

Л. И. Воробьев, Л. В. Декуша, О. А. Назаренко, Т. Г. Грищенко

Институт технической теплофизики НАН Украины, Киев, Украина

## УСОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ МЕТОДОВ ИЗМЕРЕНИЯ В БОМБОВЫХ КАЛОРИМЕТРАХ ТЕПЛООВОГО ПОТОКА

*Considered instrumental and algorithmic methods for improve operational and metrological characteristics of the bomb heat flux calorimeters for measuring the calorific value. Proposed the principle of construction quasidifferential calorimeter, which in addition to the basic cell with a calorimeter bomb has a cell-reviewer that has a significantly smaller size and containing a bomb simulator. Proposed the dynamic method of reducing the duration of prepare and measurement, based on the features of the regular thermal regime.*

**Ключевые слова:** калориметр теплового потока, дифференциальный калориметр, теплота сгорания.

### Постановка проблемы

Эффективность работы энергетического оборудования в значительной степени зависит от качества используемого топлива. В свою очередь, качество топлива определяют по его теплоте сгорания (теплотворной способности). Для определения теплоты сгорания топлива и химических веществ традиционно используют энтальпийные водяные бомбовые калориметры, однако в последние годы для таких измерений получают распространение калориметры теплового потока или кондуктивные калориметры [1]. Такие приборы имеют некоторые преимущества: они легко автоматизируются, не требуют для своей эксплуатации подвода охлаждающей воды и специальных помещений с кондиционированием. В то же время калориметры теплового потока по своим метрологическим характеристикам и быстродействию несколько уступают традиционным энтальпийным калориметрам. Поэтому актуальной является задача улучшения метрологических и эксплуатационных характеристик калориметров теплового потока.

### Анализ последних достижений и публикаций

Ведущие фирмы Западной Европы, США, Российской Федерации и Японии выпускают широкую гамму калориметров для определения теплоты сгорания, для которых характерна высокая точность измерений (воспроизводимость на уровне 0,05...0,3 %) и высокий уровень автоматизации подготовки пробы и измерений [1...5]. В последние годы калориметры для определения теплоты сгорания начали выпускать и фирмы других стран — Китая, ЮАР, Беларуси [6]. К сожалению, цена иностранных приборов превышает 20 тыс. евро, стоимость их ремонта и обслуживания слишком велики для украинского потребите-

ля. В ИТТФ для нужд предприятий Украины уже 20 лет разрабатывают, производят и обслуживают изопериболические калориметры марки КТС [1, 9], построенные на базе термоэлектрических преобразователей теплового потока.

Калориметры теплового потока марки КТС содержат в себе калориметрическую чувствительную оболочку, встроенную в термостатированный блок, и расположенную в ней ячейку с реакционным сосудом — калориметрической бомбой. Выход калориметрической оболочки соединен с входом измерительно-вычислительной системы, которая измеряет и обрабатывает сигналы. Прибор имеет вентилятор, который обдувает внешнюю поверхность калориметрического блока для охлаждения, а электрический нагреватель, размещенный на поверхности калориметрического блока, служит исполнительным элементом системы терморегулирования, которая по сигналу преобразователя температуры регулирует электрическую мощность нагревателя так, чтобы поддерживать постоянной температуру калориметрического блока. При измерениях в калориметрической бомбе размещают образец исследуемого материала и заполняют ее кислородом, устанавливают бомбу в ячейку, а после стабилизации температуры в калориметре поджигают образец. Теплота, возникающая в результате сгорания образца, проходит через калориметрическую чувствительную оболочку, в результате чего оболочка генерирует сигнал, который поступает на измерительно-вычислительную систему, осуществляющую его измерения и интегрирование сигнала. Интегральное значение сигнала с момента поджога образца до момента повторной стабилизации температуры в калориметре пропорционально количеству теплоты, выделившейся в реакционной емкости.

В ИТТФ НАН Украины были разработаны и изготовлены по заказу ряда предприятий несколько моделей таких калориметров и продолжа-

ются работы по разработке и выпуску приборов для измерений теплоты сгорания различных видов топлива. Целью этих работ является повышение точности измерений, уменьшение продолжительности подготовки прибора и самого измерения, совершенствование технологии изготовления калориметров теплового потока.

