

**КОМПЬЮТЕРНОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССА РАСПРОСТРАНЕНИЯ ТЕПЛА
В ИЗМЕРИТЕЛЬНОМ БЛОКЕ ОТЕЧЕСТВЕННОГО КАЛОРИМЕТРА ДСК-500**

© 2016 А.С. Нечаев, Р.Р. Хуснутдинова, Е.А. Дмитриева

Самарский государственный технический университет

Статья поступила в редакцию 16.12.2016

В работе рассматриваются вопросы компьютерного моделирования процесса переноса тепла в измерительном блоке дифференциального сканирующего калориметра ДСК-500. Раскрываются вопросы получения численных параметров элементов измерительного блока, учитывается их изменение в ходе проведения эксперимента, а именно влияние параметра теплопроводности материала подложки от степени ее нагрева, потеря тепла в окружающее пространство, тепловая инерционность материалов. Проведено структурное моделирование измерительного блока калориметра, позволяющее, в дальнейшем, упростить расчет параметров регуляторов температуры внешнего нагревателя и микронагревателя. По результатам проводимых экспериментов, аналитического описания процесса распространения тепла и построенной структурной модели была синтезирована компьютерная модель измерительного блока отечественного дифференциального сканирующего калориметра ДСК-500. В численной модели осуществлен учет изменения коэффициента теплового сопротивления воздуха при высоких температурах нагрева подложки (> 400 °С) и нормальном атмосферном давлении. Дан анализ полученных результатов моделирования, выраженных в зависимости становления дифференциальной температуры в течение времени при воздействии на систему ступенчатого входного воздействия в виде сигма-функции.

Ключевые слова: Дифференциальный сканирующий калориметр, измерительный блок, теплопроводность, температура, модель.

*Работа проводилась при финансовой поддержке РФФИ
в рамках научного проекта № 16-08-01103 а*

ВВЕДЕНИЕ

Одним из распространенных методов термического анализа является дифференциально-сканирующая калориметрия, с помощью которой можно получить информацию о теплофизических особенностях исследуемого вещества по его отклику на температурное воздействие. Запись отклика в виде экспериментальной кривой позволяет осуществить информационно-измерительное устройство – дифференциальный сканирующий калориметр (ДСК). Анализ полученной записи позволяет по известным методам определять такие физико-химические параметры вещества, как время протекания химической реакции, температура фазовых переходов, теплоемкость и т.д.

Корректность определения указанных параметров вещества по экспериментально полученным зависимостям возможно только с учетом

математической модели измерительной системы и протекающих в ней процессов. Однако, как известно, любая модель может описать реальную систему лишь в некотором приближении, что, безусловно, отражается на подлинности конечного результата.

При построении моделей процесса распространения тепла в измерительном блоке калориметра довольно часто задаются следующими допущениями:

- измерительная система абсолютно симметричная (одинаковые тигли, одинаковые датчики, одинаковое расстояние от нагревателя до ячеек с образцом и эталоном и т.п.), что позволяет избежать множества дополнительных слагаемых и коэффициентов в аналитических записях;
- теплообмен между ячейками с образцом и эталоном отсутствует, т.е. тепловое сопротивление материала подложки между измерительными ячейками бесконечно велико;
- наличие нескольких границ раздела фаз между образцом и нагревателем не учитывается, как не учитывается и пространственное разделение образца и измерительного датчика;
- в расчет принимается теплоемкость образца и эталона, в то время как теплоемкость конструктивных элементов измерительной ячейки не учитывается;

*Нечаев Александр Сергеевич, кандидат технических наук,
доцент кафедры радиотехнических устройств.*

E-mail: nechaev-as@mail.ru

*Хуснутдинова Резеда Рамильевна, магистрант кафедры
автоматики и управления в технических системах.*

E-mail: rezedakh2012@mail.ru

*Дмитриева Елизавета Анатольевна, аспирант кафедры
радиотехнических устройств.*

E-mail: lizavetaashe@gmail.com

• во время проведения эксперимента предполагается, что тепло от нагревателей к образцу и эталону передается только за счет теплопроводности подложки, не учитывая наличие эффектов теплового излучения и конвекции газов.

Снятие каждого из этих ограничений влечет усложнение и уточнение модели, что не всегда оправдано ввиду получения незначительного прироста точности по сравнению с затратами временных ресурсов в процессе обработки данных.

