ПРИБОРЫ И ТЕХНИКА ЭКСПЕРИМЕНТА, 2025, № 3, с. 92–95

ЛАБОРАТОРНАЯ ТЕХНИКА

УДК 53.082

АВТОМАТИЗИРОВАННАЯ УСТАНОВКА ИМПУЛЬСНОГО НАГРЕВА ПРОВОЛОЧНОГО ЗОНДА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРИТИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ТЕРМИЧЕСКИ НЕСТАБИЛЬНЫХ ВЕЩЕСТВ

© 2025 г. А. Н. Котов[a], *, Н. С. Богатищева[a], Г. В. Панов[a]

[a] Институт теплофизики Уральского отделения Российской академии наук
Россия, 620016, Екатеринбург, ул. Амундсена, 107а
** e-mail: artem625@mail.ru*

Поступила в редакцию 21.10.2024 г.
После доработки 22.01.2025 г.
Принята к публикации 17.03.2025 г.

Разработана цифровая измерительная система в составе экспериментальной установки для определения критической температуры и критического давления термически нестабильных веществ, позволяющая проводить автоматизированную обработку данных в ходе проведения эксперимента.

DOI: 10.31857/S0032816225030146

1. МЕТОД И ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ УСТАНОВКА

Экспериментальная установка применяется для измерения температуры достижимого перегрева и критических параметров жидких неэлектропроводных сред, для которых время нахождения при высокой температуре ограничено. На фазовой диаграмме исследуемого вещества критическая точка является общей вершиной бинодали, спинодали и линии достижимого перегрева (рис. 1). Положение критической точки на фазовой диаграмме определяется величинами критической температуры и давления. Метод состоит в измерении температуры достижимого перегрева исследуемого образца в зависимости от давления с помощью платинового зонда, погруженного в исследуемую жидкость [1]. Особенностями используемого метода импульсного изобарического нагрева проволочного зонда являются быстрый разогрев и сверхмалое разложение исследуемого вещества в процессе измерения [2].

На рис. 2а показана зависимость температуры зонда от времени в процессе нагрева импульсом тока. Температурное возмущение Θ возникает вследствие резкого изменения теплообмена нагревателя с жидкостью в момент вскипания образца вблизи зонда. Амплитуда температурного возмущения зависит от химической природы вещества, давления в камере и длительности импульсов. С приближением давления к критическому интенсивность вскипания уменьшается и амплитуда сигнала вскипания падает. Характерная зависимость амплитуды температурного возмущения от давления для *н*-гептана приведена на рис. 2б. Давление

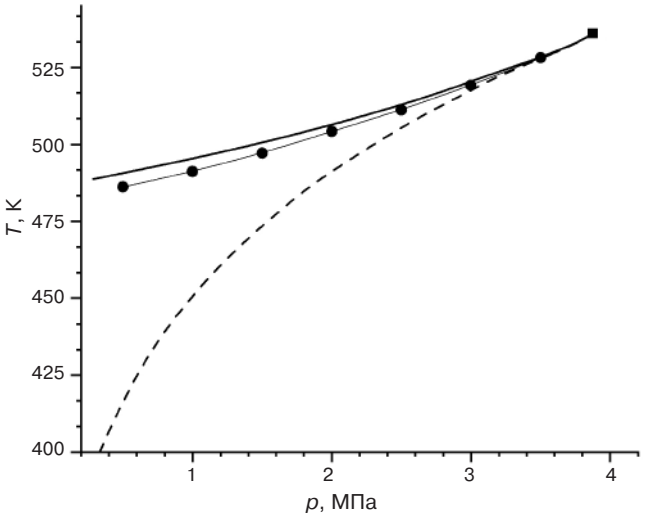

Рис. 1. Фазовая диаграмма диметилового эфира этиленгликоля.

