

UDK 550.362=863

Meritve toplotne prevodnosti kamenin z izboljšano metodo grelne žice

Thermal conductivity measurements on rocks by improved hot wire method

Peter Prelovšek & Matjaž Babič

Oddelek za fiziko FNT, Univerza E. Kardelja v Ljubljani

Bojan Uran

Geološki zavod, 61000 Ljubljana, Parmova 37

Kratka vsebina

Članek obravnava nestacionarno merjenje toplotne prevodnosti slabih prevodnikov. Opisani sta standardna in izboljšana metoda grelna žice. Prikazana je izvedba in delovanje merilnika MTP-1, ki meri toplotne prevodnosti materialov v območju 0,5—10 W/mK.

Abstract

In the article the nonstationary measurements of thermal conductivity are discussed. The principles of the improved as well as of the standard hot wire method are explained. A recently developed thermal conductivity meter MTP-1, which measures conductivities in the range 0,5—10 W/mK is described.

1. Uvod

Meritve toplotne prevodnosti so ene zahtevnejših, njihova natančnost pa je še vedno skromna kljub napredku znanosti in tehnike. Deloma je zaostalost toplotnih merskih metod pripisati omejenemu zanimanju za to področje. Eden od znakov za tako stanje je tudi dejstvo, da je bilo pri nas malo laboratorijev ustrezno opremljenih za toplotne meritve. Z nastopom energijske krize se je situacija spremenila. Ob pospešenem iskanju novih virov energije, tudi geotermične, in ob skrbi za njeno racionalno uporabo se je poživilo tudi raziskovanje za izboljšanje toplotnih merskih metod.

Stacionarne metode merjenja (F. X. Eder, 1956) so pojmovno gotovo najbolj enostavne, saj uporabljajo za merjenje direktno definicijo toplotne prevodnosti

$$q = -\lambda \text{ grad } T \quad (1)$$

kjer je q gostota toplotnega toka in T lokalna temperatura v vzorcu. Pri znani geometriji vzorca, ki je običajno planparalelna, in znani stalni moči grelca, se iz izmerjenih razlik temperatur določi toplotno prevodnost λ .

Stacionarne metode pa imajo več resnih slabosti:

— pri večjih debelinah (> 1 cm) vzorcev, ki so v območju slabih prevodnikov toplote, postanejo časi doseganja stacionarnega stanja zelo dolgi (tudi nekaj ur in več),

— težko je kontrolirati vse toplotne izgube, ki potekajo mimo vzorca, in upoštevati vse nepravilnosti v porazdelitvi toplotnega toka,

— vzorec mora biti običajno za meritev ustrezno pripravljen, imeti mora predpisano obliko.

Nestacionarne metode so se razmahnile zlasti v zadnjem času. Njihova bistvena prednost je predvsem v hitrosti (meritev traja nekaj minut), tudi kontrola izgub je enostavnejša. Analiza rezultatov je nekoliko težja, kar pa pri današnjih možnostih obdelave ne predstavlja ovire. Slabost večine nestacionarnih metod pa je, da ne dajejo direktne informacije o λ .

2. Izboljšana metoda grelne žice

Med nestacionarnimi metodami se je uveljavila metoda grelne žice (H. S. Carslaw & J. Jaeger, 1959; J. P. Cull, 1974), ker določi λ direktno. Na njej temelji tudi izboljšana metoda (S. Sumikawa & Y. Arakawa, 1976). V principu gre za tanko ravno grelno žico, napeto med dvema kosoma različnih materialov, od katerih je spodnji merjenec (toplotna prevodnost λ_1) in zgornji standardni material (toplotna prevodnost λ_0), ki je del merilne noge. Njuna mejna ploskev mora biti ravna, med materialoma mora biti tudi dober toplotni stik. Po grelni žici začne teči v času $t = 0$ stalen enosmerni električni tok I . Termoelement meri časovni potek temperature T v točki, ki je v razdalji r od sredine žice.

