

**Маријана М. Бабић\*, Ненад Д. Милошевић**

Лабораторија за термотехнику и енергетику,  
Институт за нуклеарне науке „Винча”, Универзитет у Београду, Београд, Србија

## **Импулсна метода са директним грејањем за одређивање термофизичких особина метала и легура у широком температурном опсегу**

Оригинални научни рад  
УДК: 536.627 + 537.311.31

*У овом раду је описана експериментална метода за одређивање специфичне електричне отпорности, специфичне топлоте и укудне хемисферне и сферичне нормалне емисијности метала и легура у широком температурном опсегу. Поред основних принципа методе, приказа апаратуре и процедуре обраде података, у посебном одељку је дао пример њене примене кроз добијене вредности специфичне електричне отпорности и специфичне топлоте узорка палладијума високе чистоте у опсегу температуре од 20 до 1500 °С.*

*Кључне речи: импулсна калориметријска метода, метали и легуре, термофизичке особине*

### **Увод**

Познавање вредности термофизичких особина метала и легура као што су специфична топлота и специфична електрична отпорност значајно је за постизање високих перформанси у системима за управљање енергијом у којима је неопходна што квалитетнија термичка анализа за контролу процеса преноса топлоте. На местима где се јавља проблем одвођења топлоте, као што су електронске компоненте, ласерске апликације, високоенергетски уређаји и снажни индустријски генератори, материјали се првенствено бирају на основу вредности њихових термофизичких особина.

Данас се у свету користи неколико експерименталних метода за одређивање специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности метала и легура у широком температурном опсегу и једна од њих је импулсна метода са директним грејањем коју је развио, 1970. године, Цезаирлијан (Cezairliyan) са сарадницима [1, 2] у тадашњем националном бироу за стандарде (NBS). По угледу на њу, почетком осамдесетих година прошлог века у Лабораторији за термотехнику и енергетику Института за нуклеарне науке „Винча” је такође почела да се примењује ова метода инсталацијом

---

\* Одговорни аутор; електронска адреса: marijanab@vinca.rs

одговарајуће експерименталне апаратуре [3]. У протеклом периоду, апаратура је унапређивана више пута, тако да се данас може користити у мерењима у температурном опсегу од око 250 К до 2600 К.

У овом раду су приказани основни принципи импулсне методе са директним грејањем, апаратура и начин обраде података, док су на примеру узорка паладијума високе чистоће приказане вредности специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности у температурном опсегу од 20 до 1500 °С.

### Опис методе

#### Теоријске основе

Принцип импулсне калориметријске методе се заснива на загревању испитиваног електропроводног узорка краткотрајним струјним импулсом и симултаним мерењем одговарајућих величина електричног напона и струје. Уколико кроз узорак у облику танког цилиндра или жице прође електрична струја интензитета  $I$ , енергетски биланс на узорку током његовог грејања се може изразити као [4]:

$$UI - mc_p \frac{dT}{dt}_g = P_z \quad (1)$$

где је  $U$  пад напона на мерној зони узорка,  $m$  маса мерног дела узорка,  $c_p$  специфична топлота,  $T$  температура узорка и  $t$  време (индекс  $g$  се односи на период грејања). Због протока струје, брзине грејања узорка и његове геометрије, губици услед кондукције и конвекције се могу занемарити, док се губици услед зрачења  $P_z$  на мерном делу узорка могу изразити као:

$$P_z = \varepsilon_{\text{uh}} \sigma A (T^4 - T_o^4) \quad (2)$$

где је  $\varepsilon_{\text{uh}}$  – укупна хемисферна емисивност узорка,  $\sigma$  – Стефан-Болцманова константа,  $A$  – површина мерног дела узорка и  $T_o$  – температура околине. У почетном делу хлађења узорка, непосредно након прекида протока струје, енергетски биланс се под претпоставком занемарљивих губитака топлоте кондукцијом и конвекцијом може изразити као:

$$mc_p \frac{dT}{dt}_h = P_z \quad (3)$$

где се индекс  $h$  односи на период хлађења. из израза (1) и (2) добија се израз за специфичну топлоту материјала узорка као:

$$c_p = \frac{UI - \varepsilon_{\text{uh}} \sigma A (T^4 - T_o^4)}{m \frac{dT}{dt}_g} \quad (4)$$

