

### 3 Meranie termofyzikálnych vlastností materiálov pomocou infračervenej zábleskovej metódy

Teória: Existuje celý rad experimentálnych metód merania termofyzikálnych vlastností parametrov, ktoré je možné v zásade rozdeliť na metódy *stacionárne* – využívajúce stacionárne teplotné polia a *dynamické* – využívajúce dynamické teplotné polia, kde sa meria odozva materiálu na vložený cudzí objekt väčšinou vo forme elektrického odporu resp. vo forme teploty. Jednou z dynamických nestacionárnych metód je aj *infračervená záblesková metóda*, využívajúca nestacionárne teplotné pole stimulované v testovanom materiáli veľmi krátkym impulzom externým zdrojom tepla – tzv. *zábleskovým tepelným impulzom*. Teplotná odozva povrchu odvrátenej strany ku ožiarenej strane, na takýto teplotný stimul je registrovaná pyrosenzorom a vyhodnocovaná pomocou počítača. Uvedená metóda sa používa na meranie tepelných parametrov rôznych polymérnych materiálov, ktoré zahŕňujú grafit, molybdén, grafit pri teplote skelného prechodu, polyvinylchlorid, nízko hustotný polyetylén a ďalej na meranie tepelných vlastností tenkých filmov. Uvedená metóda je platná ak čas k dosiahnutiu teplotného maxima je oveľa menší ako čas kým sa teplo začne strácať bočnými stenami. Dĺžka tepelného impulzu sa pri používanej halogénovej lampe býva rovná 2-3 sekundám pri vzdialenosti zdroja tepla od vzorky cca 5cm. Analytické riešenie dynamickej tepelnej rovnice je uvedené nižšie.

V prípade polonekonečnej izotropnej rovinnej platne, ktorá je neohraničená v smere osí  $x, y$ , kým v smere osi  $z$  má konečnú homogénnu hrúbku  $L$  - pričom  $0 \leq z \leq L$  a  $z \ll x, y$  bude jej geometria dobre korešpondovať s priestorovo jednorozmerným matematicko - fyzikálnym modelom.

Za predpokladu, že obidva neohraničené povrchy uvažovanej polonekonečnej platne sú dokonale tepelne odizolované - tak, že nedochádza k žiadnej výmene tepla s jej okolitým prostredím možno teplotné pole  $T(z, t)$  v každom ďalšom časovom okamihu  $t > 0$  popísať teplotnou funkciou

$$T(z, t) = \frac{1}{L} \int_0^L T(z, 0) dz + \frac{2}{L} \sum_{n=1}^{\infty} \exp \left[ -\alpha t \left( \frac{n\pi}{L} \right)^2 \right] \cos \frac{n\pi z}{L} \int_0^L T(z, 0) \cos \frac{n\pi z}{L} dz \cdot \quad (3.1)$$

Nech je vzorka v podobe uvažovanej platne zo strany, pre ktorú je  $z = 0$  ožiarená veľmi krátkym homogénnym zábleskovým tepelným impulzom s plošnou

hustotou  $q$ , ktorý bude okamžite a rovnomerne absorbovaný veľmi tenkou vrstvou excitovaného povrchu s hrúbkou  $g \ll L$ . V súlade s prvým zákonom termodynamiky, rozloženie teplôt v tejto vrstve v čase  $t = 0$  bude

$$T(z,0) = \frac{q}{\rho \cdot c_p \cdot g} \quad \text{pre } 0 < z < g \quad . \quad (3.2)$$

Ak v tom istom čase  $t = 0$  vzorka nevykazuje žiadne teplotné rozdiely voči okolitému prostrediu s teplotou - ktorá je len pre zjednodušenie výpočtov považovaná za nulovú - potom pre rozloženie teplôt pod touto povrchovou vrstvou  $g$  - z ktorej pre všetky časy  $t > 0$  absorbované teplo difunduje do celého objemu vzorky platí

$$T(z,0) = 0 \quad \text{pre } g < z < L \quad . \quad (3.3)$$

Pri počiatkových podmienkach (3.2) a (3.3) môže byť teplotná funkcia (3.1) zapísaná v tvare

$$T(L,t) = \frac{q}{\rho c_p L} \left\{ 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp \left[ -\alpha t \left( \frac{n\pi}{L} \right)^2 \right] \right\} \quad , \quad (3.4)$$

Definícia dvoch bezrozmerných parametrov

$$V(L,t) = \frac{T(L,t)}{T_M} \quad \text{a} \quad \Omega(L,t) = \frac{\pi^2 \alpha t}{L^2} \quad , \quad (3.5)$$

kde

$$T_M = \frac{q}{\rho c L} \quad (3.6)$$

je maximálna, resp. rovnovážna teplota na povrchu opačnej strany vzorky a kombinácia vzťahov (3.5) a (3.6) poskytujú výraz

$$V(L,t) = 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp(-n^2 \Omega) \quad (3.7)$$

z ktorého je možné jednoduchým spôsobom určiť teplotnú vodivosť  $\alpha$ .

