



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **101716** (13) **C2**
(51) МПК (2013.01)
G01K 17/00
G01N 25/26 (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

(21) Номер заявки: а 2011 08830	(72) Винахідник(и): Декуша Леонід Васильович (UA), Воробйов Леонід Йосипович (UA), Грищенко Тетяна Георгіївна (UA), Бурова Зінаїда Андріївна (UA), Назаренко Олег Олексійович (UA)
(22) Дата подання заявки: 14.07.2011	(73) Власник(и): ІНСТИТУТ ТЕХНІЧНОЇ ТЕПЛОФІЗИКИ НАН УКРАЇНИ, вул. Булаховського, 2, м. Київ, 03164 (UA)
(24) Дата, з якої є чинними права на винахід: 25.04.2013	(56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою: RU 2364845 C1; 20.08.2009; SU 3355555; 11.04.1972; SU 552525; 24.05.1975; SU 1516926 A1; 23.10.1989; EP 1182439 A1; 27.02.2002; US 2008/0151962 A1; 26.06.2008; WO 01/09597 A1; 08.02.2001; Анатычук Л.И. Термoeлементы и термоэлектрические устройства. - К.: Наук. думка, 1979. - 768 с. - С. 561-569 Воробьев Л.И., Грищенко Т.Г., Декуша Л.В. Бомбовые калориметры для определения теплоты сгорания топлива // Инженерно- физический журнал. - 1997. - Том 70, № 5. - С. 828-839 UA 84075 C2; 10.09.2008;
(41) Публікація відомостей про заявку: 10.01.2012, Бюл.№ 1	
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 25.04.2013, Бюл.№ 8	

