

Универзитет у Београду
Електротехнички факултет



Ивана Д. Николић

Одређивање специфичне топлоте и специфичне
електричне отпорности чврстих електропроводних
материјала струјно импулсном методом у
широком опсегу температура

- Докторска дисертација -

Београд, 2023.

University of Belgrade
Faculty of Electrical Engineering



Ivana D. Nikolić

Measurement of Specific Heat and Specific Electrical
Resistivity of Electrically Conductive Solid Materials
Using the Direct Pulse Heating Method over an
Extended Temperature Range

- Ph.D. Dissertation -

Belgrade, 2023

Ментор:

Др Слободан Петричевић, ванредни професор
Универзитет у Београду – Електротехнички факултет

Чланови комисије:

Резиме

Назив докторске дисертације: Одређивање специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности чврстих електропроводних материјала струјно-импулсном методом у широком опсегу температура

Овај рад приказује нумеричка и експериментална истраживања која су извршена у циљу даљег развоја и примене струјно-импулсне методе за одређивање специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности чврстих електропроводних материјала у широком опсегу температура. У првом делу рада је истражен ефекат аксијалне и радијалне неуниформности температуре унутар ефективне зоне узорка. Применом комерцијалног програма COMSOL је развијен и верификован 3D нумерички модел постојеће експерименталне поставке у Институту ВИНЧА и извршене су одговарајуће симулације за различите димензије узорка, материјале и брзине загревања узорка. Добијени резултати сугеришу да је за минимизацију утицаја неуниформности температуре на компоненте мерних несигурности поменутих термофизичких величина неопходна оптимизација експерименталних параметара, тј. димензија узорка, његове ефективне дужине и брзине загревања узорка. У другом делу рада су приложене детаљне једначине за обраду експерименталних података, тј. одређивање термофизичких особина и процену мерне несигурности. Обрада резултата је побољшана увођењем два нова корекциона фактора који се односе на време одзива термopара и појаву паразитног напона између интринсично заварених жица термopара. У последњем делу рада су приказани резултати експерименталних истраживања који су рађени на узорцима волфрама, молибдена и легуре молибдена TZM. У склопу ових истраживања је извршено одређивање специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности ових материјала у широком температурном опсегу и дат је пример буџета мерне несигурности.

Кључне речи: кондукција, зрачење, импулсна калориметрија, високе температуре, термофизичке особине, нумеричко моделовање, оптимизација

Научна област: Техничке науке

Ужа научна област: Електротехнички материјали и технологије

Abstract

Dissertation title: Determination of the specific heat and specific electrical resistance of solid electrically conductive materials by the current-pulse method over a wide temperature range

Numerical and experimental research presented in this thesis have been conducted with goal to improve the state and application of the current-pulse method for specific heat and specific electrical resistivity measurement in solid, electrically conductive materials over a wide temperature range. In its' first part, the effect of radial and axial temperature non-uniformity over specimens' effective measurement zone has been researched. Using a commercially available COMSOL software a 3D numerical model of the INN VINČA experimental setup has been developed and verified before a number of simulations using various specimen dimensions, materials and heating rate have been computed. The obtained results indicate that minimization of temperature non-uniformity effect on mentioned thermophysical quantities measurement uncertainty requires specific experimental parameters to be optimized, i.e. specimen diameter, total and effective specimen length, and the specimen heating rate. The equations for calculating the thermophysical properties with the corresponding uncertainties, are given in the second part of the thesis. Data reduction procedure has been improved by introducing two correctional factors referring to the thermocouple response time and parasitic voltage drop over the intrinsic thermocouple junctions. The final part of the thesis contains results of the experimental research performed using the tungsten, pure molybdenum and molybdenum alloy TZM specimens. Specific heat and specific electrical resistivity over an extended temperature range have been measured within this research, and finally, an example of the uncertainty budget is given.

Keywords: conduction, radiation, pulse calorimetry, high temperatures, thermophysical properties, numerical modeling, optimization

Scientific field: Technical sciences

Specific scientific field: Electrotechnical materials and technologies

Захвалница

Докторска дисертација је урађена у Лабораторији за термотехнику и енергетику Института за нуклеарне науке Винча у оквиру истраживачке теме *„Развој, реализација и примена експерименталних метода за термофизичку карактеризацију нових материјала у широком температурном опсегу“* и под покровитељством Министарства просвете, науке и технолошког развоја Републике Србије и европског пројекта EMPIR 17IND11 Hi-TRACE *“Industrial process optimization through improved metrology of thermophysical properties”*.

За решавање већине недоумица у току израде ове дисертације велику захвалност дугујем колегама из наше Групе за температуру и термофизичке особине материјала, др Ненаду Милошевићу, др Ненаду Степанићу, Душану Радивојевићу и Вишеславу Живковићу, као и свим другим колегама из мог радног окружења за давање савета и „ветра у леђа“.

Захваљујем се свом ментору проф. др Слободану Петричевићу.

Посебну захвалност дугујем мом непосредном руководиоцу групе, др Ненаду Милошевићу који је испратио израду ове дисертације од почетка до краја и пружио подршку у сваком смислу те речи.

Такође захваљујем драгим пријатељима на бодрењу и дугогодишњем гласном навијању.

Једну од највећих захвалности дугујем мојој породици, супругу Дамњану Николићу и деци Вишњи, Хелени и Драгану Николићу на великом стрпљењу, поверењу и давању емотивне подршке и мотивације за даљи рад. Највеће хвала, дугујем својој мајци, Косари Алексић, која је моје школовање испратила од почетка до краја уз свестрану подршку, веру у мене и најискреније жеље да ова дисертација угледа светлост дана.

Посвећено души моје душе,

мом тати, Драгану 

САДРЖАЈ

1. Увод	1
2. Опис особина и њихово одређивање (квази)стационарним методама	4
2.1 Специфична топлота	4
2.2 Специфична електрична отпорност	10
3. Струјно-импулсна метода	15
3.1 Теоријске основе	15
3.2 Развој експерименталних поставки	18
3.3 Експериментална поставка у Институту Винча	20
4. Нумеричка исраживања	24
4.1 Модел	24
4.2 Верификација модела	26
4.3 Температурна неуниформност по радијалној и аксијалној оци узорка	32
4.4 Неодређеност c_p и ρ услед температурне неуниформности	36
4.5 Пример оптимизације мерења	49
4.6 Примена модела са параметрима реалног експеримента	51
5. Обрада експерименталних сигнала	56
5.1 Почетне величине	56
5.2 Мерни сигнали	57
5.3 Израчунавање термофизичких величина	58
5.4 Мерна несигурност	59
6. Експериментална истраживања	61
6.1 Узорци и опис мерења	61
6.2 Специфична топлота	65
6.3 Специфична електрична отпорност	70
7. Закључак и перспективе	73
8. Литература	75
9. Прилог	79
10. Биографија	82

1. Увод

Познавање термофизичких особина материјала је од фундаменталног значаја за развој и пројектовање енергетских система, постизање високих перформанси у системима за одвођење топлоте и унапређење многих производних и технолошких процеса данашњице. Познавање ових величина у условима високих температура, на пример, је предуслов за развој ваздухопловства, астрономије, нуклеарне технике и војне индустрије. Тако се уз помоћ адекватно браних материјала за реализацију одређеног термичког система могу ефикасно минимизовати проблеми губитака топлоте, односно енергије. Са друге стране, погрешан избор материјала, односно недовољно добро познавање њихових својстава доводи до неодговарајућих термичких прорачуна и могућих финансијских губитака и материјалне штете.

Под термофизичким особинама материјала, подразумевају се термодинамичке величине, као што су специфична топлота и енталпија, затим топлотне транспортне особине – топлотна проводност и топлотна дифузивност, топлотне радијационе особине, као што су емисивност, рефлексивност и апсорптивност, термоелектричне – специфична електрична отпорност, као и термомеханичке, као што је коефицијент топлотног ширења. Лабораторија за термофизичке особине материјала Института ВИНЧА има вишедеценијско искуство експерименталног одређивања различитих термофизичких особина чврстих материјала у широком опсегу температура. Захваљујући том искуству и приказаним резултатима на међународном нивоу, Лабораторија је 2015. године именована од стране Дирекције за мере и драгоцене материјале као национална метролошка лабораторија у области термофизичких особина чврстих материјала, тј. као носилац националних еталона за специфичну топлоту и специфичну електричну проводност електропроводних материјала, топлотну проводност термоизолационих материјала, као и за топлотну дифузивност метала, легура, керамика и осталих чврстих материјала. Статус именоване националне метролошке лабораторије је у исто време, поред Лабораторије за термофизичке особине, стакла и Лабораторија за јонизујуће зрачење Института ВИНЧА и, у оквиру EURAMET-а, европске асоцијације националних института и именованих националних лабораторија, ове две лабораторије наступају под заједничким именом VINS.

Иако је могуће измерити различите термофизичке особине чврстих материјала и на температурама до преко 3000 °C, референтне методе су за многе особине, као што су специфична топлота, специфична електрична проводност и топлотна проводност, ограничене до знатно нижих температура. Како то ограничење има за последицу да мерења извршена на врло високим температурама немају метролошку следивост, у периоду од 2018. до 2021. године је реализован европски пројекат, скраћеног назива Hi-TRACE, у којем је разматран тај метролошки проблем [1]. Пројекат је реализован од стране више институција које се баве одређивањем термофизичких особина материјала на високим и врло високим температурама и то од националних метролошких института Француске (LNE), Немачке (PTB), Велике Британије (NPL) и Србије (VINS), чланица EURAMET-а, и других истраживачких института и лабораторија у саставу ARIANE Group, Француска, Комитета за атомску енергију и алтернативне енергије (CEA), Француска, Универзитета за примењене науке (FHWS), Немачка, Обједињеног истраживачког центра (JRC), Европска комисија, Института за експерименталну физику Техничког универзитета у Грацу (TU), Аустрија, Баварског истраживачког центра за примењену енергију (ZAE Bayern), Немачка и компаније NETZSCH, Немачка. Циљеви овог пројекта су, између осталог, били развој и успостављање референтних метода за одређивање специфичне топлоте чврстих материјала до 3000 °C и спровођење одговарајућег међулабораторијског поређења коришћењем како референтних, тако и одабраних високотемпературних индустријских материјала. Допринос аутора

дисертације остварењу поменутих циљева побољшаном струјно-импулсном методом приказан је у овом раду.

Након уводног дела ове дисертације ближе су описане термофизичке особине од интереса, специфична топлота и специфична електрична отпорност. Ослањајући се на одговарајућу литературу, дат је и преглед метода за њихово одређивање у широком температурном опсегу. Извршена је класификација основних стационарних и динамичких калориметријских метода и дат је кратак опис мерних поставки и система рада. Такође, приказане су и методе за одређивање специфичне електричне отпорности применом једносмерног извора напајања на средњим и високим температурама рада и дата је подела њихове примене у зависности од типа материјала, геометрије узорка и мерног опсега специфичне електричне отпорности поменутих метода.

У наредној, трећој глави, акценат је на опису струјно-импулсне калориметрије и њеном хронолошком развоју. Приказана је теоријска основа методе која се првенствено заснива на апроксимацији дугачке танке жице где су занемарени ефекти губитака топлоте зрачењем и кондукцијом. У истој глави је затим описана апроксимација дугачке дебеле жице у којој се не занемарују ефекти губитака зрачењем. Једначине апроксимације дугачке дебеле жице преузете су из литературе и оне се сматрају уводом у моделирање струјно-импулсне поставке. На крају ове главе се фокус усмерава на струјно-импулсну поставку Института ВИНЧА, где су приказане све техничке карактеристике поставке и њен принцип рада.

У Глави 4, у циљу побољшања струјно-импулсне методе који се најпре огледа у провери валидности дугачке танке жице, па потом и одређивању температурних неуниформности унутар ефективне зоне узорка, направљена су два нумеричка 3D модела методе у комерцијалном софтверу COMSOL, на којима су извођени виртуални експерименти. Први нумерички модел је подразумевао пропуштање експериментално добијеног струјног импулса кроз кратак и дебео узорак без држача и као такав може се сматрати примењивим за различите струјно-импулсне поставке. Приказан је затим и други 3D нумерички модел који одговара карактеристикама струјно-импулсне поставке института ВИНЧА и који подразумева укључивање у модел држача узорка одговарајуће геометрије и материјала из праксе. Карактеризација примењених узорака у виртуалним експериментима је омогућена применом експериментално добијених функција специфичне топлоте, специфичне електричне отпорности и укупне хемисферне емисивности од температуре, док су друге карактеристике материјала, као што су топлотна проводност и коефицијент линеарног ширења материјала преузети из литературе. Виртуални експерименти кратке и дебеле жице без држача су извођени на узорцима референтних метала као што су волфрам, молибден и легура молибдена TZM. Верификација оба модела је извршена на узорку волфрама поређењем излазних функција температуре средишта ефективне зоне узорка и пада напона на ефективној зони узорка са аналогним сигнаlima експерименталног дела рада.

Циљ извођења виртуелних експеримената на моделу кратке и дебеле жице без држача је стицање сазнања о ефектима неуниформних температурних расподела узорка унутар његове мерне зоне по аксијалној и радијалној оси, као и процена њихових утицаја на добијање коначних вредности специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности материјала. Виртуални експерименти су стога извођени на више узорака, различитих пречника и дужина и различитих материјала. Такође, у циљу оптимизације постојеће експерименталне поставке, сви утицаји су посматрани у зависности од брзине загревања узорка и пречника узорка, као променљивих параметара у експерименталном раду. Након ове анализе и на основу резултата симулација предложене су мере оптимизације рада струјно-импулсне поставке.

У циљу добијања што валиднијих вредности термофизичких величина применом поставке струјно-импулсне методе Института ВИНЧА, у истој Глави 4 је приказан 3D нумерички модел узорка и држача. У оквиру анализе овог модела кроз узорак волфрама је пропуштан експериментално добијен струјни импулс кроз узорке четири различите дужине,

а једнаког пречника. У оквиру овог дела рада поред ефекта промене дужине, разматран је и ефекат дубина урањања узорка у држач на коначне вредности неуниформности температуре по попречном делу узорка и унутар његове ефективне зоне, што је допринело добијању још једне компоненте мерне несигурности специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности. Најзад, у овом делу нумеричког истраживања анализирана је и систематска грешка специфичне топлоте услед смањења дужине узорка.

У следећој, петој глави приказане су једначине и поступак за израчунавање вредности специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности материјала и њихових несигурности из експерименталних сигнала струјно-импулсне методе. У овом делу уведена су два нова корекциона фактора сигнала апсолутне температуре које потичу од коначног одзива термопара и паразитног напона између глава термопара и представљене су једначине на основу којих се формира буџет мерне несигурности ове методе.

У шестом делу овог истраживања изведени су експерименти на узорцима волфрама, молибдена и легуре молибдена TZM у широком температурном опсегу од собне температуре до максималних 3300 °C, 2600 °C и 2400 °C за волфрам, молибден и TZM, респективно. Поменути узорци су добијени у склопу међународног пројекта [1]. Добијени експериментални резултати су коришћени за међулабораторијско поређење у оквиру пројекта, док су у изради ове докторске дисертације добијене термофизичке особине волфрама и молибдена послужиле за развој и верификацију виртуалног 3D нумеричког модела струјно-импулсне методе. У оквиру овог дела истраживања дат је и пример буџета мерне несигурности специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности за узорак волфрама.

У закључној, седмој глави описани су доприноси овог истраживачког рада и дате су области инжењерства у којима ови доприноси могу бити од значаја.

2. Опис особина и њихово одређивање (квази)стационарним методама

2.1 Специфична топлота

Специфична топлота која описује способност материјала да акумулира топлоту је једна од најважнијих термофизичких особина у системима провођења топлоте. Ако се одређеном термички изолованом систему масе m доведе одређена количина енергије dQ , која проузрокује промену температуре ΔT , тада се специфични топлотни капацитет може дефинисати као

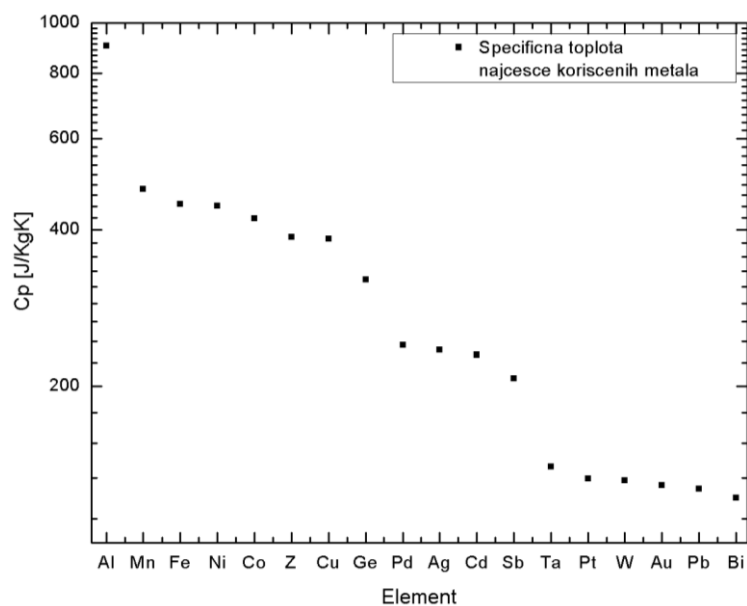
$$C = \frac{dQ}{mdT} = \frac{\partial q}{\partial T} \quad (1)$$

где је q унета количина енергије по јединичној маси система. Имајући у виду да промена количине унете енергије по јединичној маси система није тотални диференцијал, специфични топлотни капацитет материјала зависиће од услова под којим се процес провођења топлоте одвија, тј. од путање преноса топлоте од почетног стања, T , до крајњег стања система, $T + \Delta T$. Будући да се реализација термофизичких процеса у лабораторији обично одвија под контролисаним условима константног притиска или константне запремине, стога можемо дефинисати изобарску и изохорну специфичну топлоту као

$$C_p = \left(\frac{dq}{dT} \right)_{P=const}, \quad C_v = \left(\frac{dq}{dT} \right)_{V=const} \quad (2)$$

Код експерименталног одређивања специфичне топлоте углавном се прибегава услову константног притиска зато што је услов константне запремине, тј. одржања међуатомског растојања кристалне решетке тешко одржив у експерименталним условима. Поред тога, две специфичне топлоте C_p и C_v су приближно једнаке на ниским, док се њихова разлика знатно увећава у корист C_p на високим температурама [2]. Из тог разлога се у областима експерименталног истраживања на средњим и виским температурама појам специфичне топлоте односи на специфичну топлоту при константном притиску.

Што се вредности специфичне топлоте при константном притиску тиче, оне су на собној температури испод 1000 J/kgK код готово свих елемената периодног система који су у чврстом стању на тој температури. [3]. Вредности ове величине реалних материјала варирају у опсегу од 120 J/kgK за уранијум до 910 J/kgK за алуминијум. Све ове вредности су, међутим, како за чисте елементе, тако и за реалне материјале, најчешће веома зависне од температуре, тако да је значајна потреба за њиховим одређивањем у што ширем температурном опсегу. Графички приказ вредности специфичне топлоте на собној температури за најчешће коришћене метале је приказан на Слици 1. Квантативне вредности специфичне топлоте ових метала су преузете из [3].



Сл. 1. Специфична топлота најчешће коришћених метала на собној температури. Квантитативне вредности специфичне топлоте приказаних метала преузети из [3]

Основне методе за експериментално одређивање специфичне топлоте различитих материјала у зависности од температуре су адијабатска калориметрија, модулациона калориметрија, калориметрија методом мешања, левитациона калориметрија, диференцијално скенирајућа калориметрија и струјно-импулсна калориметрија. Наведене технике су успостављене од средине педесетих година прошлог века, након чега су се даље развијале у погледу тачности и проширења температурног опсега. У том смислу посебни акценат данашњег развоја је на модулационој, левитационој и импулсној методи, нарочито за одређивање специфичне топлоте у екстремним условима који подразумевају високе или врло високе температуре рада.

Што се температурног опсега тиче, одређивање специфичне топлоте од криогених температура до око 800 °C је могуће извршити са релативно високом тачношћу, тј. малом мерном несигурношћу, док у опсегу изнад 800 °C проблеми топлотних губитака постају интензивнији, јављају се и различите хемијске реакције материјала узорка са околином, као и губитак масе, тј. испаравање узорка. Предност брзих динамичких метода, попут импулсне калориметрије, у односу на стационарне је у веома брзом загревању узорка где се топлотни губици кондукцијом и конвекцијом минимизују, као и саме хемијске реакције материјала узорка са околином.

У Таб. 1, дат је преглед основних експерименталних метода са одређивање специфичне топлоте различитих материјала [4]. Ближи опис ових метода дат је у наредном тексту.

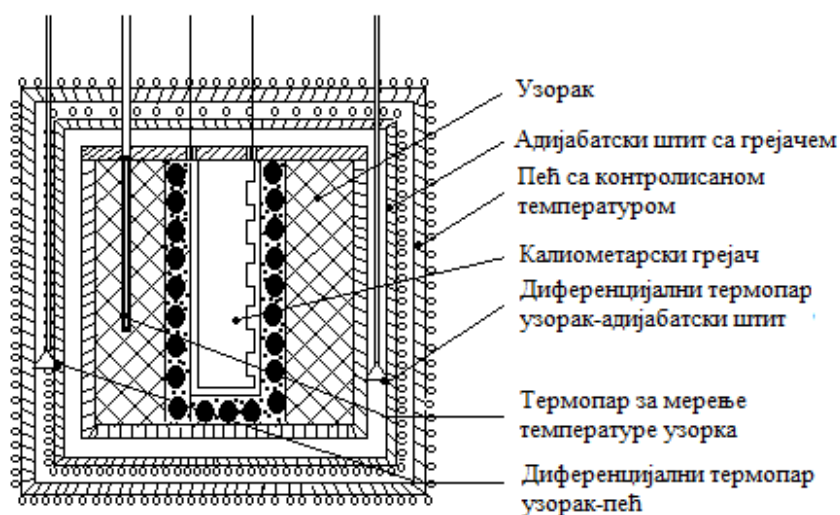
Таб. 1. Приказ основних калориметријских метода, преузето из [4]

Назив методе	Предности	Недостаци	Опсег (°C)	Особине узорка	Несигурност (%)
Адијабатска калориметрија	Прецизна метода Чврсти и течни узорци	Узорак је у комори Потешкоће при мерењима на високим температурама	-270 ÷ 1000	Проводници Иzolатори	1 – 3
Модулациона калориметрија	Узорак није у комори	Узорци у чврстом стању	-200 ÷ 2700	Проводници Иzolатори	2 – 5

Назив методе	Предности	Недостаци	Опсег (°C)	Особине узорка	Несигурност (%)
Калориметријска метода мешања	Чврсти и течни узорци	Узорак је у комори Спора мерења Специфична топлота се добија из енталпије	20 ÷ 1800	Проводници Изолатори	1 – 3
Левитациона калориметрија	Без држача узорка Чврсти и течни узорци	Узорак мора бити електрично проводан материјал Специфична топлота се добија из енталпије	700 ÷ 3000	Проводници у облику сфере	2 – 5
Диференцијално скенирајућа калориметрија	Брза и прецизна метода	Узорак је у комори Потешкоће при мерењима на виском температурама	-170 ÷ 700	Проводници Изолатори	1 – 3
Струјно-импулсна метода	Узорак није у комори Мерења се могу обављати и на високим температурама Чврсти и течни узорци	Узорак мора бити електрично проводан материјал Потребна је софистицирана опрема	20 ÷ 3500	Проводници у облику жице, тубе или траке	2 – 10

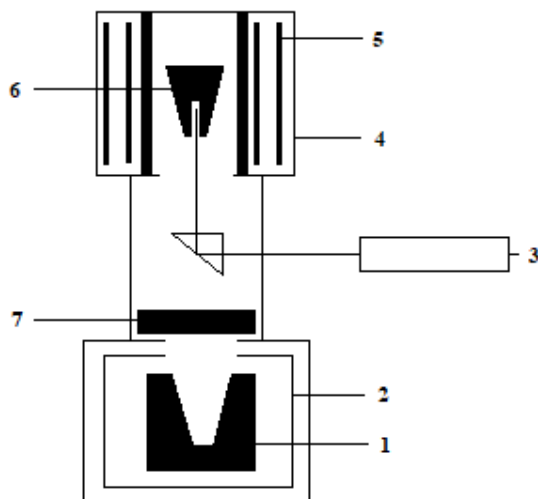
Адијабатска калориметрија је техника за директно мерење специфичне топлоте почев од криогених температура до максималних 1900 К, односно до 1300 К за прецизна мерења. За разлику од других калориметријских техника, применом адијабатске калориметрије могу се одредити специфична топлота чврстих и течних материјала, хемијске реакције као и фазе распада и растапања испитиваних материјала. Висока осетљивост и велика прецизност ове методе омогућавају да се мерења врше и у областима фазних прелаза испитиваних узорка. Код ове методе неопходно је испунити услов да не постоји размена топлоте између узорка и околине што се постиже постављањем узорка у адијабатски штит чија је температура у свакој тачки једнака одговарајућој граничној температури узорка. Да би се испунио овај гранични услов неопходно је да температура адијабатског штита остане константна у времену (изотермна комора) или да прати промену температуре штита тако да разлика температуре коморе и штита остане константна.