Z grafického zobrazenia funkcie 3.7, uvedeného na obrázku (3.1), je zrejmé, že pri hodnote parametra  $V = 0,5$  je hodnota parametra  $\Omega = 1,38$ . Implicitne prítomnú teplotnú vodivosť je tak možné vyjadriť z definičného vzťahu pre  $\Omega$  v tvare

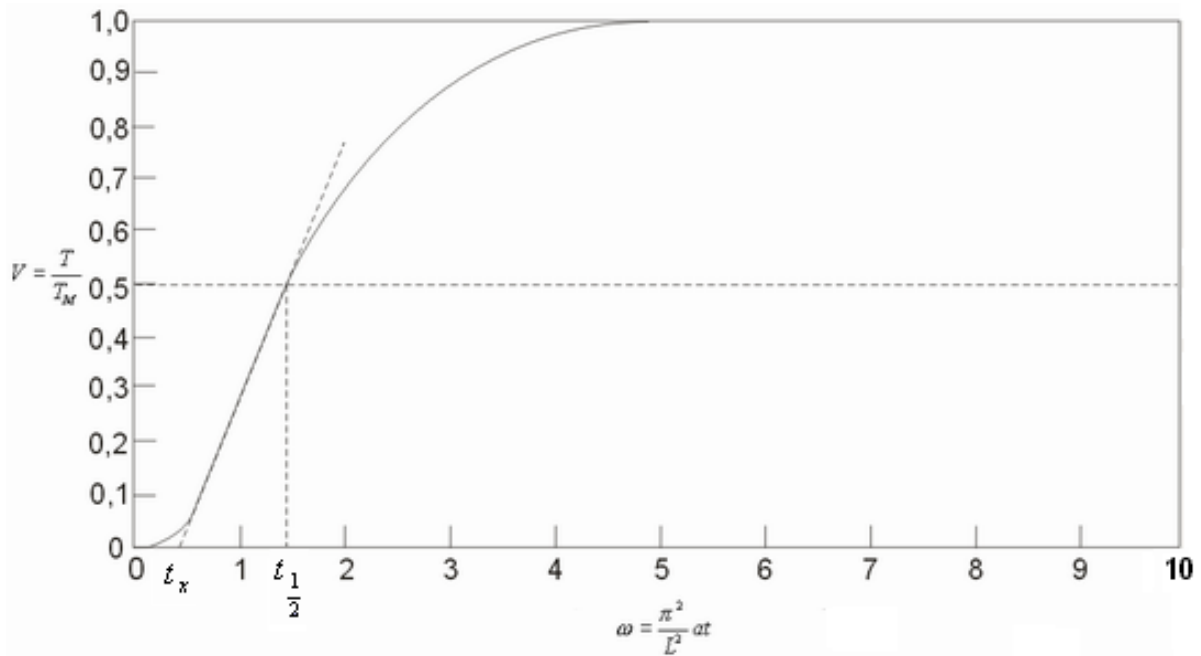
$$\alpha = 1,38 L^2 / \pi^2 t_{1/2} \quad , \quad (3.8)$$

kde  $t_{1/2}$  je čas potrebný na zvýšenie teploty povrchu opačnej strany tepelne excitovanej vzorky na polovicu jej maximálnej hodnoty od začiatku nárastu teploty.

Tepelnú vodivosť  $k$  je potom možné vypočítať zo známeho vzťahu ako

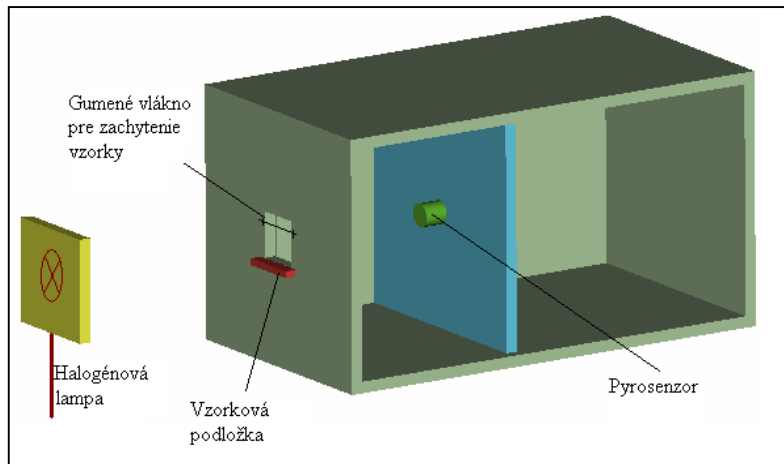
$$k = \alpha \rho c_p \cdot \quad (3.9)$$

Kde za hodnotu špecifickej tepelnej kapacity  $c_p$  pre PMMA zadávame hodnotu  $1465 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ .



Obrázok 3.1. Graf funkčnej závislosti bezrozmerných parametrov  $V$  a  $\Omega$ .

Ako zdroj zábleskového tepelného impulzu bol použitý halogénový reflektor, s elektrickým príkonom  $1500 \text{ W}$ , umiestnený na PS podložke v konštantnej vzdialenosti od vzorky rovnej  $5 \text{ cm}$ . Fixácia vzorky je realizovaná umiestnením vzorky kolmo na držiak vzorky ako je to znázornené na obrázku 3.2. Koeficient emisivity povrchov všetkých vzoriek bol modifikovaný ich nastriekaním tenkou vrstvou matného čierneho laku s emisivitou  $0,96$ . Teplotná odozva povrchu opačnej strany vzoriek na externý tepelný impulz je registrovaná termosnímačom *RAYTEK MI3 LTS*. Jeho konštrukcia umožňuje zaznamenávať priemernú hodnotu teploty na povrchu kruhového regiónu s priemerom s presnosťou  $\pm 0,1^\circ\text{C}$  a s časom odozvy  $130 \text{ ms}$ . Optika termosnímača je daná tak, že priemer meranej oblasti je  $22 \times$  menší ako vzdialenosť senzora od vzorky.



Obrázok 3.2. Schematické znázornenie 3D modelu experimentálnej aparatúry

Technické detaily použitého termosnímača uvádzame v tabuľke 1.

Tabuľka 1. Technické detaily termosnímača

Označenie	MID
Spektrálna oblasť	$(8 - 14)\mu m$
Optické rozlíšenie	22:1
Rozsah teplôt	$((-40):600)^{\circ}C$
Čas odozvy	130ms
Teplotné rozlíšenie	0,1°C

Postup merania:

1. Pred meraním musia byť všetky strany použitej vzorky nastriekané čiernym matným lakom (vykoná učiteľ ešte pred meraním). Ďalej musí byť lampa fixovaná v zvolenej vzdialenosti od okraju meracieho boxu.
2. Vyučujúci spustí program pre záznam dát z pyrosenzora a nastaví parametre okna v ktorom sa zobrazuje priebeh teploty od času.
3. Pred meraním študenti zmerajú hrúbku vzorky PMMA 5 krát mikrometrom a určia priemernú hodnotu hrúbky použitých vzoriek. Výsledky zapíšu do tabuľky 2 a do vzorového excelovského zošita do hárku Vyhodnotenie. Vzorový Excel následne vypočíta priemernú hodnotu hrúbky, objem.
4. Zmerajte hmotnosť vzorky priloženými váhami a zadajte ju do poľa I6 v gramoch.

5. Priemerné hodnoty hrúbky, hmotnosti, objemu a hustoty pre vzorku PMMA zapíšete do tabuľky 3. Priemerné hodnoty hrúbky, hmotnosti, objemu a hustoty sú zobrazené v hárku Vyhodnotenie v poliach G12, H6, I6, J6 v poradí.
6. Umiestnite vzorku PMMA do priestoru úchytu vzorky.
7. Vyučujúci zapne záznam dát pomocou tlačidla data recording. Po spustení záznamu dát študenti ožiaria vzorku po dobu 3 sekúnd a následne lampu spolu s stojanom umiestnia na stôl tak aby nesmeroval na vzorku.
8. Sledujte časový trend teploty od času na PC a ako náhle začne teplota klesať učiteľ vypne záznam dát. Namerané hodnoty importujte do vzorového excelovského zošita do hárku MEAS1 podľa inštrukcií v súbore.
9. Následne opakujte kroky číslo 6 až 8 2-krát pričom namerané priebehy teploty importujte do hárkov MEAS2(2.meranie) a MEAS3(3.meranie).
10. Po nameraní 3 priebehov pre PMMA vyučujúci vypne program DataTempMultidrop.

