохождении через резонанс увеличивается поглощение энергии электромагнитного поля в контуре, эквивалентное снижению его добротности  $Q$ . Снижение добротности контура приводит к уменьшению амплитуды колебаний генератора. Выполняя детектирование этих колебаний, можно получить при каждом прохождении частоты через резонанс импульс, который и представляет собой эффект квадрупольного поглощения энергии.

В качестве генератора-детектора могут быть использованы сверхрегенеративная [4] и регенеративная [3] схемы. Сверхрегенератор обладает высокой

чувствительностью, но создает собственный весьма широкий спектр, искажающий форму наблюдаемого импульса и затрудняющий точную фиксацию резонансной частоты. В связи с этим сверхрегенеративные схемы обычно применялись исследователями только для поиска неизвестных линий.

Генератор-детектор, выполненный по регенеративной схеме, обладает меньшей чувствительностью, но позволяет получить довольно точную обрисовку резонансной кривой.

При использовании этого метода для измерения температуры достаточно определить с необходимой точностью значение частоты, соответствующей центру линии резонанса. Искажения формы резонансной кривой имеют значение только в том случае, если они влияют на точность определения центра линии.

Для большинства исследованных веществ ширина резонансной линии находится в пределах  $0,5 \div 1,5$  кГц при частотах резонанса порядка десятков мегагерц. В работе [1] было показано, что определение центра резонансной линии возможно с погрешностью  $\pm 10$  Гц, а при особо тщательных измерениях эта погрешность может быть уменьшена до  $\pm 2$  Гц. При этих условиях погрешность измерения температуры методом ядерного квадрупольного резонанса в интервале  $77 \div 300^\circ \text{K}$  не превышает  $\pm (0,002 \div 0,004)$  град.

Данные работ ряда авторов [1, 2, 5, 6], а также предварительные исследования, выполненными нами, позволяют заключить, что температурная зависимость частоты квадрупольного резонанса может быть использована для разработки термометра, при этом можно ожидать:

1) очень высокую чувствительность в области  $20 < T < 300^\circ \text{K}$ , а именно:  $0,002$  град при  $273^\circ \text{K}$  и  $0,004$  град при  $77^\circ \text{K}$ . На основании теории и некоторых опытов при  $20^\circ \text{K}$  — точность  $\pm 0,02$  град;

2) хорошую воспроизводимость: ниже определенного процента содержания примесей частота резонанса не зависит от этих примесей. Достаточная очистка достигается двойной рекристаллизацией;

3) отсутствие гистерезиса: в области  $77 \div 273^\circ \text{K}$  гистерезис не был обнаружен.

В лаборатории низких температур ВНИИМ была разработана специальная схема радиоспектрометра для наблюдения ядерного квадрупольного резонанса. Эта установка была названа сверхрегенеративным компенсационным радиоспектрометром (СКР). В схеме СКР сохраняется высокая чувствительность, свойственная сверхрегенеративному детектору, но в то же время обеспечены условия, позволяющие однозначно фиксировать частоту квадрупольного резонанса и производить ее измерение с достаточной точностью. Блок-схема СКР представлена на рис. 1.

Принципиальным отличием этой схемы от разработанных ранее является наличие системы, модулирующей частоту прерывания колебаний сверхрегенератора, и введение вспомогательного контура. Вспомогательный контур  $L_{вс}$  слабо связан с основным контуром  $L_k$  и питается через аттенуатор от сигнала-генератора. Поскольку эффект квадрупольного резонанса проявляется в поглощении энергии поля на определенной частоте, то, подводя через вспомогательный контур энергию, равную по величине энергии, поглощаемой при резонансе, и с частотой, точно соответствующей резонансу, можно получить полную компенсацию сигнала.

На выходе сверхрегенератора существует целый спектр резонансных линий, что соответствует наличию ряда генерируемых частот, при которых наблюдается квадрупольное расщепление. Эти частоты подчиняются следующему условию:

$$\left. \begin{aligned} \omega_{r_0} &= \nu_0 2\pi, \\ \omega_{r_{1; 2; 3; \dots}} &\pm n \omega_{op} = \nu_0 2\pi. \end{aligned} \right\} \quad (4)$$

Здесь  $n$  — целое число;  
 $\nu_0$  — частота, соответствующая квадрупольному резонансному расщеплению;  
 $\omega_{r1; 2; 3; \dots}$  — частоты, генерируемые генератором, при которых наблюдается резонансное поглощение;  
 $\omega_{пр}$  — частота прерываний автоколебаний сверхрегенератора.

Несмотря на то, что при возрастании  $n$  интенсивность соответствующих линий постепенно ослабевает, точная индикация линии, соответствующей  $\omega_{r0} = \nu_0 2\pi$ , требует плавного изменения частоты, что сопровождается большой затратой времени и не является надежной.

