

Автоматизированный прибор для измерений теплофизических характеристик влагосодержащих материалов

Д-р техн. наук Е. С. ПЛАТУНОВ, д-р техн. наук И. В. БАРАНОВ, Е. В. КУСЛИЕВА
Санкт-Петербургский государственный университет низкотемпературных и пищевых технологий

A method and automatic instrument to measure heat and humidity characteristics of moisture-containing materials during their freezing and thawing have been considered. Relationships for the calculation of thermal conductivity, thermal diffusivity, heat capacity and enthalpy of samples are given, data on measuring thermal physical characteristics of distilled water, sand, plum and sugar solution being presented.

Влагосодержащие материалы в природе являются наиболее распространенной группой веществ. К ним, в частности, относятся все материалы растительного и животного происхождения, пищевые продукты и полуфабрикаты, грунтовые породы, водные растворы и многое другое. Их теплофизические свойства в области температур от -30 до $+25$ °С определяются спецификой фазовых превращений воды в капиллярно-пористых структурах.

В лаборатории «Теплофизические приборы и измерения» кафедры физики СПбГУНиПТ разработан метод, опубликованный в [1], и на его основе создан автоматизированный прибор для комплексного исследования тепловлажностных свойств влагосодержащих материалов.

Метод предназначен для исследования температурных зависимостей энтальпии, теплоемкости, теплопроводности и температуропроводности образцов в условиях их замораживания и размораживания. Для измерений используются цилиндрические образцы, в которых формируется радиальное температурное поле. Аналитическую основу метода составляют закономерности монотонного разогрева–охлаждения образца в условиях внешнего теплового воздействия. К достоинствам метода можно отнести его комплексность, простоту реализации и пригодность для исследований в зоне фазовых превращений.

Тепловая модель ячейки в предлагаемом методе показана на рис. 1. В ней в качестве главных функциональных элементов выступают: образец 1, изотермическое ядро 2, теплоизоляционная прослойка 3 и среда 4 с заданной температурой. Ядро образовано двумя металлическими стаканами, связанными между собой по скользящей посадке. Внутренний стакан является сменным, имеет крышку и используется для размещения в нем исследуемого образца. Прослойка 3 имеет форму тонкостенного цилиндра из пенопласта, плотно надетого на второй ста-

кан ядра. Функцию среды 4 выполняет третий, наружный металлический стакан ячейки. Он служит одновременно жестким корпусом ячейки, защищая прослойку 3 от внешних механических и атмосферных воздействий.

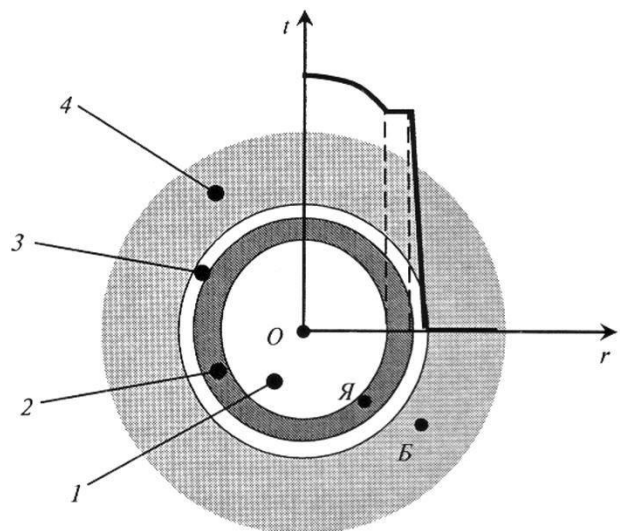


Рис. 1. Тепловая модель метода:
1 — образец; 2 — изотермическое ядро;
3 — теплоизоляционная прослойка; 4 — среда

Наружный стакан ячейки способен быстро принимать нужную температуру посредством его контакта с плоской поверхностью одного из двух массивных металлических блоков, которые поддерживаются при различных температурах. В частности, один блок может постоянно находиться на рабочем столе, при комнатной температуре, а второй — в морозильной камере. Если перед опытом тепловая ячейка с образцом находилась на рабочем столе,

то первый опыт целесообразно проводить в режиме замораживания образца, размещая ячейку на блоке внутри морозильной камеры. Затем охлажденную ячейку можно установить на блок, который имеет комнатную температуру, и провести второй опыт в режиме размораживания образца.