Построение компьютерной модели процесса распространения тепла в измерительном блоке дифференциального сканирующего калориметра позволяет проводить численные эксперименты и их обработку автоматизировано. Это дает возможность уточнять модель, делая ее сложнее, существенно не увеличивая при этом временные затраты. Также модель, построенная сообразно реальному объекту, позволяет реализовывать задачи по его управлению и регулированию с минимальным количеством физических экспериментов, что немало важно при решении вопросов определения кинетических тепловых характеристик исследуемого образца.

В работе предлагается компьютерная модель процесса распространения тепла в измерительном блоке отечественного дифференциального сканирующего калориметра ДСК-500, особенность которого заключается в возможности управления температурой ячейки с эталоном посредством встроенного микронагревателя [1].

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА РАСПРОСТРАНЕНИЯ ТЕПЛА В ИЗМЕРИТЕЛЬНОМ БЛОКЕ ОТЕЧЕСТВЕННОГО КАЛОРИМЕТРА ДСК-500

Построение компьютерной модели базируется на математическом моделировании процессов, протекающих в измерительном блоке. Кроме того требуется проведение набора экспериментов, для получения численных значений ее параметров.

В основу математической модели были положены законы теплопередачи в замкнутых изобарных системах ограниченного объема [2-4].

В работе [2] авторами была получена функциональная зависимость нагрева измерительной ячейки с образцом от воздействия на ячейку с эталоном точечного источника тепла, которая дает численную информацию о тепловом сообщении этих ячеек:

$$y(t) = 2K_n \cdot \left(1 - e^{-\frac{t}{\Theta_n}} \right) + \frac{K_n K_{ня}}{\Theta_{ня}^2} \cdot \left(1 - e^{-\frac{t}{\Theta_{ня}}} \right) + K_n K_{ня} \frac{\Theta_{ня} - \Theta_n}{\Theta_{ня}^2 \cdot \Theta_n} \cdot \left(1 - e^{-\frac{(2\Theta_{ня} - \Theta_n)t}{\Theta_{ня}\Theta_n}} \right), \quad (1)$$

где t – время воздействия источником тепла; K_n – коэффициент передачи процесса нагрева ячейки тепловым потоком, идущим от нагревателя; $K_{ня}$ – коэффициент передачи нагрева ячейки; Θ_n – постоянная времени процесса нагрева ячейки тепловым потоком, идущим от нагревателя; $\Theta_{ня}$ – постоянная времени процесса охлаждения точечного массивного источника тепла, приложенного к ячейке с эталоном.

Численные значения коэффициентов тепловой модели измерительного блока устройства ДСК-500 выбирались исходя из того, что материалом подложки является константан с коэффициентом теплопроводности $\lambda = 22$ Вт/(м·К), теплоемкостью $C = 410$ Дж/(кг·К) и плотностью $\rho = 8800$ кг/м³[5]. Радиус подложки $R = 15$ мм. Начальные условия принимались как нормальные (атмосферное давление 10^5 Па, температура 298 К).

Были проведены эксперименты, показавшие, что при температуре нагрева подложки свыше 410 °С расхождение с численными значениями классической модели процесса переноса тепла посредством теплопроводности составляет более чем 10%. Было предложено уравнение теплопроводности подложки в измерительном блоке отечественного дифференциального сканирующего калориметра ДСК-500 с корректирующим коэффициентом, зависящим от температуры нагрева и учитывающим влияние эффектов теплового излучения и свободной конвекции, которое дает расхождение с экспериментом менее 1% на всех температурах от 0 до 520 °С:

$$\frac{\partial T(r, t)}{\partial t C} = \frac{\lambda_3}{\rho} \left(\frac{\partial^2 T(r, t)}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T(r, t)}{\partial r} \right). \quad (2)$$

Здесь T – температура подложки, r – ее радиус, λ_3 – теплопроводность подложки, учитывающая изменение коэффициента термического сопротивления воздуха от температуры T . Влияние термического сопротивления воздуха при нагреве металлических объектов в реальных задачах практически никогда не учитывается, однако, если ставиться цель определить количество необходимой энергии, которая должна быть передана телу для нагрева его до определенной температуры за определенное время подобный учет необходим [6].

СТРУКТУРНОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ИЗМЕРИТЕЛЬНОГО БЛОКА ДСК-500

Используя полученное уравнение теплопроводности измерительного блока и функциональные особенности ДСК-500 [1], было составлено уравнение передаточной функции измерительного блока дифференциального сканирующего калориметра:

$$W_{\text{общ}}(p) = \left(W_{\text{нп}}(p) \cdot W_{\text{н.под.}}(p) \cdot W_o(p) - \right. \\ \left. - (W_{\text{нп}}(p) \cdot W_{\text{н.под.}}(p) + W_{\text{мн}}(p)) \cdot W_3(p) \right) / \\ \left/ (1 + W_{\text{ос}}(p) \cdot (W_{\text{нп}}(p) \cdot W_{\text{н.под.}}(p) \cdot W_o(p) - \right. \\ \left. - (W_{\text{нп}}(p) \cdot W_{\text{н.под.}}(p) + W_{\text{мн}}(p)) \cdot W_3(p)) \right), \quad (3)$$

где $W_{\text{нп}}(p)$ – передаточная функция процесса нагрева печи, $W_{\text{н.под.}}(p)$ – передаточная функция процесса нагрева подложки, $W_o(p)$ – передаточная функция нагрева объекта, $W_3(p)$ – передаточная функция нагрева эталона, $W_{\text{мн}}(p)$ – передаточная функция процесса нагрева микронагревателя, $W_{\text{ос}}(p)$ – передаточная функция обратной связи.

Структурная схема измерительного блока ДСК-500 с учетом его физических и геометрических особенностей, а также на основании законов структурного преобразования, примет вид, представленный на рис. 1.

В схеме PID1 и PID2 – ПИД-регуляторы основного нагревателя печи и микронагревателя соответственно. Регуляторы необходимы для высокоточного поддержания температуры исследуемого образца и эффективного функционирования измерительной системы.

Данная схема легла в основу компьютерной модели процесса распространения тепла от нагревателей к измерительным ячейкам посредством теплопроводности.

КОМПЬЮТЕРНОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ИЗМЕРИТЕЛЬНОГО БЛОКА ПЕЧКИ ДСК-500

В связи с выше изложенным, в работе проведено численное моделирование процессов переноса тепла в печи ДСК-500. Моделирование проводилось с использованием программ-

ного продукта MATLAB и графической среды имитационного моделирования Simulink, позволяющих при помощи блок-диаграмм в виде направленных графов строить динамические модели. Вид полученной модели представлен на рис. 2.

Численные значения коэффициентов в модели рассчитывались на основании сделанного в работе эксперимента и анализа справочных данных. Стоит отметить, что модели исследуемого вещества и эталона выбирались одинаковыми для определения процесса переноса тепла в самой измерительной ячейке в независимости от исследуемых веществ. Также вторичные преобразователи, усиливающие сигнал с первичных преобразователей (термодатчиков), были выбраны с единичным коэффициентом усиления, поскольку они могут быть настроены одновременно с настройками регуляторов и на сам процесс распространения тепла не влияют.

Результатом моделирования стал график, отражающий зависимости становления дифференциальной температуры при подаче на вход модели ступенчатого воздействия в виде сигма-функции (рис. 3).

Колебательный вид графика становления дифференциальной температуры, представленного на рис. 3, объясняется многоконтурностью системы, а также довольно высокой степенью характеристического уравнения передаточной функции всей системы.

Функциями регуляторов являются как раз уменьшение амплитуды колебаний и увеличение быстродействия системы, позволяющей за меньшее время выводить дифференциальную температуру на заданный уровень.