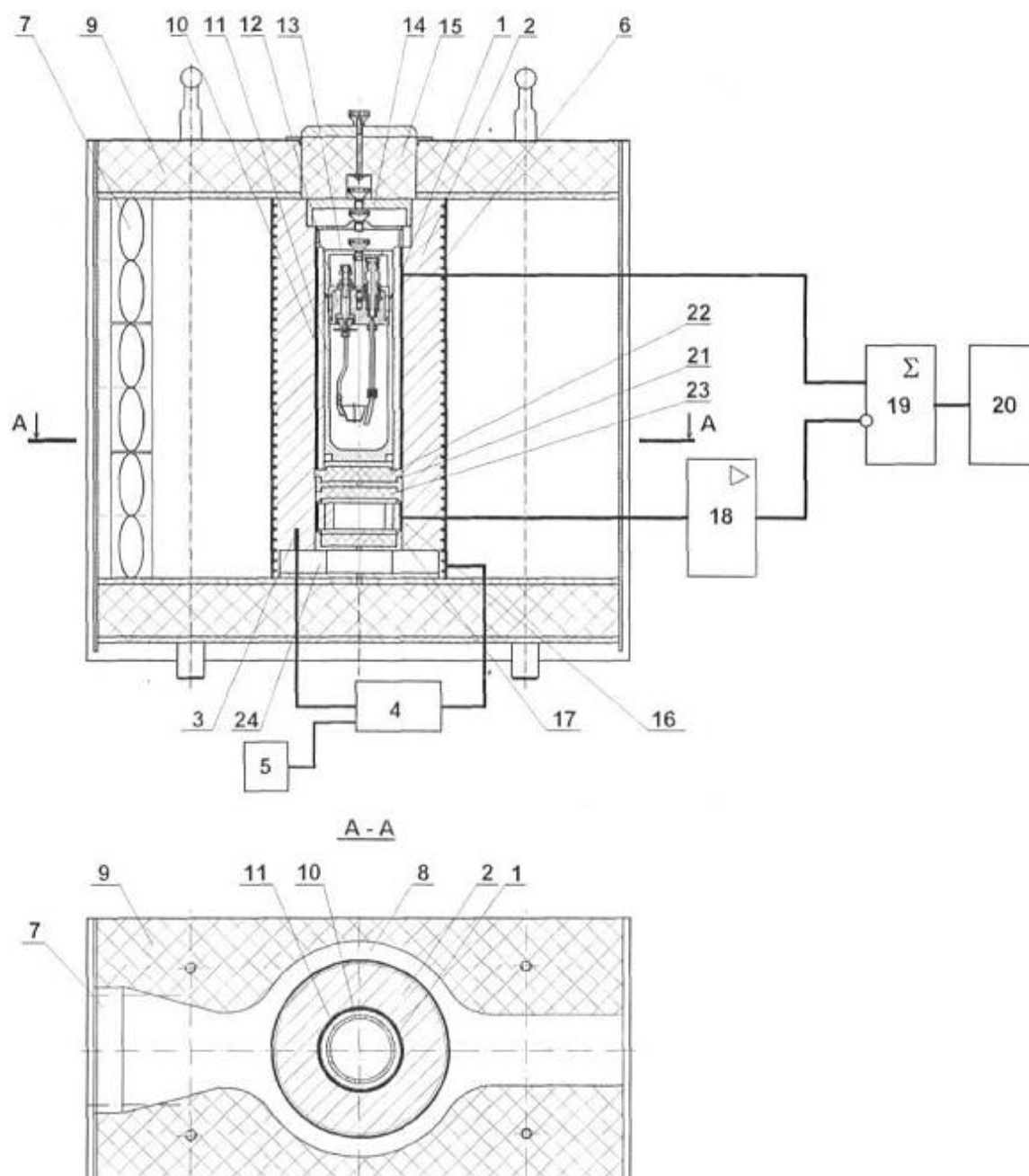
(54) КАЛОРИМЕТР ТЕПЛОВОГО ПОТОКУ

(57) Реферат:

Винахід належить до галузі вимірювання теплоти, що виділяється або поглинається при фізико-хімічних та біологічних процесах, при наукових дослідженнях, в енергетиці, хімічній, харчовій, мікробіологічній промисловості. Калориметр теплового потоку містить калориметричну чутливу оболонку, вмонтовану в термостатований блок, і розташовану в ній комірку з реакційною посудиною, а також вимірювально-обчислювальну систему. Співвісно з основною калориметричною оболонкою розташована додаткова компенсаційна калориметрична оболонка, що має той же самий діаметр, конструкцію та щільність термоелементів, що й в основній оболонці, а висоту оболонки у 2...10 разів меншу, причому у компенсаційній оболонці розміщений імітатор комірки та реакційної посудини, що має питому теплоємність на одиницю площі поверхні оболонки таку ж саму, як і вміст основної оболонки. Між основною та компенсаційною калориметричними оболонками розташовані тепловий екран і шари теплоізоляції. Імітатор комірки і реакційної посудини, розміщений в додатковій компенсаційній оболонці, виконаний складеним, причому між частинами, які складають імітатор, розташовані регульовані теплові опори. Технічним результатом винаходу є підвищення точності

UA 101716 C2

вимірювання теплоти, що виділяється або поглинається при фізико-хімічних та біологічних процесах.



Фіг. 1. Загальний устрій пристрою

Винахід належить до калориметрів, призначених для визначення теплоти, що виділяється або поглинається при фізико-хімічних та біологічних процесах і може бути застосований для вимірювання теплоти згоряння, радіоактивного розпаду, теплоти гідратації, теплоти розчинення, теплоти термогенезу біологічних об'єктів в наукових дослідженнях, енергетиці, хімічній, харчовій, мікробіологічній промисловості.

Відомий диференційний калориметр теплового потоку типу Кальве, що містить пасивний термостатований блок з теплоізолюваною поверхнею, в якому розташовані дві однакові за розмірами та конструктивним виконанням калориметричні чутливі оболонки, всередині яких розташовані однакові комірки з реакційними посудинами, причому для зменшення впливу нестабільних зовнішніх факторів, термобатарей чутливих калориметричних оболонок з'єднані диференційно [Л.И. Анатычук. Термoeлементы и термоэлектрические устройства. - Киев: Наук.думка, 1979.-768 с. - с. 561-569].