где се укупна хемисферна емисивност може израчунати из израза (1), (2) и (3) као:

$$\varepsilon_{uh} = \frac{UI}{\sigma A (T^4 - T_o^4) \int_1^g \frac{dT}{dT_h}} \quad (5)$$

Уколико је  $T_c$  температура сјаја узорка мерена на ефективној таласној дужини  $\lambda$ , спектрална нормална емисивност материјала узорка се одређује на основу израза [5]:

$$\varepsilon_{sn} = e^{-\frac{c_2}{\lambda} \frac{1}{T} - \frac{1}{T_s}} \quad (6)$$

где је  $c_2$  друга радијациона константа.

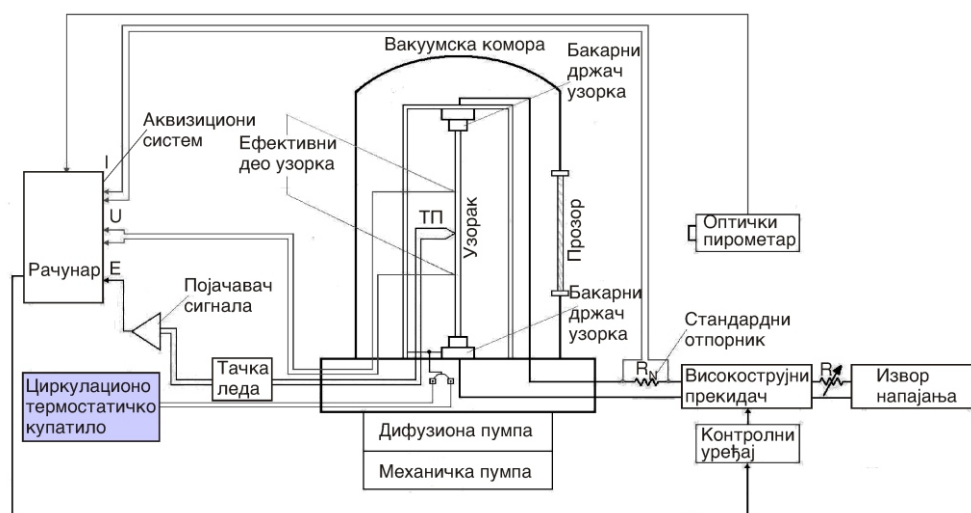
С друге стране, специфична електрична отпорност материјала узорка се одређује на основу електричне отпорности мерног дела узорка као:

$$\rho = \frac{U S}{I l} \quad (7)$$

где је  $S$  попречни пресек, а  $l$  дужина дела узорка на коме се мери пад напона.

### Опис апаратуре

Основни делови апаратуре импулсне калориметријске методе која се користи у Институту за нуклеарне науке „Винча“ су вакуумска комора, систем за грејање узорка, мерни и аквизициони систем и одговарајући контролни и помоћни уређаји. Шематски приказ апаратуре дат је на сл. 1.



Слика 1. Шематски приказ апаратуре

Узорак испитиваног материјала у облику жице (пречника од 2 до 5 mm и дужине од 100 до 300 mm) поставља се вертикално унутар вакуумске коморе у чврстом споју крајева узорка са два бакарна држача. Коло за формирање струјног импулса састоји се из једносмерног извора напајања, променљивог отпора, стандардног отпорника и високострујне прекидачке јединице, повезаних на ред са узорком. Као једносмерни извор користи се акумулатор (12 V/180 Ah), док је улога променљивог отпора да смањи интензитет струјног импулса, односно брзину загревања узорка. Струја кроз узорак се мери преко пада напона на стандардном отпорнику од 1 m $\Omega$ , док се дужина трајања струјног импулса задаје програмски преко рачунара до прекидачке јединице и обично се креће у границама од 300 до 2000 ms.

