

## **ПОВЫШЕНИЕ МЕТОДИЧЕСКОЙ ТОЧНОСТИ В ИМПУЛЬСНОМ МЕТОДЕ «ГОРЯЧЕЙ НИТИ» ПРИ ИЗМЕРЕНИЯХ В ОБЛАСТИ НИЗКИХ ТЕМПЕРАТУР**

Симанков Д.С.

*ФГБОУ ВПО «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)», Москва, Россия.*

## **INCREASE OF METHODOLOGICAL ACCURACY IN THE PULSE METHOD "HOT WIRE" AT MEASUREMENTS IN THE FIELD OF LOW TEMPERATURES**

Simankov D.S.

Federal government budgetary institution of higher education "Moscow Aviation Institute (a national research university)", Moscow, Russia.

### **Абстракт.**

Методы «горячей нити» в импульсном режиме давно известны и хорошо изучены. Это обусловлено тем, что у данных методов есть преимущества по сравнению со стационарными методами: малое время подготовки к эксперименту, малое время проведения эксперимента, малый объём измерительной ячейки и другие. Под этот метод были изданы стандарты в США (ASTM C1113 / C1113M – 09), Англии (BS EN 993-15:2005, BS EN 993-14: 2008). Во всех этих методах и работах, в которых применялся метод «горячей нити» часто изучаются свойства веществ и материалов от комнатных до высоких температур. В работах, где изучаются критические параметры жидкостей/газов (смесей) не уделяется внимание на зависимость сопротивления используемого датчика (терморезистора, обычно изготовленного из платины). Однако, с освоением космического пространства, где царит холод около 4°К, и промышленных установок, работающих при низких температурах, возникает потребность изучать теплофизические свойства (ТФС) веществ и материалов при низких температурах. Одним из методов, пригодных для изучения ТФС при низких температурах, является метод «горячей нити» в различных его вариантах. Учёт нелинейного изменения сопротивления терморезистивного измерительного датчика при криогенных температурах показан в этой работе. До этого в литературе не описано применение этих зависимостей применительно к методу «горячей нити».

### **Введение.**

В основе методов «горячей нити» лежит резистивный датчик, выполненный в различной геометрической конфигурации (например, проволока или напылённый слой) [1]. Датчик разогревают за счёт прохождения по нему электрического тока. Далее, в процессе разогрева и после него фиксируется сопротивление датчика. По виду воздействия можно выделить несколько разновидностей метода. Первый метод [2, 3] основан на единичном прямоугольном импульсе тока. Технически сейчас трудно сделать передний фронт под углом близким к 90°. Этот метод ещё называется иррегулярный тепловой режим. Второй метод [4] основан на том, что через датчик пропускают синусоидальный по форме электрический ток. Третий метод [5, 6] является интегральным относительно первых двух методов и другое его название – метод неразрушающего контроля. На датчик подаётся

серия импульсов тока, либо периодов синусоидального по форме электрического тока. Регистрируют сопротивление терморезистора до начала воздействия и сразу по его окончанию. Третий метод можно рассматривать как логическое историческое развитие первых двух методов, поскольку: 1) на смену аналоговой аппаратуре приходит цифровая, 2) технически проще выполнять автоматизировано динамические измерения теплофизических свойств (ТФС) различных веществ и материалов, 3) за один эксперимент можно больше извлечь больше данных, чем в первых двух методах.

Методологические примеры тоже развились – появились методики, когда резистивные элементы расположены параллельно [7] или на пересекающихся линиях [8] или применяются датчики последовательно соединённые [12]. Датчики так же модифицировались и усложнялись для более корректного проведения эксперимента методом «горячей нити» [9]. Всё это обусловило появлению стандартизированных методик испытаний (в основном для огнеупорных материалов), например в Англии [7, 8], США [10]. В следствии чего появились промышленные приборы для проведения испытаний в соответствии с данными стандартами. В РФ нет подобных стандартов. Созданная в России техника в институтах (МГУ, МГТУ им Баумана, МАИ, КазГТУ и др.) серийно не производится и служит в основном для решения научных задач. Многие эти устройства запатентованы, однако, коммерческого успеха отечественных установок автор статьи не знает. Очень близким идеологическим методом к рассматриваемым является метод лазерной вспышки [11], известный как метод Паркера, который последнее время получил широкое применение в коммерческих и экспериментальных установках.