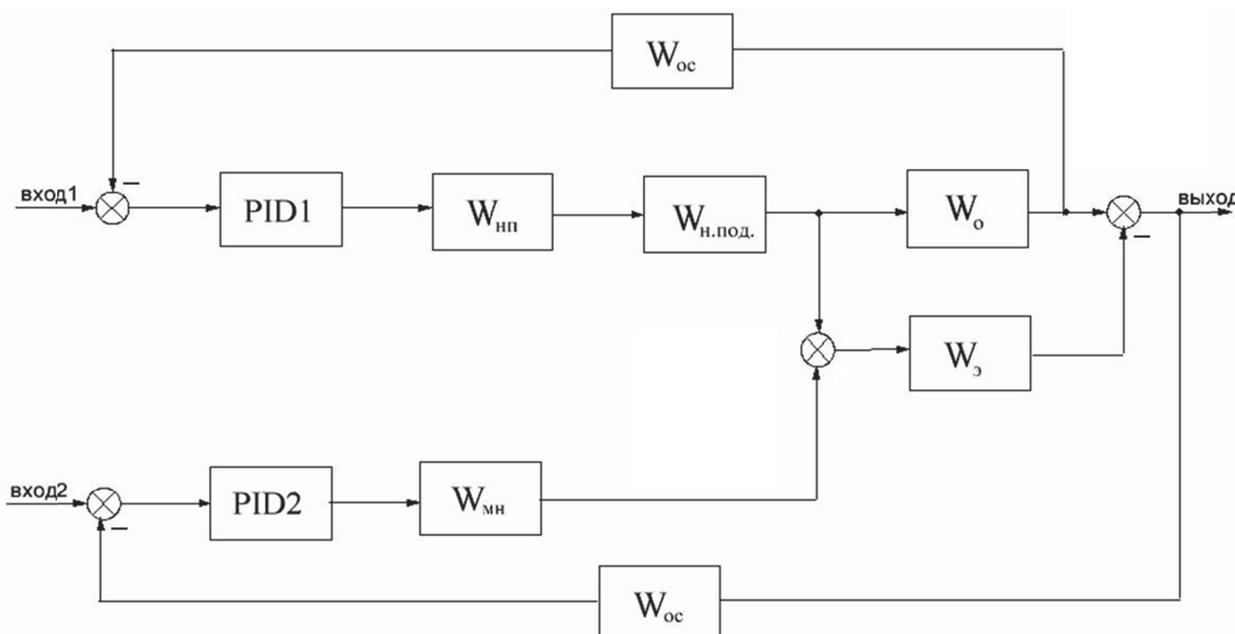


Рис. 1. Структурная схема измерительного блока ДСК-500

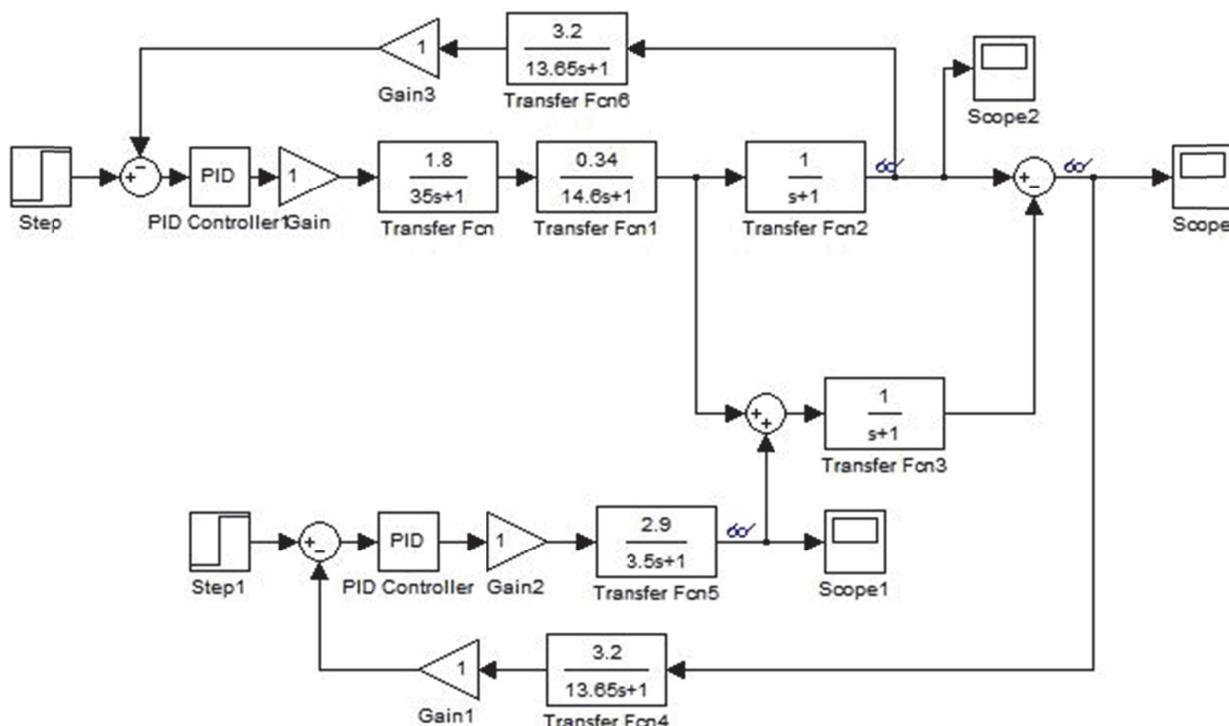


Рис. 2. Компьютерная модель измерительного блока ДСК-500

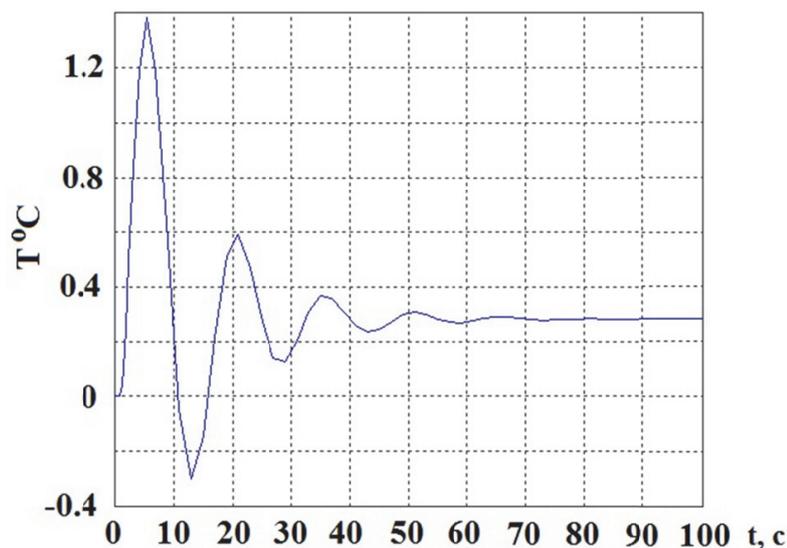


Рис. 3. График становления дифференциальной температуры

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В ходе работы была найдена передаточная функция, характеризующая процесс распространения тепла в измерительном блоке дифференциального сканирующего калориметра ДСК-500. Построена структурная схема данного блока, а также синтезирована компьютерная модель блока, включающая регуляторы напряжений питающих нагреватели. С помощью данных регуляторов возможно осуществить управление процессом нагрева образца, что не маловажно в задачах точного измерения температуры химических превращений в исследуемых веществах.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Мощенский Ю.В., Макаров И.В., Нечаев А.С., Федотов С.В. Устройство для дифференциального термического анализа энергонасыщенных веществ: Пат. 116238 (РФ). 2012.
2. Хуснутдинова Р.Р., Калашикова Н.А., Нечаев А.С. Математическая модель блока восстановления исходного сигнала в печи ДСК // Информационно-измерительные и управляющие системы: Сб. науч. статей. Самара: Изд-во Самар. гос. техн. ун-т. 2015. № 1(11). С. 146-150.
3. Лыков А.В. Теория теплопроводности: Учебник для вузов и техникумов. М.: Изд-во Высшая школа, 1996. 600 с.

4. *Емелина А.Л.* Дифференциальная сканирующая калориметрия / Электронное пособие лаборатории химического факультета, МГУ. 2009. URL: <http://td.chem.msu.ru/uploads/files/courses/special/expmethods/dsc-metod.pdf> (дата обращения 20.05.2016).
5. *Moukhina E., Kaisersberger E.* Temperature dependence of the time constants for deconvolution of heat flow curves // *Thermochimica Acta*. 2009. №493. P.101-109.
6. *Подрыга В. О.* Моделирование процесса установления термодинамического равновесия нагретого металла // *Математическое моделирование*. 2011. Т. 23. №9. С.105-119.