В схеме СКР введена модуляция  $\omega_{пр}$ , причем частота этой модуляции отличается от частоты, с которой модулируется  $\omega_r$ . При этом условии все частоты, при которых наблюдаются дополнительные резонансы  $\omega_{r1; 2; 3; \dots}$ , непрерывно изменяются во времени и не могут быть скомпенсированы при

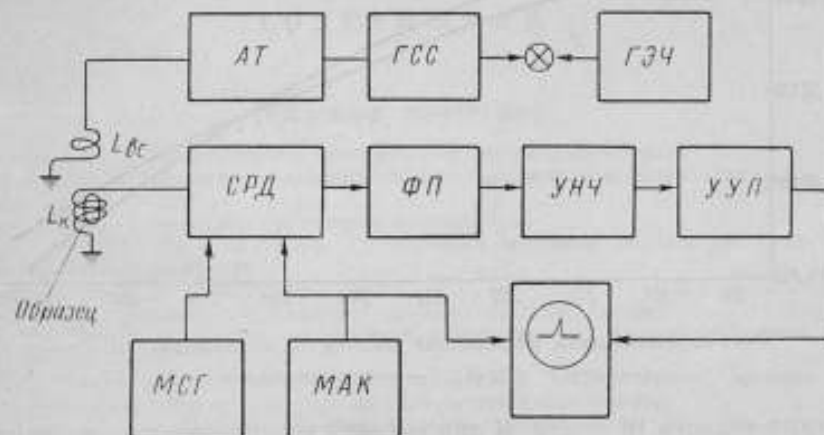


Рис. 1. Блок-схема сверхрегенеративного компенсационного радиоспектрометра.

$L_k$  — основной контур;  $L_{0c}$  — вспомогательный контур; АТ — аттенюатор; ГСС — генератор стандартных сигналов; ГЭЧ — генератор эталонной частоты; СРД — сверхрегенеративный детектор; ФП — фильтр-пробка,  $f_p = 65$  гц; УНЧ — усилитель низкой частоты,  $f_{среза} > 300$  гц; УУП — усилитель узкополосный,  $f_p = 130$  гц; МСГ — модуляция частоты срывов генерации; МАК — модуляция частоты автоколебаний.

любой постоянной частоте сигнала-генератора. Полная компенсация вследствие наличия фазового детектора достигается только на центральной линии при частоте  $\omega_{r0} = \nu_0 2\pi$ . Таким образом, схема СКР обеспечивает быстрое и надежное измерение частоты квадрупольного резонансного расщепления.

На выходе детектора имеется усилитель низкой частоты, имеющий сложную частотную характеристику. Характеристика УНЧ подобрана так, чтобы обеспечить подавление всех паразитных эффектов, которые неизбежно присутствуют в схемах частотной модуляции, и получить наибольшее усиление в узкой полосе, соответствующей частоте полезного сигнала. При относительных измерениях ухода частоты в узких пределах погрешность измерений находится в пределах  $10 \div 20$  гц.

С помощью разработанной аппаратуры проведены предварительные исследования, при которых в качестве термометрического вещества использовались парадихлорбензол,  $\text{NaClO}_3$  и  $\text{KClO}_3$ . На рис. 2 представлена полученная нами экспериментально зависимость от температуры резонансной частоты  $\nu_0$ . Предварительные исследования, выполненные нами, охватывают диапазон температур до  $-190^\circ \text{C}$ . В недавно опубликованной работе [7] было показано, что квадрупольное резонансное поглощение может наблюдаться до темпера-

тур порядка  $15^{\circ}$  К. Несмотря на отказ от всех обычно применяемых способов увеличения интенсивности полезного сигнала (размол материала, использование монокристаллов и т. д.), обнаружение резонанса было уверенным во всех случаях, что свидетельствует о хорошей чувствительности и надежности аппаратуры.

Проведенные исследования подтвердили предполагаемую возможность создания эталонного термометра на основе использования температурной зависимости частоты ядерного квадрупольного резонанса. В настоящее время основным направлением работ является выбор термометрического вещества, свойства которого обеспечат получение максимальной чувствительности