Недоліком даного пристрою є обмеженість верхньої границі вимірюваної теплової потужності внаслідок того, що система термостатування теплоізолюваного масивного блока не здатна відводити значну кількість теплоти, що виділяється в реакційній посудині. Крім того, наявність двох однакових комірок призводить до збільшення габаритів та маси термостатованого блока та всього пристрою.

Найбільш близьким аналогом пристрою є калориметр марки КТС для вимірювання теплоти згоряння палива, який є калориметром теплового потоку, що містить в собі калориметричну чутливу оболонку, вмонтовану в термостатований блок, і розташовану в ній комірку з реакційною посудиною (калориметричною бомбою), причому вихід калориметричної оболонки з'єднаний із входом вимірювально-обчислювальної системи. Пристрій має вентилятор, який обдуває зовнішню поверхню калориметричного блока для охолодження, а електричний нагрівач, розміщений на поверхні калориметричного блока, слугує для його нагріву. Пристрій включає перетворювач температури, розташований у калориметричному блоці, та терморегулятор, який за сигналом перетворювача температури регулює електричну потужність нагрівача так, щоб підтримувати постійною температуру калориметричного блока. При вимірюваннях в реакційній посудині (калориметричній бомбі) розміщують зразок досліджуваного матеріалу та заповнюють посудину киснем, встановлюють посудину у комірку, а після стабілізації температури в калориметрі підпалюють зразок. Теплота, що виникає внаслідок згоряння зразка, проходить через калориметричну чутливу оболонку, внаслідок чого оболонка генерує сигнал, пропорційний тепловому потоку, який надходить на вимірювально-обчислювальну систему, яка здійснює його вимірювання та інтегрування сигналу. Інтегральне значення сигналу від моменту підпалу зразка до моменту повторної стабілізації температури в калориметрі пропорційне кількості теплоти, що виділилася в реакційній посудині [Воробьев Л.И., Грищенко Т.Г., Декуша Л.В. Бомбовые калориметры для определения теплоты сгорания топлива // Инженерно-физический журнал.-1997. - том 70, № 5. - С. 828-839].

Недоліком даного пристрою є те, що неконтрольовані зміни у температурі та швидкості повітря, що обдуває калориметричний блок, та інші зовнішні неконтрольовані збурення призводять до змін сигналу калориметричної оболонки, внаслідок чого збільшується похибка вимірювань.

В основу винаходу поставлена задача вдосконалення калориметра теплового потоку шляхом компенсації впливу неконтрольованих зовнішніх збурень за рахунок того, що співвісно з наявною основною калориметричною оболонкою розташована додаткова компенсаційна калориметрична оболонка, що має той же самий діаметр, конструкцію та щільність термоелементів, що й в основній оболонці, а висоту оболонки у 2...10 разів меншу, у компенсаційній оболонці розміщений імітатор комірки та реакційної посудини, а вихід компенсаційної калориметричної оболонки з'єднаний із входом підсилювача, вихід якого з'єднаний з інвертувальним входом суматора, до неінвертувального входу суматора приєднаний вихід основної оболонки, а вихід суматора приєднаний до входу вимірювально-обчислювальної системи, причому параметри імітатора комірки та реакційної посудини та коефіцієнт підсилення підсилювача підібрані так, щоб зміна сигналу на виході підсилювача внаслідок зовнішніх збурень співпадала зі змінами сигналу основної калориметричної оболонки внаслідок тих же збурень. За рахунок цього без значного збільшення габаритів та маси калориметра підвищується точність вимірювання теплоти, що виділяється або поглинається в реакційній посудині.