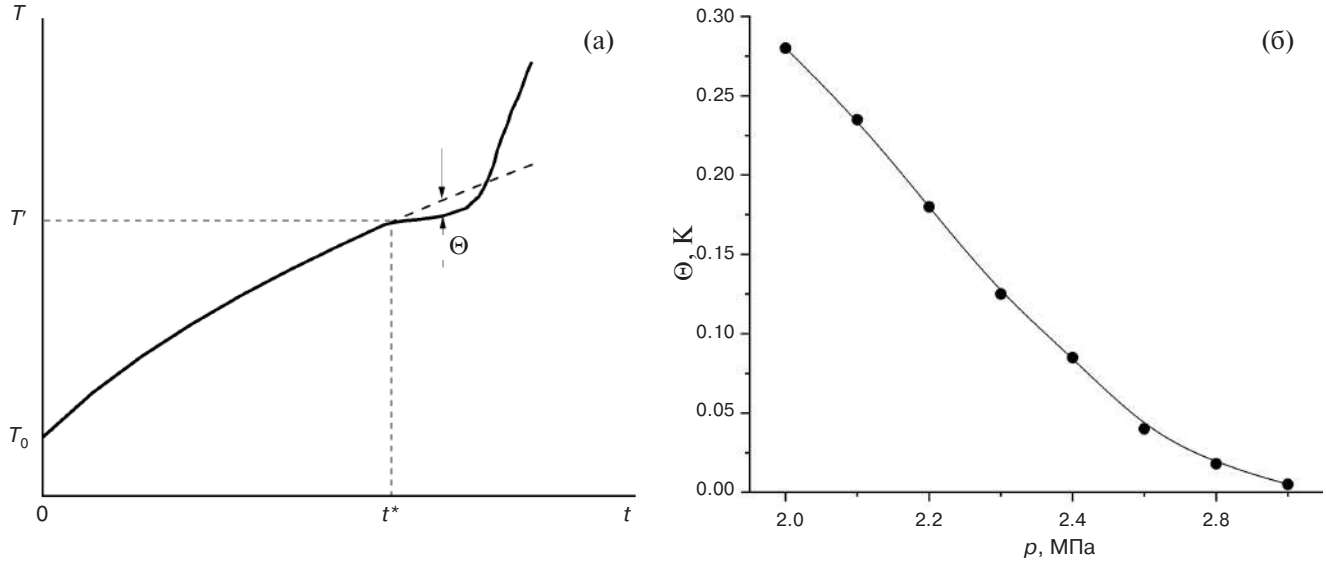

Рис. 2. а – Зависимость температуры зонда от времени, **б** – амплитуда возмущения температуры зонда в зависимости от давления для *н*-гептана**.**

в камере повышается до тех пор, пока амплитуда температурного возмущения не уменьшится до уровня, не позволяющего его выделение на фоне шумов. Это давление принимается равным измеренному значению критического давления, а температура достижимого перегрева при этом давлении – измеренному значению критической температуры.

В качестве зонда используется малоинерционная тонкая платиновая проволока диаметром 20 мкм и длиной от 10 до 30 мм, работающая как нагреватель и измеритель температуры [3]. Блок-схема экспериментальной установки показана на рис. 3.

Измерительная ячейка выполнена в виде металлического цилиндра, внутри которого установлен фторопластовый стакан с исследуемым образцом. Полость между ячейкой и стаканом заполнена гидравлической жидкостью, давление в ней изменяется при помощи блока регулировки давления, состоящего из поршневого насоса и манометра. Блок регулировки температуры обеспечивает изменение начальной температуры в объеме жидкости. Проволочный зонд устанавливается внутри фторопластового стакана и непосредственно контактирует с измеряемой жидкостью. Нагрев зонда проводится короткими импульсами тока амплитудой до 25 А с регулируемой длительностью в диапазоне 10–1000 мкс. Блок генератора импульсов обеспечивает периодическую подачу импульсов тока нагрева, а также сигнал синхронизации для