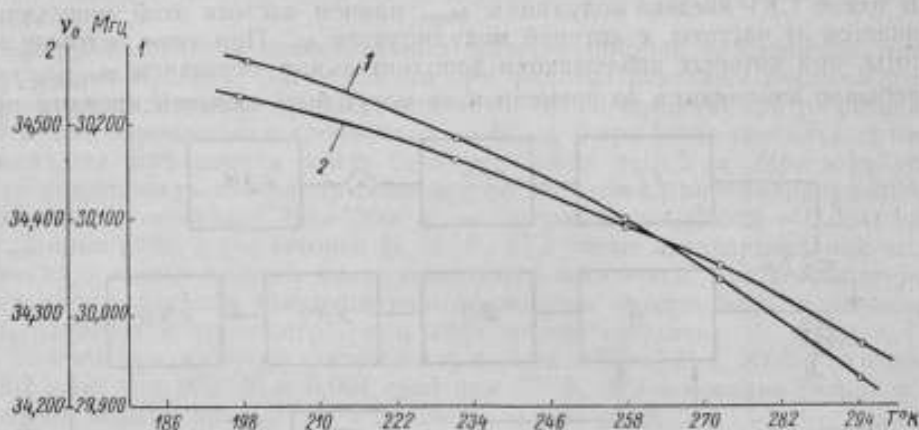


Рис. 2. Зависимость резонансной частоты  $\nu_0$  от температуры.  
1 — хлорат натрия; 2 — парадихлорбензол.

термометра в области  $10 + 273^{\circ}$  К при высокой воспроизводимости результатов измерений.

В заключение необходимо отметить, что в настоящее время мы не располагаем необходимыми данными, чтобы метод квадрупольного резонанса применить для абсолютных измерений. Препятствием к использованию квадрупольного ядерного резонанса для абсолютных температурных измерений является температурная зависимость механических напряжений в кристалле, которые необходимо специально изучать. Поэтому полагаем целесообразным использовать этот метод для воспроизведения температуры реперных точек практической международной шкалы температур. В этом случае можно рассчитывать на хорошую воспроизводимость метода, так как температурная зависимость квадрупольного взаимодействия в основном определяется ядерными константами, а они, несомненно, стабильны.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Kuchida T., Benedek G. B., Blumbergen H., Phys. Rev., v. 104, 1956, p. 1364.
2. Tien-Сьван Wang, Phys. Rev., v. 99, 1955, p. 566.
3. Bauer H., Z. Phys., Bd. 130, 1951, S. 227.
4. Гречишкин В. С., Радиоспектрометр для обнаружения квадрупольного резонанса, «Приборы и техника эксперимента», № 2, 1959, стр. 31.
5. Benedek G. B., Kuchida T., Rev. Sci. Instr., v. 28, 1957, p. 92.
6. Livingston, J. Phys. Chem., v. 57, 1953, p. 495.
7. Vanier, Canadian J. of Phys., v. 38, 11, 1960, p. 1937.

Поступила в редакцию  
26/1 1961 г.

## СОДЕРЖАНИЕ

Предисловие . . . . .	3
<b>ТЕПЛОВЫЕ ИЗМЕРЕНИЯ</b>	
Б. Н. Олейник. Температурные кривые калориметрического опыта . . . . .	5
А. Н. Гордов. О влиянии термической инерции термометра на результаты калориметрического опыта . . . . .	25
В. Д. Микина. О погрешностях поверки калориметров . . . . .	30
Л. Н. Каледина, В. С. Усков. О получении бензойной кислоты для калориметрических измерений . . . . .	43
М. Я. Гаммерман. Теплосчетчик ТС-1 . . . . .	51
В. Д. Микина. Терморегулирование в калориметрической системе . . . . .	63
Ю. А. Кириченко. Методы определения коэффициентов температуропроводности . . . . .	73
Ю. А. Кириченко. Об измерении теплофизических коэффициентов методом температурных волн на образцах простой геометрической формы . . . . .	113
Ю. А. Кириченко. К вопросу о регуляризации температурного поля тела простой формы, помещенного в среду с периодическим изменением температуры . . . . .	121
Б. Н. Олейник, Е. С. Платунов. О отдельных коэффициентах теплообмена тел простейшей геометрической формы . . . . .	131
Ю. С. Ипатов, В. И. Лейкум, Б. Н. Олейник, З. К. Патовская. Приборы для измерения теплопроводности . . . . .	143
<b>ТЕМПЕРАТУРНЫЕ ИЗМЕРЕНИЯ</b>	
Положение о Международной практической температурной шкале 1948 г. Редакция 1960 г. . . . .	151
И. И. Киричков. Методы осуществления температурной шкалы выше 10 000° С . . . . .	162
В. В. Кандыба. Об источниках излучения для построения температурной шкалы выше 10 000° С . . . . .	165
К. С. Израйлов. Интерференционная разделительная камера для газотермических измерений . . . . .	168
К. С. Израйлов. Разделительная камера с емкостным отсчетом . . . . .	182
Ф. З. Алиева, А. Х. Фалис. Погрешность воспроизведения тройной точки воды . . . . .	200
Ф. З. Алиева. Повышение точности измерений на компенсаторе при использовании золотого-хромовых мер сопротивления . . . . .	210
Ф. З. Алиева, В. П. Чекулаев. О конструктивных особенностях термометров сопротивления . . . . .	218
А. Д. Бродский. Радиочастотные методы измерения температуры . . . . .	225
А. Д. Бродский, В. И. Соловьев. О возможности воспроизведения температурной шкалы на основе ядерного квадрупольного резонанса . . . . .	230

Редактор издательства *Н. Н. Александрова*

Технический редактор *Р. Г. Польская*

Корректор *Л. Н. Кири*

Подписано к печати 6/III 1962 г.