Поставлена задача вирішується тим, що калориметр теплового потоку включає калориметричну чутливу оболонку, вмонтовану в термостатований блок, і розташовану в ній комірку з реакційною посудиною, а також вимірювально-обчислювальну систему. Відповідно до винаходу, співвісно з наявною основною калориметричною оболонкою розташована додаткова

компенсаційна калориметрична оболонка, що має той же самий діаметр, конструкцію та щільність термоелементів, що й в основній оболонці, а висоту оболонки у 2...10 разів меншу. У компенсаційній оболонці розміщений імітатор комірки та реакційної посудини, що має питому теплоємність на одиницю площі поверхні оболонки таку ж саму, як і вміст основної оболонки.

5 Вихід компенсаційної калориметричної оболонки з'єднаний із входом підсилювача, вихід якого з'єднаний з інвертувальним входом суматора, до неінвертувального входу суматора приєднаний вихід основної оболонки, а вихід суматора приєднаний до входу вимірювально-обчислювальної системи. Між основною та компенсаційною калориметричними оболонками розташовані тепловий екран і шари теплоізоляції, причому екран виконано з

10 високотеплопровідного матеріалу і має тепловий контакт з термостатованим блоком, а шари теплоізоляції розташовані між екраном і калориметричними оболонками. Коефіцієнт підсилення К підсилювача визначено за розрахунковою формулою:

$$K = \frac{\int_0^{\tau_n} E_{oo} d\tau}{\int_0^{\tau_n} E_{ko} d\tau}, \quad (1)$$

де E_{oo} і E_{ko} - сигнали основної та компенсаційної калориметричних оболонок, які виміряні протягом перехідного процесу при зміні температури термостатованого блока від одного усталеного значення до іншого, що відрізняється на 2...10 К,

τ_n - тривалість перехідного процесу,

t - поточний час.

Імітатор комірки і реакційної посудини, розміщений в додатковій компенсаційній оболонці, виконаний складеним, причому між частинами, які складають імітатор, розташовані регульовані теплові опори.

Запропонована конструкція забезпечує компенсацію збурень у сигналі основної калориметричної оболонки, що виникають внаслідок неконтрольованого зовнішнього впливу за рахунок того, що внаслідок подібності конструкції основної і компенсаційної оболонок та їх вмісту, одиниця поверхні кожної з оболонок генерує однаковий сигнал, викликаний зовнішніми збуреннями. Вихід компенсаційної оболонки підключений до входу підсилювача, на виході якого змінна сигналу, що викликана збуреннями, така ж сама, як змінна сигналу основної калориметричної оболонки, викликана тим же збуренням. Вихід підсилювача з'єднаний з інвертувальним входом суматора, а вихід основної калориметричної оболонки - з

30 неінвертувальним входом суматора, внаслідок чого з сигналу основної калориметричної оболонки віднімається підсилений сигнал компенсаційної оболонки, що призводить до компенсації впливу зовнішніх збурень.

Між основною та компенсаційною калориметричними оболонками розташований тепловий екран з високотеплопровідного матеріалу, який має тепловий контакт з термостатованим блоком, а між екраном та калориметричними оболонками розташовані шари теплоізоляції. Така конструкція запобігає розповсюдженню теплоти з реакційної посудини у сторону компенсаційної оболонки, тобто теплові ефекти, що виникають в реакційній посудині всередині основної калориметричної оболонки, не впливають на сигнал компенсаційної оболонки.

Коефіцієнт підсилення К підсилювача визначено при налаштуванні калориметра за розрахунковою формулою (1), як відношення інтегральних сигналів основної та компенсаційної калориметричних оболонок, які виміряні протягом перехідного процесу при зміні температури термостатованого блока від одного усталеного значення до іншого, що відрізняється на 2...10 К. Тобто, коефіцієнт підсилення визначений при налаштуванні калориметра шляхом імітації зовнішнього збурення таким чином, щоб забезпечити компенсацію інтегральної зміни сигналу, що викликана збуренням.