### Формулировка цели статьи

Калориметры теплового потока или кондуктивные калориметры по сравнению с традиционными водяными, имеют несколько преимуществ, но также имеют и недостатки — неконтролируемые изменения температуры и скорости воздуха, обдувающего калориметрический блок, и другие внешние возмущения приводят к изменениям сигнала калориметрической оболочки, в результате чего увеличивается погрешность измерений.

Хорошо известный способ борьбы с влиянием внешних возмущений в калориметрах теплового потока — это использование дифференциальной схемы подключения чувствительных элементов. Такая схема подходит в основном для микрокалориметров, поскольку система термостатирования массивного блока не способна отводить значительное количество теплоты, выделяющейся в реакционной емкости. Кроме того, наличие двух одинаковых ячеек приводит к увеличению габаритов и массы устройства. Эти недостатки особенно наглядно проявляются при попытке создания дифференциального бомбового калориметра по классической схеме при использовании бомб, по размерам соответствующих требованиям действующих стандартов к массе пробы топлива.

Целью настоящей статьи является развитие метода дифференциальных калориметрических измерений для уменьшения весогабаритных характеристик прибора и повышения его точности, а также развитие динамических методов калориметрических измерений.

### Изложение основного материала

Для решения указанных противоречий предложен квазидифференциальный калориметр [7], который имеет две ячейки — основную рабочую с необходимыми размерами для размещения калориметрической бомбы и ячейку сравнения значительно меньшей высоты. Общая структура калориметра показана на рис. 1. Тепловой блок прибора имеет калориметрическую чувствительную оболочку 1, которая вмонтирована в термостатированный блок 2. Система термостатирования блока 2 состоит из встроенного в блок преобразователя 3 температуры, электронного терморегулятора 4 из задатчика значения температуры 5.

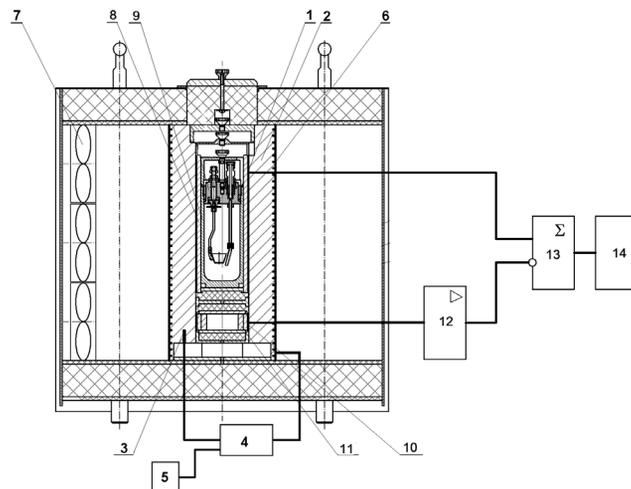


Рис. 1. Общая структура квазидифференциального бомбового калориметра

Исполнительными элементами системы термостатирования являются электрический нагреватель 6, расположенный на внешней поверхности блока 2 и подключенный к выходу регулятора 5, и блок вентиляторов 7, который образует поток охлаждающего воздуха в канале, окружающем блок 2. В калориметрической оболочке 1 расположена ячейка 8 и калориметрическая бомба 9, состоящая из стакана и крышки с вентилями. Под основной калориметрической оболочкой 1, соосно с ней расположена дополнительная компенсационная оболочка 10, которая имеет тот же самый диаметр, конструкцию и плотность термоземента, что и в основной оболочке, а высоту — примерно в 10 раз меньше. В компенсационной оболочке 10 размещен имитатор 11 ячейки и реакционного сосуда, имеющий удельную теплоемкость на единицу площади поверхности оболочки такую же, как и содержимое основной оболочки. Имитатор ячейки и реакционного сосуда состоит из двух или более частей, причем между этими частями расположены регулируемые тепловые сопротивления. Такая конструкция позволяет путем подбора тепловых сопротивлений между частями имитатора при настройке калориметра получать такую же динамику изменения сигнала компенсационной оболочки при воздействии внешнего возмущения, как и динамика изменения сигнала основной оболочки при воздействии того же возмущения.

Выход компенсационной оболочки 10 соединен с входом усилителя 12, выход которого соединен с инвертирующим входом сумматора 13, к неинвертирующему входу которого присоединен выход основной калориметрической оболочки 1. Выход сумматора 13 соединен с входом измерительно-вычислительной системы 14.