Во многих исследованиях с использованием различных терморезисторов рассматриваются технически важные материалы в области от комнатных до высоких температур (1600 °С). Исследования в области низких температур носят больше научный интерес, особенно при температурах от -200 °С, которыми занимаются лишь несколько институтов. Тем не менее с развитием аэрокосмической отрасли, а так же криогенных технологий в промышленности и медицине становится актуальной задача исследовать методологические погрешности измерений при низких температурах.

## Метод.

Рассмотрим первый метод, основанный на импульсном иррегулярном режиме [2, 3]. В качестве установки использовалась тривиальная схема описанная в [2] в основе которой заложен относительный вариант методике проведения эксперимента. Измерения по этому методу основаны на выражении:

$$\left(\frac{dR_i}{dT}\right) \frac{\Delta T_i(t, T) - \Delta T_i(t_0, T)}{R_i(T)} = \left(\frac{dR_{i\dot{\theta}}}{dT}\right)_{T_0} \frac{\Delta T_i(t, T_0) - \Delta T_i(t_0, T_0)}{R_{i\dot{\theta}}(T)} \quad (1)$$

Здесь записано, что изменение сопротивления  $R_i$  измерительного датчика можно выразить через изменение сопротивление этого же датчика опущенного в эталонное вещество (толуол)  $R_{i\dot{\theta}}$  регулируя (подбирая) всего лишь сопротивление  $R_i$  в момент времени  $t$  при исследуемой температуре  $T$ .  $\Delta T_i(t, T_0)$  – приращение температуры в момент времени  $t$  при температуре  $T$ .

$$\text{Обычно используют зависимость: } R_i = R_i(\dot{O}_0) \cdot [1 + \alpha(\dot{O} - \dot{O}_0) + \beta(\dot{O} - \dot{O}_0)^2] \quad (2)$$

$\alpha$  и  $\beta$  - термические коэффициенты.

Однако, для комнатных температур  $\dot{O}_0 = 0^\circ\text{C}$ , при которых выполняются измерения для эталонной жидкости можно ограничиться зависимостью  $R_i = R_i(\dot{O}_0) \cdot [1 + \alpha(\dot{O} - \dot{O}_0)]$  (3)

Формулой (3) удобнее пользоваться для инженерных расчётов, поскольку последнее слагаемое в формуле (2) очень мало и его не учитывают. Заметим, что в соответствии с ГОСТ 8.625-2006 указываются 2 формулы для расчётов сопротивлений терморезисторов из платины, никеля и меди при низких и высоких температурах. В экспериментах использовалась платиновая нить диаметром 0,25 мм которая соответствует ГОСТ 8.625-2006.

$$\text{Из формулы (1) согласно } \Delta T(t, T_0) - \Delta T(t_0, T_0) = \frac{q}{2\pi(\lambda + \lambda_0)} \ln\left(\frac{t}{t_0}\right) \quad (4)$$

где  $q$  - тепло, выделяемое за 1 импульс с момента времени  $t_0$  до  $t$  на датчике в виде проволоки, находящейся в среде с теплопроводностью  $\lambda$  и имеющая свою теплопроводность  $\lambda_0$ , можно получить выражение:

$$\left(\frac{dR_i}{dT}\right) \frac{q(T)}{R_i(T) \cdot (\lambda(T) + \lambda_0(T))} = \left(\frac{dR_{i\dot{O}}}{dT}\right)_{T_0} \frac{q(T_0)}{R_{i\dot{O}}(T_0) \cdot (\lambda_{\dot{O}}(T_0) + \lambda_0(T_0))} \quad (5)$$

$\lambda_{\dot{O}}(T_0)$  - теплопроводность эталонного вещества.

Окончательно выражение для изучаемой среды записывается как:

$$\lambda(T) = (\lambda_{\dot{O}}(T_0) + \lambda_0(T_0)) \cdot \left(\frac{R_{i\dot{O}}(T_0)}{R_i(T_0)}\right)^3 \cdot \left(\frac{R_i(T)}{R_{i\dot{O}}(T)}\right) \cdot G - \lambda_0(T) \quad (6)$$

Здесь  $G$  - отношение нелинейной части сопротивления датчика в исследуемой среде к нелинейной части в эталонной среде. Для выражений (2) и (3)  $G = 1 + \frac{2\beta}{\alpha}(\dot{O} - \dot{O}_0)$ . Однако в соответствии с правилами по ГОСТ 8.625-2006 при измерении в эталонном веществе при не отрицательных температурах по Цельсию можно получить таблицу 1.