Імітатор комірки і реакційної посудини, який розміщений у додатковій компенсаційній оболонці, виконаний складеним з двох або більшої кількості частин, причому між цими частинами, що складають імітатор, розташовані регульовані теплові опори. Така конструкція дозволяє шляхом підбору теплових опорів між частинами імітатора при налаштуванні калориметра отримувати таку ж саму динаміку зміни сигналу компенсаційної оболонки при впливі зовнішнього збурення, як і динаміка зміни сигналу основної оболонки при впливі того ж збурення.

Таким чином, під час налаштування калориметра, за рахунок встановлення коефіцієнта підсилення підсилювача та підбору регульованих термічних опорів в імітаторі комірки і реакційній посудині, досягають однакових динамічних змін сигналів основної та компенсаційної

оболонки внаслідок зовнішніх збурень. Оскільки в суматорі відбувається додавання цих сигналів з різними знаками, то вихідний сигнал суматора є індиферентним до впливу зовнішніх збурень.

Загальна будова пристрою показана на фіг. 1, приклади виконання складеного імітатора комірки і реакційної посудини показані на фіг. 2, 3.

Пристрій має калориметричну чутливу оболонку 1, яка вмонтована в термостатований блок 2. Система термостатування блока 2 складається з вмонтованого у блок перетворювача 3 температури, електронного терморегулятора 4 з задавачем 5 значення температури. Виконавчими елементами системи термостатування є електричний нагрівник 6, що розташований на зовнішній поверхні блока 2 і який підключений до виходу регулятора 5, та блок вентиляторів 7, який утворює потік охолоджувального повітря в каналі 8, який сформований в корпусі 9, що оточує блок 2. В калориметричній оболонці 1 розташована комірка 10 та реакційна посудина, що складається зі стакана 11 посудини та кришки 12 з вентилями. Комірка закрита кришкою 13, а термостатований блок 2 - кришкою 14, які виконані з високо-теплопровідного матеріалу. Зверху корпус 9 закритий теплоізоляційною кришкою 15. Під основною калориметричною оболонкою 1, співвісно з нею розташована додаткова компенсаційна оболонка 16, яка має той же самий діаметр, конструкцію та щільність термоелементів, що й в основній оболонці, а висоту - у 2...10 разів меншу. У компенсаційній оболонці 16 розміщено імітатор 17 комірки та реакційної посудини, що має питому теплоємність на одиницю площі поверхні оболонки таку ж саму, як і вміст основної оболонки. Вихід компенсаційної оболонки 16 з'єднаний зі входом підсилювача 18, вихід якого з'єднаний з інвертувальним входом суматора 19, до неінвертувального входу якого приєднаний вихід основної калориметричної оболонки 1. Вихід суматора 19 з'єднаний зі входом вимірювально-обчислювальної системи 20.

Між основною калориметричною оболонкою 1 та компенсаційною оболонкою 16 розташовано тепловий екран 21 з високотеплопровідного матеріалу, який має тепловий контакт з термостатованим блоком 2. Між тепловим екраном 21 та калориметричними оболонками 1 та 16 розташовано теплоізоляційні шари 22 та 23. Така конструкція забезпечує теплову розв'язку між основною та компенсаційною калориметричними оболонками. Теплові ефекти, ендотермічні та екзотермічні, що виникають в реакційній посудині в основній калориметричній оболонці, безпосередньо не впливають на сигнал компенсаційної оболонки. В нижній частині термостатованого блока 2 розташована порожнина 24, в якій розміщені прецизійні електронні вузли приладу, що працюють при стабільній температурі.