Особенности распределения температуры в радиальном сечении ячейки при ее охлаждении отражены на рис. 1. Показано, что в сечении образца существует небольшой температурный перепад, а основной скачок температуры происходит на теплоизоляционной прослойке, между ядром и средой. С точки зрения характера температурных полей оба режима опыта идентичны.

Теплоизоляционная прослойка выполняет в ячейке две важные задачи: во-первых, она используется для создания оптимальной тепловой проводимости между ядром и средой; во-вторых, выполняет функцию тепломера.

Точками *O*, *Я* и *Б* на рис. 1 указаны локальные участки образца, ядра и среды, в которых размещаются температурные датчики. В качестве последних вполне пригодны термопары или микротермисторы, оформленные в виде гибких шнуров.

В математической модели метода учтены особенности тепловой модели ячейки. Они сформулированы в виде нескольких допущений.

1. Металлическое ядро и наружный стакан ячейки сохраняют в опытах равномерные температурные (изотермические) поля, каждый свое.

2. Температурное поле наружного стакана на рабочей стадии опыта остается близким к температуре металлического блока.

3. Теплоемкость C_n теплоизоляционной прослойки значительно уступает теплоемкости $C_я$ ядра, удовлетворяя условию

$$C_n < 0,05C_я. \quad (1)$$

4. Теплообмен ядра и образца с изотермической средой происходит только через теплоизоляционную прослойку.

5. На протяжении опыта радиальный температурный перепад $\vartheta_R(\tau)$ в образце остается малым в сравнении с перепадом температуры $\vartheta_T(\tau)$ на тепломере, удовлетворяя условию монотонности температурного режима нагрева—охлаждения образцов в тепловой ячейке

$$\vartheta_R(\tau) < 0,1\vartheta_T(\tau). \quad (2)$$

6. Температурное поле образца $\vartheta(r, \tau)$ в центральной зоне остается близким к цилиндрическому, радиальному, подчиняется закономерностям монотонного теплового режима и на однофазных участках опыта описывается параболической координатной функцией [2, 3] (искажения, вносимые торцами, учитываются аналитической поправкой)

$$\vartheta(r, \tau) = \frac{b_V(\tau)}{4a} r^2, \quad (3)$$

где r — радиальная координата образца;

a — температуропроводность образца;

$b_V(\tau)$ — скорость изменения средней объемной температуры образца, которая в цилиндрических образцах определяется соотношением

$$b_V(\tau) = 0,5 \left[\frac{\partial t(0, \tau)}{\partial \tau} + \frac{\partial t(R, \tau)}{\partial \tau} \right]. \quad (4)$$

7. Суммарный тепловой поток $Q_T(\tau)$, проникающий в опыте через теплоизоляционную прослойку, определяется соотношением

$$Q_T(\tau) = K(t_я) \vartheta_T(\tau) = K(t_я) [t_я(\tau) - t_б(\tau)], \quad (5)$$

где $K(t_я)$ — эффективная тепловая проводимость теплоизоляционной прослойки, отнесенная условно к температуре ядра.

Перечисленные выше ограничения позволяют представить тепловой баланс между образцом, ядром и блоком ячейки уравнением вида

$$Q_T(\tau) = K(t_я) \vartheta_T(\tau) = C_я(t_я) b_я(\tau) + C(t_V) b_V(\tau), \quad (6)$$

где $C_я(t_я)$ — суммарная теплоемкость ядра при температуре $t_я(\tau)$;

$b_я(\tau)$ — скорость изменения температуры ядра;

$C(t_V)$ — суммарная теплоемкость образца при объемной температуре $t_V(\tau)$.

Из соотношений (1)–(6) вытекают искомые расчетные формулы для удельной теплоемкости $c(t_V)$, энтальпии $h(t_V)$, теплопроводности $\lambda(t_V)$ и температуропроводности $a(t_V)$ образца как функций его средней объемной температуры t_V , которая изменяется в интервале $-30 \dots +25$ °С.

При аналитической обработке опыта первичной информацией для определения теплофизических характеристик образца служат экспериментальные сведения об изменении температуры в трех точках ячейки: 1) кривая изменения температуры ядра, $t_я(\tau)$; 2) кривая изменения температуры в центре (на оси) образца, $t_о(\tau)$; 3) кривая изменения температуры блока, $t_б(\tau)$.