Между основной калориметрической ячейкой и компенсационной ячейкой расположен тепловой экран из высокотеплопроводного материала, который имеет тепловой контакт

с термостатированный блоком 2. Такая конструкция обеспечивает тепловую развязку между основной и компенсационной калориметрическими оболочками. Тепловые эффекты, возникающие в реакционной емкости в основной калориметрической оболочке, непосредственно не влияют на сигнал компенсационной оболочки.

На этапе настройки устройства нагревают блок до заданной температуры и начинают регистрировать сигналы калориметрических оболочек, а также сигналы на выходах усилителя и сумматора. После установления стационарного режима задатчиком температуры задают режим изменения температуры термостатированного блока на 2...10 К и регистрируют указанные сигналы в переходном процессе. На рис. 2а и 2б представлены графики изменения во времени указанных сигналов. Изменению температуры корпуса соответствует кривая 1, сигнал основной калориметрической оболочки представлен кривой 2, а компенсационной — кривой 3, а сигналы на выходах усилителя и сумматора — соответственно, кривыми 4 и 5.

После окончания переходного процесса регулированием тепловых сопротивлений в составном имитаторе ячейки и реакционного сосуда меняют постоянные времени выходного сигнала компенсационной оболочки так, чтобы они приблизились к постоянным времени выходного сигнала основной калориметрической оболочки.

Устанавливают значение  $K$  коэффициента усиления усилителя, определяемое на основании зарегистрированных значений сигналов калориметрических оболочек по расчетной формуле:

$$K = \int_0^{\tau_n} E_{oo} d\tau / \int_0^{\tau_n} E_{ko} d\tau,$$

где  $E_{oo}$  и  $E_{ko}$  — сигналы основной и компенсационной оболочек, которые измеряются в течение переходного процесса.

Проверяют результаты настройки, задавая снова режим изменения температуры термостатированный блока и проводя регистрацию сигналов в переходном процессе, как это показано на рис. 2в, где кривая 6 — сигнал основной калориметрической оболочки; 7 — сигнал компенсационной оболочки; 8 — сигнал на выходе усилителя; 9 — сигнал на выходе сумматора.

Вследствие проведенного регулирования — выравнивания постоянных времени и установления коэффициента усиления — изменение сигнала 8 на выходе усилителя близко к изменению сигнала 6 основной калориметрической оболочки, а изменение сигнала 9 на выходе сумматора значительно меньше, чем соответствующее изменение этого сигнала до настройки (поз. 5 на рис. 2б). То есть выходной сигнал становится малочувствительным к внешним возмущениям.

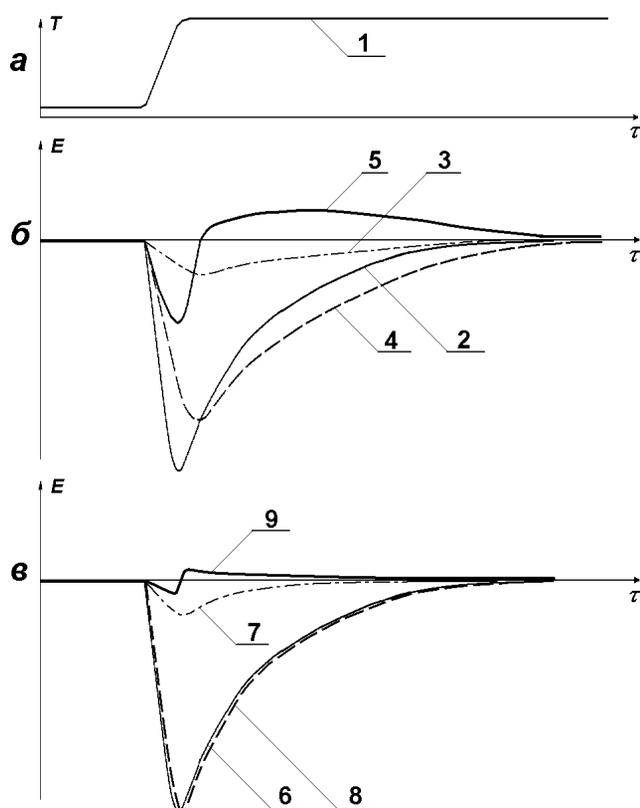


Рис. 2. Графики изменения сигналов при настройке: а — изменение температуры корпуса; б — изменение сигналов к регулированию; в — изменение сигналов после регулировки

В ИТТФ НАНУ изготовлен калориметр КТС-4, который реализует рассмотренный выше метод квазидифференциальной калориметрии теплового потока. В состав прибора входят тепловой и электронный блоки, две калориметрические бомбы БКУ-2 и сервисное оборудование. Общий вид прибора показан на рис. 3. Прибор прошел метрологическую аттестацию в ГП «Укрметртестстандарт».