Једна од основних претпоставки методе је да се током периода грејања централни или ефективни део узорка на коме се мери пад напона налази на приближно униформној температури и да се, стога, на том делу обављају мерења пада напона и температуре. На средини ефективног дела се поставља термопар (ТП) који мери промену температуре узорка у времену, док се напонским водовима чији положај одређује ефективну дужину узорка мери пад напона на том делу испитиваног материјала. Најчешће коришћени термопарови су К, S или С типа и њихов избор зависи од мерног температурног опсега. Будући да мерење температуре има одлучујући утицај на квалитет коначних резултата неопходно је обезбедити добар термички контакт термопара и узорка, као и да динамичке карактеристике термопара одговарају брзини грејања узорка. Ради достизања потребне тачности мерења температуре, хладни крајеви термопара се увек држе на 0 °C, тј. на температури тачке леда (одговарајућој мешавини леда и дестиловане воде). За мерење пада напона на ефективном делу узорка користи се исти тип термопарске жице као и за мерење температуре, са разликом што се за оба напонска вода узима жица исте легуре.

Узорак са држачима и мерним водовима је смештен у вакуумској комори која се затвара звоном од нерђајућег челика. На звону се налазе два прозора који су постављени дуж осе узорка. Кроз један од њих се након сваког струјног импулса мери растојање између напонских водова, односно дужине ефективног дела узорка уз помоћ специјалног телескопа. Испред другог се поставља оптички пирометар који се фокусира на центар узорка, односно мало изнад термопара и служи за мерење температуре сјаја узорка. Високи вакуум (типично реда величине 10<sup>-4</sup> mbar) се користи ради спречавања оксидације узорка на високим температурама и постиже се помоћу редно везане механичке и дифузионе пумпе.

У случајевима када је потребно реализовати мерења и на температурама испод собне, узорак се хлади уз помоћ расхладног циркулационог купатила које може да се повеже на апаратуру преко посебних термички изолованих црева. Систем за хлађење функционише тако што циркулациони флуид (најчешће алкохол) кружи од купатила, кроз унутрашње цеви апаратуре, све до минијатурних челичних комора које су у директном чврстом контакту са бакарним држачима узорка. На тај начин се узорак хлади кондукцијом, али се због зрачења околине која је на собној температури, узорак хлади до сразмерно веће температуре него што је температура расхладног флуида, што зависи и од коефицијента топлотне проводности узорка. Минимална могућа температура флуида са коришћеним купатилем износи -90 °C.

Мерно-аквизициони систем чине брза вишеканална 16-битна аквизициона картица, појачавач сигнала и рачунар са посебно развијеним софтвером за контролу експеримента и аквизицију сигнала. На аквизициону картицу се доводе сви потребни сигнали, тј. сигнал термопара појачан посебним инструментационим појачавачем, сигнал са напонских водова постављених на узорку, сигнал пада напона са стандардног отпорника и сигнал са оптичког пирометра. Уз помоћ софтвера се обавља подешавање параметара аквизиционе картице као што је учестаност аквизиције и број мерења, затим директна контрола рада високострујних прекидача преко које се одређује време грејања и формирање и чување снимљених података.

#### *Мерна процедура*

Пре извођења експеримента неопходно је извршити прецизна мерења укупне дужине, пречника и масе узорка. Затим се на половини дужине узорка тачкастим заваривањем у атмосфери аргона постављају термопарски водови пречника реда 50 mm и то на интристичан начин, види сл. 3(а), ради постизања што бржег динамичког одзива термопара. На сличан начин се са леве и десне стране термопара, на растојању од око 1 cm, постављају напонски водови. Након тога се координатним микроскопом прецизно мере растојања напонских водова, односно ефективне дужине узорка, док се микрометром прецизно мери пречник ефективног дела.

