



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) UA
(51) МПК

(11) 82249 (13) U

G 01 K 17/04 (2006.01)

G 01 N 25/20 (2006.01)

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: и 2013 01866

(22) Дата подання заявки: 15.02.2013

(24) Дата, з якої є чинними 25.07.2013

права на корисну модель:

(46) Публікація відомостей 25.07.2013, Бюл. № 14
про видачу патенту:

(72) Винахідник(и):

Трегубов Дмитро Георгійович (UA),
Тарахно Олена Віталіївна (UA),
Жернокльов Костянтин Владиславович
(UA)

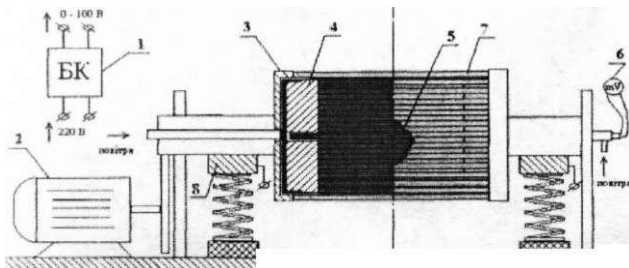
(73) Власник(и):

НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
ЦИВІЛЬНОГО ЗАХИСТУ УКРАЇНИ,
вул. Чернишевська, 94, м. Харків, 61023
(UA)

(54) СПОСІБ КОМПЕНСАЦІЙНОГО ДИФЕРЕНЦІЙНО-ТЕРМІЧНОГО АНАЛІЗУ ТЕПЛОВИХ ЕФЕКТІВ

(57) Реферат:

Спосіб компенсаційного диференційно-термічного аналізу включає вимірювання різниці теплових ефектів відносно еталонної залежності. Досліджують зернистий матеріал в єдиному реакторі, що обертається, кількість компенсованого електроживлення тепловиділенням проби відносно еталонного графіку в умовах електроконтактного нагріву струмопровідної еталонної частини проби, та фіксують температури, при яких спостерігається поява та різка інтенсифікація тепловиділення.



UA 82249 U

Корисна модель відноситься до способів вимірювання кількості тепла з використанням засобів компенсації для проведення калориметричних досліджень та вимірюванням відповідних критичних температур процесу нагріву.

5 [1], який передбачає випробування за однакових температурних умов еталонної і дослідної наважки. Теплові ефекти фізико-хімічних процесів у дослідній наважці за даною технологією фіксуються шляхом порівняння двох графіків зростання температури. Недоліками цього способу є великі габарити установок, технологічна складність процесу аналізу, відсутність прямого нагріву проби та прямого вимірювання потужності теплових процесів.

10 Відомий спосіб термічного аналізу щодо визначення термомеханічної міцності металургійного коксу в обертовому барабані в умовах електроконтактного нагріву та витримування в ізотермічних умовах певний час [2]. Електроконтактний нагрів дозволяє здійснювати прямий та більш гнучкий нагрів проби, а обертання барабану підвищує ізотермічність теплового режиму. Але цей спосіб не дозволяє вимірювати теплові ефекти.

15 Відомий спосіб компенсації різниці теплових ефектів між еталонним та досліджуваним зразком шляхом коригування потужності нагрівача в межах диференційної скануючої калориметрії [3]. Відповідно до даного патенту вимірюють різницю теплових ефектів між зразком та еталоном, які витримують в однакових температурних умовах. В залежності від різниці температур між зразком та еталоном до зразка подають збільшену або зменшену кількість енергії. Недоліками цього способу термографії є неможливість швидкої компенсації екзо- та ендотермічних ефектів у зразку та інерційність вимірювання температури, оскільки її вимірювання здійснюється не у зразку, а через стінку колонки. До того ж, дослідженню підлягають малі, дуже подрібнені і стиснені наважки матеріалу, що змінює його деякі властивості в порівнянні з вихідним станом зернистого матеріалу.

25 За прототип вибрано спосіб компенсації потужності у диференційній скануючій калориметрії за яким послідовно у тій самій печі досліджуються еталонний та вимірюваний зразки [4]. За різницею потужності нагріву між еталонним та поточним дослідом для підтримання еталонного режиму нагріву визначаються значення теплових ефектів. Недоліками цього способу термографії є неможливість швидкої компенсації екзо- та ендотермічних ефектів у зразку та інерційність вимірювання температури, оскільки нагрів та вимірювання температури здійснюється не у зразку, а через стінку печі. Тому досліджують малі та подрібнені наважки речовини.

35 В основу корисної моделі поставлено задачу спрощення процесу термічного аналізу речовин і матеріалів, створення можливості експрес-аналізу, створення можливості випробування менш подрібнених матеріалів для отримання показників аналізу, що враховують особливості вихідного кускового матеріалу.

40 Поставлена задача вирішується тим, що компенсаційний диференційно-термічний аналіз теплових ефектів проводиться в єдиному реакторі, що обертається, для зернистого матеріалу на кількість компенсованого електроживлення тепловиділенням проби відносно еталонного графіку в умовах електроконтактного нагріву струмопровідної еталонної частини проби, та фіксуються температури, за яких спостерігається поява та ризька інтенсифікація тепловиділення.

Це дає змогу вимірювати властивості вихідного матеріалу без зміни його структурних особливостей, вводить енергію безпосередньо у вимірюваний зразок і більш швидко корегувати теплові ефекти у пробі, проводить дослід без додаткової еталонної чарунки.