К категории «постоянных» ячейки (ее независимо определяемых параметров) относятся: тепловая проводимость тепломера $K(t_я)$, эффективная теплоемкость ядра ячейки $C_я(t_я)$, масса M образца и его геометрические параметры. Радиус R образца должен совпадать с внутренним радиусом сменного (внутреннего) стакана, так как это позволяет не учитывать тепловое контактное сопротивление между ними.

При работе с термопарами приходится учитывать независимо температуру «холодных» спаев, которые целесообразно размещать при комнатной температуре ($t_к = \text{const}$), а также их чувствительность (К/мВ), чтобы иметь возможность осуществлять преобразование электрических сигналов в температуру по шкале Цельсия (°С).

Для определения удельной теплоемкости $c(t_V)$ образца используется формула

$$c(t_V) = \frac{K_T(t_{я})|\vartheta_T(\tau)| - C_{я}(t_{я})|b_{я}(\tau)|}{M|b_V(\tau)|} \quad (7)$$

При определении удельной энтальпии $h[t_V(\tau)]$ образца используется интегральное соотношение

$$h[t_V(\tau), t_V(\tau_1)] = \int_{t_V(\tau_1)}^{t_V(\tau)} c(t_V) dt_V = \frac{1}{M} \{Q_T[t_{я}(\tau)] - Q_{я}[t_{я}(\tau)]\}, \quad (8)$$

где

$$Q_T[t_{я}(\tau), t_{я}(\tau_1)] = \sum_{t_{я}(\tau_1)}^{t_{я}(\tau)} [K_T(t_{я})|\vartheta_T(\tau)|\Delta\tau], \quad (9)$$

$$Q_{я}[t_{я}(\tau), t_{я}(\tau_1)] = C_{я}(t_{я})[t_{я}(\tau) - t_{я}(\tau_1)]. \quad (10)$$

Здесь τ_1 — момент времени, соответствующий началу обработки результатов опыта;

$\Delta\tau$ — промежуток времени между соседними замерами из температурных датчиков (шаг опыта). Суммирование производится ступеньками, совпадающими с шагом опыта. Параметры $t_{я}(\tau)$, $t_V(\tau)$ и $\vartheta_T(\tau)$ связаны между собой общим текущим временем τ .

Для определения теплопроводности $\lambda(t_V)$ образца пригодна формула

$$\lambda[t_V(\tau)] = \frac{K_T(\tau)|\vartheta_T(\tau)| - C_{я}(t_{я})|b_{я}(\tau)|}{4\pi l_{эф}|\vartheta_{0,я}(\tau)|}, \quad (11)$$

где $\vartheta_{0,я}(\tau)$ — перепад температуры в образце;

$l_{эф}$ — эффективная высота образца (с учетом поправки на суммарное влияние торцов образца).

При определении температуропроводности образца используется формула

$$a[t_V(\tau)] = \frac{|b_V(\tau)|R^2}{4|\vartheta_{0,я}(\tau)|}. \quad (12)$$

На основе представленного метода разработан автоматизированный прибор, общий вид которого представлен на рис. 2. В состав прибора входят тепловая ячейка 1, теплофизический контроллер 2 и два массивных металлических блока 3 (на рис. 2 показан один из них).

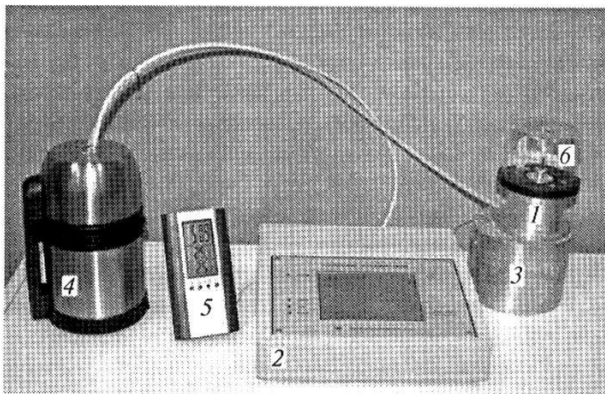


Рис. 2. Общий вид прибора:
1 — тепловая ячейка; 2 — контроллер;
3 — блок; 4 — сосуд Дьюара; 5 — термометр; 6 — колпак

Для измерения температуры в характерных точках тепловой ячейки используются три манганин-константановые термопары, изготовленные из покрытых эмалью проводов диаметром 0,2 мм и оформленные в виде гибких шнуров длиной более метра. Их рабочие спаи размещаются внутри жестких полимерных наконечников и перед опытом вставляются экспериментатором в соответствующие отверстия. «Холодные» спаи всех термопар размещаются в сосуде Дьюара 4 (блок «холодных» спаев), который находится на рабочем столе (при комнатной температуре) рядом с контроллером. Для измерения комнатной температуры используется цифровой термометр 5.