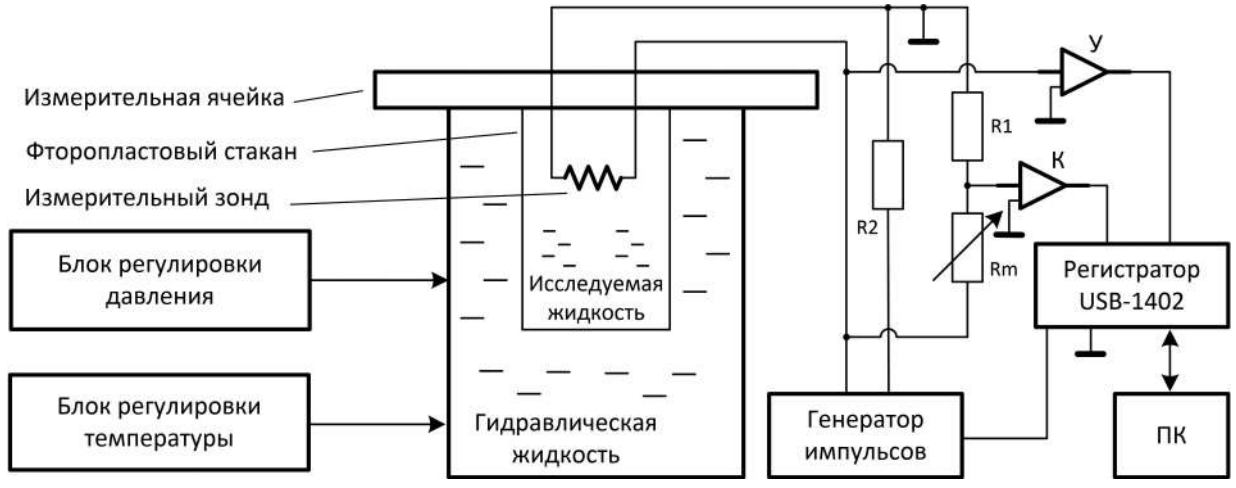

Рис. 3. Схема экспериментальной установки: У – дифференцирующий усилитель, К – компаратор, ПК – персональный компьютер.

измерительной системы. Зонд включен в мостовую электрическую схему на малоиндуктивных сопротивлениях R_1, R_2, R_m. Путем выбора значения сопротивления R_m мост балансируется на сопротивление зонда, соответствующее заданной температуре нагрева. Напряжение диагонали моста подается на вход компаратора (К) для определения момента времени нагрева зонда до выбранной температуры. Дифференцирующий усилитель (У) выделяет переменную часть сигнала разогрева зонда. Сигналы выхода компаратора и усилителя поступают на аналоговые входы цифрового блока сбора данных – регистратора USB-1402. Регистратор содержит 2-канальный 14-битовый АЦП с частотой дискретизации 50 МГц, он обеспечивает передачу оцифрованных сигналов в память персонального компьютера (ПК) для обработки специализированным программным обеспечением (ПО).

2. АПРОБАЦИЯ ИЗМЕРИТЕЛЬНОЙ СИСТЕМЫ В ОПЫТАХ С ОБРАЗЦОМ *Н*-ГЕКСАНА

На рис. 4 показана серия температурных сигналов канала дифференцирующего усилителя *У,* полученных при импульсном нагреве зонда в образце *н*-гексана при разных давлениях. На рис. 4а при давлении 0.35 МПа наблюдается отчетливое возмущение, проявляющееся как нарушение монотонности нагрева и возникающее в момент вскипания образца на поверхности зонда. Временной интервал между возникновением возмущения и стартом процесса нагрева зонда определяется по количеству отсчетов в массиве данных АЦП. Шаг дискретизации АЦП в блоке USB-1402 составляет 20 нс. По мере увеличения давления амплитуда сигнала вскипания снижается. В соответствии с методикой измерений давление в камере повышается до тех пор, пока амплитуда возмущения не уменьшится до уровня собственных шумов измерительной схемы. При фиксированном давлении возмущение характеризуется повторяемостью относительного изменения амплитуды и момента, соответствующего началу фазового перехода. Это позволяет в режиме периодического нагрева без изменения давления отделить случайные колебания амплитуды от систематических колебаний, связанных со вскипанием. Вскипание считается зафиксированным, если амплитуда возмущения превышает уровень шумовой полосы (выбранный пороговый уровень) измерительного канала в данных условиях опыта. Выбранный пороговый уровень является минимально возможным для надежной фиксации факта отсутствия вскипания, он определяет предел чувствительности установки. В экспериментах для обеспечения предельной точности измерения критических параметров шаг по давлению вблизи критической точки определяется классом точности манометра, он составлял 0.05 МПа.