Princip meritve je mogoče razumeti s pomočjo enostavne metode grelne žice (H. S. Carslaw & J. Jaeger, 1959; J. P. Cull, 1974), kjer je grelna žica obdana samo z merjencem, torej $\lambda_1 = \lambda_0 = \lambda$. Temperatura $T(r, t)$ mora zadoščati difuzijski enačbi za cilindrično geometrijo (H. S. Carslaw & J. Jaeger, 1959)

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \kappa \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial T}{\partial r} \right) \quad (2)$$

kjer je κ toplotna difuzivnost merjenca $\kappa = \lambda / \rho \cdot c_p$. Pri tem je ρ gostota merjenca, c_p pa njegova specifična toplota. Robni pogoj, ki povezuje toplotno produkcijo grelne žice p na enoto dolžine l in gostoto toplotnega toka v merjencu, je podan z

$$2\pi r \lambda \left(\frac{\partial T}{\partial r} \right)_{r \rightarrow 0} = p = \frac{I^2 R}{l}, \quad t > 0 \quad (3)$$

R = električna upornost.

Želena rešitev je integral fundamentalne difuzijske rešitve za cilindrično simetričen primer (H. S. Carslaw & J. Jaeger, 1959).

$$T(r, t) = \frac{p}{4\pi\lambda} \int_0^t \frac{dr}{r} \exp\left(-\frac{r^2}{4\kappa\tau}\right) \quad (4)$$

τ = integracijska konstanta.

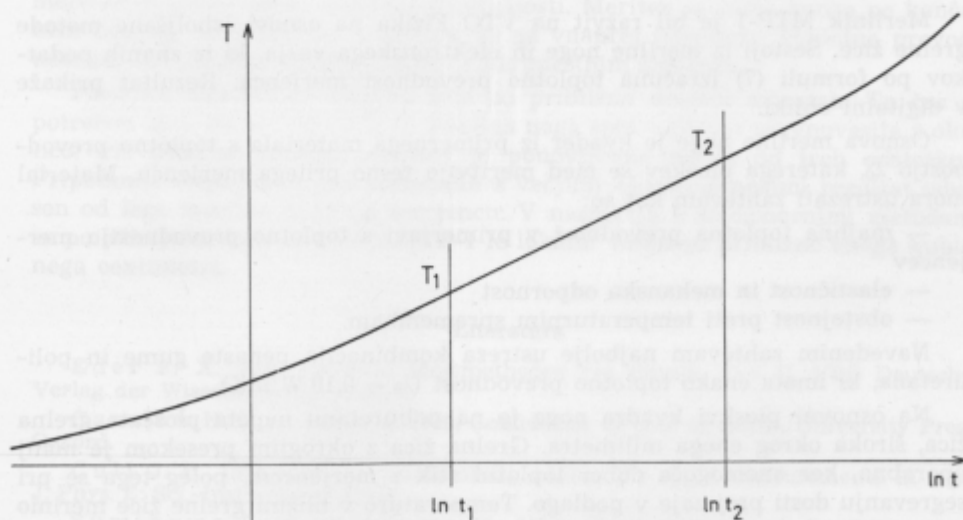
Ideja metode je v meritvi razlike temperatur v časih t_1 in $t_2 > t_1$, pri čemer t_1 zadošča pogoju $t_1 > 20r^2/\kappa$. Tedaj se izraz (4) poenostavi (natančnost približka je boljša od 1 %) v

$$T_2 - T_1 = \frac{p}{4\pi\lambda} \ln(t_2/t_1) \quad (5)$$

kar omogoča direktno določitev prevodnosti λ , ne da bi potrebovali informacijo o difuzivnosti κ .

Pri opisani metodi grelne žice je ob izbiri majhnih razdalj $r < 2$ mm možno izvesti kvalitetne meritve v časih $t_2 < 2$ min. Glavna tehnična težava metode je v pripravi vzorcev, saj je treba pri trdih materialih žico vgrebsti, oziroma poskrbeti za primeren toplotni kontakt med obema deloma merjenca. Posebej pri vzorcih kamenin (J. P. Cull, 1974) je to težko izvedljivo.