Открытая верхняя поверхность сосуда ячейки и рабочие концы термопары защищены от влияния конвективных потоков тонкостенным прозрачным колпаком 6. Образец исследуемого материала размещается перед опытом в металлическом стакане.

В приборе предусмотрена возможность проведения с образцом двух взаимосвязанных опытов. Первый опыт проводится в условиях замораживания образца, а второй — в условиях его последующего размораживания. Благодаря гибкому шнуру термопар тепловую ячейку можно устанавливать поочередно на любой из двух массивных блоков, находящихся на рабочем месте и в морозильной камере. На этапе замораживания ячейка с образцом располагается на поверхности холодного блока внутри морозильной камеры, а на этапе размораживания — на поверхности блока с комнатной температурой.

Подготовка образца к опыту и установка его режимных параметров производится непосредственно экспериментатором, а все этапы управления опытом и обработка полученного экспериментального массива осуществляются контроллером.

На данном приборе были проведены измерения теплофизических характеристик ряда влагосодержащих материалов. В качестве примера на рис. 3–5 представлены графики, отражающие результаты исследований тепловых свойств кварцевого песка, сливы и водных растворов сахарозы.

На рис. 3 представлены зависимости удельной энтальпии $h_{обп}(t)$ сухого (естественной влажности), увлажненного и засоленного кварцевого песка.

Для иллюстрации эксплуатационных возможностей рассматриваемого прибора на рис. 3 показана температурная зависимость удельной энтальпии дистиллированной воды (кривая 4). При анализе данной зависимости видно, что фазовый переход происходит при фиксированной температуре ($t_{ф.п} = 0^\circ\text{C}$), а удельная теплота кристаллизации воды составляет $q = 332$ кДж/кг. Прибор фиксирует переохлаждение воды, достигающее $\approx -4^\circ\text{C}$.

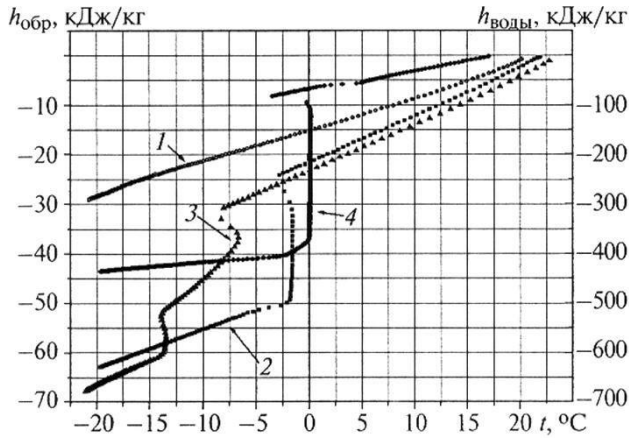


Рис. 3. Зависимость удельной энтальпии образцов от температуры в режиме замораживания:
 1 — сухой кварцевый песок;
 2 — увлажненный кварцевый песок, $W = 10\%$;
 3 — кварцевый песок, засоленный 10%-м раствором KCl;
 4 — дистиллированная вода

При замораживании кварцевого песка влажностью 10% наблюдается аналогичное явление переохлаждения содержащейся в нем влаги до $-2,7\text{ }^\circ\text{C}$, а затем процесс замораживания влаги происходит при температуре $t_{ф.п} \approx -2,1\text{ }^\circ\text{C}$.

Известно, что в состав грунтовых пород входят различные соли, наличие которых оказывает существенное влияние на кинетику фазовых превращений. Согласно литературным данным [4], наиболее распространенными являются соли KCl. Кривая 3 на рис. 3 демонстрирует процесс замораживания засоленного кварцевого песка. При этом фазовый переход проходит в температурной области от -15 до $-7,5\text{ }^\circ\text{C}$, что обусловлено наличием свободной и связанной влаги в образце.

Для холодильной технологии основной интерес представляет знание особенностей замораживания и размораживания влагосодержащих пищевых продуктов. С помощью рассматриваемого прибора были проведены исследования тепловлажностных свойств ряда пищевых продуктов животного и растительного происхождения. В качестве примера на рис. 4 представлены температурные зависимости удельной энтальпии садовой сливы (Венгерки Итальянской) в режимах замораживания и размораживания.