Материал (температурный коэф. термометра сопротивления)	Гостированные температуры, °C	G
Pt (0.00385)	-200...0	0,957428...1
Pt (0.00391)	-200...0	0,956632...1
Ni (0.00617)	-60...100	1,044768...1,013436
Cu (0.00428)	-180...0	0,969899...1,042188

Таблица 1. Зависимость  $G$  от температуры.

Заметим, что ГОСТ 8.625-2006 не охватывает весь диапазон отрицательных температур по Кельвину. Это обусловлено тем, что чем ниже температура Дебая, особенно ближе к абсолютному нулю, тем сильнее проявляются квантовые эффекты.

Для более корректного описания зависимости сопротивления от температуры существует формула Нернста-Эйнштейна:

$$R = \rho \frac{l}{S} = \frac{l}{S} \cdot \frac{kT}{DZ^2 e^2 C} \quad (7)$$

$\rho$ - удельное сопротивление,  $l$ -длина проводника,  $S$ - площадь поперечного сечения проводника,  $k$ - постоянная Больцмана,  $D$ - коэффициент диффузии носителей зарядов,  $Z$ - количество электрических зарядов носителей,  $e$ - элементарный электрический заряд,  $C$ - концентрация носителей заряда.

$$C = \frac{\rho_1 Na}{M_{i\ddot{e}}}, \quad Z = Na \cdot \frac{\rho_1 l S}{M_{i\ddot{e}}}, \quad D = D_e = \mu \frac{kT}{e}, \quad \mu = \frac{e r_{\dot{\gamma}\ddot{o}\ddot{o}}}{2m \langle V_t \rangle}, \quad \langle V_t \rangle = \sqrt{\frac{8kT}{m\pi}}$$

$\rho_1$  - плотность материала проволоки,  $M_{i\ddot{e}}$  - молекулярная масса материала проволоки,  $Na$  - число Авогадро,  $I$ - сила тока в импульсе тока за время  $t$ ,  $\mu$  - подвижность электронов,  $m$ - масса электрона,  $r_{\dot{\gamma}\ddot{o}\ddot{o}}$  - средняя длина свободного пробега равная параметру решётки материала проволоки,  $\langle V_t \rangle$ - средняя скорость теплового движения электронов в решётке. Согласно теории Друзе-Лоренца, электроны обладают такой же средней энергией теплового движения, как и молекулы одноатомного идеального газа. Это позволяет выразить среднюю скорость теплового движения электронов по формулам молекулярно-кинетической теории [13]. Получаем:

$$R = \frac{\sqrt{2kTm}}{r_{\dot{\gamma}\ddot{o}\ddot{o}} \sqrt{\pi}} \left( \frac{2M_{i\ddot{e}}}{3SNa\rho_1 e} \right)^2 \quad (8)$$

Здесь учтено, что электрическими зарядами носителями выступают валентные электроны, в одном моле которых 9 штук.

Зная температурные коэффициенты расширения линейных размеров ( $l$  и  $S$ ) делается заключение, что сопротивление пропорционально температуре в степени  $3/2$ . Заметим, что в данной интерпретации не учтены квантовые эффекты для термосопротивлений. Для их учёта потребуются другие формулы для  $C$  и  $D$ , записанные в соответствии с моделью Дебая. Квантовые явления носят вероятностный характер и для описания эксперимента при высоких давлениях необходимы дополнительные выражения влияния давления на параметры решётки. Данная задача не рассматривается здесь. Учёт влияния температуры и давления на удельное сопротивление (следовательно, и на сопротивление) был взят из работы [14], а дальнейшие выкладки базируются на работе [15], в которой описывается эксперимент над платиновым датчиком при высоких давлениях. Согласно этим работам удельное сопротивление зависимое от давления и температуры аппроксимируется зависимостью Блок-Граёнейсера (Block-Grüneisen):

$$\rho(P, T) = \frac{K}{\Theta_D} \left[ \frac{T}{\Theta_D} \right]^5 \int_0^{\Theta_D/T} \frac{z^5 e^z}{(e^z - 1)^2} dz \quad (9)$$