Калориметр имеет следующие основные технические характеристики:

- диапазон измерения количества теплоты — от 10 до 35 кДж;
- погрешность измерений — не более  $\pm 0,1\%$ ;
- потребляемая мощность — не более 1,0 кВА;
- общая масса теплового и электронного блоков — не более 70 кг.



Рис. 3. Общий вид калориметра КТС-4

Процесс проведения измерений в кондуктивном бомбовом калориметре состоит из двух основных этапов: этапа подготовки, длящегося от момента установки заправленной бомбы в ячейку калориметра до наступления стационарного теплового режима и поджога пробы, и собственно этапа измерений, длящегося от поджога до повторного наступления стационарного теплового режима. Каждый из указанных этапов может быть разделен на два периода: первый, существенно нестационарный, и второй, который может быть назван «регулярным» и в котором тепловые процессы могут быть с достаточно высокой точностью описаны экспоненциальной зависимостью от времени. На основании указанных особенностей периодов тепловых процессов предложены динамические методы сокращения длительности измерений.

Созданный калориметр для определения теплоты сгорания КТС-4 по метрологическим характеристикам не уступает зарубежным рабочим средствам измерения, а его стоимость — в 3...4 раза ниже.

### Выводы

Применение квазидифференциальной схемы построения калориметра и использование динамических методов сокращения длительности измерений позволяют существенно улучшить эксплуатационные и метрологические свойства бомбовых калориметров теплового потока.

### Список литературы

- [1] Воробьев Л.И. Бомбовые калориметры для определения теплоты сгорания топлива / Л.И. Воробьев, Т.Г. Грищенко, Л.В. Декуша // Инженерно-физический журнал. — 1997. — Т. 70. — № 5. — С. 828–839.
- [2] Корчагина Е.Н. Сравнительный анализ технических и метрологических характеристик бомбовых калориметров, применяемых в России / Е.Н. Корчагина, Е.В. Ермакова, В.И. Беляков // Измерительная техника. — 2011. — № 2. — С. 51–57.
- [3] <http://www.ika.com/Products-Lab-Eq/Calorimeters-Calorimeters-Oxygen-Bomb-calorimeter-csp-330-1/>
- [4] <http://www.leco.com/products /analytical-sciences /calorific-value/ac600-semi-automatic-isoperibol-calorimeter>
- [5] <http://www.parrinst.com/products /oxygen-bomb-calorimeters/>
- [6] Максимук Ю.В. Метрологическое обеспечение измерений теплоты сгорания твердых и жидких топлив / Максимук Ю.В., Фесько В.В., Васаренко И.В., Дубовик В.Г. // Приборы и методы измерений. — 2014. — № 2 (9). — С. 67–74
- [7] Патент України на винахід № 101716. Калориметр теплового потока/ Грищенко Т.Г., Декуша Л.В., Бурова З.А., Назаренко О.О., Воробьев Л.И.; заявник і власник патенту ІТТФ НАНУ; опубліковано: 25.04.2013.

УДК 533.275.08

**Н.О. Телега**

Національний науковий центр «Інститут метрології», Харків, Україна

## КАЛИБРУВАННЯ ДАТЧИКІВ ВОЛОГОСТІ ЗА ДОПОМОГОЮ НАСИЧЕНИХ СОЛЬОВИХ РОЗЧИНІВ

*Recent research has shown that the necessity of gas humidity measurement and control is a growing problem in the world. For this reason NSC «Institute of metrology» has begun to carry out works on humidity unit standard creation. This work is actually on its early stages. Relative humidity sensors can drift over time and have a limited lifespan, thus it is important to regularly check their accuracy. There is still a common practice relative humidity sensor calibration using salt solutions. To calibrate the relative humidity sensor can be used saturated salt chambers. Humidity sensors calibration using salt solution is easiest and least expensive method.*

**Ключові слова:** відносна вологість повітря, гігрометр, розчин солі, сольовий гігрозат, калібрування.