Скица типичног адијабатског калориметра са директним грејањем и комором која прати температуру адијабатског штита приказана је на Сл 2., [5]. Сама процедура мерења је да се узорак који је окружен адијабатским штитом континуално загрева уз помоћ грејача типичном брзином грејања од 0.1 К/с или периодично у малим скоковима температуре од по неколико степени. У случају периодичног загревања, у почетном и крајњем тренутку мерења ствара се равномерно температурно поље, док се у средишњем делу мерења узорак налази у нестационарном стању. У случају континуалног загревања узорка температурно поље се мења у току целог експеримента, па је неопходно да се температурни градијенти одржавају константним. У реалним условима мерења, губици топлоте се дешавају услед појаве температурног градијента дуж граничних површина узорка, као и услед могућих недостатака контролног система за регулацију температуре адијабатског штита. Ови губици су занемарљиво мали па уносом одговарајуће корекције у резултате мерења проузрокују занемарљиву могућу грешку при одређивању специфичне топлоте испитиваног материјала.



Сл. 2. Блок шема адијабатског калориметра, преузето из [5]

Код *модулационе калориметрије*, узорак се загрева модулисаним електричним импулсом који узрокује осцилације температуре узорка при чему се претпоставља да су средња вредност, амплитуда и фаза температуре исте по целом узорку. Мерења се изводе у режиму рада који подразумева знатно веће осцилације модулисаног електричног импулса од осцилација температуре узорка услед топлотних губитака. У зависности од начина модулације електричног импулса и мерења осцилација температуре узорка постоје различите варијанте ове методе. Примењен модулисан електрични импулс за загревање узорка може бити генерисан проласком наизменичне струје кроз узорак или проласком једносмерне струје са малом наизменичном компонентом, индукцијом као и периодичним бомбардовањем електрона и зрачењем. Осциловање температуре узорка се може пратити индиректно, преко електричне отпорности или емисивности узорка или директним путем, применом термопарова или отпорних термометра. Типична блок шема модулационе калориметријске методе дата је на Сл. 3 [6].



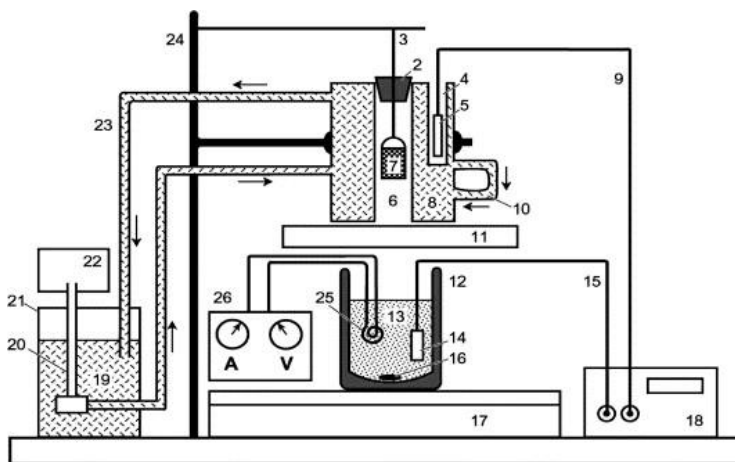
Сл. 3. Блок шема модулационог калориметра: 1. Калориметар, 2. Адијабатски штит, 3. Оптички пирометар, 4. Прозор, 5. Преклопник, 6. Термални штит, 7. Графитна пећ, 8. Вакуумска комора, 9. Узорак, преузето из [6]

Модулациона техника има предност која се огледа у могућности регистровања хармонијских температурних осцилација коришћењем селективних појачавача на учестаност

модулације, што постаје јако важно у случајевима када је потребна висока температурна резолуција, као на пример код мерења у околини фазних прелаза: У тим случајевима модулациона техника има јако велику осетљивост мерења 0,01 % и одличну резолуцију мерења температуре, 10^{-3} К. Такође, једна од предности ове методе је могућност мерења специфичне топлоте, специфичне електричне отпорности и коефицијента топлотног ширења на узорцима јако малих димензија, реда величине од 10^{-3} до 10^{-2} mm³. С обзиром да модулациона калориметрија захтева дуже време мерења, њен главни недостатак је немогућност прецизних мерења на високим температурама.

Код калориметријске методе мешања или *дроп калориметрије* испитивани узорак је смештен у капсулу и окачен о танку нит изван калориметријског блока. Капсула са узорком се загрева и по постизању жељене температуре узорак се нагло испушта у калориметријски блок који се налази на температури блиској собној. Специфична топлота блока у току мерења се сматра познатом величином. Промена температуре блока је мера за топлоту пренету са узорка и из ње се може одредити промена енталпије узорка у опсегу од почетне температуре узорка до температуре блока. Специфична топлота испитиваног материјала се добија деривацијом криве енталпије по температури. С обзиром да је узорак смештен у капсулу, испитивања *дроп калориметријом* се могу вршити и на чврстим и на течним узорцима са ограничењем да узорак не реагује са капсулом на задатим температурама загревања.

Овом методом се добијају резултати промене енталпије велике тачности, нарочито у опсегу температура од 300 до 1100 К, док је тачност добијања специфичне топлоте нешто мања због неопходне деривације. Мерења овом техником су обично спора и осетљива на спољне утицаје као што су влага, температура амбијента и вибрације. Типична блок шема калориметра методом мешања дата је на Сл. 4, [7].

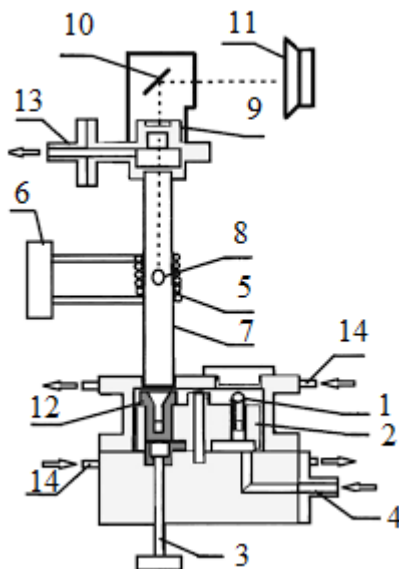


Сл. 4. Блок шема дроп калориметра. 1. Грејно купатило; 2. Чеп; 3. Нит; 4. Термометар; 5 и 14. Сонда дигиталног термометра; 6. Стаклени држач узорка; 7. Узорак; 8,19. Силиконско уље; 9, 15. Вођица дигиталног термометра; 10. Цев; 11.Термичка изолација; 12. Дјуарова посуда; 13. Радни флуид; 16. Магнетна шипка за мешање; 17. Магнетна врућа плоча; 18. Дигитални термометар повезан са рачунаром; 20. Пумпа термостатског купатила; 21. Посуда у термостатском купатилу; 22. Регулатор термостата; 23. Излазна цев; 24. Држач апаратуре-купатила и урањајуће нити; 25. Калем; 26. Струјни или напонски извор, преузето из [7]

Метода *левитационе калориметрије* има исте принципе рада као и калориметријска метода мешања са разликом у начину загревања узорка. Узорак од метала се загрева у унутрашњости коморе применом високо фреквентног електромагнетног поља које реагује са материјалом узорка. Брзо наизменично магнетно поље продире у узорак, стварајући електричне струје унутар њега, зване вртложне струје, истовремено омогућавајући загревање

узорка. Узорак се одржава у стабилном лебдећем положају у потенцијалној јами у коме је резултантна сила електромагнетног поља једнака гравитационој сили која делује на узорак.

Најважнија предност ове методе је што се не користи држач узорка, тј. избегнута је интеракција материјала узорка са материјалом држача, што може бити уобичајен проблем код мерења на високим и врло високим температурама. Ова метода се стога примењује у веома широком температурном опсегу, тј. до изнад 3000 °С. Исто тако, левитациони начин загревања узорка у чврстом или течном стању омогућава постизање равнотежног стања у веома кратком временском периоду и погодан је не само за метале и њихове легуре, већ и за друге материјале који поседују високу топлотну и електричну проводност као што су на пример карбиди, бориди, нитрати итд. Типична скица методе левитационе калориметрије дата је на Сл. 5, [8].

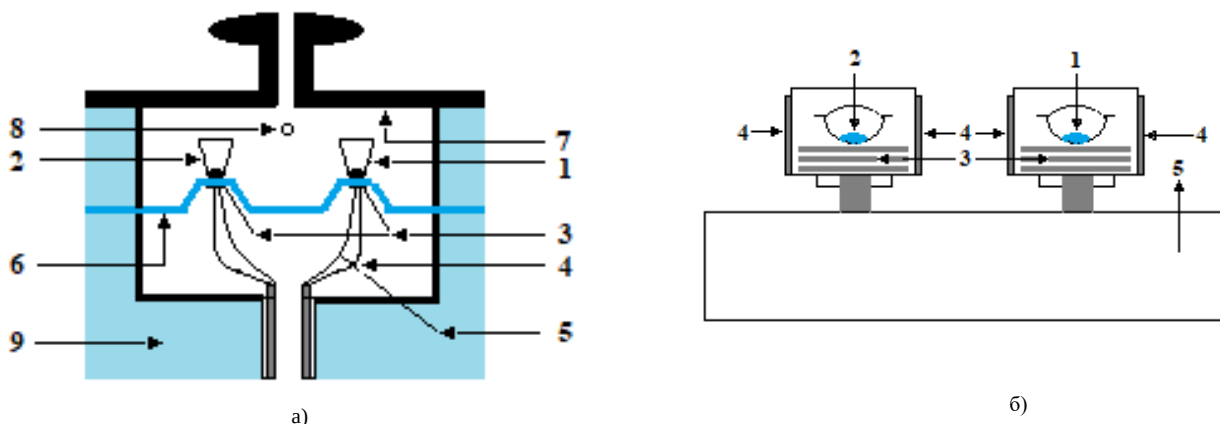


Сл. 5.. Блок шема левитационе поставке: 1. узорак, 2. покретни сто, 3. манипулациона шипка, 4. улаз за гас, 5. калем, 6. генератор струје високе фреквенције, 7. кварцна цев, 8. метална капљица, 9. прозор, 10. огледало, 11. пирометар, 12. бакарни калуп, 13. излаз гаса, 14. грејање, преузето из [8]

Диференцијална скенирајућа калориметрија је једноставна и брза метода за одређивање специфичне топлоте малих узорка (неколико *mg*) у широком температурном опсегу од криогених температура до 1000 °С. Ова метода је прилагодљива за рад са материјалима у облику диска, гранула, праха, танких филмова и течности. Брзине загревања узорка могу бити веома различите, од 0.1 K/min до 500 K/min [9]. Две верзије ове методе су метода топлотног флуksа и метода компензације снаге. Метода топлотног флуksа се базира на мерењу температурне разлике узорка и референтног материјала док се оба материјала загревају истим извором топлоте. Метода компензације снаге се заснива на мерењу утрошене енергије која је потребна да би се остварила нулта температурна разлика између референтног материјала и испитиваног узорка док су оба узорка подвргнута истој брзини загревања применом две независне грејне јединице [9].

Најважнији делови методе топлотног флуksа су затворени у цилиндричан сребрни суд са грејним блоком који проводи топлоту између узорка и референтног материјала преко термоелектричног диска високе топлотне проводности. Диск има две подигнуте платформе на које се постављају посуде у које се смештају испитивани узорак и референтни материјал. Разлика протока топлоте кроз узорак и референтни материјал се мери док се температура грејача мења константном брзином. Измерена разлика температуре се користи за добијање разлике енталпије уз помоћ које се добија специфична топлота испитиваног материјала. Са друге стране, код методе засноване на компензацији снаге, одржава се нулта вредност

температурне разлике између узорка и референтног материјала док се обе температуре линеарно повећавају или смањују. За разлику од методе топлотног флукса, код ове методе постоје две независне грејне јединице преко којих се остварују брза загревања, хлађења и достигања термичке равнотеже посматраних узорака. Обе грејне јединице су смештене у велико температурно контролисано купатило, док се за мерење температуре користе платински отпорни термометри високе осетљивости који су смештени у држаче узорака. Блок шеме обе методе диференцијалне скенирајуће калориметрије су приказани на Сл. 6, [10].



Сл. 6. а) Блок шема методе топлотног флукса: 1. Посуда за узорак, 2. Посуда за референтни материјал, 3. Кромел диск, 4. Кромел жица, 5. Алумел жица, 6. Термоелектрични конектор, 7. Поклопац, 8. Улаз за прочишћени гас, 9. Спој термопара, б) Метода компензације снаге диференцијалне скенирајуће калориметрије: 1. Референтни материјал, 2. Узорак, 3. Pt отпорни термометри, 4. Грејачи, 5. Температурно контролисано купатило, преузето из [10]

Диференцијална скенирајућа калориметрија поред мерења специфичне топлоте омогућава и мерења фазних прелаза, као што су остакљивање, топљење и кристализација. Готови уређаји за примену ове методе се могу и комерцијално набавити са све пратећом компјутерском опремом и софтверским алатом неопходним за праћење сигнала и управљање системом грејања.

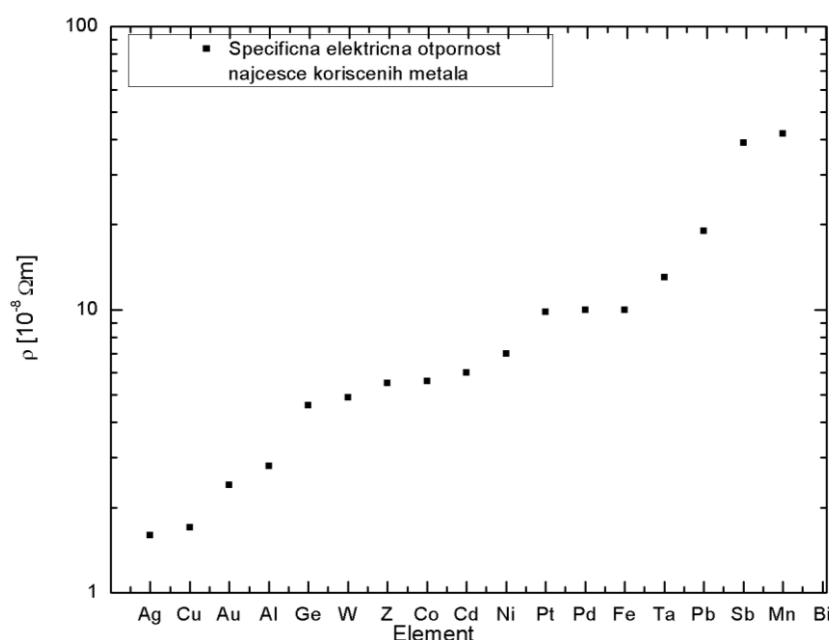
Горе поменуте стационарне и квази-стационарне методе за одређивање специфичне топлоте чврстих материјала углавном се примењују на нижим и средње високим температурама. Излагање узорка на високим и врло високим температурама у дужем временском периоду може изазвати појаву различитих нежељених хемијских реакција, губитке топлоте, механичког стреса, контаминације и испаравања узорка. Скраћење времена излагања узорка високим температурама је основни принцип рада струјно-импулсне калориметрије која је детаљно описана у наредној глави.

2.2 Специфична електрична отпорност

Једна од најважнијих карактеристика материјала је његова могућност провођења електричне струје. По њој се сви материјали могу поделити на проводнике, полупроводнике и изолаторе. Специфична електрична отпорност је интринсична величина којом се квантификује ова карактеристика и њене вредности се налазе у веома широком опсегу од чак више од 17 редова величине, као што је приказано на Сл. 7.



Сл. 7. Скала специфичне електричне отпорности материјала



Сл. 8. Специфична електрична отпорност најчешће коришћених метала на собној температури, Квантативне вредности специфичне електричне отпорности приказаних метала преузети из [3]

Специфична електрична отпорност, односно, њој инверзна специфична електрична проводност, зависи од природе хемијске везе, структуре и температуре материјала и као таква се убраја у ред најосетљивијих физичких величина. Феномен електричне проводности настаје дифузионим процесом кретања наелектрисаних атома и честица, тако да се њена укупна вредност, σ_t , може посматрати као парцијална проводност јона (катјона и анијона), σ_i , и електрона, σ_e . Парцијалне проводности материјала су директно зависне од концентрације и покретљивости носиоца и могу се изразити следећим изразом [4]:

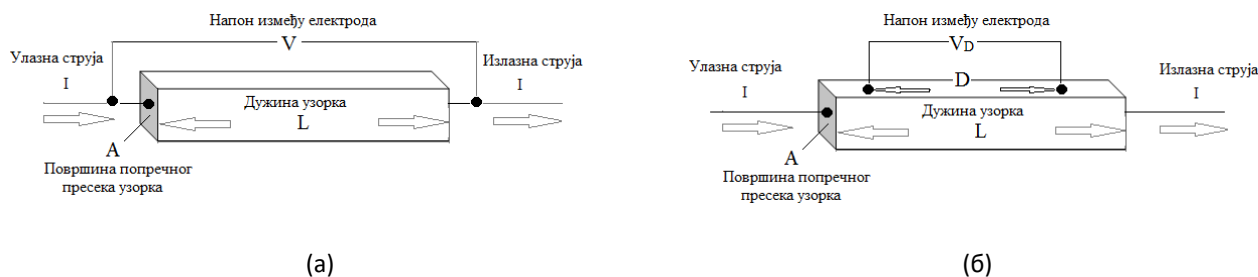
$$\sigma_k = n_k z_k q \mu_k \quad (3)$$

где су σ_k парцијална проводност носиоца k концентрације n_k , q наелектрисање електрона, z_k валенца носиоца k и μ_k његова покретљивост. Вредности концентрације и покретљивости носиоца веома зависе од температуре материјала.

Методe за одређивање специфичне електричне проводности или отпорности материјала се могу разврстати у више класа и то по основу температурног опсега рада, природе испитиваног материјала (изолатори, полупроводници или проводници), природе процеса провођења (парцијална јонска или парцијална електронска проводност) и по облику и

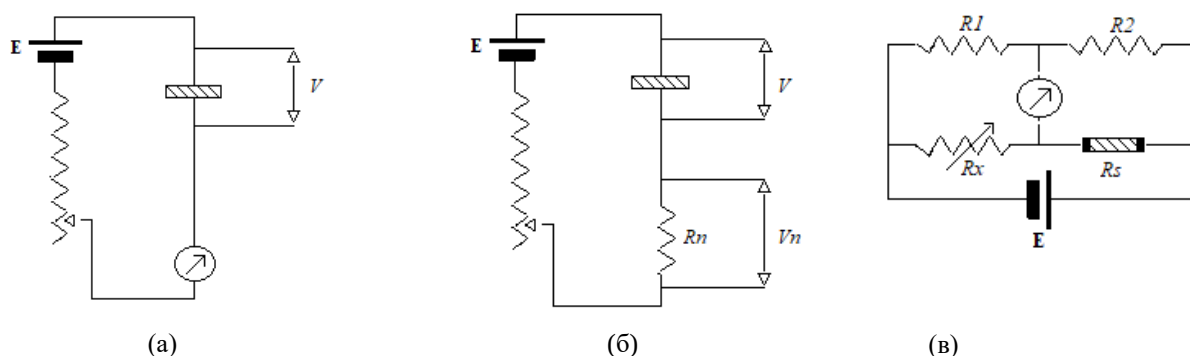
величини узорка који се испитује [4]. Вредности специфичне електричне отпорности најчешће коришћених метала на собној температури, преузете из [3] су графички приказане на Сл. 8. За одређивање специфичне отпорности чврстих електропроводних материјала на средњим и високим температурама користе се методе са једносмерним извором напајања, као што су методе са две или четири електроде и импулсна метода са директним грејањем.

Метода са две електроде је принципијелно најједноставнија метода за одређивање специфичне електричне отпорности и заснива се на мерењу пада напона дуж посматраног узорка кроз који протиче једносмерна струја позанте јачине, [11]. Тражена специфична отпорност се тада може изразити као производ односа пада напона и јачине струје и односа површине попречног пресека и дужине узорка (Сл 9а.).



Сл. 9. Блок шема одређивања специфичне отпорности чврстих електропроводних материјала применом методе са (а) две електроде и (б) четири електроде, преузето из [13]

Метода са две електроде се најчешће примењује код материјала високе електричне отпорности, док се код материјала високе електричне проводности примењује *метода са четири електроде*, Таб. 2. [12]. У том случају пад напона на испитиваном материјалу се мери уз помоћ две додатне електроде постављене на одређеном међусобном растојању Сл 9б [13]. Напон између електрода се мери помоћу волтметра чија улазна импеданса мора бити већа од отпорности узорка за фактор 10^3 , док се струја мери директно помоћу амперметра или се добија индиректно из пада напона V_n на стандардном отпорнику R_n или применом *Wheatstone*-овог моста када се мост уравнотежи помоћу променљивог отпорника R_x , [5], као што је приказано на Сл.10.



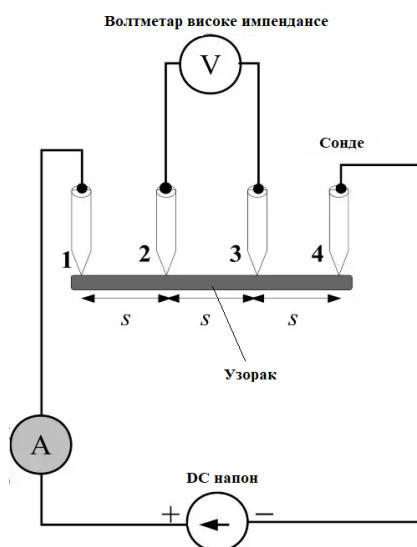
Сл. 10. Шема електричног кола код одређивања специфичне електричне отпорности применом (а) волтметра и стандардног отпорника, (б) амперметра и волтметра и (в) *Wheatstone*-овог моста, преузето из [5]

Код ових метода геометрија узорка се бира на основу процењене вредности његове специфичне електричне отпорности. У случају добрих проводника, узорци су облика квадрата или цилиндра са односом површине попречног пресека и дужине реда величине 10^{-3} m [4]. При високим температурама рада, повећан је и утицај паразитне отпорности, тј. контактне отпора између узорка и електрода, због чега се посебна пажња улаже у одабир материјала електрода. Такође, на појаву грешке може утицати и самоиндукциони напон електричног

кола који се најчешће решава променом смера струје кроз узорак. Са друге стране, грешка услед Зебековог и Пелтиеовог ефекта који се јавља на споју електрода са узорком се решава применом тзв. тачкастих електрода.

Метода са четири тачкасте електроде се показала као најприкладнија за одређивање отпорности узорка малих димензија, реда величине од неколико милиметара. Ова техника је примењива када су растојања између електрода мања од најмање димензије узорка под условом да се ниједна електрода не налази на самим крајевима испитиваног материјала [11]. Блок шема одређивања специфичне електричне отпорности овом методом дата је на Сл 11.