Здесь  $\Theta_D$  - температура Дебая,  $K$ - константа, зависящая от  $\Theta_D$ , выраженная как:

$$K = \frac{3\pi h R_D^6 C(o)^2}{4ke^2 MNR_V^4 V_V^2} \quad (10)$$

где  $h$ - постоянная Планка,  $M$ - атомная масса,  $N$ - число элементарных ячеек в единице объема,  $R_D = \sqrt[3]{6\pi^2 N}$  - радиус Дебаевской сферы,  $V_V$ - средняя гармоническая скорость электронов на поверхности Ферми,  $R_V = \sqrt[3]{3\pi^2 n}$  - радиус Ферми,  $n$ - число электронов в единице объёма,  $C(o)$ - энергия фонон-электронного и электрон-электронного взаимодействия. Электрон-электронное взаимодействие слабо проявляется при высоких температурах (порядка 500°С), однако при низких температурах (30°К) это взаимодействие сравнимо по величине с фотон-электронным. Из литературы известно, что при низких температурах зависимость  $\rho(P, T)$  пропорциональна  $\left[ \frac{T}{\Theta_D} \right]^5$ , однако есть исследования [14], что и эта зависимость не отражает влияние давления.

Беря производную по элементарному объёму от функции (9) получаем выражение Dugdale 1969, которое учитывает влияние давления на температуру Дебая:

$$\frac{\partial \ln \rho(P, T)}{\partial \ln V} = \frac{\partial \ln K}{\partial \ln V} + 2\gamma \quad (11)$$

$\gamma$ -Grüneisen константа,  $\gamma = K_S/T(dT/dP)_S = \alpha K_T/(C_P \rho) = (1/V(dV/dT)_V)(-V(dP/dV)_S)/(C_P \rho)$ . Именно эта константа указывает на влияние давления на структуру решётки.

Известны два независимых исследования для платины  $\frac{\partial \ln K}{\partial \ln V}$ : в первом опыте было получено значение 0,52, а во втором 0,7. Поэтому  $K \approx K_0 (IS)^{0.6}$  как среднее значение.  $K_0$  – константа, которая подбирается из условия, что  $R(T)$  при 73°К будет равно 17,24 Ом (100 Ом платина 0,00391 по ГОСТ 8.625-2006 при Н.у.).  $K_0 = 17,24/50700 = 3,4 \cdot 10^{-4}$ . Решение интеграла  $\int \frac{z^5 e^z}{(e^z - 1)^2} dz$ :

$$\int \frac{z^5 e^z}{(e^z - 1)^2} dz = 20z^3 Li_2(e^z) - 60z^2 Li_3(e^z) + 120z Li_4(e^z) - 120 Li_5(e^z) - \frac{z^5}{e^z - 1} - z^5 + 5z^4 \ln(1 - e^z) \quad (12)$$

где  $\text{Li}_n(Z) = \sum_{k=1}^{\infty} \frac{Z^k}{k^n}$ . Ограничившись первыми тремя членами, берём интеграл от 0 до  $z = \Theta_D / T$ , где для платины  $\Theta_D = 230^\circ\text{K}$ . Из [16] для платины берём коэффициенты  $\alpha_l = 0,8911$  и  $\beta_l = 0,491$ :

$$l = l_0 (1 + \alpha_l T + \beta_l T^2), \quad (13)$$

$$S = \pi r^2 - \text{площадь сечения проволоки радиуса } r = r_0 (1 + \alpha_l T + \beta_l T^2) \quad (14)$$

, где  $r_0$  и  $l_0$  - размеры проволоки (нити) при  $0^\circ\text{C}$ .

С учётом формулы (12),  $K \approx 3,4 * 10^{-4} * (IS)^{0,6}$ , и подставляя формулы (9), (13), (14) получим:

$$R = \rho(P, T) \frac{l}{S} = \frac{l}{S} \cdot \frac{\hat{E}_0 (IS)^{0,6}}{\Theta_D} \left[ \frac{T}{\Theta_D} \right]^5 \int_0^{\Theta_D/T} \frac{z^5 e^z}{(e^z - 1)} dz \quad (15)$$