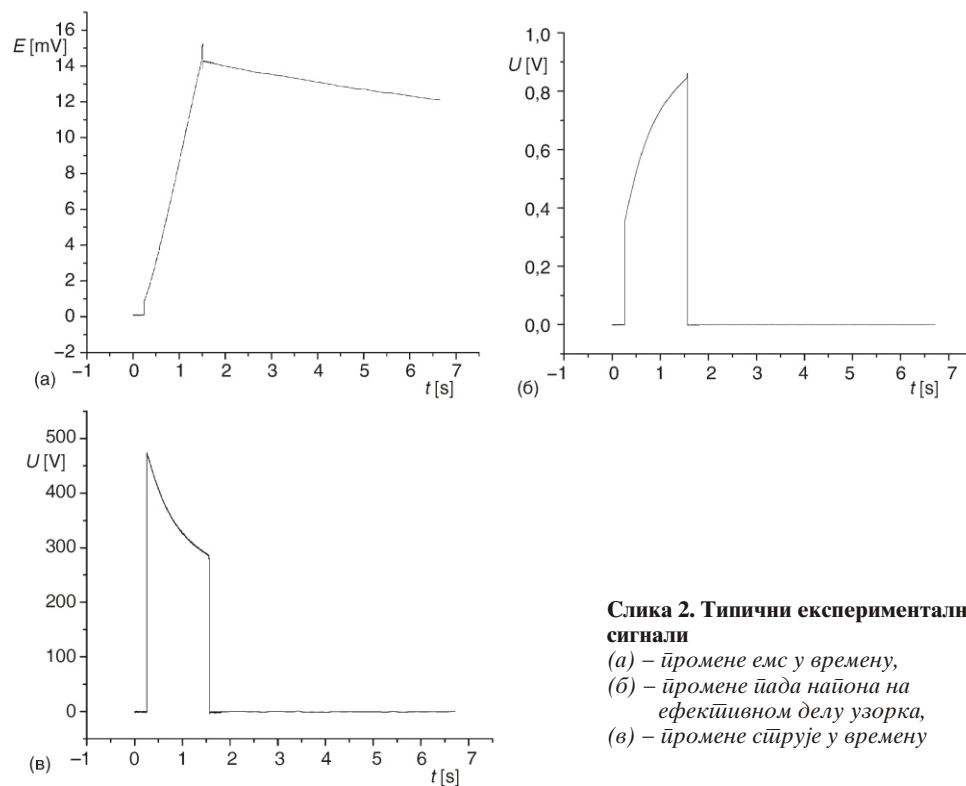
Узорак се са постављеним термопаром и напонским водовима чврсто фиксира између бакарних држача. Термопар и напонски водови се повезују на одговарајуће прикључке са изводима ван коморе. Одговарајући извод термопара се поставља у посебно припремљену мешавину леда и воде, где је температура тачно 0 °C, па се даље води ка појачавачу напона и аквизиционом систему. Изводи напонских водова се, с друге стране, директно везују за аквизициони систем.

Вакуум у комори се постиже најпре механичком, а затим и дифузионом пумпом, а по потреби се укључује циркулационо купатило. Када се вакуум унутар коморе и температура узорка стабилизују, покреће се контролни и мерно-аквизициони систем за грејање узорка, односно формирање струјног импулса. Током мерења се кроз узорак пропушта струјни импулс реда величине 200 до 1000 А, којим се постижу брзине загревања од 200 до 2500 K/s, у зависности од термофизичких особина примењеног узорка. Дужина грејања се бира у зависности од жељене максималне температуре узорка. У општем случају, мерно-аквизициони систем током периода грејања и почетног периода хлађења узорка прикупља од 1000 до 3000 података о промени температуре, паду напона на узорку и паду напона на стандардном отпорнику. Након сваког струјног импулса, на прекидачкој јединици се мења смер следећег протока струје кроз узорак због елиминисања утицаја Томпсоновог ефекта.

Усвојена мерна процедура захтева да се на материјалу који се испитује обави неколико циклуса мерења током грејања и хлађења и то најмање на два различита узорка истог материјала. Коначни резултати за специфичну топлоту, специфичну електричну отпорност, као и укупну хемисферну и спектралну нормалну емисивност се добијају одговарајућим усредњавањем вредности из више експеримената [3].

Обрада експерименталних података

Типични експериментални сигнали промене електромоторне силе термопара, пада напона на ефективном делу узорка и струје кроз узорак у времену приказани су на сл. 2. Поступак њихове обраде је сложен процес и обухвата више фаза. Први корак подразумева одабир почетног тренутка сигнала где је потребно поставити време на нулу у тренутку када струја почиње да расте. Следећа фаза обраде односи се на одређене корекције сигнала, где највећу пажњу треба усмерити на сигнал промене електромоторне силе у времену.