45 На кресленні 1 представлена схема установки для компенсаційної оцінки теплових ефектів, де: 1 – блок електроживлення; 2 – електродвигун для обертання реактора; 3 – реактор барабанного типу; 4 – нерухомий графітовий електрод для підведення електроживлення в об'єм реактору; 5 – термопара; 6 – мілівольметр для вимірювання температури; 7 – теплоізольований термостійкий магnezитовий корпус; 8 – графітовий струмопідвід.

50 Спосіб, що пропонується, реалізується наступним чином.

Головною частиною установки термічного аналізу (креслення) є реактор – термостійкий барабан 3 об'ємом 500 см³, який обертається зі швидкістю 8 обертів за хвилину, чим забезпечується рівномірність нагріву робочого об'єму, рівномірність контакту часток вимірюваного матеріалу з повітрям, рівномірність електроконтактного режиму нагріву. Напруга подається на нерухомі графітові електроди 4 через трубчатий шинопровід, який водночас застосовується для подачі повітря в реактор з витратою 6 л·хв⁻¹.

60 Електронагрів здійснюється з постійною швидкістю, починаючи з температури навколишнього середовища за рахунок пропускання електричного струму через електропровідне еталонне низькорекційне зернисте завантаження барабану. Безпосередній підвід тепла у робочій об'єм за рахунок дисипації електричної енергії підвищує чутливість способу вимірювання та створює

можливість швидкого нагріву з розподілом температур близьким до однорідного. Швидкість нагріву обирається відповідно необхідному параметру вимірювання: для диференційних показників – 5-10 °С·хв⁻¹, для інтегральних – 10-15 °С·хв⁻¹. При використанні в якості еталонного матеріалу коксу, температура вимірювання не повинна перебільшувати 600 °С.

- 5 Підтримання обраної швидкості нагріву виконується за допомогою електронного блоку керування, що в автоматичному режимі дозволяє керувати потужністю електроживлення. Проводяться досліді як за наявності штучної подачі повітря (дослід з надлишком повітря), так і без подачі повітря (дослід з нестачею повітря). Реєструється кількість споживаної електроенергії. Теплові ефекти процесів, що відбуваються в наважці зразка, вимірюються за різницею споживання електроенергії відносно еталонного графіку. Система подачі повітря може бути використана для подачі охолоджуючого інертного газу для більш швидкого коригування екзотермічних ефектів. Тоді в розрахунку розміру екзотермічних ефектів враховується витрата цього газу за часом досліді.

- 15 Робочий об'єм заповнюється сумішшю еталонного струмопровідного та вимірюваного матеріалів фракції 7-10 мм у співвідношенні 350 дм³: 50 дм³ зі ступенем заповнення барабану 80 %. Дослідження матеріалу з таким розміром часток дозволяє використовувати означені відносно невеликі об'єми еталонного та досліджуваного матеріалу. В той же час, зберігаються вихідні властивості досліджуваного матеріалу, на відміну від способів, що використовують щільне подрібнення матеріалу. Вимірювання за однакового об'єму наважки дозволяє проводити досліді з приблизно однаковою кількістю часток і, відповідно, з однаковою кількістю контактів між частками та однаковою питомою площею реакційної поверхні. Неповне завантаження та обертання барабану необхідне для поновлення перехідних контактів між електропровідними частками завантаження та підтримання стаціонарного режиму нагріву. Струмопровідні матеріали можливо досліджувати без еталонного матеріалу з урахуванням відмінності за теплоємністю.

- 20 Еталонним матеріалом може бути будь-який струмопровідний матеріал визначеної фракції з подібними теплофізичними характеристиками до зразка, який в умовах досліді в певному діапазоні температур не здатний до фізико-хімічних перетворень та хімічних реакцій, наприклад металургійний кокс з малою реакційною здатністю. При визначенні схильності твердих вуглеводнів до самозаймання металургійний кокс імітує наявність інертного в певному діапазоні температур твердого вуглецевого залишку, що утворюється при розкладанні таких речовин. Бажано, щоб еталонний матеріал мав близьку уявну густину до густини вимірюваних матеріалів для запобігання сегрегації. Для еталонного матеріалу визначається еталонна залежність підтримання обраного теплового режиму досліді.

- 30 Можливо проведення досліді за постійної потужності електроживлення. В такому разі сумарним індикатором теплових ефектів буде час нагріву до заданої температури.

- 35 Аналіз отриманих термограм та визначення потрібних показників проводяться наступним чином.

- 40 Визначають вихідні та кінцеві маси проби. Кінцеву масу досліджуваної речовини у змішаних дослідіх визначають за адитивністю внесків.

- 45 Визначають час нагріву проби до певної температури: перебільшення або випередження часу нагріву до певної температури визначає наявність ендо- та екзотермічних ефектів за відповідних температур.

- 50 Сумарним показником є кількість компенсованого електроживлення на відміну від еталонної залежності для проведення всього досліді.

- 55 Інтегральна залежність показує зростання сумарного електроживлення від температури і надає сумарний показник електроживлення на проведення досліді та критичні температури речовини.

- 60 Перша графічна похідна – залежність збільшення або зменшення електроживлення від температури і дозволяє оцінити похибку, що визначається відмінною початковою температурою та відмінною теплоємністю наважки від еталонної.

- Друга графічна похідна – збільшення або зменшення електроживлення від еталонної залежності. Показує наявність у досліджуваному об'ємі ендо- та екзотермічних ефектів.

- Інтегрально- та диференційно-термічні залежності досліджуваного матеріалу розраховують за адитивністю внесків еталонного та досліджуваного матеріалів у сумарний тепловий ефект з урахуванням відомої залежності для еталонного матеріалу.

- Результат, який може бути одержаний при здійсненні корисної моделі, полягає у спрощенні диференційно-термічного аналізу, більш швидкому корегуванні температурного режиму досліді, можливості проведення експрес-аналізу.