Різні варіанти виконання імітатора комірки та реакційної посудини показані на фіг. 2, 3. Зокрема на фіг. 2а та 2б показаний перший варіант виконання імітатора, що складається з трьох концентричних кілець 25, 26 та 27. Імітатор розташований у додатковій компенсаційній оболонці 16, що розміщена у термостатованому блоці 2. Зовнішнє кільце 25 імітатора, що прилягає безпосередньо до компенсаційної оболонки, імітує калориметричну комірку і повинно за своєю товщиною та теплофізичними властивостями відповідати параметрам комірки. Внутрішні кільця 26 та 27 імітують реакційну посудину, причому на лінії їх сполучення просвердлені отвори 28, так що кільця можуть провертатися одне відносно іншого, як це показано на фіг. 2а, 2б. При повороті зменшується площа поверхні контакту між кільцями 26 і 27, внаслідок чого можна регулювати тепловий опір між кільцями і відповідно змінювати форму динамічного відгуку компенсаційної оболонки 16 на зміну температури блока 2.

На фіг. 3 показаний другий варіант виконання імітатора, який має два різних за конструктивним виконанням регульовані теплові опори. У зовнішньому кільці 25 розташований стакан 29, який імітує стакан реакційної посудини. В стакані 29 розташовані диск 30 та ізоляційна прокладка 31, які імітують відповідно кришку реакційної посудини та тепловий опір між кришкою та стаканом реакційної посудини, викликаний наявністю прошарку ущільнювача. На диску 30 розташований гвинт 32, на різьбі якого розміщена втулка 33 з контргайками. Гвинт 32 з втулкою 33 імітує конструктивні елементи, які зазвичай розташовані на кришці реакційної посудини - вентиля, газовідвідні трубки, тримачі тиглів і т.п. Тепловий опір між стаканом 29 та диском 30 може регулюватися товщиною та площею ізоляційної прокладки 31, а тепловий опір між диском 30 та втулкою 33 - переміщенням втулки 33 вздовж гвинта 32.

Пристрій працює таким чином:

На етапі настроювання пристрою розміщують реакційну посудину в калориметричній комірці пристрою, а імітатор реакційної посудини і комірки - в компенсаційній оболонці, закривають кришки пристрою та задавачем температури задають встановлене робоче значення термостатування блока 2. Нагрівають блок до заданої температури і починають реєструвати сигнали калориметричних оболонок, а також сигнали на виходах підсилювача та суматора. Після встановлення стаціонарного режиму задавачем температури задають режим зміни температури термостатованого блока від першого усталеного значення до іншого, що

відрізняється на 2...10 K та реєструють вказані сигнали у перехідному процесі. Після закінчення перехідного процесу регулюванням теплових опорів у складеному імітаторі комірки і реакційної посудини змінюють сталі часу вихідного сигналу компенсаційної оболонки так, щоб вони наблизились до сталих часу вихідного сигналу основної калориметричної оболонки.

- 5 Встановлюють значення K коефіцієнта підсилення підсилювача, яке визначають за розрахунковою формулою (1) на підставі зареєстрованих значень сигналів калориметричних оболонок. Перевіряють результати налаштування, задаючи знову режим зміни температури термостатованого блока та проводячи реєстрацію сигналів у перехідному процесі. При необхідності повторюють процес регулювання до тих пір, поки криві зміни сигналу основної калориметричної оболонки та сигналу на виході підсилювача будуть практично співпадати за формою та амплітудою. Сигнал з виходу підсилювача надходить на інвертувальний вхід суматора, а з основної калориметричної оболонки - на неінвертувальний, тому на виході суматора формується сигнал, що дорівнює різниці вхідних сигналів, тобто на виході суматора сигнал не повинен змінюватися. На практиці, внаслідок неточності налаштування параметрів, зміна сигналу у перехідному процесі на виході суматора приблизно на порядок менша ніж відповідна зміна сигналу основної калориметричної оболонки.