Уч.-изд. л. 20,35.

Формат бумаги 70×108<sup>1</sup>/<sub>16</sub>

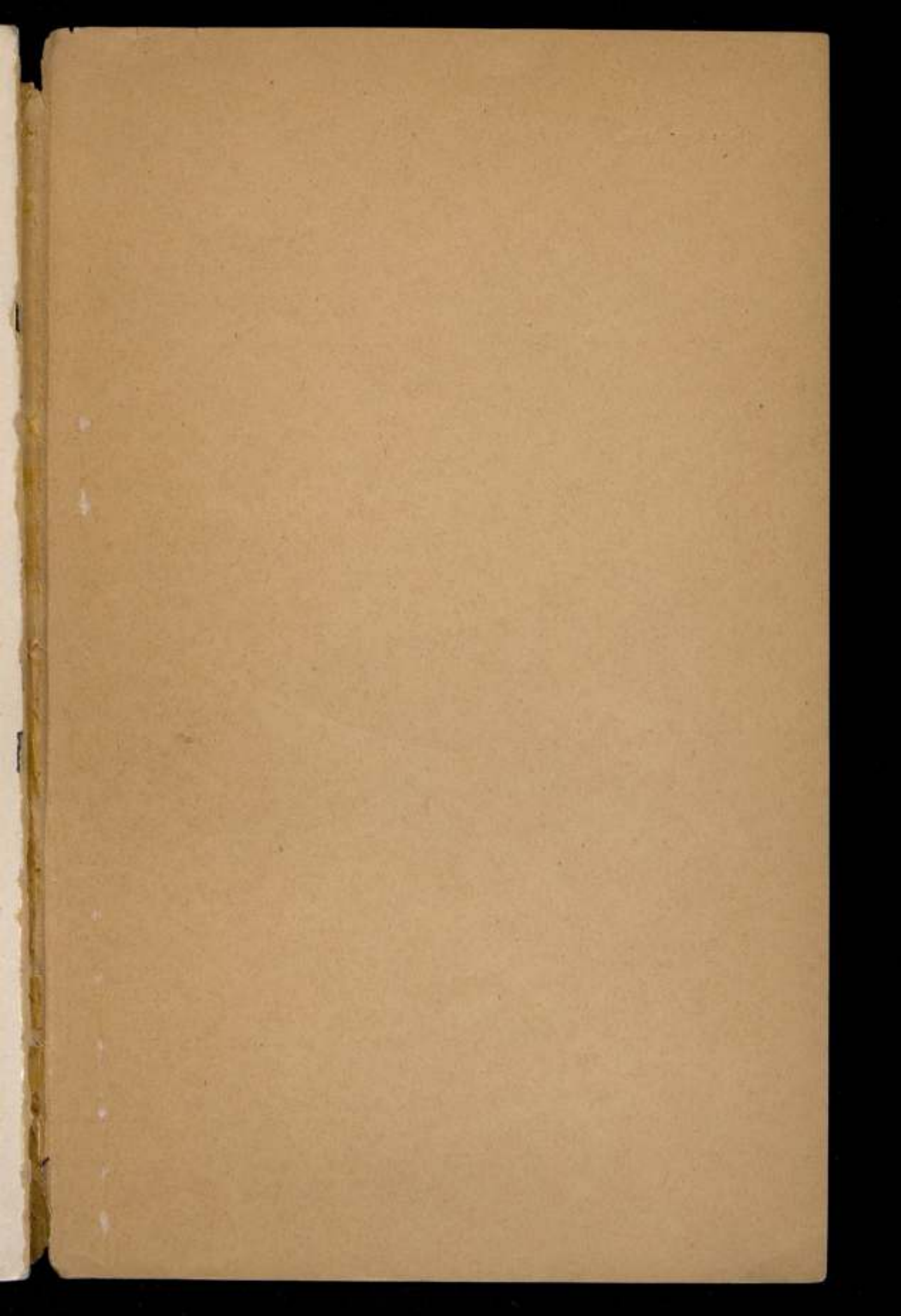
Печ. л. 14,75.

М-39086.

Тираж 2000.

Заказ 761

Типография № 6 УПП Ленсовнархоза, Ленинград, ул. Моисеенко, 10



Цена 1 р. 42 к.