Детаљан опис методе са четири тачкасте електроде дат је у референци [14], где је уведена функционална зависност специфичне електричне отпорности и односа напона и пропуштене струје кроз узорак у зависности од геометрије узорка. Ова зависност је касније унапређена увођењем додатних геометријских фактора [13]-[15], док су специфичну верзију методе за мерење специфичне електричне отпорности плjosнатих узорка униформне дебљине и узорка произвољних облика развили Rauw [16] и Oliveira et al. [17]. У општем случају, примена ове методе захтева да су контакти електрода смештени на равној површини узорка, да су занемарљиво мале величине у односу на најмању дужину узорка, да узорак мора имати хомогену дебљину и да узорак није електрично изолован.



Сл. 11. Блок шема одређивања специфичне електричне отпорности применом методе са четири тачкасте електроде, преузето из [12]

Таб 2. Карактеристике експерименталних метода за одређивање специфичне електричне отпорности на собној температури, преузето из [12]

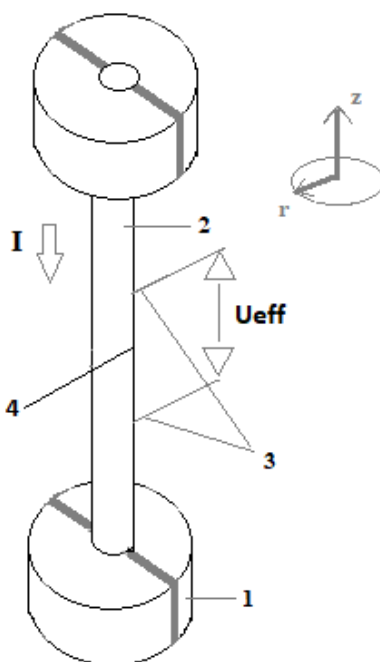
Назив методе	Тип материјала	Облик узорка	Мерни опсег
Метод са дветачкасте електроде	Метали високе отпорности	Тракасти узорци	$10^2 - 10^9 \Omega$
Метод са четири тачкасте електроде	Метали	Тракасти узорци	$10^{-7} - 10^4 \Omega$
Метод са четири тачкасте електроде	Полупроводничке површине, танки метални филмови	Плjosнати узорци	$10^{-3} - 10^5 \Omega \text{cm}$
Van der Pauw	Полупроводничке површине, танки метални филмови	Плjosнати узорци	$10^{-3} - 10^5 \Omega \text{cm}$

Све методе за одређивање специфичне електричне отпорности материјала уносе грешку мерења која најпре потиче од димензија испитиваних узорака, димензија контакта између електрода и узорка, као и од растојања између заварених електрода. При одабиру методе се мора водити рачуна о крхкости материјала, одвајању контаката између узорка и сонди, промени температуре амбијента, као и Цуловом загревању узорка. При одређеном повећању температуре може доћи до контаминације узорка услед хемијских реакција са електродама и паразитних ефеката уколико није обезбеђено униформно загревање узорка. Како је проблем хемијских интеракција и температурног градијента унутар узорка тешко решив код стационарних метода, одређивање специфичне електричне отпорности на високим температурама је поузданије у нестационарном режиму рада, тј. пропуштањем снажног и краткотрајног струјног импулса кроз узорак. Оваква, струјно-импулсна метода, детаљно је објашњена у наредној глави.

3. Струјно-импулсна метода

3.1 Теоријске основе

Принцип рада струјно-импулсне методе је следећи: Кроз узорак у облику жице, траке или цеви се пропушта електрична струја у кратком временском интервалу. Узорак се резистивно загрева до температуре која зависи од трајања и интензитета струјног импулса. Крајеви узорка се константно налазе на његовој почетној температури, чиме се обезбеђује хлађење узорка по завршетку струјног импулса кондукцијом кроз тело узорка. Током загревања узорка мере се симултано три сигнала – пад напона по ефективној дужини узорка, јачина струје кроз узорак и промена температуре узорка.



Сл. 12. Ефективна дужина цилиндричног узорка постављеног између масивних клем где су: 1 - клема, 2 - узорак, 3 - ефективна дужина узорка, 4 - место интринсично завареног термопара (средица ефективне дужине узорка)

Ефективна дужина узорка представља део узорка на којем се може сматрати да не долази до појаве температурних градијената услед губљења топлоте кондукцијом, Сл. 12. Занемаривање ефекта одвођења топлоте ка хладним крајевима узорка по дужини и из центра ка његовој површини се обезбеђује бирањем узорка довољно велике дужине и малог пречника. Ова *апроксимација дугачке и танке жице* се користи од појаве прве верзије методе до данас [18] и њеним увођењем се сматра да је расподела температуре по ефективној дужини и по попречном пресеку узорка униформна у сваком тренутку периода грејања. Водећи се овом апроксимацијом и примењујући енергетски баланс снаге на ефективном делу узорка у периоду грејања узорка, може се написати следећа једначина [5]:

$$UI = mC_p \left(\frac{dT}{dt} \right)_g + P_z \quad (4)$$

где је I јачина пропуштене струје кроз узорак, U пад напона на ефективној дужини узорка, m маса ефективне дужине узорка, T температура ефективне дужине узорка и C_p специфична топлота материјала узорка. Индекс g се односи на период грејања. Вредност P_z представља снагу губитака топлоте услед зрачења са површине узорка ка амбијенту, која се може описати једначином:

$$P_z = \varepsilon_{ht} \sigma A (T^4 - T_0^4) \quad (5)$$

где је A површина ефективне дужине узорка, ε_{ht} укупна хемисферна емисивност површине ефективне дужине узорка, σ Штефан-Болцманова константа и T_0 температура узорка у почетном тренутку грејања. Како је узорак у иницијалном стању на собној температури, важи да је $T_0 = T_{amb}$.

Непосредно након престанка струјног импулса кроз узорак, односно у кратком периоду почетка хлађења узорка када пренос топлоте кондукцијом ка крајевима узорка још увек није изражен важи израз, [5]:

$$-mC_p \left(\frac{dT}{dt} \right)_h = P_z \quad (6)$$

где се сматра да је температура узорка у почетном тренутку хлађења једнака максимално достигнутој температури у периоду грејања, тј. $T_0 = T_{max}$. Индекс h се односи на период хлађења. Из једначине (4) специфична топлота материјала узорка је, [5]:

$$C_p = \frac{UI - P_z}{m \left(\frac{dT}{dt} \right)_g} \quad (7)$$

док се заменом једначине (6) у (4) израчунава укупна хемисферна емисивност на достигнутој максималној температури узорка, тј. на прелазу из фазе грејања у фазу хлађења, као [5]:

$$\varepsilon_{ht} = \frac{UI}{\sigma A (T^4 - T_0^4) \left[1 - \left(\frac{dT}{dt} \right)_g / \left(\frac{dT}{dt} \right)_h \right]}, \quad T = T_{max} \quad (8)$$

Са друге стране, примењујући Омов закон на ефективној дужини узорка цилиндричног облика, добија се једначина специфичне електричне отпорности материјала узорка у зависности од температуре [5]:

$$\rho = \frac{U}{I} \frac{S}{l_{eff}} \quad (9)$$

где је S површина попречног пресека узорка.

Други модел струјно-импулсне методе, којег су предложили Spišiak et al. [19], подразумева *апроксимацију дугачке дебеле жице*. Овај модел обухвата утицај провођења топлоте кроз узорак кондукцијом и губитака услед зрачења. Према тој апроксимацији, пренос топлоте дифузионим путем се описује парцијалном диференцијалном једначином облика:

$$\delta C_p \frac{\partial T}{\partial t} = \nabla \cdot \lambda \nabla T + \mu \mathbf{i} \cdot \nabla T + \rho \mathbf{i}^2 \quad (10)$$

где је δ – густина, C_p – топотна капацитивност на константном притиску, T – температура, ∇T је температурни градијент, λ – топлотна проводност, μ – Томсонов коефицијент, $\mathbf{i}$ – густина електричне струје и ρ – електрична отпорност узорка. Сви феномени преноса топлоте унутар електропроводне жице која се импулсно загрева електричним импулсом су детаљно теоријског описани у референци [20]. Како су смер густине струје $\mathbf{i}$ и температурни градијент ∇T међусобно нормални, може се сматрати да Томсонов коефицијент у једначини (10) тежи нули, па се радијална температурна расподела по ефективном делу узорка у цилиндричном координатном систему, где је центар узорака у облику ваљкасте жице постављен по z оси, може описати једначином, [19]:

$$\delta C_p \frac{\partial T(r,t)}{\partial t} = \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \lambda \frac{\partial T(r,t)}{\partial r} \right) + \rho [i(r,t)]^2 \quad (11)$$

Имајући у виду да су у пракси струјни импулси реда величине од хиљаду ампера, јачина електричног поља у скаларном облику се може описати једначином [19]

$$E(r,t) \cong \rho i(r,t) \quad (12)$$

па се из једначина (11) и (12) добија релација температурног профила узорка облика дугачке дебеле жице једнака, [19]:

$$\delta C_p \frac{\partial T(r,t)}{\partial t} = \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \lambda \frac{\partial T(r,t)}{\partial r} \right) + \frac{[E(r,t)]^2}{\rho} \quad (13)$$

Последња једначина важи током грејања узорка, док је током његовог хлађења, у тренутку искључивања струје, релација температурног профила, [19]:

$$\delta C_p \frac{\partial T(r,t)}{\partial t} = \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \lambda \frac{\partial T(r,t)}{\partial r} \right) \quad (14)$$

Почетни услови потребни за решавање парцијалних диференцијалних једначина (13) и (14) су исти за обе апроксимације, тј. у почетном тренутку узорак се налази на амбијенталној температури док је на почетку хлађења температура узорка једнака максималној температури коју је достигао за задато време грејања. Гранични услови су такође једноставни због претпоставке да се преношење топлоте врши само у једном, радијалном смеру, тј. од центра ка површини узорка, те се једначина топлотног баланса на површини узорка може дефинисати Фуријеовим и Штефан-Болцмановим законом као, [19]:

$$-\lambda \frac{\partial T(r,t)}{\partial r} \Big|_{r=R} = \varepsilon_{ht} \sigma (T^4 - T_a^2) \quad (15)$$

где је R полупречник узорка.

Апроксимација дугачке танке жице чини релативно једноставним прорачун за добијање термофизичких особина испитиваних материјала и као таква се користи деценијама уназад. Са друге стране, због квантитативног непознавања феномена расподеле струје и градијената температуре који се дешавају унутар узорка различитих димензија и материјала, јавила се потреба за моделовањем ове експерименталне поставке и проучавањем ефекта грешке које апроксимација дугачке танке жице уноси у коначне вредности специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности. Непознавање расподеле струје унутар узорка током грејања може имати за последицу занемаривања утицаја површинског (*skin*) ефекта струје које се реално може очекивати у брзим транзијентним режимима. Међутим, занемаривање овог ефекта је донекле оправдано на основу студије Lohöfer-a [21] који је установио да се утицај површинског ефекта јавља на самом почетку пропуштања струје кроз узорак у времену трајања од око 100 ps. У том периоду се услед неуниформног електричног поља јавља систематска грешка мерења електричне проводности узорка коју је могуће занемарити у милисекундним струјно-импулсним методама [19], док се код микросекундних метода овај утицај мора узети у обзир. Такође, у студији Danaghy-Sparko и Horsfall [22], показано је да се утицај површинског ефекта у DC транзијентним режимима јавља на узорцима у облику плочице у кратком временском трајању од 1 μ s до 0.5 ms од почетног тренутка струјног импулса, чиме се потврдила оправданост занемаривања овог ефекта у методама милисекундне резолуције.

Код првог нумеричког модела струјно-импулсне методе, где је примењена апроксимација дугачке дебеле жице, ефекат губитака топлоте кондукцијом је занемарен узимањем мале ефективне дужине узорка на којој се градијент температуре по дужини могао сматрати приближно нулом. На основу тог модела, Kaschnitz и Supancic [23] су моделирали цевасте узорке различитих димензија и посматрали промену температурног поља и расподелу густине струје око малог отвора на узорку који је служио као приближно црно тело за бесконтактно мерење температуре узорка током експеримента. Потом су 2011. године Bussolino и “сарадници” моделовали дугачку дебелу жицу волфрама у комерцијалном софтверу COMSOL [24]. У овом истраживању симулације експеримената су вршили на узорцима једнаких дужина, али различитих пречника које су класификовали као танак, нормални и дебео узорак. Дужине трајања виртуалних експеримента су такође класификовали у три врсте, као споре, нормалне и брзе. У свим виртуалним експериментима посматрали су промену температуре по попречном пресеку узорка, док су ефективни део

узорка бирали тако да им температурна неуниформност не прелази 0.1 K. Као резултат истраживања добили су да се услед ефекта губитака топлоте зрачењем јавља температурна неуниформност по попречном пресеку узорка, на свим узорцима и у свим условима мерења. Када су добијене температурне неуниформности узели у обзир код одређивања специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности, добили су значајне несигурности поменутих величина код свих узорка, осим код најтањег. У случају узимања средње вредности температурних профила неуниформности по попречном пресеку узорка за сваки временски корак дужине трајања виртуалног експеримента ове несигурности су се смањивале, али не и нестале. Овим је показано да апроксимација дугачке танке жице може успешно да се примени само код танких узорка. Сличну студију су на узорку у облику тубе касније извршили Bussolino и Righini [25] и дошли су до истих закључака.

У циљу даљег побољшања струјно-импулсне методе и процене утицаја расподеле температурног поља на мерне несигурности специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности, у овој дисертацији је развијен теоријски модел који ће поред утицаја губитака топлоте зрачењем узети у обзир и ефекат провођења топлоте кондукцијом дуж узорка. Детаљи модела и приказ одговарајућих нумеричких резултата дати су у Глави 4.

3.2 Развој експерименталних поставки

Прва експериментална поставка струјно-импулсне методе за одређивање специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности електропроводних материјала коју је описао Worthing 1918. год. [26] базирала се на мерењу апсорбоване снаге проласком електричне струје кроз узорке волфрама и влакана угљеника у трајању од 1 s. Као извор напајања коришћене су батерије, док су се сва електрична мерења вршила галванометарском техником подешеном тако да галванометар показује нулто скретање у току пропуштања струјног импулса кроз узорак. Ова техника је захтевала велики број понављања и била је строго ограничена временском константом одзива галванометра. Уз помоћ мерења електричне отпорности и познавања њене зависности од температуре у стационарном режиму рада, одређивана је температура испитиваног материјала.

Први који је узорак у почетном тренутку мерења ставио у пећ на константну температуру био је Larr [27] који је своја мерења извео на узорку никла загревајући га до 730 K уз помоћ пропуштања струјног импулса који је омогућавао пораст температуре узорка за 1 до 2 °C. Укупно трајање струјног импулса је било реда величине 30 s, снага предата узорку је мерена ватметром, док је температура узорка праћена термопаровима. Обзиром да су таква мерења била спора, корекција услед топлотних губитака је рачуната из сигнала почетног дела хлађења узорка. Ову методу је касније унапредио је Grew [28] мерећи одвојено јачину струјног импулса кроз узорак и његову отпорност, док су Néel и Persoz [29] одредили температуру узорка из добијене температурно зависне отпорности. Постављајући узорак у Вистонов мост у пећ на константну температуру кроз којег је испражњен мали кондензатор, Kurrelmeyer et al. [30] су одредили специфичну топлоту узорка уз помоћ балистичког отклона галванометра. Rasor и McClland [31]-[32] су први описали систем где се температура узорка за време трајања импулса мери оптичким путем применом фотомултиметра за детекцију емитованог зрачења из малог прореа направљеном на узорку.

Pasternak et al. [33] су извођењем два експеримента са различитим брзинама загревања узорка и праћењем односа количине њене апсорбоване топлоте и топлоте губитака дошли до експлицитне везе специфичне топлоте и укупне хемисферне емисивности узорка. У првом експерименту брзина загревања узорка је била велика тако да су топлотни губици били занемарљиви у односу на количину апсорбоване топлоте, а у другом експерименту је брзина загревања била спорија тако да је количина топлотних губитака била поредива са количином

апсорбоване топлоте. Недуго затим, Parker [34] је користећи капацитивни систем са великом брзином пражњења успео да забележи фазне преласке испитиваних узорка у широким температурним опсегу. Аквиизициони систем за прикупљање експерименталних података са временском резолуцијом од 2000 читања по минути као и прву корекцију измереног експерименталног сигнала електро моторне силе напонског термopара је први поставио Kollie са “сарадницима” [35]-[36]. Експерименталну поставку и корекцију података на основу онога што је предложио Коли применили су Добросављевић и Маглић [37]-[38] на неколико металних елемената и легура и проценили типичну мерну несигурност специфичне топлоте на максимално 3 %.

У сврху унапређења и модификације импулсне методе Avramescu [39] је мерења извео на узорку у облику жице повезану на ред са једносмерним извором напајања и високострујном прекидачком јединицом. Узорак се у почетном тренутку загревања налазио на собној температури, док се пропуштањем струје кроз њега, веће од 2000 А, загревао до тачке топљења за неколико секунди. Пад напона на узорку и пропуштена струја су мерени осцилоскопом, док се температура загревања узорка добијала из температурно зависне релације отпорности испитиваног материјала. Ова експериментална поставка је допринела решавању проблема импулсних техника где је услед дужег времена трајања електричног импулса долазило до великих топлотних губитака зрачењем, контаминације или испаравања узорка и великог механичког стреса. Користећи описану методу Baxter [40] је први објавио рад у коме металну жицу загрева до тачке топљења за свега 50 ms, док је Nathan [41] одређивао специфичну топлоту челика у близини тачке фазног прелаза примењујући директно мерење температуре тачкасто завареним термopаровима. Излазне сигнале температуре, струје и напона је бележио двоканалним осцилоскопом. Значајан допринос у развоју импулсне методе су потом дали Taylor и Finch [42]-[43] који су температуре узорка изнад 1100 °C мерили оптичким пирометром чије карактеристике и начин конструкције, међутим, нису описали. Интересантно проширење домена рада импулсне методе у условима високог притиска, изнад 10 GPa, описали су Jura и Stark [44] мерењем специфичне топлоте гвожђа.

Од 1970. године струјно-импулсна метода, која се по брзини грејања развила у милисекундну и микросекундну, почиње у већој мери да се користи за одређивање специфичне топлоте електропроводних материјала. Милисекундну импулсну методу на температурама изнад 1200 °C, па до тачке топљења материјала узорка, први је описао Sezairliyan „са сарадницима“ [45] из тада Националног бироа за стандарде (NBS), сада Националног института за стандарде и технологију (NIST). Кроз узорак у облику цеви типичне дужине 100 mm, спољашњег пречника 6 mm и дебљине зидова 0,5 mm, који се у почетном тренутку налазио на собној температури, пропуштен је електрични импулс јачине 2000 А у трајању мање од 1 секунде. На средини узорка је направљен мали правоугаони прорез (1×0,5 mm) који апроксимира црно тело ради мерења температуре оптичким путем применом ултрабрзог пирометра таласне дужине 0,65 μm [46]. Комора у којој је смештен узорак се налазила у вакууму или у инертној атмосфери контролисаног притиска. Струја пропуштена кроз узорак одређивана је преко пада напона на стандардном отпорнику редно везаним за узорак, док је пад напона на средишњем делу узорка праћен посебним сондама. Добијени експериментални сигнали, пад напона на средишњем делу узорка, температура и јачина пропуштене струје кроз узорак праћени су дигиталном аквиизицијом података која је укључивала мултиплексер, аналогно-дигитални конвертор, контролну и повезивачку опрему и бележила их у временским интервалима трајања 0,4 ms са резолуцијом сигнала од 0,1 %. Применом ове милисекундне експерименталне поставке мерена је специфична топлота многих високотемпературних материјала са типичном мерном несигурношћу од 2 % на 1700 °C и 3 % на 2500 °C, при чему је мерење температуре било главни извор мерне несигурности. Убрзо након прве поставке милисекундне струјно-импулсне методе постављене у NIST-у, Righini са “сарадницима” [47] су у Националном институту за метрологију у Италији

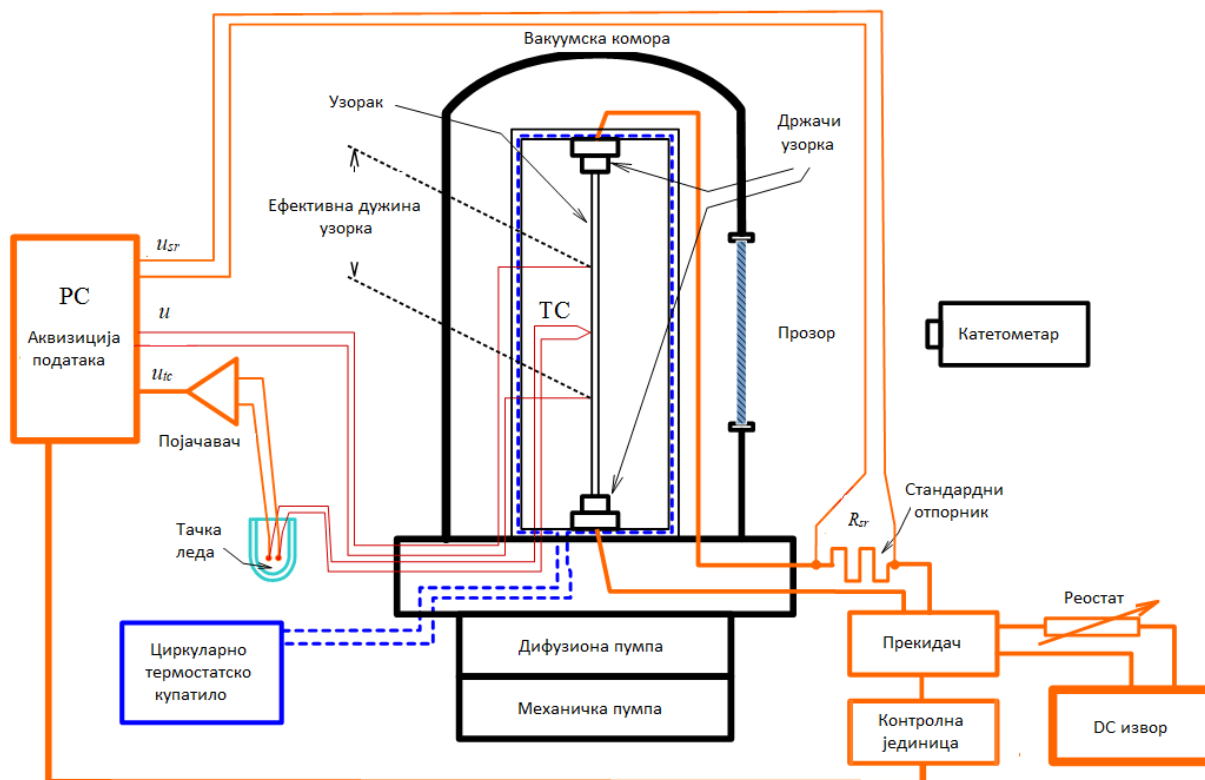
(INRIM) успоставили исту методу са ултрабрзим пирометром са фотодиодним детектором и оперативним DC режимом рада.

Испитивања особина високотемпературних материјала, посебно у фази топљења, односно непосредно пре самог распада узорка под утицајем земљине гравитације, довели су до појаве микросекундне импулсне методе која је постављена најпре у NIST-у [34], затим на Технолошком универзитету у Грацу (TU) [48], у Институту за високе енергије у Москви (IVTAN) [49], и на Универзитету у Келну (FGR) [50]- [53]. Оваква мерења захтевају веома јак струјни импулс, реда величине 20 kA, који се постиже пражњењем батерије кондензатора великог капацитета, реда величине 1 mF, што доводи до загревања узорка до 10000 °C у временском интервалу од 100 до 200 μ s. За детекцију тако високих температура развијени су посебни пирометри који раде на две или више таласних дужина, [54].