Strokovnjaki japonske firme Showa Denko K. K. (S. Sumikawa & Y. Arakawa, 1976) so, kot kaže, prvi ugotovili, da je možno osnovni izraz (5) uporabiti tudi v primeru, ko sta polovici iz različnih materialov, torej $\lambda_0 \neq \lambda_1$. Tehnično pomeni to bistveno pridobitev, saj je noga (λ_0) iz elastičnega materiala, ki vedno omogoči dober toplotni stik. Posebna priprava vzorca tedaj ni potrebna.



Sl. 1. Diagram odvisnosti temperature T od $\ln t$

Fig. 1. Diagram of temperature T vs. $\ln t$

Teoretična obdelava izboljšane metode je neprimerno zahtevnejša (B. Uran, 1982), saj je treba upoštevati dva polprostora z $\lambda_1 \neq \lambda_0$ in $\kappa_1 \neq \kappa_0$. Splošna rešitev, ki nadomesti izraz (4), je bila prvič podana v diplomskem delu B. Ura na (1982) z izrazom

$$T(r, t) = \frac{p \lambda_1 \lambda_0 \kappa_1 \kappa_0}{4\pi} \int_0^t \frac{d\tau}{\tau} \int_0^1 du [\kappa_0 u + \kappa_1(1-u)]^{-1/2} \cdot [\lambda_0^2 \kappa_1(1-u) + \lambda_1^2 \kappa_0 u]^{-3/2} \exp\{-r^2[4\tau(\kappa_0 u + \kappa_1(1-u))]^{-1}\} \quad (6)$$

u, τ = integracijske konstante

kar se pri pogoju $t_1 > 20 r^2/\kappa_1$ poenostavi v izraz, analogen (5), ki predstavlja osnovno formulo izboljšane metode

$$\lambda_1 = \frac{p}{2\pi(T_2 - T_1)} \ln(t_2/t_1) - \lambda_0 \quad (7)$$

Podoben izraz so uporabljali že pri Showa Denko, le da je njihov vseboval dve nedoločeni konstanti, ki sta bili ugotovljeni verjetno šele z umeritvijo.

Linearna odvisnost T od $\ln t$, ki je osnova izraza (7), velja le v delu časovnega območja. Dejansko odvisnost kaže sl. 1. Poleg odstopanja pri kratkih časih $t < t_1$ postane odvisnost nelinearna tudi pri dolgih časih, ko prodre toplota do robov vzorca D (karakteristični čas $t \sim D^2/10\kappa_1$). Za uspešnost meritve je zato bistvena pravilna izbira intervala $[t_1, t_2]$.

3. Opis merilnika

Merilnik MTP-1 je bil razvit na VTO Fizika na osnovi izboljšane metode grelne žice. Sestoji iz merilne noge in elektronskega vezja, ki iz znanih podatkov po formuli (7) izračuna toplotno prevodnost merjenca. Rezultat prikaže v digitalni obliki.

Osnova merilne noge je kvader iz primerne materiala s toplotno prevodnostjo λ_0 , katerega ploskev se med meritvijo tesno prilega merjencu. Material mora ustrezati zahtevam kot so:

- majhna toplotna prevodnost v primerjavi s toplotno prevodnostjo merjencev
- elastičnost in mehanska odpornost
- obstojnost proti temperaturnim spremembam.

Navedenim zahtevam najboljše ustreza kombinacija penaste gume in poliuretana, ki imata enako toplotno prevodnost ($\lambda_0 = 0,10$ W/mK).

Na osnovni ploskvi kvadra noge je na poliuretanu napeta ploščata grelna žica, široka okrog enega milimetra. Grelna žica z okroglim presekom je manj uporabna, ker onemogoča dober toplotni stik z merjencem, poleg tega se pri segrevanju dosti prej zaje v podlago. Temperaturo v bližini grelne žice merimo s termoelementom baker-konstantan. Drugo spojno mesto termoelementa je v toplotnem stiku z masivnim ohišjem merilne noge. Njegova temperatura se med meritvijo praktično ne spreminja.