Если ограничиться первыми тремя членами в разложении, то формально получится такая запись:

$$\begin{aligned} & \left[ e^{\frac{230}{T}} \cdot \left( 20 \cdot \left( \frac{T}{230} \right)^2 - 60 \cdot \left( \frac{T}{230} \right)^3 + 120 \cdot \left( \frac{T}{230} \right)^4 - 120 \cdot \left( \frac{T}{230} \right)^5 \right) + \right. \\ & + e^{\frac{460}{T}} \cdot \left( \frac{1}{4} \cdot 20 \cdot \left( \frac{T}{230} \right)^2 - \frac{1}{9} \cdot 60 \cdot \left( \frac{T}{230} \right)^3 + \frac{1}{16} \cdot 120 \cdot \left( \frac{T}{230} \right)^4 - \frac{1}{25} \cdot 120 \cdot \left( \frac{T}{230} \right)^5 \right) + \\ & + e^{\frac{690}{T}} \cdot \left( \frac{1}{9} \cdot 20 \cdot \left( \frac{T}{230} \right)^2 - \frac{1}{27} \cdot 60 \cdot \left( \frac{T}{230} \right)^3 + \frac{1}{64} \cdot 120 \cdot \left( \frac{T}{230} \right)^4 - \frac{1}{125} \cdot 120 \cdot \left( \frac{T}{230} \right)^5 \right) + \\ & + 5 \cdot \frac{T}{230} \cdot \ln \left( 1 - e^{-\frac{230}{T}} \right) - \left( 1 + \frac{1}{\exp(230/T) - 1} \right) + 125,76 \cdot \left( \frac{T}{230} \right)^5 \left. \right] * \frac{1}{230} * \\ & * \left( l_0 (1 + \alpha_l T + \beta_l T^2) \right)^{1,6} * \left( \pi \left( r_0 (1 + \alpha_l T + \beta_l T^2) \right)^2 \right)^{-0,4} * 3,4 * 10^{-4} \end{aligned} \quad (16)$$

График функции  $R(T)$  от 0 до  $73^\circ\text{K}$  представлен на рис. 1.

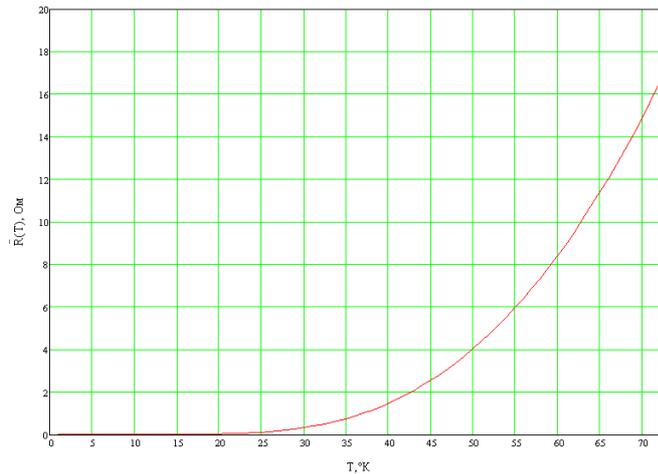


Рис.1 Зависимость сопротивления платины 0,00391 от температуры при нормальном давлении в области сверхнизких температур.

В качестве нити рассматривается проволока диаметром  $2r_0=0,25$  мм, длиной  $l_0=50,109$  м.

Аппроксимирующая кривая в виде полинома 4-й степени с величиной достоверной аппроксимации  $R^2=1$  для данного графика на рис.1:

$$R(T)=-2 \cdot 10^{-7} T^4 + 0,0001 T^3 - 0,0043 T^2 + 0,051 T - 0,1383 \quad (17)$$

В переводе на ГОСТ 8.625-2006 что бы температуру вычислять по °C получим:

$$R(T)=R_0(T)(1-(510/1383)(\dot{O}-\dot{O}_0+273)+(43/1383)(\dot{O}-\dot{O}_0+273)^2-(1/1383)(\dot{O}-\dot{O}_0+273)^3+(0.002/1383)(\dot{O}-\dot{O}_0+273)^4) \quad (18)$$

где T измеряется в °C и  $R_0(T)=R_0(-200)=17,24$  °C – сопротивление платины 0,00391 при -200°C.

### Результаты и обсуждение.

Таким образом, строго соответствуя ГОСТ 8.625-2006 можно заключить, что если измерение эталонного вещества производится при комнатных температурах (не отрицательных по Цельсию), то для формулы (6):

- 1) При измерениях объекта исследования при не отрицательных температурах коэффициент  $G=1$  (за исключением никеля);
- 2) При измерениях объекта исследования при отрицательных температурах коэффициент  $G$  подбирается из таблицы 1.
- 3) При измерениях объекта исследования при отрицательных температурах, не указанных в ГОСТ 8.625-2006, следует производить поправку  $G$  таким образом:

$$G = \frac{R_i(\dot{O}_0) \cdot [1 + \alpha(\dot{O} - \dot{O}_0) + \beta(\dot{O} - \dot{O}_0)^2]}{R_0(T) [1 - \alpha_1(\dot{O} - \dot{O}_0 + 273) + \beta_1(\dot{O} - \dot{O}_0 + 273)^2 - \gamma_1(\dot{O} - \dot{O}_0 + 273)^3 + \omega_1(\dot{O} - \dot{O}_0 + 273)^4]} \quad (19)$$

где  $\alpha_1$ ,  $\beta_1$ ,  $\gamma_1$  и  $\omega_1$  рассчитываются по описанной выше методике.