У свим научним установама које се данас баве струјно-импулсном калориметријом, мерење температуре узорка се обавља оптичким путем, осим у Институту Винча, где је задржан контактни метод мерења применом термопарова одговарајућег типа. Коришћењем термопарова ова метода је ограничена брзином грејања до 1000 °C/s и спада у групу милсекундних. У циљу продужавања опсега мерења који превазилази опсег рада примењеног термопара Милошевић [55] је предложио да се из екстраполиране криве спектралне нормалне емисивности узорка за сваки експериментални циклус изврши конверзија температуре зрачења у апсолутну температуру узорка.

3.3 Експериментална поставка у Институту Винча

Шематски приказ апаратуре за примену струјно-импулсне методе инсталиране у Институту Винча приказан је на Сл. 13. Апаратура се састоји од следећих јединица: држача узорка и система за хлађење узорка, вакуумске коморе, кола за формирање струјног импулса, мерног и аквизиционог система и одговарајућих контролних и помоћних уређаја.

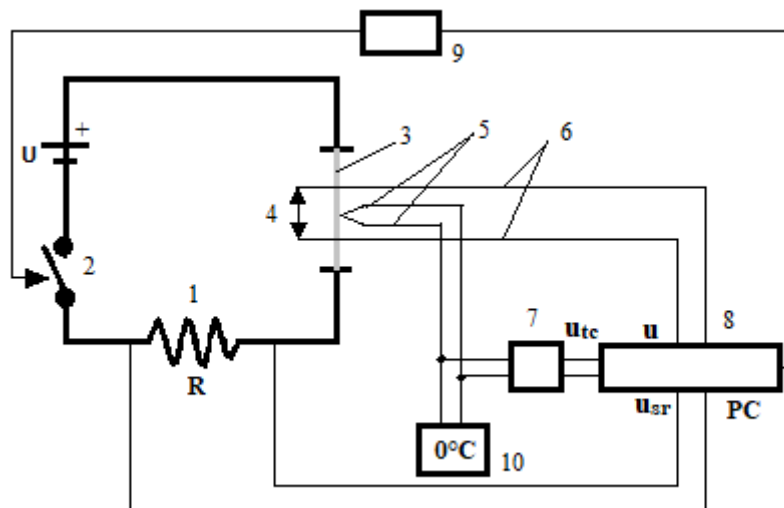


Сл. 13. Блок шема струјно-импулсне апаратуре инсталиране у Институту ВИНЧА

Држач узорка и јединица за хлађење су направљени од две подесиве бакарне клеме и система за хлађење узорка. Клеме које су повезане серијски на струјно-импулсно коло чврсто држе узорак у вертикалном положају, тако да је горња клема фиксирана, док се доња слободно помера у вертикалном правцу што спречава савијање узорка услед његовог топлотног ширења. Да би се одржала температура узорка пре импулсног загревања, обе клеме су окружене хладњацима од нерђајућег челика кроз које протиче расхладна течност из циркуларног термостатског купатила. Хлађењем клема, почетна стационарна температура узорка се може спустити до 0 °C.

Држач узорка је смештен унутар коморе из које се може испумпати ваздух коришћењем посебне две вакуум пумпе, механичке или ротационе и дифузионе. Експерименти се обављају у вакууму реда величине 10^{-3} Ра чиме се спречава оксидација узорка при високим температурама. Комора има два велика прозора од кварцног стакла која служе за посматрање узорка и телескопско мерење удаљености напонских извода, односно ефективне дужине узорка.

Коло за формирање струјног импулса састоји се из једносмерног извора напајања, реостата, стандардног отпорника и високострујне прекидачке јединице повезаних на ред са узорком, што је приказано на Сл. 14, [56]. Прекидачка јединица састоји се од два релеја и контролише се помоћу рачунара и софтвера где се подешава време загревања и параметри прикупљања података. Смер струјног импулса се регулише посебним прекидачем. Минимално време трајања импулса је око 50 ms што је граница покретљивости механичких делова релеја. Јачина струјног импулса, која је у пракси реда величине 1000 А, мери се праћењем пада напона на стандардном отпорнику од 1 mΩ. Једносмерни извор напајања је један или више батерија великог капацитета, везаних у ред. Са већим бројем батерија се постиже већа брзина загревања испитиваног узорка.



Сл. 14. Шематски приказ струјног кола : 1. Стандардни отпорник, 2. Два релеја, 3. Узорак, 4. Ефективни део узорка, 5. Термопар, 6. Напонски водови, 7. Појачавач сигнала, 8. Аквизициони систем, 9. Контролни уређај, преузето из [56]

„Промена температуре узорка у јединици времена мери се интринсично завареним термопаровима на средини узорка. На по 1 cm од обе стране завареног термопара постављају се напонски водови који детектују пад напона и одређују ефективну зону узорка на којој се мере све експерименталне величине. Најчешће примењивани термопарови за детекцију температуре узорка у средишту ефективне зоне су К, S или С типа и њихов избор зависи од потребног опсега температура. К тип је направљен од легуре никла и алуминијума (алумел) и никла и хрома (хромел) и користи се за опсег температура од -270 °C до око 1350 °C,

термопар С типа је на бази племенитих метала, чији је један вод од чисте платине, а други од легуре платине и родијума и користи се до око 1700 °С, док термопар С типа представља комбинацију две легуре волфрама и ренијума за мерења до највиших температура око 2300 °С. Ради смањења карактеристичног времена одзива термопарова приликом брзих и значајних промена температуре узорка, сви термопарови се праве од жица најмањих комерцијално расположивих пречника (од 25 до 75 μm). Ради достизања потребне тачности мерења температуре, хладни крајеви термопарова се увек држе на температури тачке леда (одговарајућој мешавини леда и дестиловане воде). За мерење пада напона на ефективном делу узорка користи се исти тип термопарске жице као и за мерење температуре, са разликом што се за оба напонска вода узима жица исте легуре”, (цитиран пасус преузет из [56]).

Мерна процедура се обавља уз помоћ рачунара, тј. аквизицијом података, контролисањем струјног импулса, као и архивирањем и обрадом експерименталних сигнала. Мерно-аквизициони систем се састоји од вишеканалне 16-битне картице са утикачким панелом [57], појачавача сигнала Electronic Design CA-121 (CA-30) и наменски развијеног софтвера. На аквизициону картицу се доводи претходно појачан сигнал термопара, сигнали пада напона по ефективној дужини узорка и сигнал пада напона са стандардног отпорника. Уз помоћ софтвера се подешавају параметри аквизиционе (учестаност и број мерења), контролишу релеји и врши складиштење измерених величина. Детаљи мерно-аквизиционог система апаратуре у Институту Винча се могу наћи у референци [58], док су на Сл. 15 приказане фотографије описане апаратуре са спуштеном и подигнутом комором.



Сл. 15. Фотографије струјно импулсне поставке са спуштеним и подигнутим звоном у Институту „Винча“, преузето из [56]

Приказаном експерименталном апаратуром у Институту „Винча“ најчешће се врше испитивања узорака таквих диманзија да се може применити апроксимација дугачке и танке жице. Уобичајене димензије су око 200 mm дужине и 2 до 3 mm пречника. Међутим, израда дугачких узорака може бити компликована у смислу да се не може постићи униформна дебљина, као што је, на пример, био случај код истраживања рутенијума [59] или су сами материјали веома скупи, као на пример родијум [60], па је неопходно смањити укупну масу узорка. Са друге стране, услов да узорак буде танак има својих ограничења будући да се смањењем његовог пречника повећава електрична отпорност узорка, што доводи до потребе за већом електричном енергијом која је потребна да се узорак загреје до жељене

температуре. Истовремено, смањењем пречника се смањује и површина узорка, што знатно отежава мерење његове температуре, било да је реч о контактном мерењу где је потребна довољна површина узорка ради квалитетног интринсичног споја термopара и узорка или је реч о бесконтактном мерењу температуре где је потребно фокусирати удаљени радијациони термометар на малу површину узорка. Дакле, поменути захтеви могу довести до неопходности испитивања узорака мањих дужина и релативно већих пречника, чиме се оправданост апроксимације дугачке и танке жице доводи у питање.

У наредној глави су описана нумеричка истраживања на основу теоријског модела који подразумева узорке у облику цилиндра, тј. жице релативно кратких дужина и већих пречника. Резултати ових истраживања су приказани за узорке различитих материјала, димензија и за различите брзине грејања и разматран је утицај добијене неуниформности температурне расподеле на мерну несигурност одређивања специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности.

4. Нумеричка исраживања

4.1 Модел

Овај део истраживања у циљу даљег развоја струјно-импулсне методе заснива се на изради новог нумеричког модела за случај када ефекат провођења топлоте кондукцијом дуж узорка и по његовом попречном пресеку не може бити занемарен, тј. када апроксимацију дугачке танке жице није оправдано применити. Пратећи доступну литературу, досадашње нумеричко моделовање заснивало се на апроксимацији дугачке дебеле жице, омогућавајући разматрање утицаја само радијационих губитака по попречном пресеку узорка. Применом новог модела и одговарајућим симулацијама се, међутим, добија процена температурне неуниформности како по попречном пресеку, тако и дуж узорка, тј. унутар његове ефективне дужине, што даје могућност за процену компонената мерне несигурности крајњих резултата специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности, као и процену вредности неопходних параметра за оптимизацију експеримента.

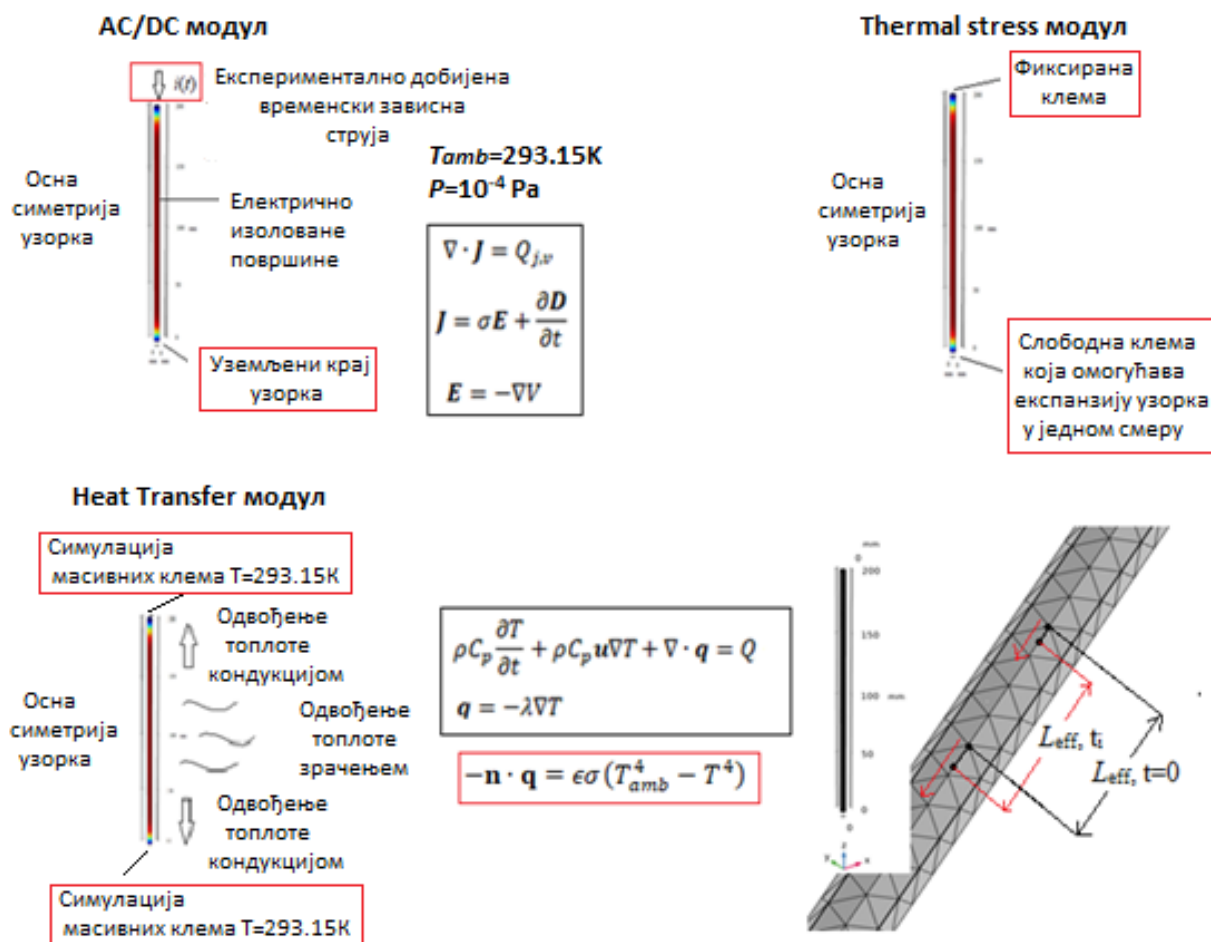
Нови нумерички 3D модел струјно-импулсне методе је направљен у комерцијалном софтверском програму COMSOL® чији се рад заснива на решавању парцијалних диференцијалних једначина по методи најмањих коначних елемента. Математичке једначине на којима се базирају нумерички експерименти су описани једначином дифузионог транспорта топлоте у спрези са Максвеловим једначинама електричног поља и густине струје, као и дефинисаним граничним условом губитака топлоте зрачењем, описаним једначином баланса снаге, преко Фуријеовог и Штефан-Болцмановог закона.

У сврху моделовања су коришћена три софтверска модула: *Heat transfer* модул за пренос топлоте, *AC/DC* модул за провођење електричне струје и *Strain-stress* модул за ефекат термичког ширења материјала. Почетни улазни параметри дефинисали су геометрију узорака и сам материјал. Геометрија узорка је описана његовим пречником и дужином, а материјал особинама, као што су густина, специфична топлота, електрична отпорност, емисивност, топлотна проводност, коефицијент термичког ширења и све то у функцији температуре у облику полинома. Узорак се у почетном тренутку виртуалног експеримента налазио на собној температури, у условима високог вакуума. Излазни резултати модела су били: расподела температуре и густине по целој запремини узорка, пад напона дуж целог узорка, укључујући његову ефективну дужину и промена дужине узорка услед термалног стреса. Симулације су извршене за две верзије модела: прва се односи на сам узорак цилиндричног облика и прилагодљива је за различите струјно-импулсне поставке, док се друга верзија односи на узорак са држачима који одговара карактеристикама струјно-импулсне поставке у Институту ВИНЧА.

Нумерички модел струјно импулсне методе заснован је на пропуштању јаког, временски зависног струјног DC импулса кроз узорак чија је површина електрично изолована. Трајање струјног импулса је реда величине од неколико стотина милисекунди до пар секунди. Пролазак струје је био од горњег краја цилиндричног узорка ка доњем крају, који је био дефинисан као нулти потенцијал. Последица проласка струје кроз узорак је његово нагло загревање до високих температура, што, између осталог, проузрокује зрачење површине узорка, дефинисано Штефан-Болцмановим законом, ка спољашњем, амбијенталном окружењу. Такође, ради симулације хлађења узорка, које се у реалном експерименту остварује помоћу масивних клема кроз које пролази расхладна течност, у првој верзији модела су крајеви узорка постављени на константној амбијенталној температури, док је у другој верзији модела симулиран и пренос топлоте кроз клеме, држећи њихове слободне горње и доње површине на константној амбијенталној температури. Са друге стране, омогућавање термичке експанзије узорка у симулацијама је испуњено истим условима као и

у реалном експерименту, тј. фиксирањем горњег краја узорка и остављањем доњег краја слободним како би му се услед гравитационе силе ефекат температурне експанзије одвијао само у једном смеру.

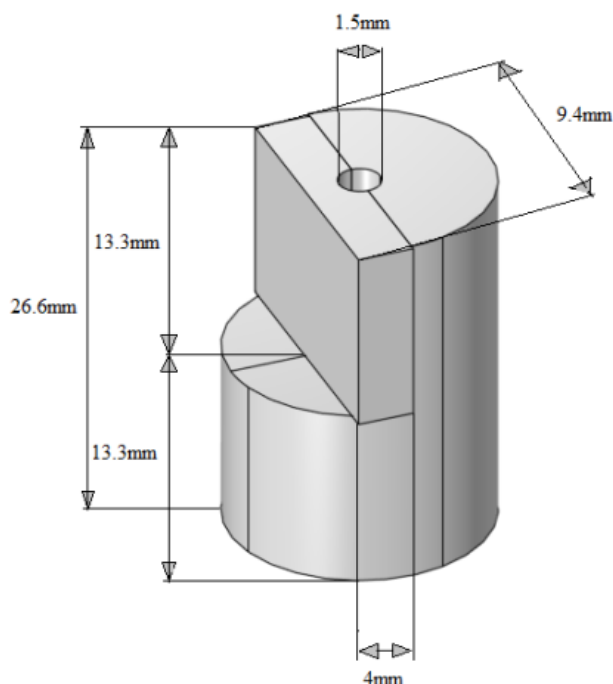
На основу препорука из публикације [24], гушћа (*finer*) мрежа је изабрана као оптимална за 3D симулацију, док је временски корак изабран да буде 1 ms, тј. једнак периоду аквизиције уобичајеног реалног експеримента,. На Сл.16 приказане су коришћени модули као и почетни и гранични услови модела и једначине на којима се модел кратке и дебеле жице заснива.



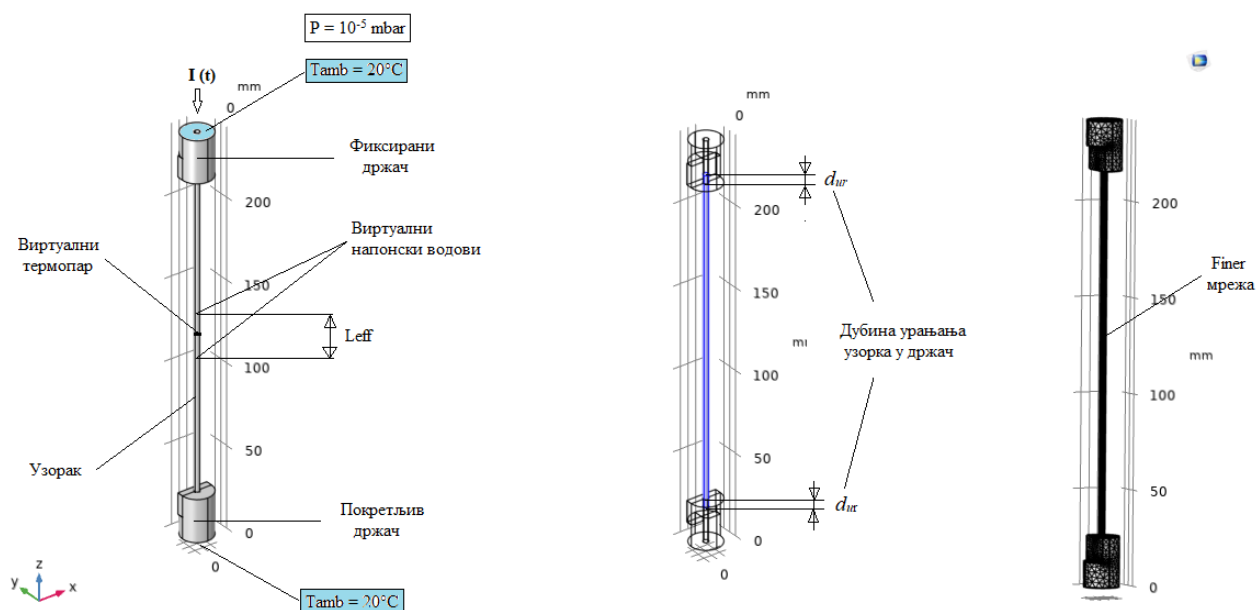
Сл. 16. Почетни и гранични услови модела без држача узорка и једначине на којим се модел заснива. Приказ померања виртуелних напонских сонди услед линеарне експанзије узорка. Црвеним правоугаоницима су обележени гранични услови, док су црним правоугаоницима обележене радне једначине модела

Код друге верзије модела, која је директно примењива на струјно-импулсну поставку у Институту ВИНЧА, моделиран је узорак у чврстом споју са држачима од бакра (клемама), чије димензије и геометрија одговарају реалним условима рада (Сл.17). Узорак је код овог модела смештен симетрично између једног фиксног и другог покретног држача. Слободна спољна површина оба држача је постављена на константну амбијенталну температуру. Термички контакт и електрична отпорност између узорка и држача су занемарени. На Сл.18 су приказани задати почетни и гранични услови виртуалних експеримената који се разликују од почетних и граничних услова из верзије модела без клема. Поред тога су означене зоне узорка на којима се посматрају губици топлоте и мрежа на основу којима су се вршили нумерички прорачуни. Такође, на Сл.18. се може уочити параметар дубине урањања крајева узорка у држаче, означен као d_{ur} , који се показао да знатно утиче на резултате компоненте

мерне несигурности специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности. Више о томе је описано у поглављу 4.6.



Сл. 17. Приказ геометрије држача узорка код струјно-импулсне поставке у Институту ВИНЧА



Сл.18. Верзија модела која укључује држаче узорка: Почетни услови рада индентични са првом верзијом модела кратке и дебеле жице (лево); дубина урањања узорка у држач (средина) и примењена *finer* мрежа (десно)

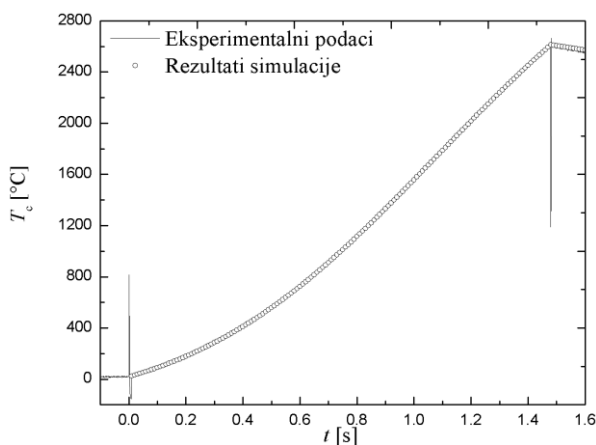
4.2 Верификација модела

У циљу верификације обе верзије развијеног модела, симулације су вршене на узорку од материјала волфрама. Као основни улазни параметар користиле су се експериментално добијене вредности струјног сигнала у временском трајању од 900 ms до 2000 ms за које се узорак загревао до максималних 3300 °C. Сви експериментални струјни сигнали су генерисани уз помоћ напонског извора од 24, 36 или 48V који је био редно везан са узорком

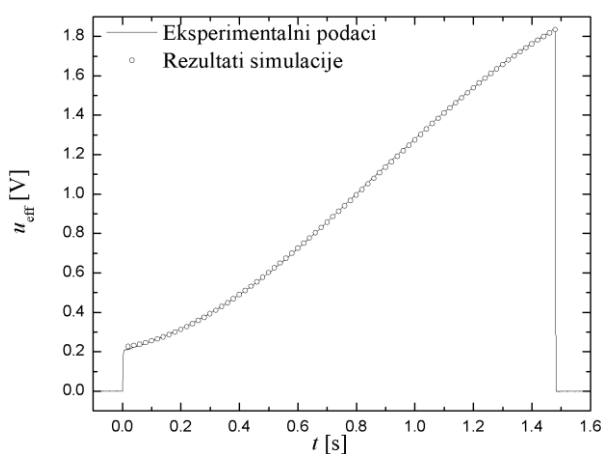
и стандардним отпорником у реалном експерименту. Израчунавање нумеричких вредности расподеле температуре у узорку вршено је и током времена хлађења узорка, тј. након завршетка струјног импулса, као улазног параметра. Да би симулације у потпуности одговарале реалним условима, остали улазни параметри, као што су специфична топлота, специфична електрична отпорност и хемисферна емисивност волфрама, су описане полиномима добијеним из експеримената о којем ће бити речи у наредној Глави 6. Температурно зависне коефицијенте топлотног ширења волфрама су преузети из [61], док је функција топлотне проводности преузета из [62].