#### Vyhodnotenie tepelných vlastností:

1. Ako referenčný materiál sa používa vzorka PMMA, pričom za hodnotu jej kapacity  $c$  berte  $1465 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ .
2. Zo všetkých časových priebehov teploty určíte začiatok nárastovej krivky pre ktorý platí, že teplota po tomto čase je rastúca a pred týmto časom klesajúca alebo konštantná. Všetky tieto hodnoty vo vzorovom zošite označte červenou farbou.
3. Priradíte 1.hodnote teploty z nárastovej krivky do stĺpca B v tom istom riadku hodnotu času 0. Druhej hodnote teploty priradíte tiež do stĺpca B hodnotu času 0,1.
4. Kliknite na hodnotu času 0 a posuňte kurzor na hodnotu 0,1, pričom musíte držať stlačené ľavé tlačidlo myši. Následným posúvaním kurzoru v stĺpci B smerom nadol vytvoríte hodnoty času pre všetky zvyšné namerané hodnoty teploty.
5. Do poľa F2 do príkazu AVERAGE musíte zadať rozsah červených hodnôt teploty, t.j. ak prvá hodnota je v poli C3 a posledná v poli C103. Tak do príkazu average musíte do vnútornej zátvorky zadať C3:C103. Následne sa Vám v hárku určí hodnota parametrov  $T_{amb}$ ,  $T_{pol}$ . Následne musíte nájsť čas pre ktorý je hodnota teploty nameraná v stĺpci C najbližšie k hodnote

parametru  $T_{pol}$  v poli H2. V prípade, že hodnota  $T_{pol}$  nie je násobkom  $0,05^{\circ}\text{C}$  tak hodnotu  $T_{pol}$  zaokrúhlite na najbližší vyšší násobok  $0,05^{\circ}\text{C}$  teda napríklad teplotu  $22,335^{\circ}\text{C}$  zaokrúhlite na teplotu  $22,35^{\circ}\text{C}$  a hodnotu  $t_{pol}$  určíte ako priemer časov kde bola dosiahnutá teplota  $22,3^{\circ}\text{C}$  a  $22,4^{\circ}\text{C}$  pričom berte hodnoty časov tie ktoré sú za sebou. Po získaní hodnoty  $t_{pol}$  sa v hárku Vyhodnotenie určí hodnota teplotnej vodivosti alfa a tepelnej vodivosti k.

6. Kroky 2 až 5 opakujte pre hárky MEAS2 a MEAS3 a takto dostanete 3 hodnoty teplotnej vodivosti alfa, 3 hodnoty tepelnej vodivosti k a 3 hodnoty polovičného času  $t_{pol}$  spolu s priemernými hodnotami ktoré zapíšete do príslušných tabuliek v elaboráte.
7. Hodnoty polovičného času  $t_{pol}$  uveďte do tabuľky 4. Vypočítané hodnoty tepelnej vodivosti k a teplotnej vodivosti alfa zaznamenajte do tabuľky 5.
8. Po získaní všetkých hodnôt termofyzikálnych vlastností použitých materiálov uveďte ich priemerné hodnoty do tabuľky 6.
9. Vypočítajte percentuálnu odchýlku  $PO_k(\%)$  priemernej hodnoty tepelnej vodivosti k získanej meraním od tabuľkovej hodnoty 0,205 pre PMMA. V prípade, že rozptyl pre PMMA je vyšší ako 10% zdôvodnite nepresnosti.

Tabuľka 2. Namerané hodnoty hrúbky

Hrúbka(mm) číslo	PMMA
1	
2	
3	
4	
5	

Tabuľka 3. Fyzikálne a geometrické parametre použitých vzoriek

	$\bar{L}(mm)$	$\bar{V}(mm^3)$	$m(g)$	$\rho(kg.m^{-3})$
PMMA				

Tabuľka 4. Namerané hodnoty času  $t_{pol}$  pre použité vzorky

$t_{pol}(s)$	PMMA
1	
2	
3	

Tabuľka 5. Namerané hodnoty tepelnej a teplotnej vodivosti pre použité vzorky

PMMA	$a(mm^2 \cdot s^{-1})$	$k(W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1})$
1		
2		
3		

Tabuľka 6. Termofyzikálne parametre použitých vzoriek

PMMA	$\bar{c}(J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1})$	$\bar{a}(mm^2 \cdot s^{-1})$	$\bar{k}(W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1})$	$PO_k(\%)$
Priemer	1465			

Kontrolné otázky:

1. Aká musí byť hrúbka vzorky v porovnaní so zvyšnými rozmermi vzorky?
2. Prečo musí byť výkon žiariča vysoký a prečo musí byť dĺžka impulzu čo najmenšia?
3. Ako závisí hodnota maximálneho teplotného rozdielu od vzdialenosti žiariča od vzorky (jedná sa o priamu alebo nepriamu úmeru)?