Для выделения сигнала вскипания разработан алгоритм анализа, обрабатывающий данные непосредственно в ходе эксперимента. Оператор перед началом эксперимента настраивает параметры алгоритма и выбирает зону для автоматического определения сигнала вскипания. В ходе эксперимента нагрев зонда проводится в импульсно-периодическом режиме с постепенным увеличением давления в камере. Каждый новый результат нагрева, получения и обработки данных сопровождается индикацией в окне ПО сообщением оператору о наличии

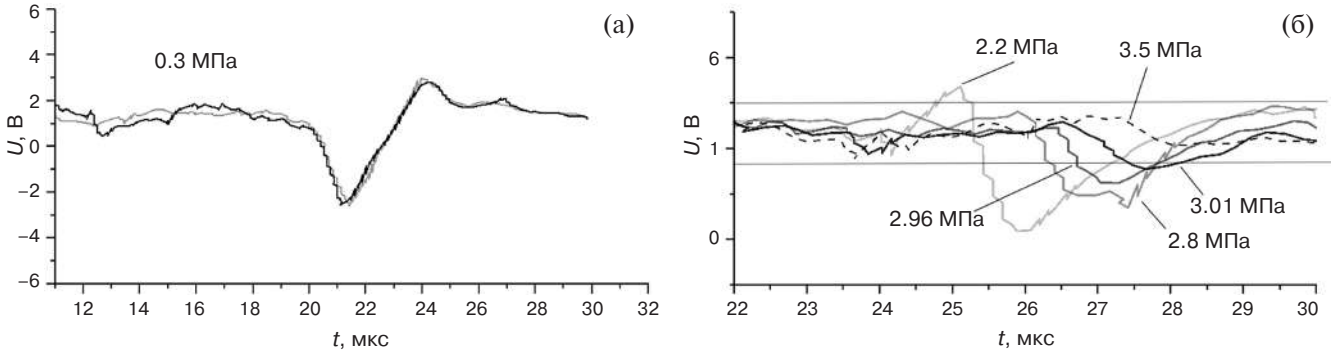

Рис. 4. Температурные сигналы зонда при различных давлениях, выноской указано давление, при котором получен соответствующий сигнал: **а** – два измерения при давлении 0.3 МПа; **б** – серия измерений вблизи критического давления: пороговые уровни определения вскипания отмечены горизонтальными линиями, сигнал, соответствующий закритическому давлению, выделен штриховой линией.

или отсутствии сигнала вскипания. Индикация отсутствия сигнала вскипания используется оператором для определения значения критического давления в ходе эксперимента. На рис. 4б можно видеть эволюцию сигнала вскипания с повышением давления. При давлениях не выше 3.01 МПа сигнал пересекает пороговые уровни напряжений, что является критерием определения факта вскипания. При давлениях выше критического (3.5 МПа) сигнал вскипания не фиксируется. В закритической области отсутствие характерного для вскипания сигнала дополнительно проверяется проведением серии опытов с фиксированным давлением.

3. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате применение цифрового регистратора USB-1402 с АЦП высокой разрядности и низким уровнем собственных шумов позволило улучшить качество температурного сигнала зонда, разработанный алгоритм обработки данных дал возможность скорректировать методику измерений и снизить общую погрешность измерения.

Установка позволяет проводить измерения с проволочными зондами в диапазонах сопротивлений 1–8 Ом, температур зонда 350–1300 K и тока нагрева 1–25 A при давлениях 0–35 МПа и длительности импульсов тока от 10 мкс до 1 мс.

ФИНАНСИРОВАНИЕ РАБОТЫ

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 23-29-00723, https://rscf.ru/project/23-29-00723/

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Скрипов В.П.* Метастабильная жидкость. Москва: Наука, 1972.
2. *Nikitin E.D., Pavlov P.A., Skripov P.V.* // J. Chem. Thermodyn. 1993. V. 25. P. 869. https://doi.org/10.1006/jcht.1993.1084
3. *Котов А.Н., Лукьянов К.В., Сафонов В.Н., Старостин А.А., Шангин В.В.* // ПТЭ. 2020. № 6. С. 133. https://doi.org/10.31857/S0032816220060117