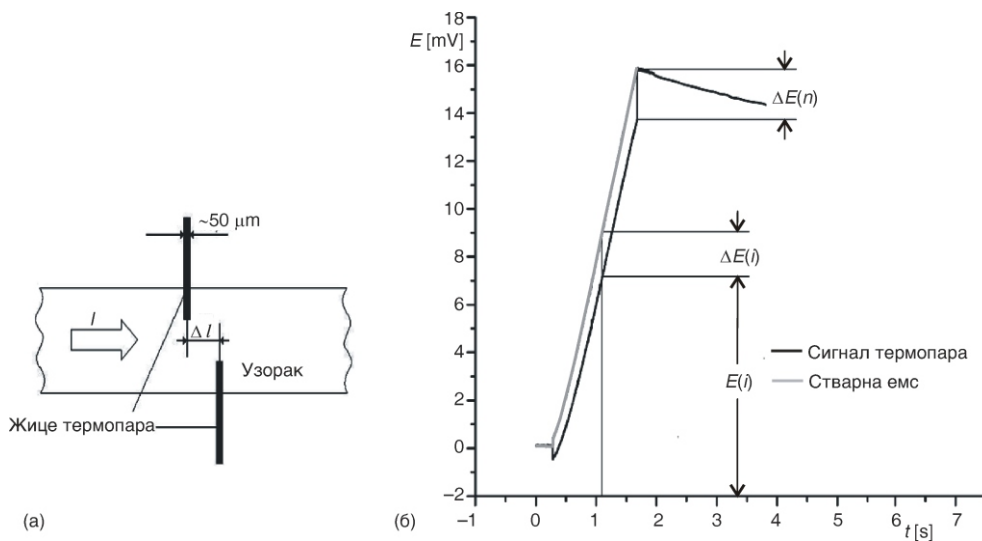
**Слика 2. Типични експериментални сигнали**  
(а) – промене емс у времену,  
(б) – промене напона на ефективном делу узорка,  
(в) – промене струје у времену

Да би се избегле грешке код мерења температуре помоћу интринстично постављеног термопара, неопходно је да спојеви термопара са узорком буду на истој температури, односно, на међусобно што краћем растојању. У пракси је, међутим, немогуће поставити обе термопарске жице дуж исте изотермалне, односно еквипотенцијалне линије будући да се испитују електропроводни материјали. Између тачака где термопарске жице додирују узорак увек постоји одређен аксијални помак  $l$  што доводи до генерације паразитног напона  $E$  (види сл. 3). Овај напон увећава или умањује електромоторну силу (емс) термопара, зависно од смера протицања струје, услед

чега настаје грешка код мерења температуре. Ова грешка може значајно деформисати корисни сигнал, стога је неопходно извршити одговарајућу компензацију која се заснива на односу основних величина ( $I$ ,  $U$ ,  $E$ ) мерених за време грејања узорка и специфичне електричне отпорности узорка ( $\rho$ ) [4].

Услед ове грешке, стварна вредност емс термопара се у произвољном  $i$ -том тренутку добија када се измерена вредност електромоторне силе  $E$  умањи за вредност корекције у тој тачки,  $E$  сл. 3(б):

$$E(i) = E_t(i) - \Delta E(i) \quad (8)$$



Слика 3. (а) Интристичан спој термопара и узорка; (б) електромоторна сила термопара у функцији времена са корекцијом  $E$

Паразитни напон  $E$  се може изразити као пад напона на дужини  $l$  као:

$$\Delta E(i) = \frac{I(i)\rho(i)\Delta l}{S} \quad (9)$$

Узимајући у обзир да се специфична електрична отпорност у  $i$ -том тренутку може написати као:

$$\rho(i) = \frac{U(i) S}{I(i) l} \quad (10)$$

израз (9) постаје:

$$\Delta E(i) = U(i) \frac{\Delta l}{l} \quad (11)$$

Однос  $\Delta I/I$  се може сматрати константним у целом температурном опсегу, на основу чега следи:

$$\frac{\Delta E(i)}{U(i)} = \text{конст.} \quad (i = 1, 2, \dots, n) \quad (12)$$

односно

$$\Delta E(i) = U(i) \frac{\Delta E(n)}{U(n)}, \quad (i = 1, 2, \dots, n) \quad (13)$$

На основу изнетог може се закључити да се грешка  $E(i)$ , у било ком тренутку може одредити на основу одговарајућих вредности  $U(i)$ , вредности напона на крају периода грејања  $U(n)$  и одговарајуће вредности  $E(n)$ . Грешка  $E(n)$  се одређује једноставно, као разлика прве вредности сигнала термопара у периоду хлађења и последње вредности у периоду грејања.