Ради верификације развијеног модела, излазни параметри или резултати симулација (пад напона и температура средине ефективне дужине узорка) су поређени са добијеним експерименталним величинама. У почетном тренутку загревања ефективни део узорка је означен задавањем координата виртуелних напонских сонди, на позицијама идентичним као у реалним експерименталним условима, тј. на размаку од 20 mm, по 10 mm од средине узорка. Пратећи линеарну експанзију узорка, координате ефективне зоне се померају у складу са дилатацијом узорка за сваки временски корак периода грејања. На овај начин се симулира померање напонских водова као последице линеарног ширења у реалном експерименту. Све излазне величине модела су посматране у ефективном делу узорка, као и по централном попречном пресеку узорка унутар његове ефективне зоне.

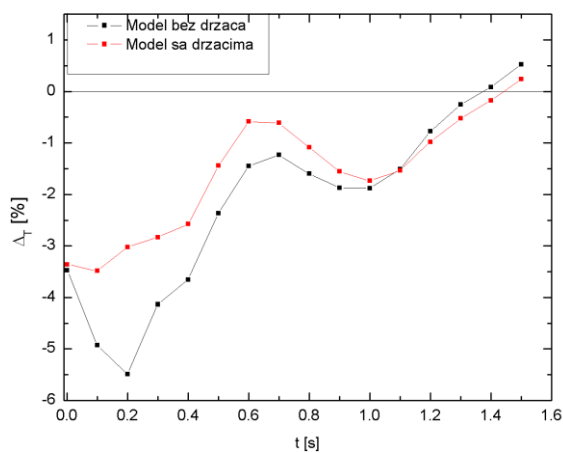
Пример добијених нумеричких вредности температуре средине ефективног дела узорка и пада напона модела са држачима узорка приказан је на Сл. 19а и 19б у поређењу са одговарајућим експерименталним вредностима. Релативна одступања нумеричких од експерименталних вредности, Δ_T и Δ_U , како за модел са држачима тако и без држача су приказана на Сл. 19в и 19г. Види се да је највеће одступање код оба модела мање од 6 % и то на почетку импулсног грејања, што је последица уобичајене сметње тог дела сигнала, како температуре, тако и пада напона, услед појаве електромагнетне сметње приликом рада струјног прекидача и прошустања струје у почетном тренутку, као и разлике дубине урањања узорка у држач, која у реалности не може бити савршено симетрична. Са друге стране, највеће средње релативно одступање је нешто мање у случају коришћења модела са држачима, што је и очекивано будући да је тај модел свакако приближнији реалности.



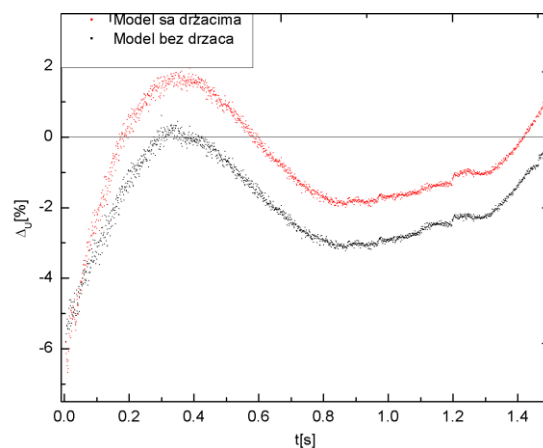
(a)



(б)



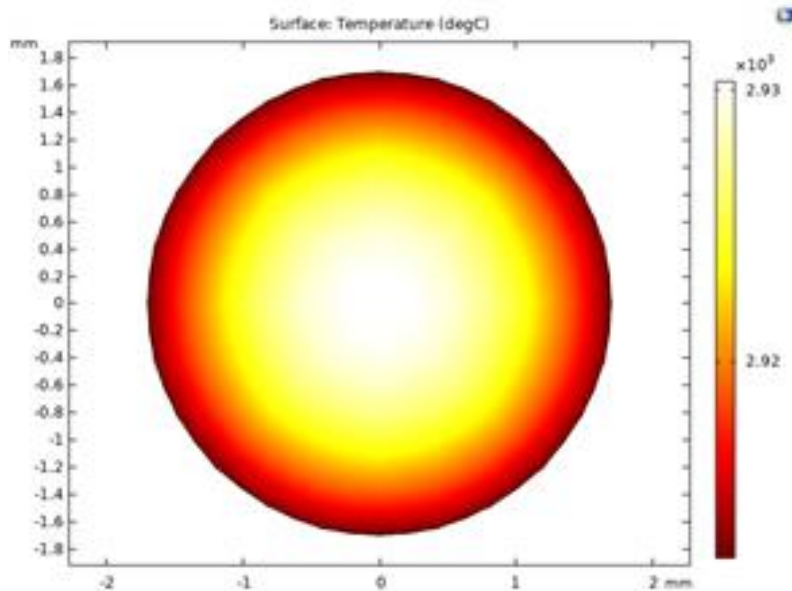
(B)



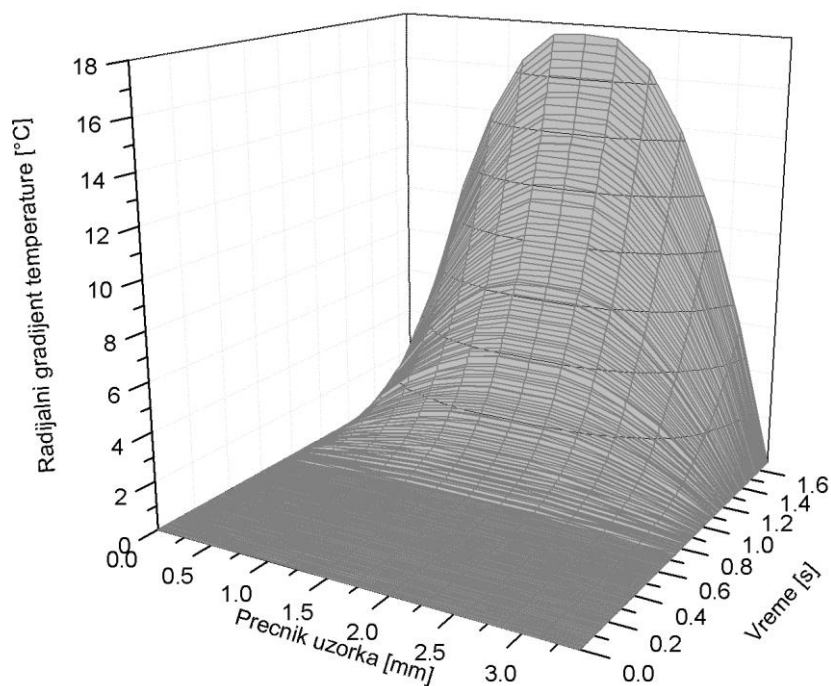
(Г)

Сл. 19. Поређење симулираних и експерименталних вредности (а) температуре средине ефективне дужине и (б) пада напона по ефективној дужини узорка, као и њихова релативна одступања (в) и (г), респективно, за обе верзије модела

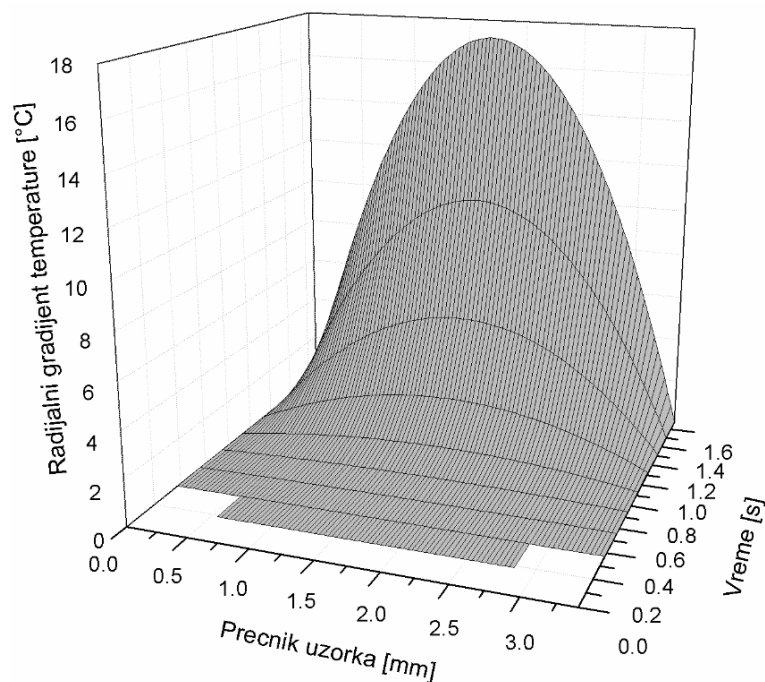
Приликом верификације развијеног модела, и пропуштањем струјних сигнала различите дужине трајања кроз узорак, добијене су вредности и расподеле температуре по попречном пресеку и по дужини узорка. Што се расподеле по попречном пресеку тиче, за струјни импулс од 1.7 s, где се узорак грејао до приближно 3000 °C, уочена је температурна разлика од 17,6 °C код модела без, односно 17,2 °C код модела са држачима. На Сл. 20а је приказана расподела температуре по попречном пресеку средишњег дела узорка у тренутку достизања максималне температуре, тј. промена расподеле температуре по радијалној оси узорка током његовог загревања за оба разматрана модела (Сл. 20б и Сл. 20ц).



а)



б)

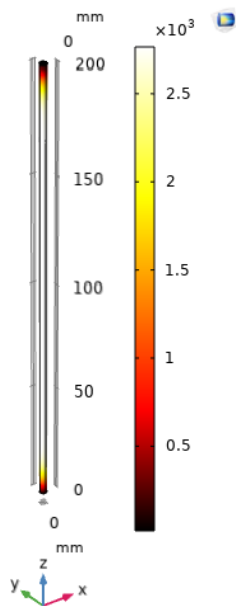


ц)

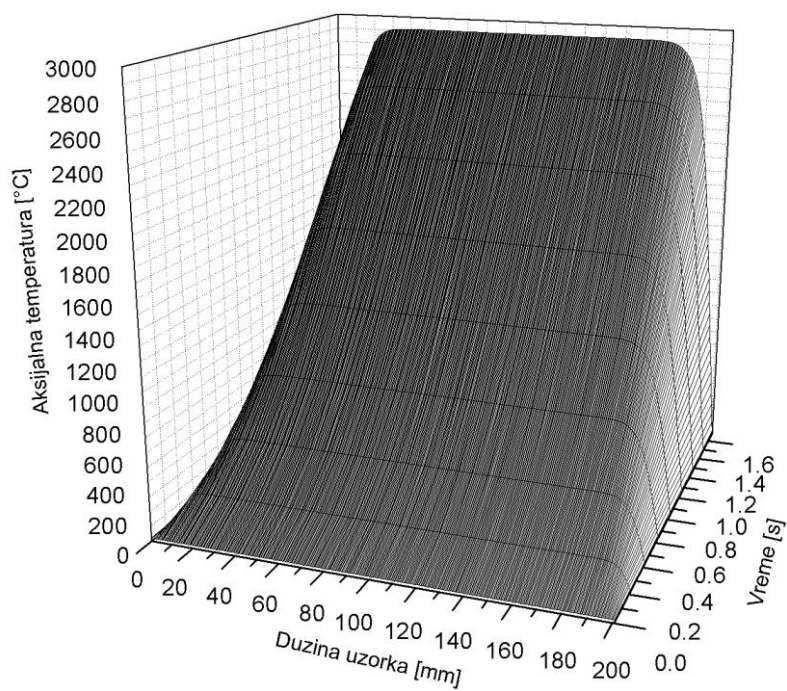
Сл. 20. Расподела температуре по централном попречном пресеку узорка (а) у тренутку достизања максималне температуре; (б) током грејања за модел без држача, [63] и (ц) током грејања за модел са држачима

Са друге стране, на Сл. 21а је приказана расподела и вредности температуре дуж површине целог узорка у тренутку достизања максималне температуре, док су на Сл. 21б и Сл. 21ц приказане промене исте температуре у времену током загревања узорка за струјни импулс од 1,7 s за модел без и са држачима, респективно. У моделу без држача, крајеви узорка су на константној собној температури, док се у моделу са држачима крајеви узорка загревају чак до приближно 500 °C. У оба случаја, међутим, температурна расподела унутар

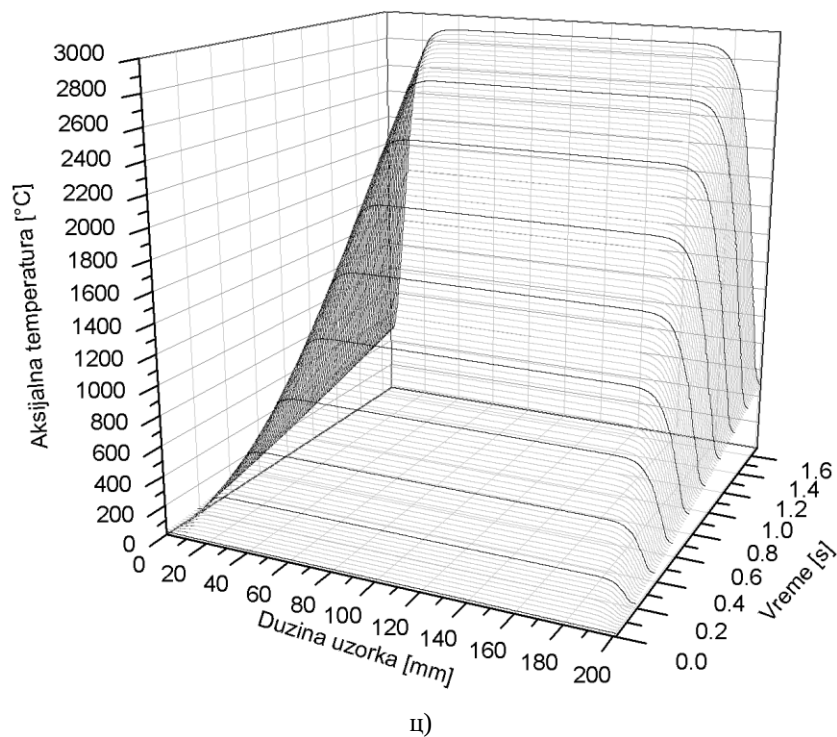
ефективне дужине узорка остаје готово константна, што потврђује валидност апроксимације танке и дугачке жице код експеримента који је коришћен за верификацију развијених модела.



a)

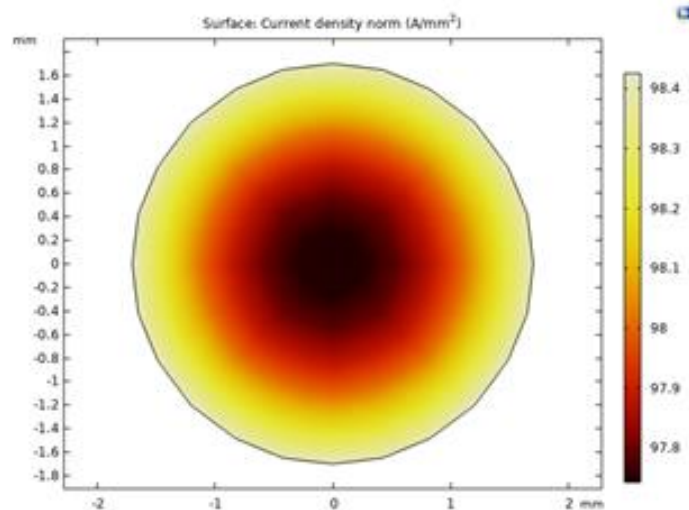


б)

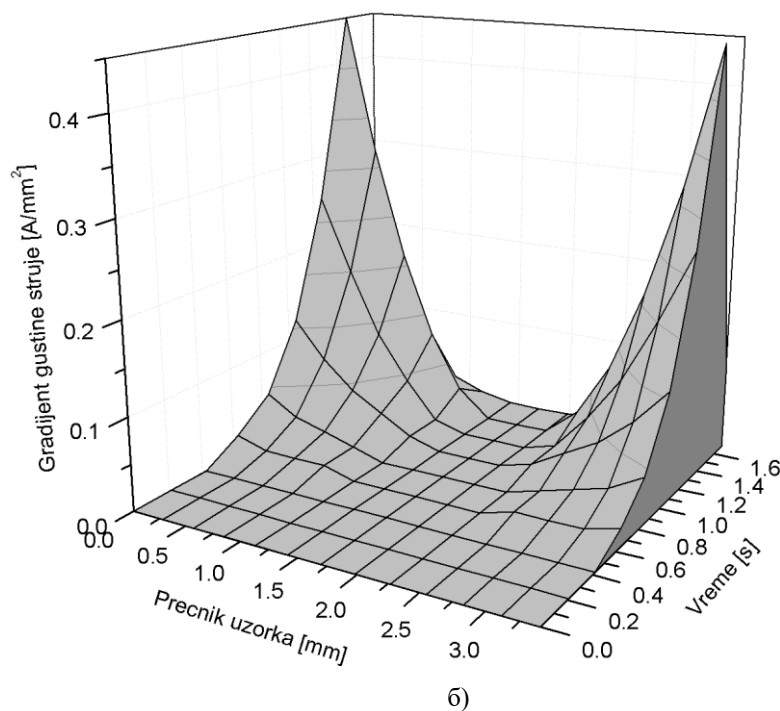


Сл. 21. Расподела температуре површине узорка по дужини узорка (а) у тренутку достизања максималне температуре; (б) током грејања за модел без држача [63] и (ц) током грејања за модел са држачима

У овом примеру, са Сл. 20 и Сл. 21 можемо закључити да су ефекти губитака топлоте услед зрачења значајни по радијалној оси узорка независно од његове дужине, док је употребом дугачких узорка ефекат провођења занемарљив унутар ефективног дела узорка. Утицај површинског или *skin* ефекта у почетном делу мерења у овом виртуелном моделу није уочен због одабраног временског корака симулације од 1 ms, међутим, на температурама изнад 500 °C је примећена већа густина струје на површини у односу на центар узорка. За модел без држача, расподела густине струје за максимално достигнуту температуру се може видети на Сл. 22а, док је промена те расподеле током грејања дата на Сл. 22б. Појава неуниформности густине струје је последица градијента температуре по попречном пресеку узорка услед губитака топлоте зрачењем као што је приказано на Сл. 20а. У зони мање температуре, отпор узорка је мањи, па је самим тим густина струје која пролази кроз ту зону узорка већа и обрнуто. Готово идентичан је случај за модел са држачима.



а)

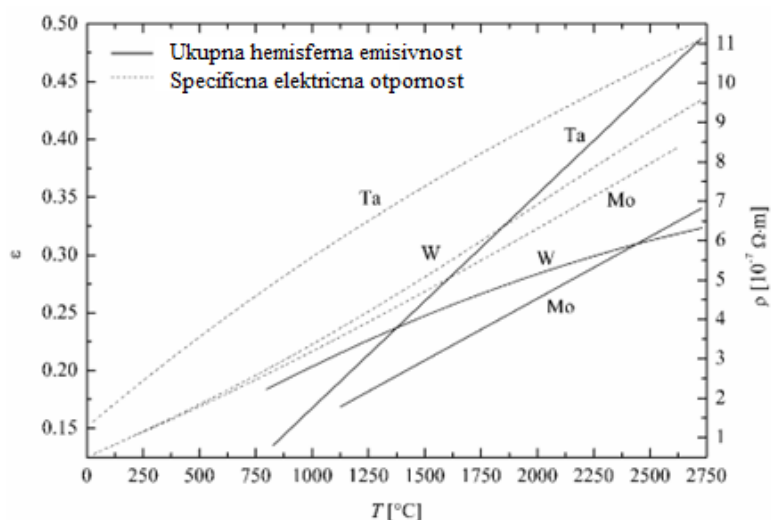


Сл. 22. Распoдела густине струје по централном попречном пресеку узорка (а) у тренутку достигања максималне температуре и (б) током грејања за модел без држача

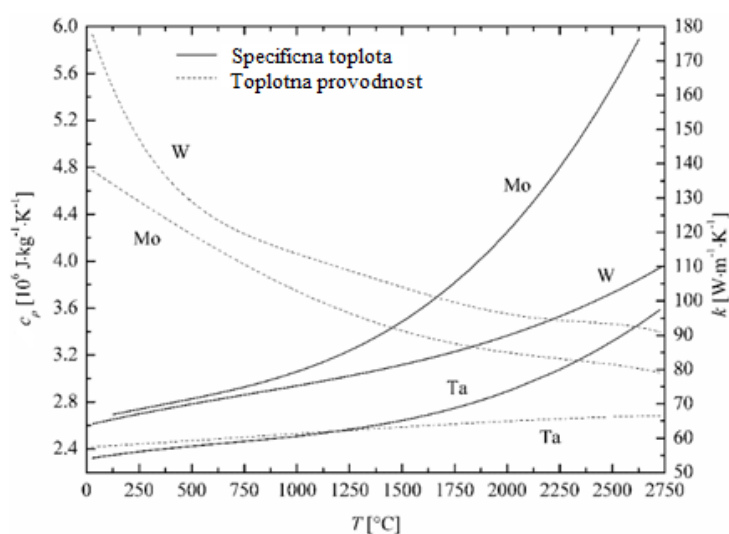
Након успешне верификације модела, односно добијеног поклапања експерименталних са симулираним вредностима по развијеном теорисјком моделу, приступило се даљим нумеричким истраживањима за случајеве различитих димензија и материјала узорка, као и за различите брзине грејања узорка. Уместо експерименталних сигнала струје који су коришћени за верификацију модела, одговарајуће вредности разлике потенцијала између крајева узорка, чиме је симулиран напон ДС напонског извора експерименталне поставке, су коришћене за постизање жељених максималних температура и брзина грејања узорка. Резултати ових симулација су приказани у наредном поглављу.

4.3 Температурна неуниформност по радијалној и аксијалној оци узорка

Ради израчунавања расподеле температуре по попречном пресеку и дужини узорка у општем случају, најпре је коришћен теоријски модел без држача. Симулације су извршене за различите материјале, пречнике и дужине узорка, као и различите брзине грејања узорка. Материјали, волфрам, тантал и молибден, су изабрани због познавања њихових термофизичких особина и значајне разлике њихових вредности. Пречници узорка, D , су били 1, 3 и 5 mm, што одговара танком, средњем и дебелом узорку, дужине узорка, L , су биле 50, 60 и 80 mm, док су се брзине грејања, r_h , мењале у распону од 1000 до 13000 °C/s. Ефективна дужина узорка је одржавана константном на вредности од 20 mm. Улазни подаци за термофизичке особине волфрама и молибдена су описани у претходној глави 6.2 -6.3, док су за тантал преузети из литературе и то: специфична топлота, специфична електрична отпорност и укупна хемисферна емисивност из [64], топлотна проводност из [62] и коефицијент топлотног ширења из [61]. Карактеристичне термофизичке особине, као што су специфична топлота, топлотна проводност, специфична електрична отпорност и укупна хемисферна емисивност у функцији температуре, за сва три материјала, приказане су на Сл 23.