SIMULATION OF THE DISTRIBUTION OF HEAT IN THE MEASURING BLOCK NATIONAL PRODUCTION CALORIMETRY DSC-500

© 2016 A.S. Nechaev, R.R. Khusnutdinova, E.A. Dmitrieva

Samara State Technical University

This article addresses the issues of computer simulation of heat transfer in the metering block, differential scanning calorimeter DSC-500. Discusses questions of numerical parameters of the elements of the measuring block, whether or not they change in the course of the experiment, namely the impact parameter, thermal conductivity of the substrate material, the degree of heating, the heat loss to the surrounding space, thermal inertia of materials. Conducted structural modeling of the measuring block of the calorimeter, allowing, further, to simplify the calculation of parameters of regulators the temperature of the external heater and microaggregates. According to the results of the experiments, the analytical description of the heat diffusion and the structural model was synthesized computer model of the measuring block of the domestic differential scanning calorimeter DSC-500. In the numerical model, implemented accounting changes in the coefficient of thermal resistance of air at high temperature substrate heating (> 400 °C) and normal atmospheric pressure. The analysis of the obtained simulation results, expressed according to the formation of differential temperature over time when exposed to the system speed input to the Sigma-function.

Keywords: Differential scanning calorimeter, the measuring block, the conductivity, temperature, model.

Aleksandr Nechaev, Candidate of Technical Sciences, Associate Professor at the of Radio Engineering Devices Department. E-mail: nechaev-as@mail.ru

Reseda Khusnutdinova, Graduate Student at the Automation and Control in Technical Systems Department.

E-mail: rezedakh2012@mail.ru

Elizaveta Dmitrieva, Postgraduate Student at the Radio Engineering Devices Department.

E-mail: lizavetaashe@gmail.com