На представленном графике отчетливо наблюдается гистерезис процессов замораживания и размораживания продукта в зоне фазовых превращений влаги.

На рис. 5 показаны зависимости эффективных удельных теплоемкостей $c_{эф}(t)$ водных растворов сахарозы различных концентраций.

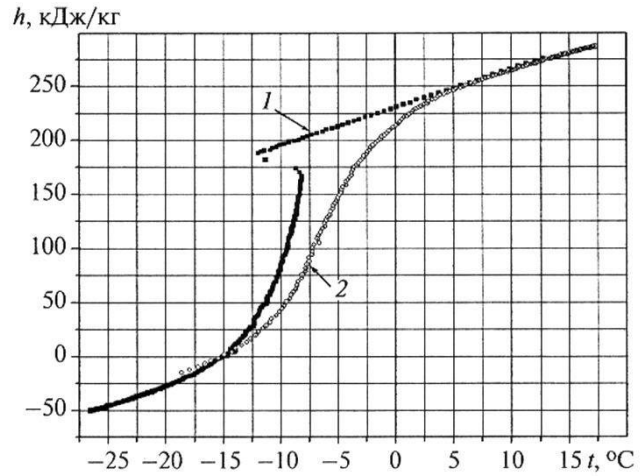


Рис. 4. Зависимость удельной энтальпии садовой сливы от среднеобъемной температуры в режимах:
 1 — замораживания;
 2 — размораживания

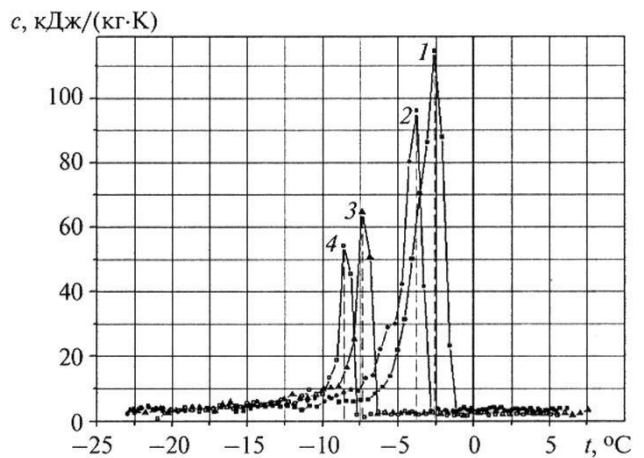


Рис. 5. Зависимость эффективной удельной теплоемкости исследуемых образцов от температуры в режиме замораживания:
 1, 2, 3, 4 — водные растворы сахарозы концентраций 15, 33, 60 и 75% соответственно

На графике видно, что с увеличением концентрации сахарозы в растворе максимумы эффективных теплоемкостей образцов сдвигаются в область отрицательных температур, которые определяют криоскопические температуры данных растворов.

Таким образом, при изучении влагосодержащих материалов прибор позволяет получить детальную информацию о кинетике фазовых превращений внутри образца при его замораживании и размораживании, оценить проявления гистерезиса (запаздывания) и необратимости фазовых превращений, а также определить количество свободной влаги внутри образца.

Использование данного прибора в штатных условиях определяется комнатной температурой и температурой промышленных морозильных камер. Однако при необходимости обе его границы можно расширить: верхнюю — с помощью печи, а нижнюю — за счет применения двухкаскадной морозильной камеры или жидкого азота. Правда, при этом усложняется конструкция тепловой ячейки и возникает необходимость доработки компьютерных расчетных программ.

Список литературы

1. Платунов Е. С., Баранов И. В., Куслиева Е. В., Сергеев С. С. Метод определения теплофизических свойств влагосодержащих материалов в условиях замораживания и размораживания // Известия СПбГУНиПТ. 2008. № 4.
2. Кондратьев Г. М., Дульнев Г. Н., Платунов Е. С., Ярышев Н. А. Прикладная физика. Теплообмен в приборостроении. — СПб.: СПбГУИТМО, 2003.
3. Теплофизические измерения и приборы / Е. С. Платунов, С. Е. Буравой, В. В. Курепин, Г. С. Петров; Под ред. Е. С. Платунова. — Л.: Машиностроение, Ленингр. отделение, 1986.
4. Комаров И. А. Термодинамика и тепломассообмен в дисперсных мерзлых породах. — М.: Научный мир, 2003.