(a)

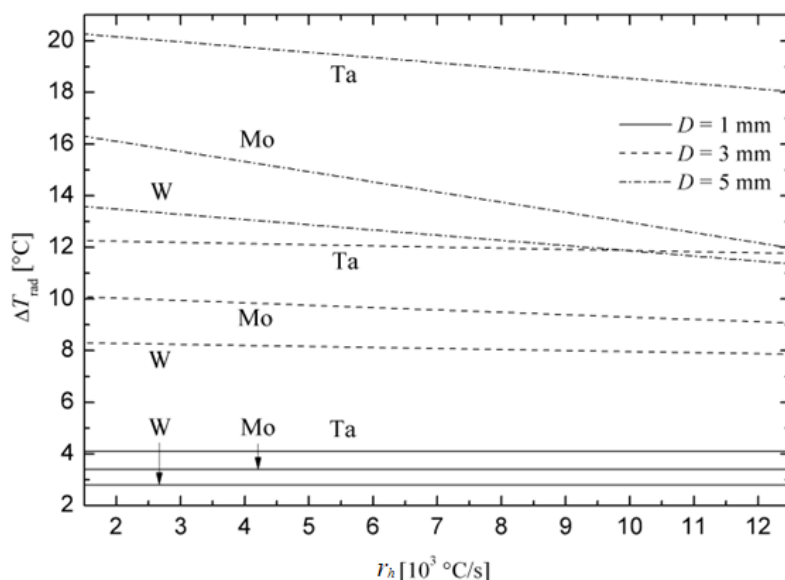


(б)

Сл. 23. Коришћене вредности термофизичких особина волфрама, молибдена и тантала у широком температурном опсегу: (а) укупна хемисферна емисивност и специфична електрична отпорност. б) специфична топлота и топлотна проводност

Као резултат симулација су посматрани параметри радијалне и аксијалне температурне неуниформности, ΔT_{rad} и ΔT_{ax} , који су представљали максималну температурну разлику у централном попречном пресеку узорка и максималну температурну разлику на површини узорка унутар његове ефективне дужине, респективно. Све вредности ових параметара су анализиране за случај када су узорци били на температури од 2500 $^{\circ}\text{C}$.

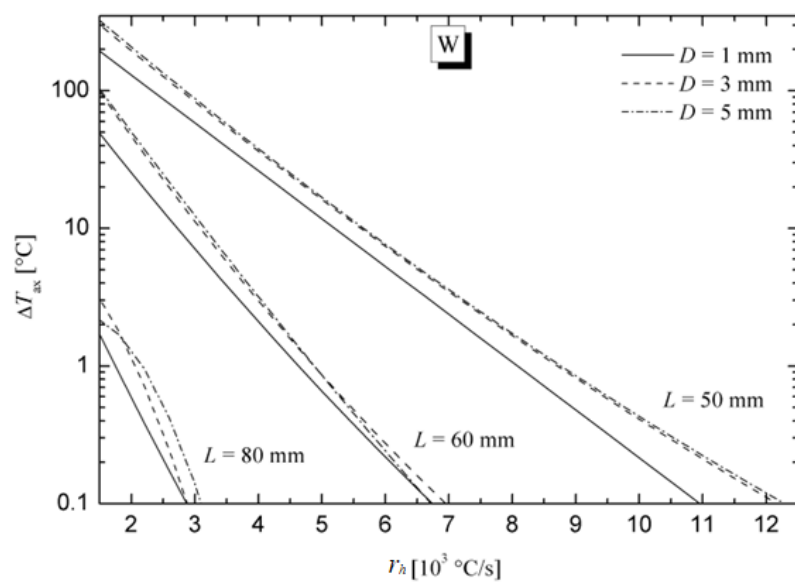
Сумарни резултати симулација температурне неуниформности по попречном пресеку узорка у функцији брзине грејања, за три пречника узорка и три материјала узорка дати су на Сл. 24, [63]. По њима се најпре може видети да је за најмањи пречник узорка радијална температурна неуниформност најмања, без обзира на брзину загревања и материјал узорка. Затим, ова неуниформност се повећава за дебљином узорка, али полако опада са порастом брзине загревања. Што се тиче материјала узорка, радијална температурна неуниформност је највећа за тантал, што се очекује пошто је његова укупна хемисферна емисивност на 2500 $^{\circ}\text{C}$ знатно већа од емисивности волфрама и молибдена (видети Сл. 23а). Према овим резултатима се, дакле, ефекат радијалне температурне неуниформности може занемарити само код танких узорака, што је у сагласности са претходним раније поменутих студијама, док утицај брзине грејања нема велики значај за ову расподелу температуре.



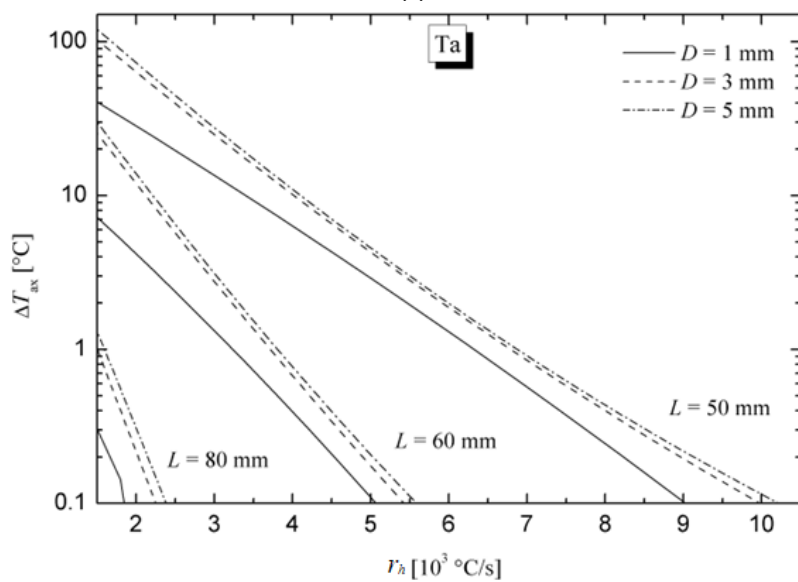
Сл. 24. Радијална температурна неуниформност на 2500 °C по централном попречном пресеку узорка у функцији брзине грејања за три пречника узорка и три материјала, [63]

С друге стране, сумарни резултати температурне неуниформности дуж ефективне дужине узорка у функцији брзине грејања и за различите пречнике и дужине, приказани су на Сл. 25а, б и ц, за материјал узорка волфрам, тантал и молибден, респективно [63]. Према овим резултатима, могу се извести два очигледна закључка: аксијална температурна неуниформност расте са смањењем укупне дужине узорка, док иста подједнако опада са порастом брзине загревања, без обзира на пречник узорка и материјал. Први резултат значи да што је већа укупна дужина узорка, то је боља уједначеност температуре дуж његове ефективне дужине. Исто тако, постоји укупна дужина узорка, у овим примерима 80 mm, испод које аксијална температурна неуниформност драматично расте изнад нивоа од 1 °C. Други резултат открива да, чак и у случају најкраће укупне дужине, аксијална неуниформност практично нестаје са довољним повећањем брзине загревања.

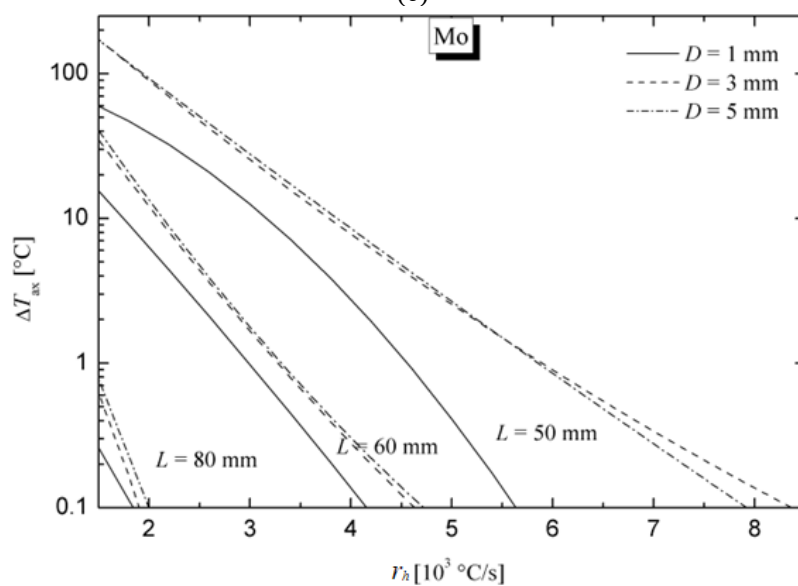
Резултати приказани на Сл. 25 такође показују да на ниво аксијалне температурне неуниформности утичу и пречник и материјал узорка. У општем случају, мањи пречник значи и бољу аксијалну униформност, што имајући у виду и исти ефекат на радијалну униформност, у потпуности оправдава апроксимацију танке и дугачке жице коју су користили претходни аутори. Што се материјала узорка тиче, на неуниформност аксијалне температуре највише утиче топлотна проводност материјала, тако да неуниформност расте са порастом ове особине материјала. Од три одабрана материјала волфрам има највећу, а тантал најнижу вредност топлотне проводности на 2500 °C, тако да је и однос вредности аксијалне неуниформности еквивалентан еквивалентан за исти пречник узорка и брзину загревања.



(a)



(б)



(в)

Сл. 25. Аксијална температурна неуниформност на 2500 °C по ефективној дужини узорка од 20 mm у функцији брзине грејања за три пречника и три укупне дужине узорка и за а) волфрам, б) тантал и в) молибден, [63]

Приказани резултати за радијалну и аксијалну неуниформност температуре откривају сложену зависност ових величина од димензија, материјала и брзине грејања узорка. У пракси су вредности термофизичких особина материјала узорка непознате и не могу се мењати, па је ради оптимизације експеримента и минимизације температурне неуниформности неопходно прилагодити димензије, ефективну дужину и брзину грејања узорка са осталим експерименталним параметрима.

4.4 Неодређеност c_p и ρ услед температурне неуниформности

Имајући у виду да су у симулацијама улазне величине модела, специфична топлота и специфична електрична отпорност у функцији температуре, дате у облику полинома, из добијених резултата аксијалне и радијалне расподеле температуре можемо доћи до процене компонената неодређености ове две величине услед температурне неуниформности по следећим једначинама:

$$uC_{p-rad}^{\Delta T}(T_i) = \left. \frac{\partial c_p}{\partial T} \right|_{T=T_i} \cdot \Delta T_i^{rad} \quad (16)$$

$$uC_{p-ax}^{\Delta T}(T_i) = \left. \frac{\partial c_p}{\partial T} \right|_{T=T_i} \cdot \Delta T_i^{aks} \quad (17)$$

$$uC_p^{\Delta T}(T_i) = \sqrt{uC_{p-rad}^{\Delta T}(T_i)^2 + uC_{p-ax}^{\Delta T}(T_i)^2} \quad (18)$$

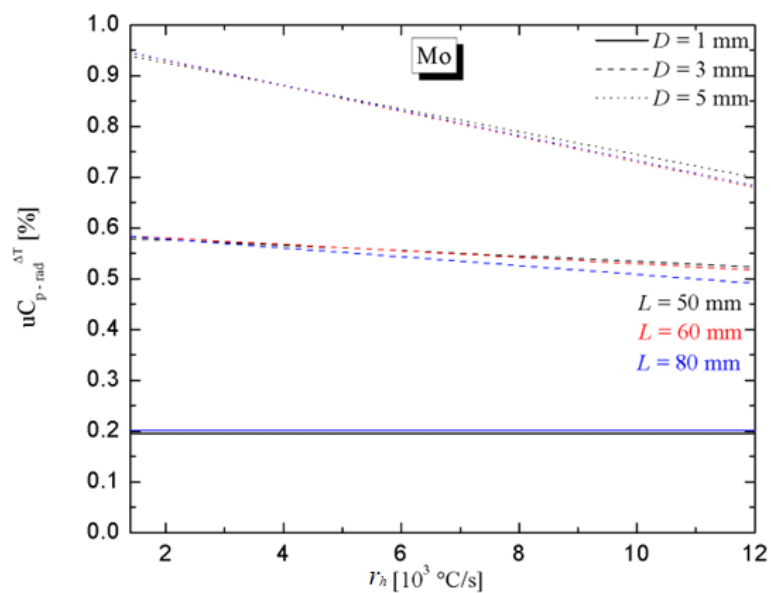
$$u\rho_{rad}^{\Delta T}(T_i) = \left. \frac{\partial \rho}{\partial T} \right|_{T=T_i} \Delta T_i^{rad} \quad (19)$$

$$u\rho_{ax}^{\Delta T}(T_i) = \left. \frac{\partial \rho}{\partial T} \right|_{T=T_i} \cdot \Delta T_i^{aks} \quad (20)$$

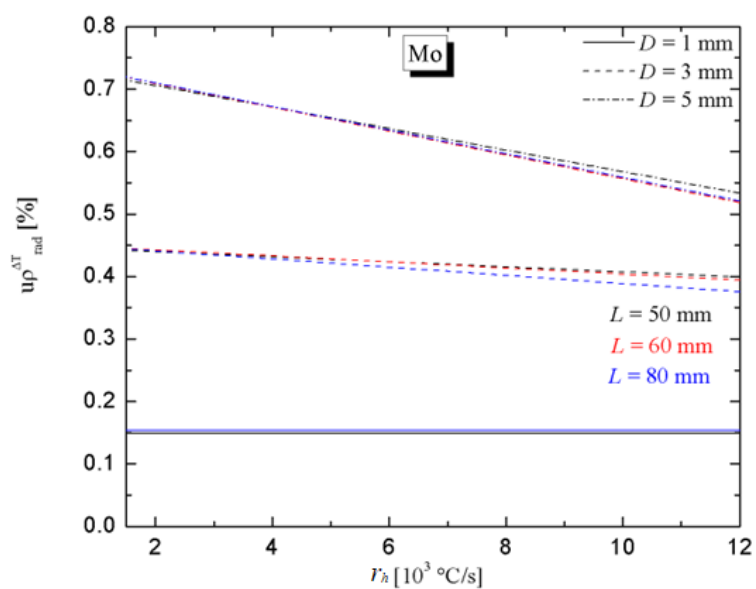
$$u\rho^{\Delta T}(T_i) = \sqrt{u\rho_{rad}^{\Delta T}(T_i)^2 + u\rho_{ax}^{\Delta T}(T_i)^2} \quad (21)$$

где T_i представља жељену температуру загревања (обично је то тачка топљења материјала), индекси ax и rad се односе на аксијалну и радијалну осу узорка, респективно, док су ΔT_i^{ax} и ΔT_i^{rad} максималне температурне разлике по аксијалној и радијалној оси узорка унутар ефективне зоне, при максимално достигнутој температури T_i . Максималне температурне разлике ΔT_i^{ax} , ΔT_i^{rad} су последица губитака и провођења топлоте зрачењем и кондукцијом, као што је приказано у претходном поглављу.

На Сл. 26-28 су приказане релативне вредности компонената неодређености специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности услед неуниформности температуре по попречном пресеку узорка у функцији брзине грејања, и то за све поменуте материјале, дужине и пречнике. Компонента неодређености специфичне топлоте као последица температурне неуниформности по радијалној оси узорка је за све материјале најизраженија код најкраћих и најдебљих узорака, што је у корелацији са вредностима температурне неуниформности датим у претходном поглављу. Са порастом пречника узорка, при фиксној дужини, компонента радијалне неодређености специфичне топлоте се приметно повећава и благо линеарно опада са брзином загревања, за све пречнике, осим за узорак чији је пречник $D = 1 \text{ mm}$, код кога је ова компонента неодређености у функцији брзине загревања готово константна за све дужине узорка. Зависност компоненте неодређености специфичне електричне отпорности услед радијалне температурне неуниформности од брзине загревања има исти облик као и неодређеност специфичне топлоте и обе ове неодређености су у потпуној корелацији са обликом неуниформности температуре по попречном пресеку узорака.

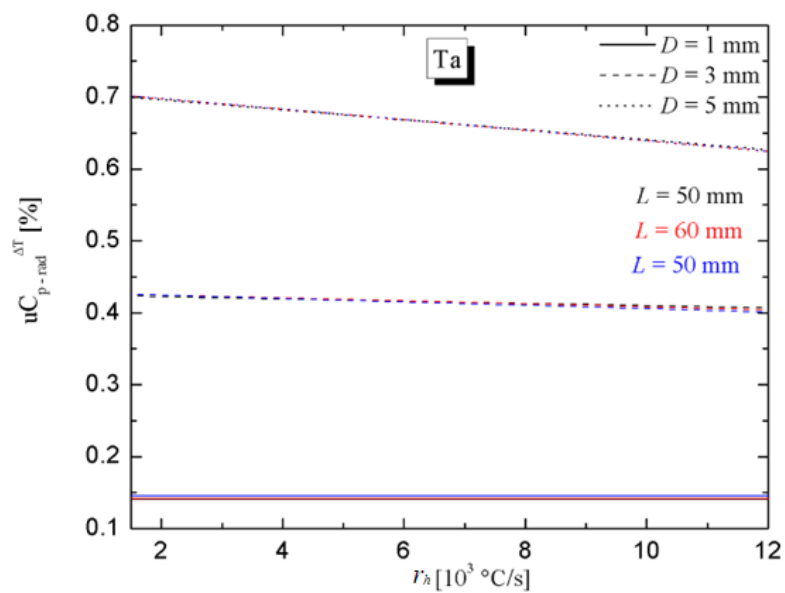


(a)

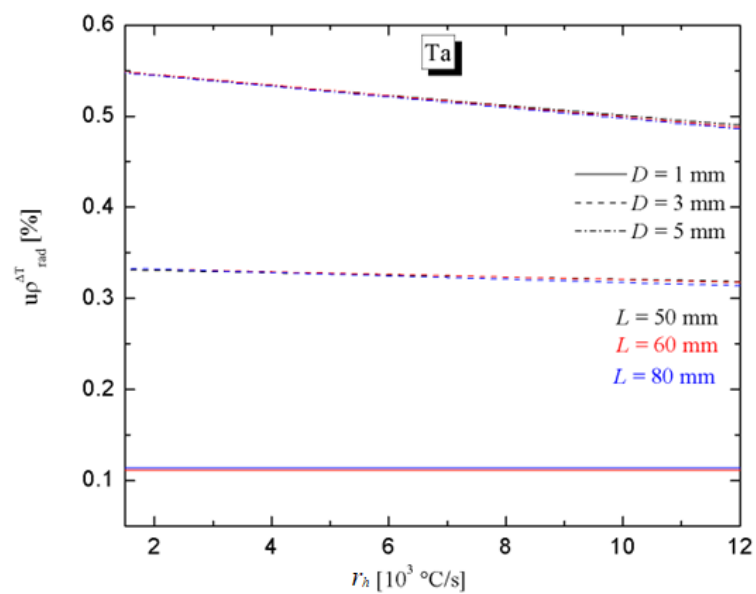


(б)

Сл. 26. Релативна неодређеност (а) специфичне топлоте и (б) специфичне електричне отпорности молибдена услед неуниформности температуре по попречном пресеку узорка на 2500 °C у функцији брзине грејања

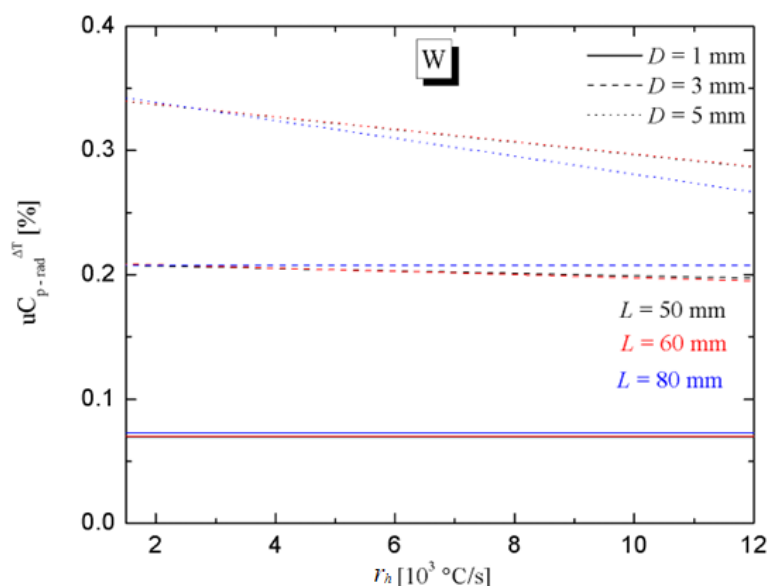


(a)

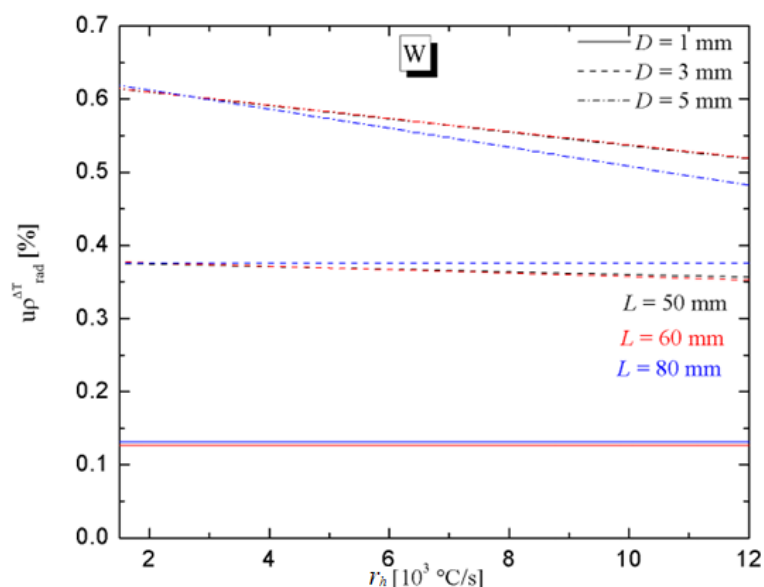


(б)

Сл. 27. Релативна неодређеност (а) специфичне топлоте и (б) специфичне електричне отпорности тантала услед неуниформности температуре по попречном пресеку узорка на 2500 °C у функцији брзине грејања



(a)

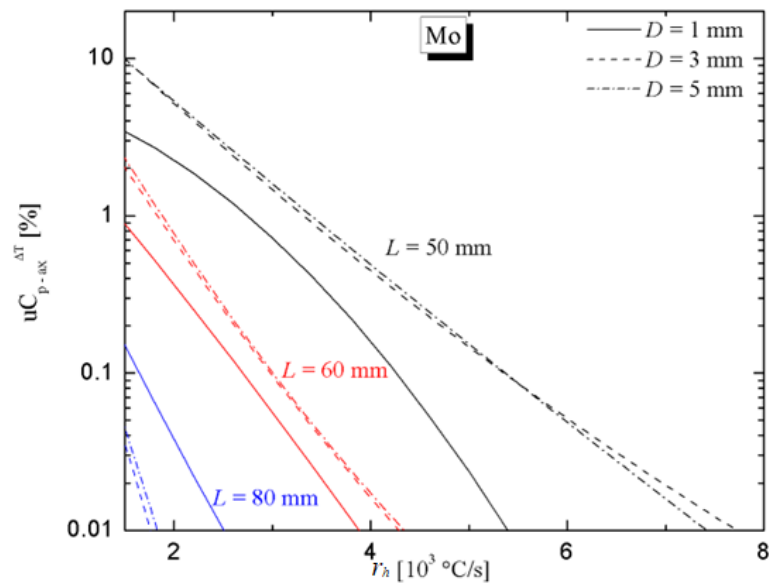


(б)

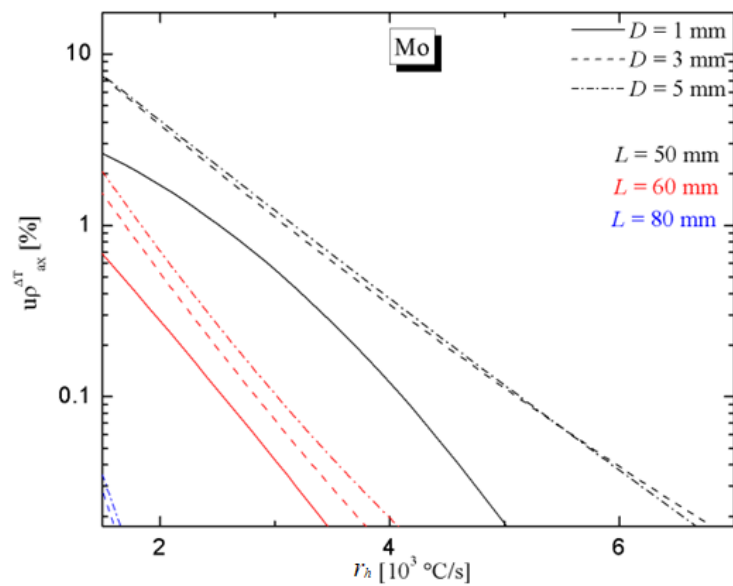
Сл.28. Релативна неодређеност (а) специфичне топлоте и (б) специфичне електричне отпорности волфрама услед неуниформности температуре по попречном пресеку узорка на 2500 °C у функцији брзине грејања