## **Вывод.**

В статье предложен метод, позволяющий более точно учитывать нелинейные свойства резистивных датчиков, в частности для платиновых, при температурах ниже  $-200^{\circ}\text{C}$ , тем самым расширяя действующий ГОСТ 8.625-2006.

## **\*) Замечание.**

**Данная работа является незавершённой статьёй. После проведения соответствующего эксперимента направится в журнал из списка ВАК.**

## **Список литературы.**

1. Пушкарёв М. Популярные контактные технологии термометрии. Ж. Компоненты и технологии №1 2006г.
2. Спири́н Г.Г. Кратковременные измерения в стадии иррегулярного теплового режима и диагностика теплофизических свойств диэлектрических веществ и материалов на их основе: Дис.докт. техн. наук.; Москва, ИВТАН, 1986; 390с.
3. Габитов Ф.Р., Теплофизические свойства органических жидкостей в широком диапазоне температур, не искаженные радиационным теплопереносом: Дис. д-ра техн. наук: Казань, 2000, 535с.
4. Кравчун С.Н., Липаев А.А. Метод периодического нагрева в экспериментальной теплофизике.- Казань: 2006. – 208с.
5. Селивановой З.М. Интеллектуализация информационно-измерительных систем неразрушающего контроля теплофизических свойств твердых материалов: Монография. М.: «Издательство Машиностроение-1», 2006. 184 с.
6. Н.П. Жуков, Н.Ф. Майников Многомодельные методы и средства неразрушающего контроля теплофизических свойств материалов и изделий. Монография. М.: «Издательство Машиностроение-1», 2004. 288 с.
7. BS EN 993-14:2008 «Methods of test for dense shaped refractory products — Part 15: Determination of thermal conductivity by the hot-wire (parallel) method»
8. BS EN 993-15:2005 «Methods of test for dense shaped refractory products — Part 15: Determination of thermal conductivity by the hot-wire (parallel) method».
9. U. Hammerschmidt. A New Pulse Hot Strip Sensor for Measuring Thermal Conductivity and Thermal Diffusivity of Solids. International Journal of Thermophysics, Vol. 24, No. 3, May 2003.p. 675-682
10. ASTM C1113 / C1113M – 09 Standard Test Method for Thermal Conductivity of Refractories by Hot Wire (Platinum Resistance Thermometer Technique)
11. В. Г. Баранов, Ю. Н. Девятко, А. В. Тенишев, А. В. Хлунов, О. В. Хомяков. Новый метод определения температурной зависимости коэффициента теплопроводности диэлектриков в импульсном эксперименте. ПЕРСПЕКТИВНЫЕ МАТЕРИАЛЫ 2009 №4, с. 91-98

12. M. J. Assael, M. Dix, K. Gialou, L. Vozar and W. A. Wakeham. Application of the Transient Hot-Wire Technique to the Measurement of the Thermal Conductivity of Solids. *International Journal of Thermophysics*, Vol. 23, No. 3, May 2002. p 615-633

13. Савельев И.В. Курс физики. В 3 т. Том 3. Учебное пособие. 2-е изд., стер. — СПб.: Издательство «Лань», 2006. — 480 с.

14. J. M. Ziman, *Electrons and Phonons*. Oxford University Press, Oxford, 1960.

15. B. M. Suleiman, S. E. Gustafsson, and A. Lunden. Uniaxial Pressure Dependence of the Debye Temperature in Metals. *International Journal of Thermophysics*, Vol. 18, No. 6, 1997. p 1527-1537.

16.

[http://chemanalytica.com/book/novyuy\\_spravochnik\\_khimika\\_i\\_tekhnologa/12\\_obshchie\\_svedeniya/6044](http://chemanalytica.com/book/novyuy_spravochnik_khimika_i_tekhnologa/12_obshchie_svedeniya/6044) от 4 авг 2012 14:51:30 GMT (Калинкин И.П. Новый справочник химика и технолога. 2002-2007)