На основу израза (8) и (13) добија се за стварну емс термопара у било ком тренутку периода грејања:

$$E_t(i) = E(i) = U(i) \frac{\Delta E(n)}{U(n)}, \quad (i = 1, 2, \dots, n) \quad (14)$$

на чему се и базира компензација паразитног напона односно корекција грешке код поступка мерења температуре.

Поред деформација које се јављају услед интринстично постављеног термопара, јављају се и оне које су последица електромагнетних прелазних процеса до којих долази при раду високострујне прекидачке јединице, које је такође неопходно отклонити.

Након извршених корекција сигнала обавља се одговарајућа конверзија вредности напона у температуру и струју, а затим и одређивање извода температуре у времену током грејања и хлађења, што представља најделикатнији део обраде података. У оба случаја, и код грејања и код хлађења, сигнал температуре поседује одређени ниво шума који се при израчунавању извода знатно увећава. Због тога је неопходно извршити фитовање сигнала извода температуре што је могуће постићи било његовим усредњавањем на одређеном броју тачака (*moving averaging filter*), било помоћу полинома одређеног степена. За сваки експериментални сигнал, процењује се која од ових могућности фитовања уноси најмању грешку и најбоље представља извод температуре.

Сва нумеричка обрада сигнала, корекције и израчунавање извода раде се помоћу посебно написаних програма коришћењем комерцијалног софтвера MatLab.

#### *Анализа мерне несигурности*

Мерна несигурност импулсне методе се састоји од процене случајних и систематских грешака. Случајне грешке се јављају услед присуства шума или несигурности које уносе сами инструменти или компоненте мерног система и израчунавају се на бази стандардне девијације ( $\sigma$ ) појединих мерења у односу на средњу вредност. Систематске грешке је далеко теже проценити и из тог разлога максималну мерну не-



сигурност одређујемо углавном на бази  $2\sigma$  критеријума. На основу овог критеријума 95% свих измерених вредности лежи у опсегу  $2\sigma$  око средње вредности. Код величина које се директно мере оваква анализа мерне несигурности је релативно једноставна. Међутим, у случају специфичне електричне отпорности и специфичне топлоте потребно је спровести анализу свих извора мерне несигурности и проценити које све величине утичу на њихов прорачун. На пример, мерна несигурност приликом одређивања укупне дужине узорка је 0.1 mm, што у односу на типичну дужину од око 200 mm износи 0.05%. Код мерења ефективне дужине узорка, мерна несигурност је око 0.1%. Пречник узорка одређује се помоћу микрометра са резолуцијом од 0.001 mm, па се мерна несигурност може занемарити. Исти је случај и за мерење масе. Мерна несигурност код мерења струје, напона и емс углавном зависи од карактеристика и калибрационих података примењеног аквизиционог система.

Физички модел мерне методе се базира на претпоставци да су једино значајни топлотни губици услед зрачења. Прецизно израчунавање губитака услед зрачења зависи од познавања емисивности узорка. На температурама испод 800 °C емисивност се код импулсне методе добија са великом мерном грешком због тога што је зрачење слабо изражено. На вишим температурама мерна несигурност одређивања емисивности се смањује. Међутим, у типичном случају, мерна несигурност код одређивања емисивности мало утиче на израчунавање специфичне топлоте на ниским температурама, јер снага радијационих губитака износи свега неколико процената укупне топлотне снаге која се доводи узорку.

У највећем броју случајева, мерна несигурност резултата специфичне топлоте највише зависи од мерне несигурности мерења температуре, односно израчунавања извода  $dT/dt$ , док мерна несигурност специфичне електричне отпорности зависи првенствено од несигурности мерења пречника узорка и ефективне дужине, а мање од мерења струје и напона.