У односу на неодређености услед радијалне температурне неуниформности, неодређености специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности које су последице расподеле температуре по аксијалној оси узорка су знатно веће. Ове компоненте неодређености значајно расту са опадањем укупне дужине узорка, али се и значајно смањују са повећањем брзине загревања узорка, као што се може видети на Сл. 29-31. Такође, примећује се велики раст неодређености са променом пречника испитиваног узорка са 1 на 3 mm за све материјале, док се иста неодређеност чини значајно мањом при промени пречника узорка са 3 на 5 mm. Исто тако, примећен је скоро линеарни пад аксијалних компонената неодређености са порастом брзине загревања код свих материјала, чији су пречници већи или једнаки 3 mm. Што се тиче природе материјала највећа компонента неодређености специфичне топлоте услед неуниформности температуре по ефективној дужини је код

молибдена, а најмања код тантала, док је иста компонента електричне отпорности највећа код волфрама, а најмања код тантала. r_h

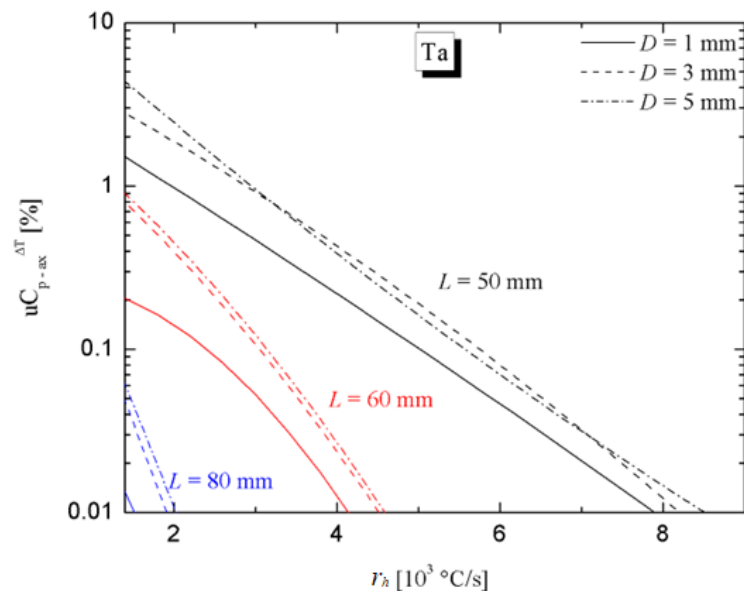


(a)

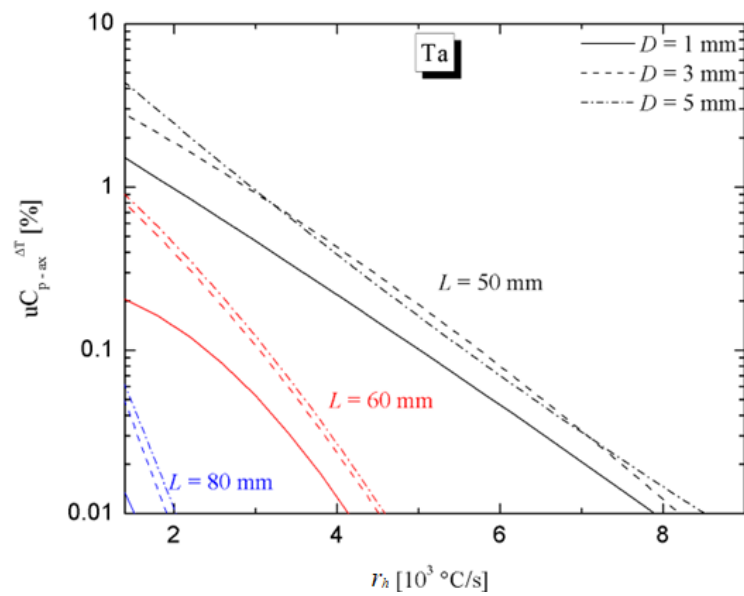


(б)

Сл.29. Релативна неодређеност (а) специфичне топлоте и (б) специфичне електричне отпорности молибдена услед неуниформности температуре по ефективној дужини узорка на 2500 °С у функцији брзине грејања

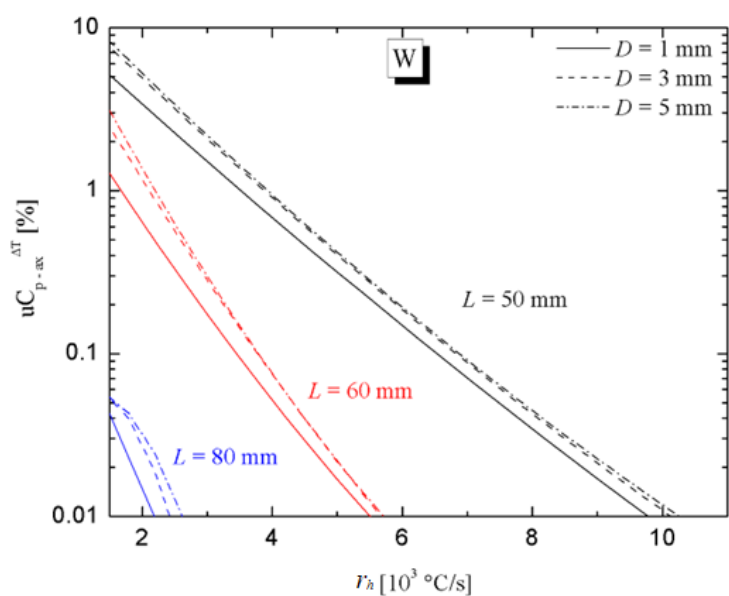


(a)

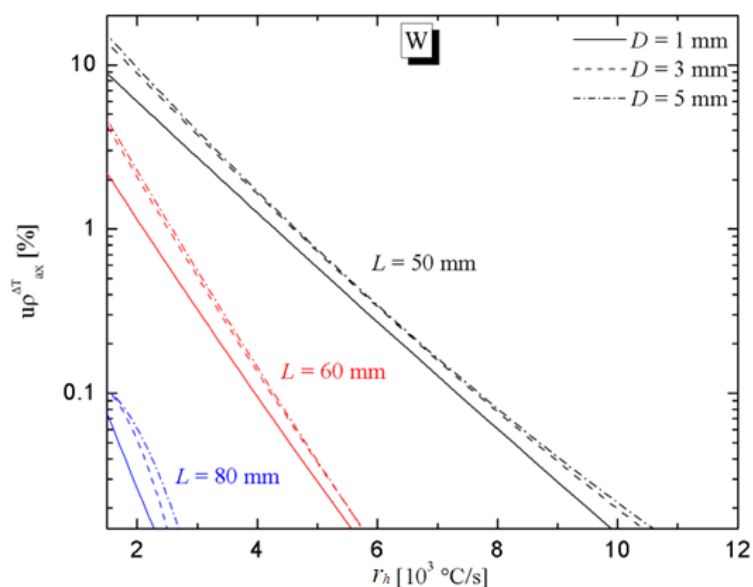


(б)

Сл. 30. Релативна неодређеност (а) специфичне топлоте и (б) специфичне електричне отпорности тантала услед неуниформности температуре по ефективној дужини узорка на 2500 °C у функцији брзине грејања



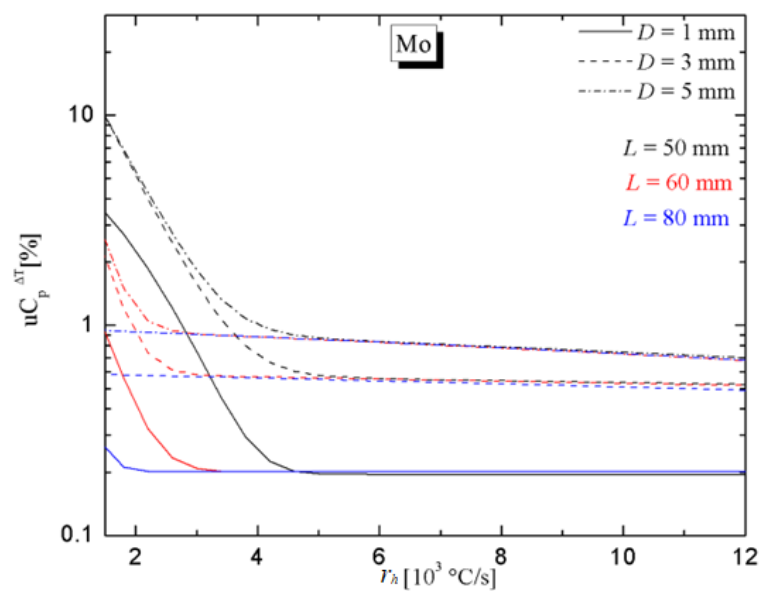
(a)



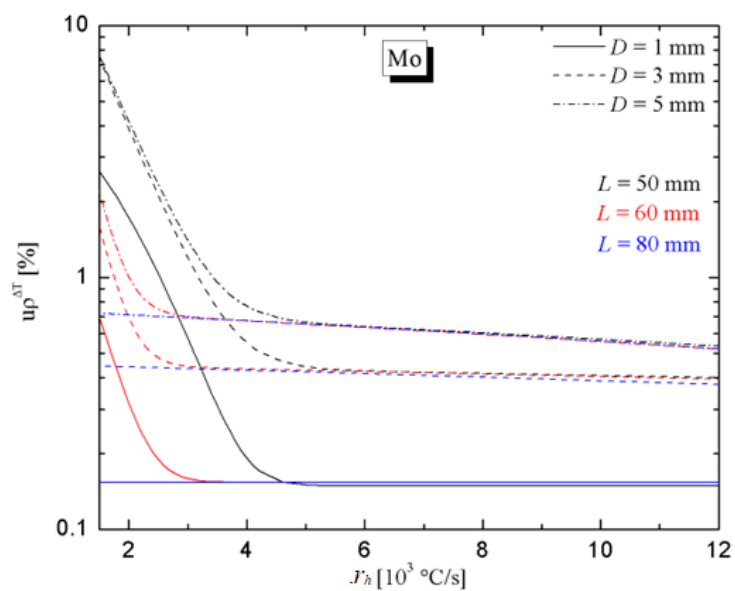
(б)

Сл. 31. Релативна неодређеност (а) специфичне топлоте и (б) специфичне електричне отпорности волфрама услед неуниформности температуре по ефективној дужини узорка на 2500 °С у функцији брзине грејања

Комбинацијом температурне неуниформности по попречном пресеку узорка и по дужини његовог ефективног дела коришћењем једначина (18) и (21), долази се до укупне или комбиноване неодређености специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности. Њихове вредности у функцији брзине грејања су дате на Сл. 32-34 за различите димензије и материјале узорка. Исто тако, комбинована неодређеност је посебно израчуната у функцији пречника узорка и за три брзине грејања типичних за струјно-импулсну поставку Института „Винча“ и ти резултати су приказани на Сл. 35-37.

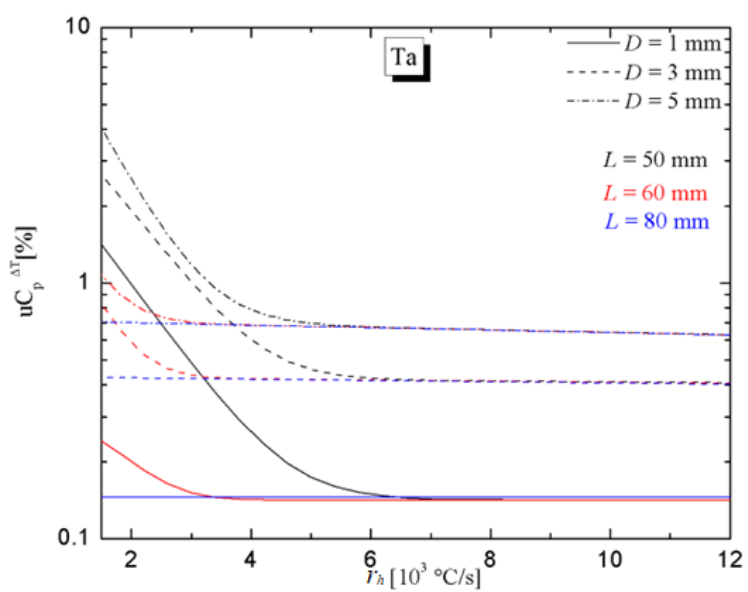


(a)

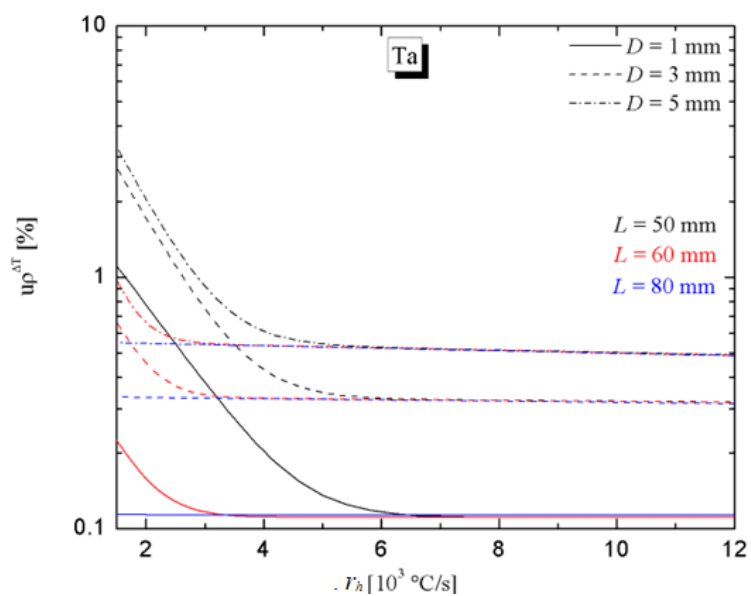


(б)

Сл. 32. Комбинована релативна неодређеност (а) специфичне топлоте и (б) специфичне електричне отпорности молибдена услед неуниформности температуре на 2500 °C у функцији брзине грејања

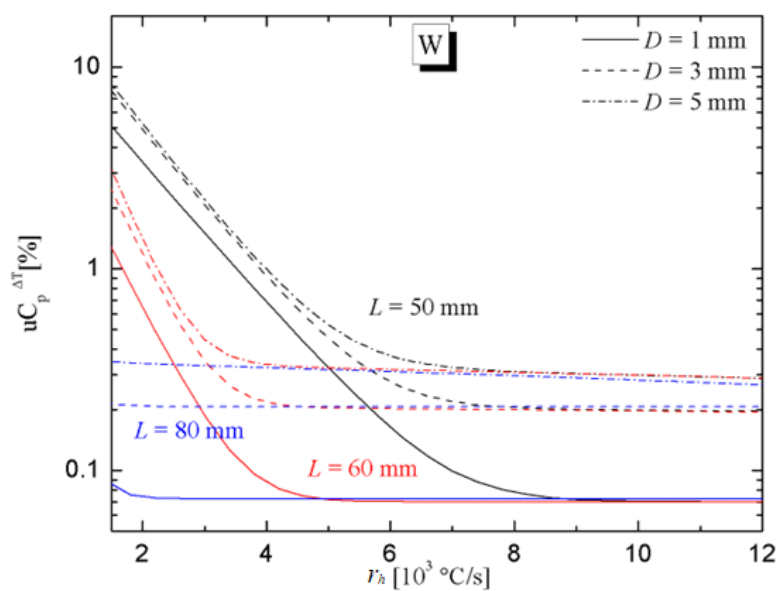


(a)

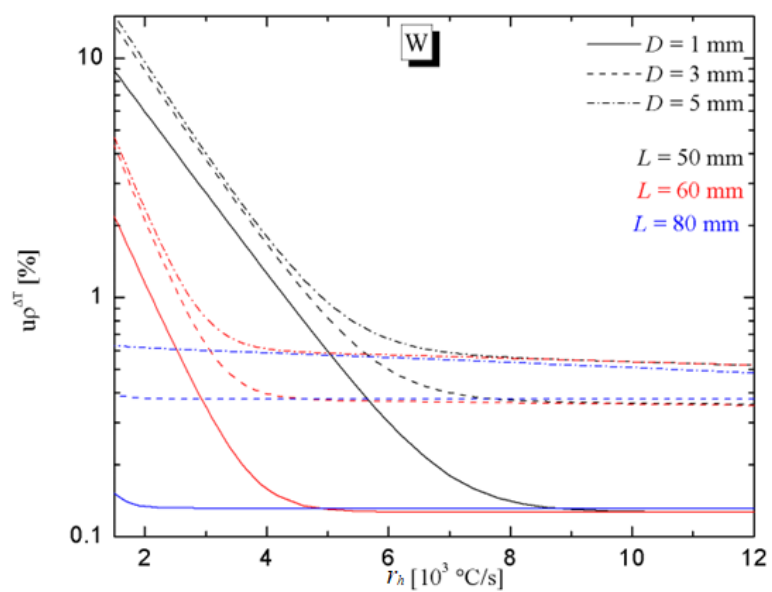


(б)

Сл. 33. Комбинована релативна неодређеност (а) специфичне топлоте и (б) специфичне електричне отпорности тантала услед неуниформности температуре на 2500 °C у функцији брзине грејања

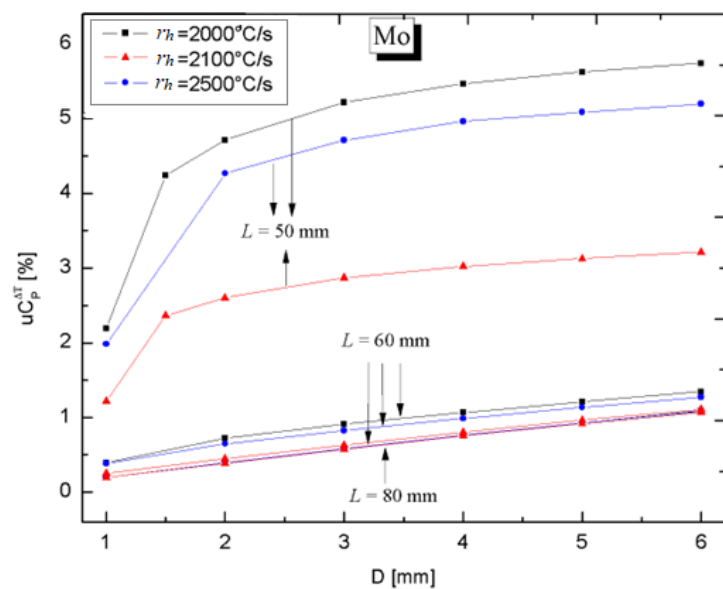


(a)

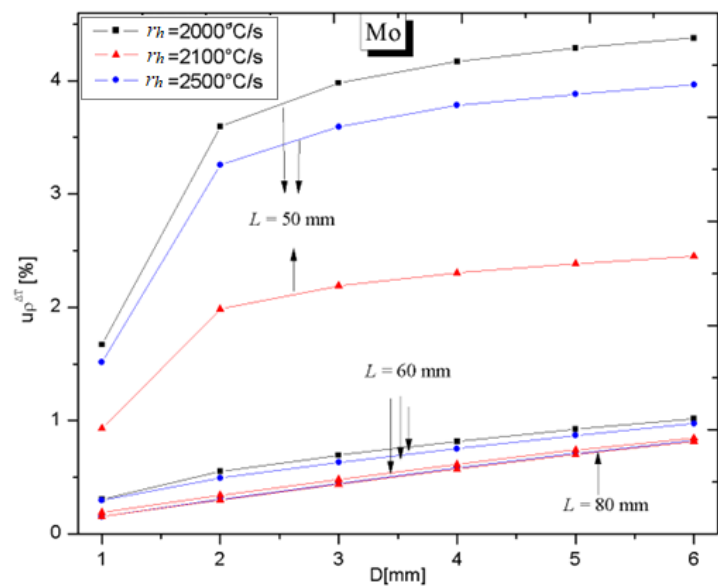


(б)

Сл. 34. Комбинована релативна неодређеност (а) специфичне топлоте и (б) специфичне електричне отпорности волфрама услед неуниформности температуре на 2500 °C у функцији брзине грејања

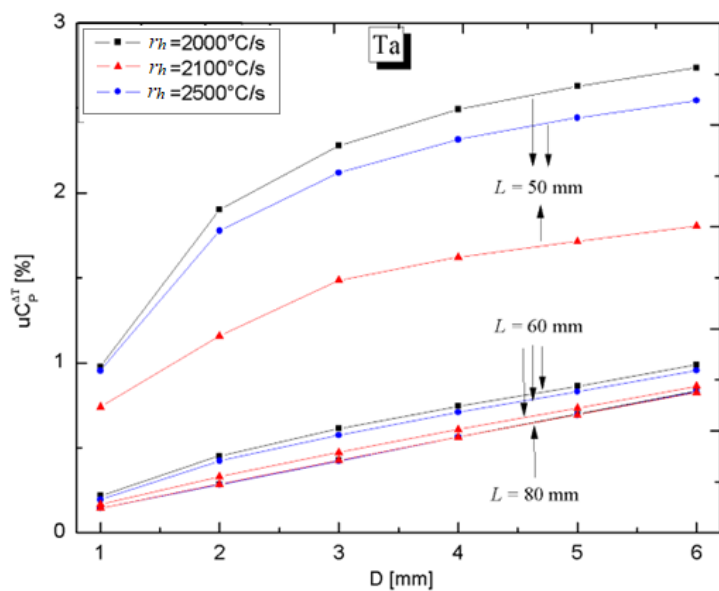


(a)

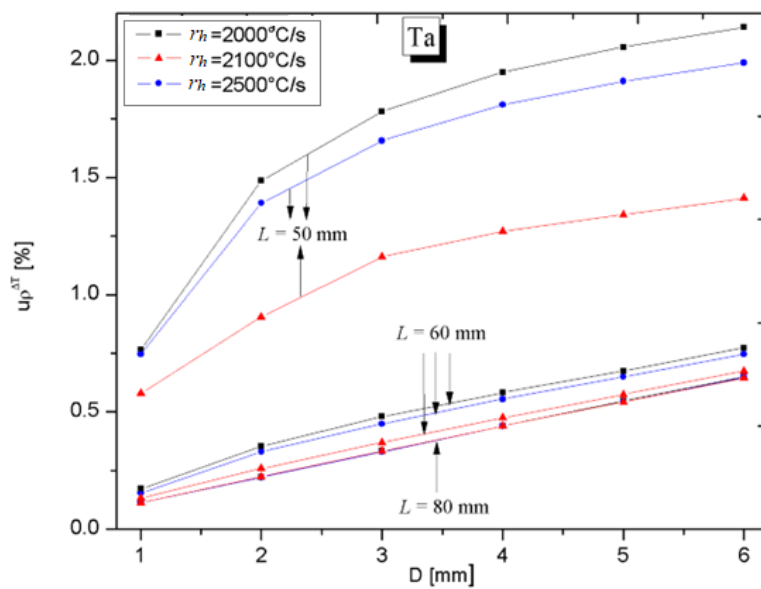


(б)

Сл. 35. Комбинована релативна неодређеност (а) специфичне топлоте и (б) специфичне електричне отпорности молибдена услед неуниформности температуре на 2500 °C у функцији пречника узорка

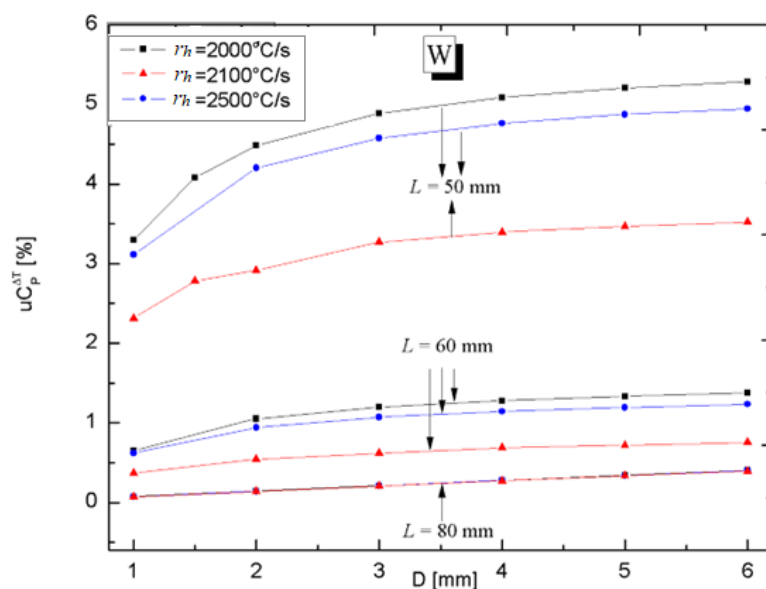


(a)

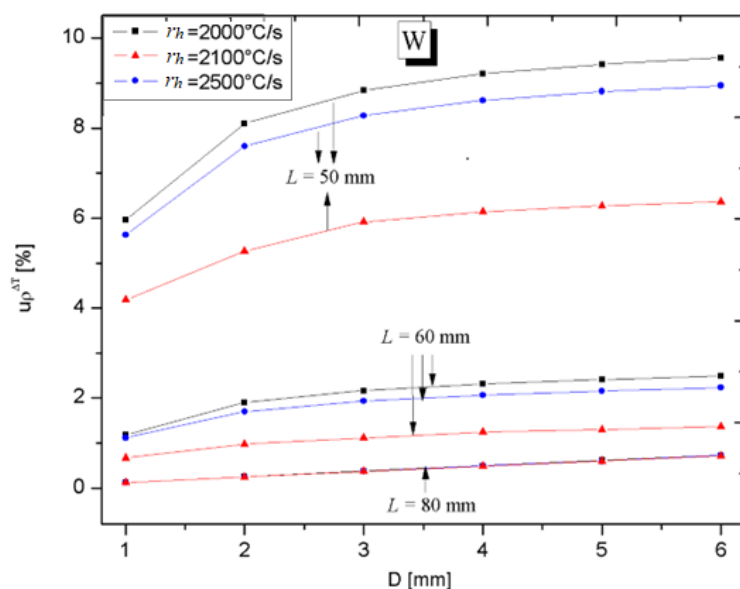


(б)

Сл. 36. Комбинована релативна неодређеност (а) специфичне топлоте и (б) специфичне електричне отпорности тантала услед неуниформности температуре на 2500°C у функцији пречника узорка



(a)



(б)

Сл. 37. Комбинована релативна неодређеност (а) специфичне топлоте и (б) специфичне електричне отпорности волфрама услед неуниформности температуре на 2500 °C у функцији пречника узорка

На основу приказаних резултата комбиноване неодређености специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности, може се уочити:

- да је при нижим брзинама грејања доминантан утицај одвођења топлоте кондукцијом, односно да компонента неодређености специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности већим делом потиче од температурне неуниформности дуж ефективног дела узорка;
- да при достизању одређене брзине загревања утицај одвођења топлоте кондукцијом постаје занемарљив, за разлику од утицаја губитака топлоте зрачењем који практично не зависи од брзине загревања;

- да са повећањем дужине узорка неодређеност услед температурне неуниформности значајно опада и да постоји одређена критична вредност дужине узорка испод које се ова компонента неодређености не може занемарити и
- да се смањењем пречника узорка значајно смањује неодређеност услед температурне неуниформности за све посматране дужине узорака.