- На етапі проведення вимірювань в реакційній посудині розміщують досліджуваний об'єкт, наприклад, для визначення теплоти згоряння - зразок палива в атмосфері кисню, закривають кришки пристрою та розігрівають блок до заданої температури. Під час роботи внаслідок зовнішніх збурень та неідеальної роботи системи термостатування, спостерігаються малі коливання температури термостатованого корпусу. Ці коливання температури корпусу призводять до коливань вихідного сигналу основної калориметричної оболонки, а також до відповідних коливань підсиленого сигналу компенсаційної оболонки на виході підсилювача. Оскільки внаслідок налаштування амплітуда та фаза зміни цих сигналів практично співпадають, їх різниця на виході суматора не реагує на коливання температури корпусу. У деякий момент часу оператор ініціює досліджуваний процес, наприклад підпалює зразок палива, внаслідок чого в реакційній посудині виникає тепловий ефект, що призводить до зміни сигналу основної калориметричної оболонки, але внаслідок того, що між основною та компенсаційною калориметричними оболонками розташовані тепловий екран та шари теплоізоляції, цей тепловий ефект не впливає на сигнал компенсаційної оболонки.

- Сигнал основної калориметричної оболонки несе як корисну складову, що викликана досліджуванним процесом, так і складову викликану збуреннями, а підсилений сигнал компенсаційної оболонки має тільки складову збурень. Сигнал на виході суматора, що сформований як різниця вказаних вище сигналів, несе тільки корисну складову, яка відповідає тепловому ефекту досліджуваної реакції.

Використання цього пристрою дозволяє без значного збільшення його габаритів та маси підвищити точність вимірювання теплоти, що виділяється або поглинається при фізико-хімічних та біологічних процесах.

40 ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

1. Калориметр теплового потоку, що включає основну калориметричну чутливу оболонку, вмонтовану в термостатований блок, і розташовану в ній комірку з реакційною посудиною, а також вимірювально-обчислювальну систему, який **відрізняється** тим, що співвісно з наявною основною калориметричною оболонкою розташована додаткова компенсаційна калориметрична оболонка, що має той же самий діаметр, конструкцію та щільність термоелементів, що й в основній оболонці, а висоту оболонки у 2...10 разів меншу за висоту основної оболонки, причому у компенсаційній оболонці розміщений складений імітатор комірки та реакційної посудини, що має питому теплоємність на одиницю площі поверхні оболонки таку ж саму, як і вміст основної оболонки, а між частинами імітатора розташовані регульовані теплові опори, вихід компенсаційної калориметричної оболонки з'єднаний із входом підсилювача, вихід якого з'єднаний з інвертувальним входом суматора, до неінвертувального входу суматора приєднаний вихід основної оболонки, а вихід суматора приєднаний до входу вимірювально-обчислювальної системи.

2. Калориметр за п. 1, який **відрізняється** тим, що між основною та компенсаційною калориметричними оболонками розташовані тепловий екран і шари теплоізоляції, причому екран виконано з високотеплопровідного матеріалу і має тепловий контакт з термостатованим блоком, а шари теплоізоляції розташовані між екраном і калориметричними оболонками.

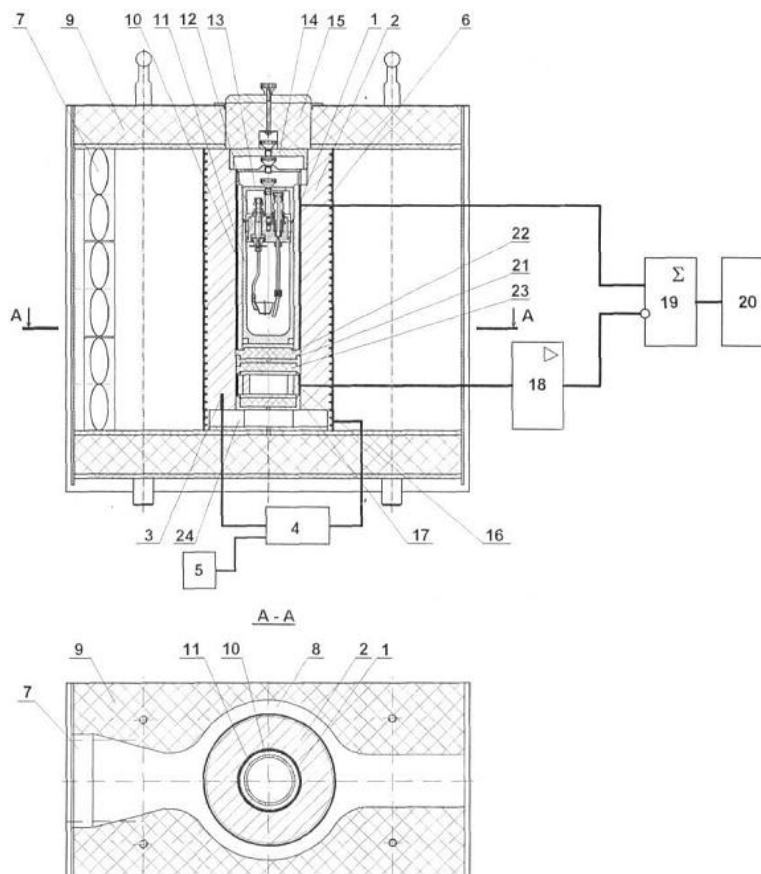
3. Калориметр за п. 1, який **відрізняється** тим, що коефіцієнт підсилення K підсилювача визначено за розрахунковою формулою:

$$K = \frac{\int_0^{\tau_n} E_{\infty} d\tau}{\int_0^{\tau_n} E_{\text{ко}} d\tau},$$

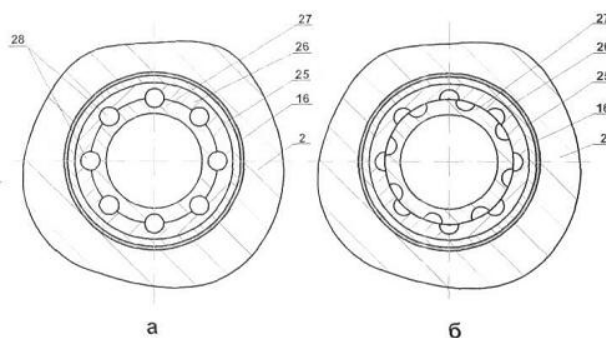
де E_{∞} і $E_{\text{ко}}$ - сигнали основної та компенсаційної калориметричних оболонок, які виміряні протягом перехідного процесу при зміні температури термостатованого блока від одного усталеного значення до іншого, що відрізняється на 2...10 K;

5 τ_n - тривалість перехідного процесу;

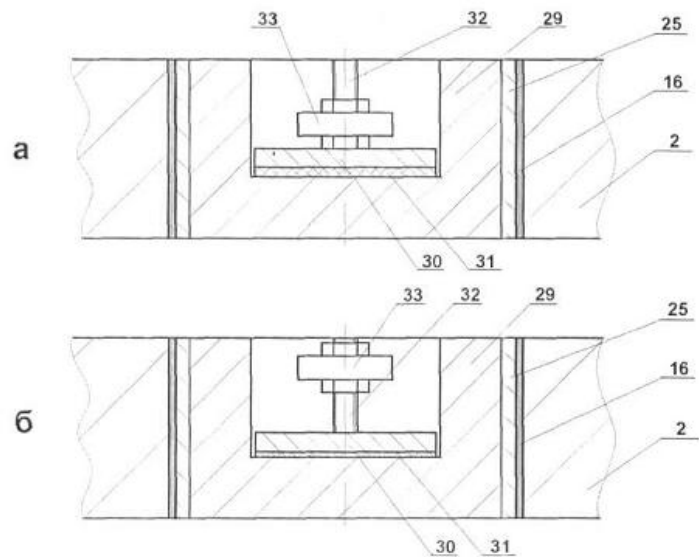
τ - поточний час.



Фіг. 1. Загальна будова пристрою



Фіг. 2. Перший приклад виконання складеного імітатора комірки і реакційної посудини



Фіг. 3. Другий приклад виконання складеного імітатора комірки і реакційної посудини

Комп'ютерна верстка І. Скворцова

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601