Elektronsko vezje merilnika MTP-1 je zahtevnejši del aparature, saj omogoča povsem avtomatizirano in hitro merjenje toplotne prevodnosti. Generator toka napaja grelno žico med meritvijo s konstantnim enosmernim tokom. Izbiramo lahko med dvema tokovoma, ki sta v razmerju $1 : \sqrt{2}$, njuna velikost pa je odvisna od upornosti uporabljene grelne žice. Napetost termoelementa, ki je sorazmerna temperaturi, vodimo preko ojačevalca na enoto, ki začasno shrani v analogni spomin napetosti v časih t_1 in $t_2 > t_1$ in nato izračuna razliko napetosti $V_2 - V_1$. Na voljo sta dva časovna intervala $[t_1, t_2]$, s tem da je razmerje t_2/t_1 konstantno. Analogni delilec izračuna kvocient $K/(V_2 - V_1)$, pri čemer je K konstanta, odvisna od jakosti toka na grelni žici. Izhod delilca je digitalna količina, sorazmerna z vsoto $\lambda_1 + \lambda_0$. Števec je narejen tako, da vrednost λ_0 odšteje in vpiše na številčni prikaz vrednost λ_1 .

Dodatna enota k omenjenemu vezju je indikator odvoda. Kazalčni instrument, ki ga vsebuje ta enota, kaže trenutni odvod temperature termoelementa po logaritmu časa. Indikator je namenjen predvsem za kontrolo poteka meritve, saj kaže v pravem časovnem intervalu konstanto. Daje tudi že pred iztekom meritve grobo oceno za toplotno prevodnost merjenca.

Merilnik je v sedanji verziji uporaben v območju toplotnih prevodnosti od 0,5 do 10 W/mK. V ta obseg sodijo vzorci kamenin in tudi raznovrstni gradbeni materiali. Posamezna meritev traja največ 80 sekund. Pri tem se merjenec segreje le za nekaj stopinj. Posebna priprava merjencev ni potrebna, morajo pa imeti gladko površino vsaj takih dimenzij, kot so dimenzije merilne noge (140 mm \times 80 mm) in debelino vsaj 30 mm. Prav tako morajo biti merjenci po površju suhi.

Meritev poteka tako, da merilno nogo postavimo na površje merjenca in z ustreznim gumbom sprožimo meritev. Indikator omogoča kontrolo poteka meritve in grobo oceno toplotne prevodnosti. Meritev se sama konča po končanem času t_2 , odvisnem od intervala, ki ga vnaprej izberemo. Toplotna prevodnost se, kot rezultat meritve, izpiše s štirimestnim številom.

Ponovna meritev je mogoča šele po približno desetih minutah. Ta čas je potreben zato, da se merjenec in merilna noga spet toplotno uravnovesita z okolico. Pri pravilni izvedbi meritev je ponovljivost boljša od treh odstotkov. Pripomniti velja, da je pri materialih z večjimi nehomogenostmi rezultat odvisen od lege merilne noge na merjencu. V nasprotju s stacionarnimi metodami se po izboljšani metodi meri s MTP-1 le lokalni volumen približno enega kubičnega centimetra.

Literatura

Eder F. X. 1956, *Moderne Messmethoden der Physik, Teil II*, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften, Berlin.

Carlsaw H. S. & Jaeger J. 1959, *Conduction of heat in solids*, University Press, Oxford.

Cull J. P. 1974, *Thermal conductivity probes for rapid measurements in rock*, J. Phys. E: Sci.-Instruments 7, 771.

Sumikawa S. & Arakawa Y. 1976, *Quick thermal conductivity meter, Instrumentation and Automation (Japan)* 4, 60.

Uran B. 1982, *Merilnik toplotne prevodnosti na grelno žico*. Diplomsko delo, VTO Fizika, Univerza E. Kardelja v Ljubljani.

*