Када се узму у обзир сви извори мерних несигурности, типична процењена мерна несигурност ове методе је за емисивност око 10%, специфичну електричну отпорност око 2%, док је за специфичну топлоту око 3% [3].

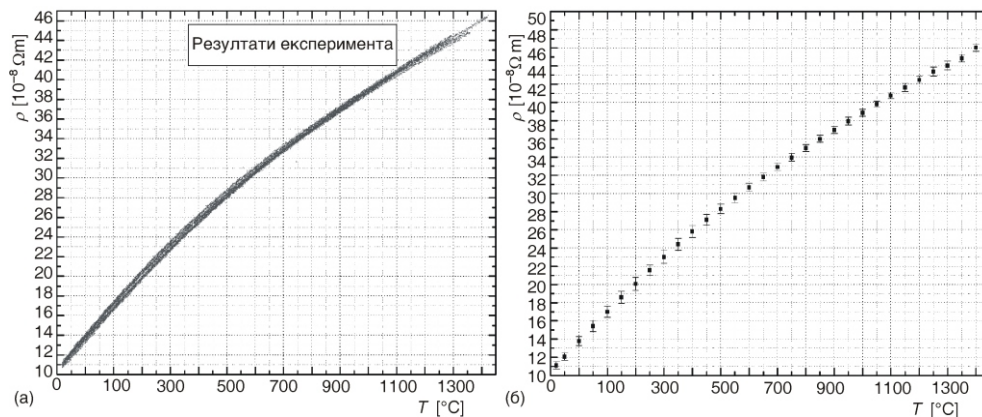
### Пример примене методе

Као пример примене методе приказане су добијене вредности за специфичну електричну отпорност и специфичну топлоту паладијума. Испитивање овог материјала је било интересантно због малог броја новијих литературних података о његовим поменути особинама. Експерименти су вршени на узорку паладијума, произвођача „*Goodfellow*”, декларисане чистоће 99,95%, дужине око 200 mm и пречника око 2 mm.

Температура је мерена помоћу термопара S типа, односно споја легуре платине и родијума и чисте платине, док је за напонске водове коришћена чиста платина. С обзиром да је тачка топљења паладијума око 1555 °C, експерименти су рађени до максималне температуре од око 1500 °C.

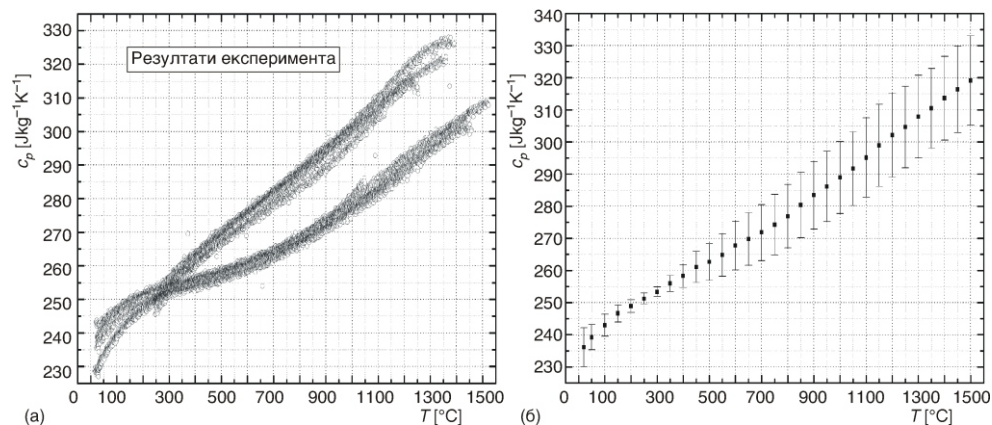
Обрадом експерименталних података и коришћењем једначине (7), добијене су вредности специфичне електричне отпорности узорка паладијума у функцији температуре, сл. 4(а). Приказани резултати су добијени из 12 експерименталних сигнала у

опсегу температура од 20 до 1500 °С, док су коначне вредности добијене усредњавањем података на одређеним референтним температурама, сл. 4(б). Укупна проширена мерна несигурност при температурама до 500 °С налази се у опсегу од 1 до 2%, док је на вишим температурама мања од 1%.



Слика 4. Специфична електрична отпорност паладијума у функцији температуре  
(а) – експерименталне вредности, (б) – коначни резултати

На сл. 5(а) представљене су вредности специфичне топлоте узорка паладијума у температурном опсегу од 20 до 1500 °С, добијене из 12 експерименталних сигнала коришћењем једначине (4). На слици се јасно уочавају две групе сигнала, што је последица пропуштања струје у оба смера током извођења експеримента. Такође, занимљиво је запазити да се оне секу на температури око 270 °С што ће као крајњи



Слика 5. Специфична топлота паладијума у функцији температуре  
(а) – експерименталне вредности, (б) – коначни резултати

результат дати најмању мерну несигурност у околини те температуре. Коначни резултати за специфичну топлоту паладијума добијени су налажењем средњих вредности на одабраним температурама, сл. 5(б) и укупна проширена мерна несигурност лежи у опсегу до 5%.

### Закључак

Импулсна калориметријска метода са директним грејањем се успешно користи за термофизичку карактеризацију метала и легура још од почетка осамдесетих година прошлог века у Лабораторији за термотехнику и енергетику Института за нуклеарне науке „Винча”. Њеном применом могуће је на ефикасан и поуздан начин добити вредности специфичне топлоте, специфичне електричне отпорности, укупне хемисферне и спектралне нормалне емисивности чврстих електропроводних материјала у широком температурном опсегу. Захваљујући једноставности и низу погодности које она доноси, метода је постала стандардна за одређивање поменутих термофизичких особина.

Процењено је да најбоља могућа мерна несигурност ове методе износи око 3% код специфичне топлоте, 1% код специфичне електричне отпорности и у границама од 5 до 10% код одређивања укупне хемисферне емисивности.

### Литература

- [1] Cezairliyan, A., Morse, M. S., Berman, H. A., Beckett, C.W., *J. Res. Natl. Bur. Stand.*, 74A, (1970), 1, 65-92
- [2] Cezairliyan, A., A Millisecond-Resolution Pulse Heating System for Specific Heat Measurements at High Temperatures (ed. K. D. Maglić, A. Cezairliyan, V. E. Peletsky), in: *Compendium of Thermophysical Property Measurement Methods, Vol. 2: Recommended Measurement Techniques and Measurement Practices*, Plenum Press, New York, USA, 1992, 483-517
- [3] Добросављевић, А. С., Прилог развоју динамичких метода за мерење електричних и термофизичких карактеристика електропроводних материјала, Докторска дисертација, Институт за нуклеарне науке „Винча”, Универзитет у Београду, 1989.
- [4] Dobrosavljević, A. S., Maglić, K. D., Evaluation of Direct Pulse Heating Method for Measurement of Specific Heat and Electric Resistivity in the Range 300-1900 K, *High Temperatures – High Pressures*, 21 (1989), 4, 411-421
- [5] Perović, N. Lj., Maglić, K. D., Vuković, G. S., Thermophysical Properties of Tungsten Electrodes by Subsecond Pulse Calorimetry, *International Journal of Thermophysics*, 17 (1996), 5, 1047-1055

**Abstract**

**A Direct Pulse Heating Method for  
Measurement of Thermal Properties of  
Metals and Alloys in a wide Temperature Range**

by

*Marijana M. BABIĆ\* and Nenad D. MILOŠEVIĆ*

**Laboratory for Thermal Engineering and Energy,  
Vinča Institute of Nuclear Sciences, University of Belgrade, Belgrade, Serbia**

This work presents a direct pulse heating method for the measurement of specific heat capacity, electrical resistivity, total hemispherical emissivity and normal spectral emissivity of metals and alloys (electrical conductors) in a wide temperature range. Besides the description of principles, apparatus and data reduction procedure, an example of application of the method is presented in a separate chapter. In the example values of specific electrical resistivity and specific heat of palladium samples in the 20-1500 °C temperature range is presented.

*Key words: direct pulse heating method, metals and alloys, thermophysical properties*

\* Corresponding author; e-mail: marijanab@vinca.rs

Рад примљен: 15. децембра 2010.  
Рад ревидиран: 17. фебруара 2011.  
Рад прихваћен: 24. фебруара 2011.