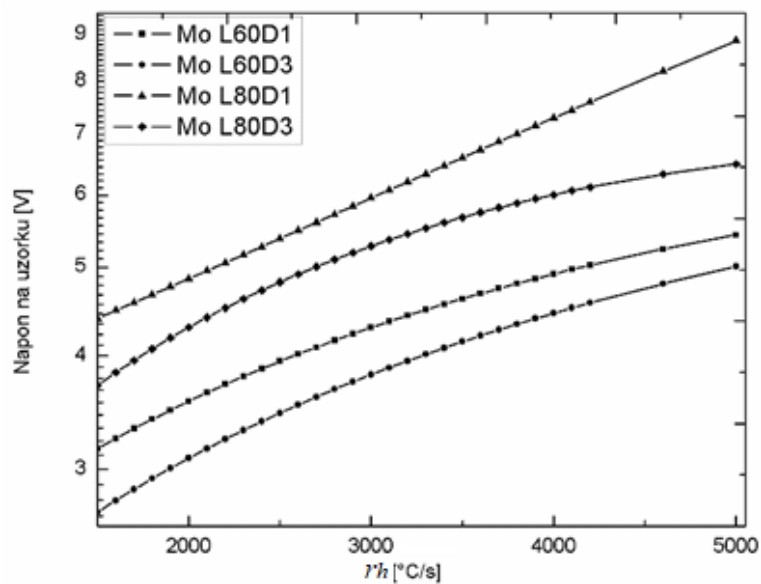
Дакле, за све материјале узорка, компонента неодређености специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности услед температурне неуниформности се може смањити и чак занемарити (апроксимација дугачке танке жице) само одабиром погодне геометрије узорка. Међутим, ова неодређеност се може занемарити и у случају танких узорака који се греју већим брзинама, без обзира на укупну дужину узорка.

4.5 Пример оптимизације мерења

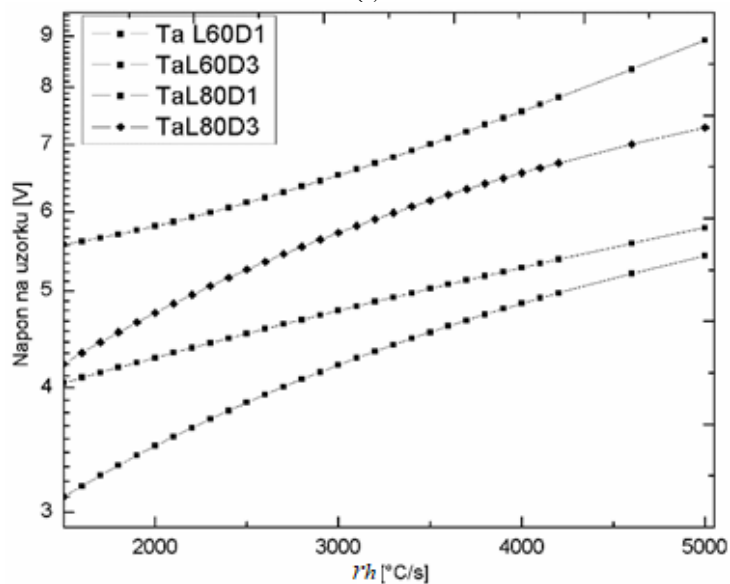
Процена компоненти мерне несигурности специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности у зависности од материјала је веома сложена. Величина мерне несигурности зависи како од вредности температурне неуниформности по радијалном и аксијалном пресеку узорка и брзине грејања, тако и од вредности готово свих термофизичких величина материјала узорка. Из тог разлога се величина ове компоненте мерне несигурности не може проценити нити се њен ефекат може умањити без резултата одговарајућих нумеричких симулација.

Оптимизација мерења, између осталог, подразумева одабир вредности параметара експеримента којима ће се минимизовати мерна несигурност резултата. Ефикасан приступ за ову оптимизацију је, свакако, употреба танких и дугих узорака. Међутим, такви узорци могу имати високу електричну отпорност, што ради брзог грејања узорка може довести до потребе коришћења извора велике једносмерне струје високог напона, што у пракси није једноставно изводљиво за импулсни режим рада извора. Потребна извора велике једносмерне струје високог напона се такође јавља и у случају повећања брзине грејања ради смањења аксијалне неуниформности температуре. Са друге стране, велике брзине грејања подразумевају употребу специфичних температурних сензора велике брзине одзива, што је тешко постићи контактном термометријом. Најзад, смањење ефективне дужине узорка може бити решење како би се утицај температурне неуниформности минимизовао, али такво смањење такође има ограничења јер може довести до значајно лошијег односа сигнал-шум мереног пада напона [63].

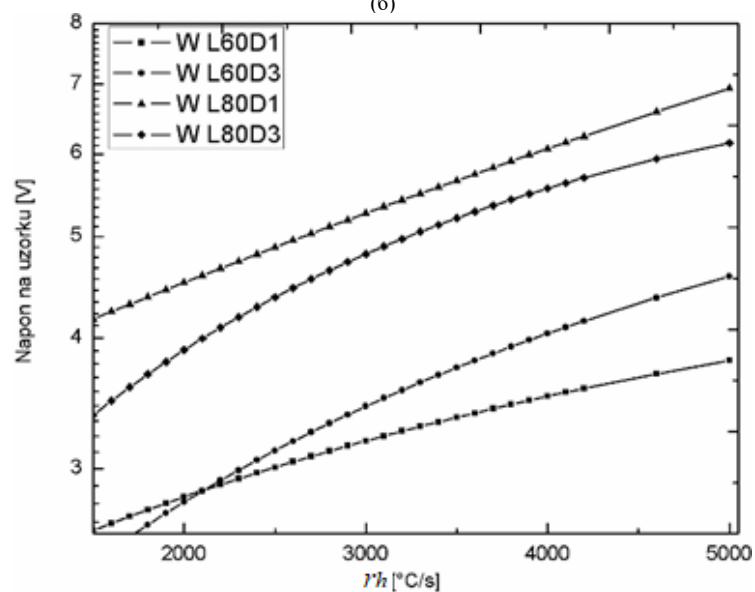
Као пример оптимизације мерења симулиране су вредности напона које треба обезбедити на крајевима узорака од 60 mm и 80 mm укупне дужине, 1 mm и 3 mm пречника за брзине грејања од 1500 °C/s до 5000 °C/s и за три испитивана материјала, Сл.38. Изабрани опсег брзине грејања је значајан због ограничења мерења апсолутне температуре узорка применом термопарова који се користе у експерименталној поставци струјно-импулсне методе Института „Винча“. Дужине краће од 60 mm и пречници већи од 3 mm нису узимани у разматрање јер по развијеном моделу снажно утичу на повећање укупне мерне несигурности специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности.



(a)



(б)



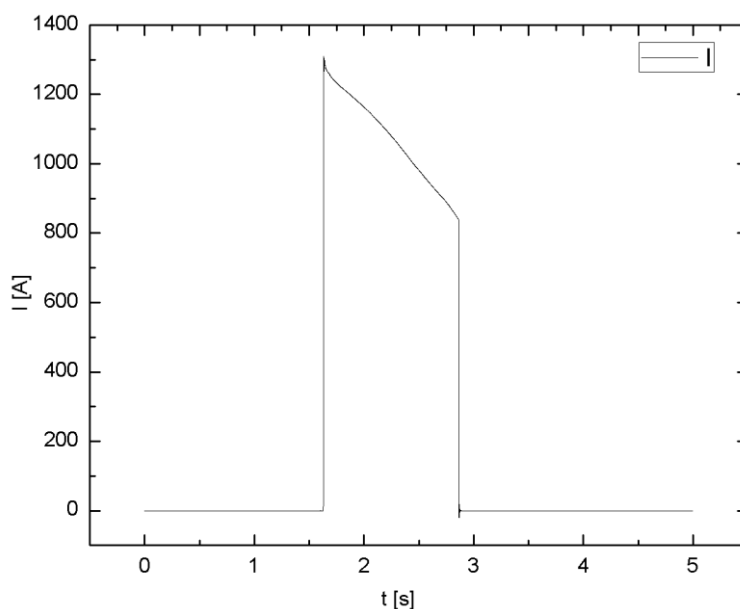
(в)

Сл.38. Напон којег је потребно применити на крајевима узорка ради његовог грејања до 2500 °C у функцији брзине грејања за две дужине и два пречника узорка (а) молибдена, (б) тантала и (ц) волфрама

Добијени напони на крајевима узорка су релативно једноставно остварљиви у пракси. Тако би се, на пример, за тантал као оптимална геометрија узорка могла узети дужина од 60 mm и дебљина од 1 mm за брзине грејања од 1500 °C/s до 2500 °C/s. Исте димензије узорка би се могле предложити и за молибден за брзине грејања између 2000 °C/s и 2500° C/s, док би код волфрама могао бити предложен узорак од 80 mm дужине и 1 mm пречника за цео опсег брзине грејања. При одабиру геометрије узорака се такође може узети у обзир и захтев да компонента несигурности услед температурне неуниформности не утиче значајно на буџет укупне мерне несигурности (пример буџета приказан у Глави 6.2).

4.6 Примена модела са параметрима реалног експеримента

Као пример примене развијеног модела, сумулације експеримента су вршене на 4 узорка волфрама истог пречника и различитих дужина. Узорци су загревани пропуштањем експериментално измерене временски зависне јачине струје из експерименталног дела истраживања приказаним у Глави 6. Коришћен је модел који укључује држаче узорка и коначну дубину урањања. Пример једног таквог струјног сигнала дат је на Сл.39.



Сл.39. Пример коришћеног експерименталног сигнала струје који је измерен на узорку волфрама дужине 81.3 mm и пречника 3.02 mm

Симулиране вредности максимално достигнутих температура, температурних расподела по ефективној дужини и централном попречном пресеку узорка и њима одговарајуће компоненте неодређености специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности за сва 4 коришћена узорка и за дубину урањања од 3 mm, 5 mm, 7 mm и 10 mm, приказане су у Таб 3. Из добијених резултата се најпре може уочити да максималну температуру загревања постиже најдужи узорак што је очекивано с обзиром на најслабији ефекат хлађења узорка кондукцијом. Последица тога је да комбинована релативна неодређеност специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности услед аксијалне и радијалне температурне неуниформности достиже највећу вредност за најкраћи узорак. Са друге стране, температурна расподела по попречном пресеку узорка се занемарљиво мења, без обзира на укупну дужину узорка и дубину урањања.

Таб. 3. Резултати максимално достигнутих температура грејања узорка дужине 60, 70, 80, 200 mm и пречника 3.02 mm у зависности од дубине урањања крајева узорка у држач и њима одговарајуће температурне неуниформности по аксијалној и радијалној оси узорка унутар ефективне зоне са компонентама мерних несигурности специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности

L [mm]	d_{ur} [mm]	T_{max} [°C]	ΔT_{ax} [°C]	ΔT_{rad} [°C]	u_{Cp} [%]	u_{ρ} [%]
64.4	3	2474.3	53.6	8.1	1.34	2.47
	5	2469.2	96.9	8.0	2.39	4.44
	7	2458.8	156.5	7.8	3.84	7.18
	10	2418.0	293.4	7.3	7.05	13.63
71.5	3	2559.1	11.7	9.2	0.38	0.66
	5	2552.0	22.5	9.1	0.62	1.08
	7	2550.8	39.4	9.1	1.03	1.80
	10	2545.0	84.0	9.0	2.16	3.77
81.3	3	2567.3	2.5	9.3	0.25	0.43
	5	2558.5	5.0	9.2	0.27	0.46
	7	2555.0	9.3	9.1	0.33	0.58
	10	2554.2	21.7	9.1	0.60	1.05
204.5	3	2569.5	< 0.1	9.4	0.24	0.41
	5	2560.6	< 0.1	9.3	0.24	0.41
	7	2558.7	< 0.1	9.2	0.24	0.41
	10	2558.5	< 0.1	9.2	0.24	0.41

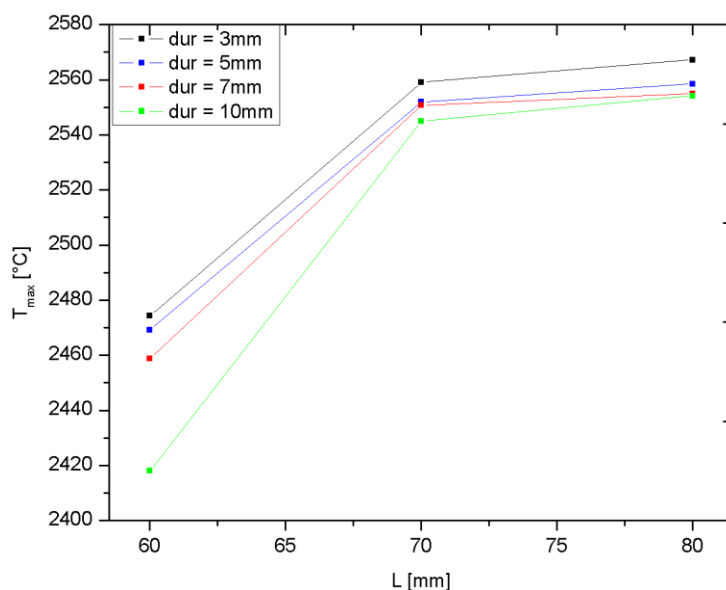
Што се дубине урањања тиче, они указују да овај ефекат има значајан утицај на аксијалну температурну неуниформност, док је релативно мали на максималну температуру и расподелу температуре по попречном пресеку узорка. Овај ефекат је најизраженији код најкраћег узорка, код којег је релативна промена максимално достигнуте температуре око 2.2%, релативна промена температурне неуниформности по попречном централном пресеку око 9 %, док је релативна промена температурне неуниформности унутар ефективне дужине узорка чак 82 % у односу на минималну и максималну посматрану дубину урањања крајева узорка. Сходно овим променама, мења се и компонента неодређености специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности за овај узорак у границама од око 1.3 % до 7.1 % и од око 2.5 % до 13.6 %, респективно. Повећањем дужине узорка, компоненте неодређености се смањују, до коначне дужине узорка од 200 mm, где неодређеност услед одвођења топлоте ка крајевима узорка постаје занемарљива, потврђујући оправданост апроксимације дугачке танке жице за све посматране дубине урањања.

Графичке зависности максимално достигнутих температура централног дела узорка и њима одговарајућих расподела температуре по обе осе узорка од укупне дужине узорка и његове дубине урањања приказане су на Сл. 40.

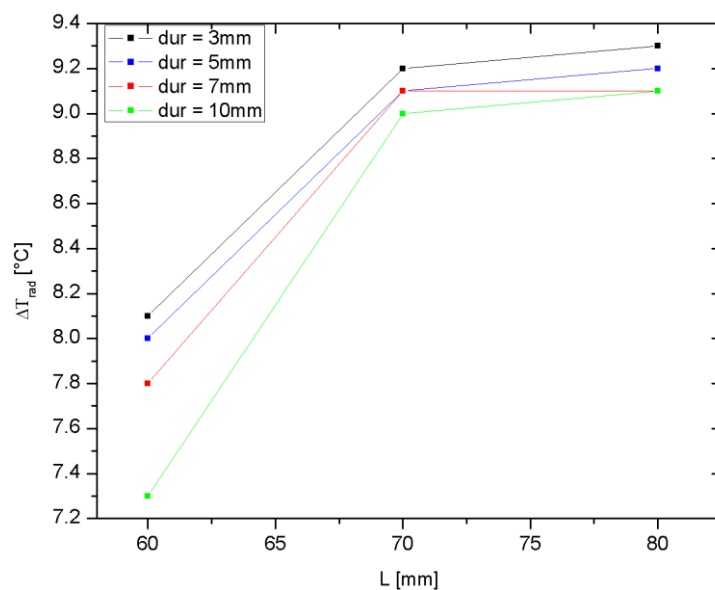
Из добијених резултата са Сл. 40а се може уочити да максимална температура загревања узорка волфрама расте са повећањем дужине узорка посматрајући индентичне дубине урањања узорка у држач, што упућује на смањење првог извода температуре за период грејања узорка са повећањем његове дужине. Како је у апроксимацији дугачке танке жице показано да специфична топлота узорка директно зависи од првог извода температуре у периоду грејања са једне стране и како је са друге стране приказаним моделом потврђена апроксимација дугачке танке жице за узорак од 200 mm, може се закључити да се са смањењем дужине узорка јавља систематска грешка мерења при одређивању вредности специфичне топлоте. Узимајући из симулација у обзир температурне расподеле средине ефективне зоне свих узорка у функцији дужине трајања струјног импулса када је дубина урањања узорка у држач 5 mm, лако се могу израчунати њихови први изводи температуре за период грејања. Како је са друге стране за узорак од 200mm функција специфичне топлоте експериментално одређена у зависности од температуре (види ј-ну (51), Глава 6.2), пратећи

једначине апроксимације дугачке танке жице израчунате су функције зависности специфичне топлоте од температуре за узорке свих посматраних дужина, Сл 41а. Посматрајући релативну промену добијених вредности специфичне топлоте крајних узорак у односу на узорак од 200 mm у целом температурном опсегу, може се уочити максимално одступање специфичне топлоте од 5,5% за најкраћи узорак од 60 mm, док се даљим повећањем дужине узорка ово одступање драстично смањује, па већ за дужину од 70 mm оно износи 1%, док је за узорак од 80 mm одступање готово занемарљиво и износи 0.5%, Сл 41б.

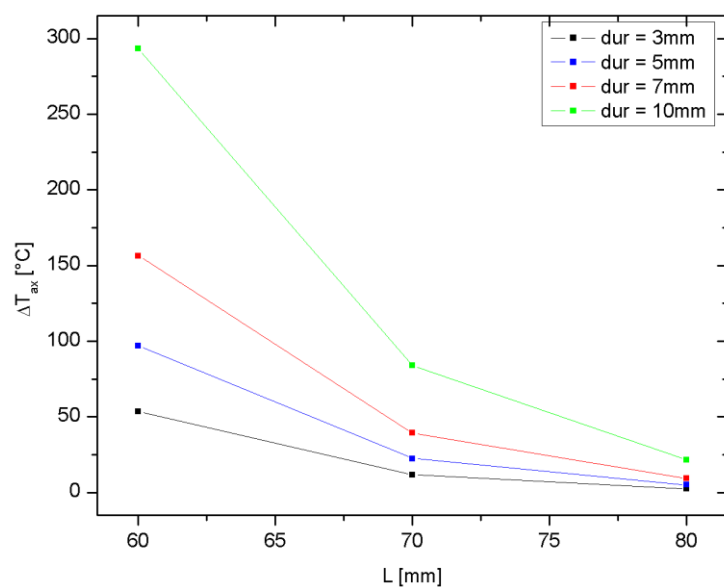
Имајући у виду добијене резултате на узорцима волфрама, оптималне димензије узорка код примене струјно-импулсне поставке Института „Винча“ су дужина од 80 mm и пречник од 3 mm, док је дубина урањања крајева узорка у држаче највише 5 mm. Овим димензијама узорка би се знатно смањио трошак његове набавке у односу на раније уобичајену дужину узорак од 200 mm ради постизања услова за апроксимацију дугачке и танке жице.



(a)

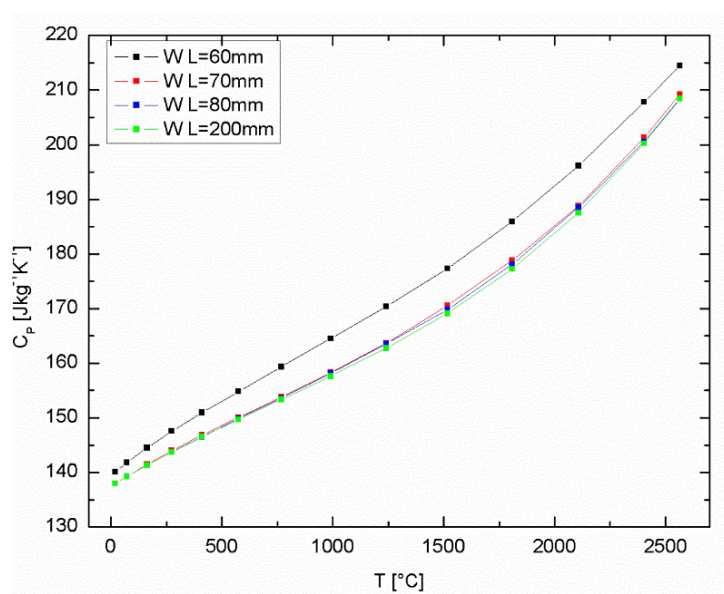


(б)

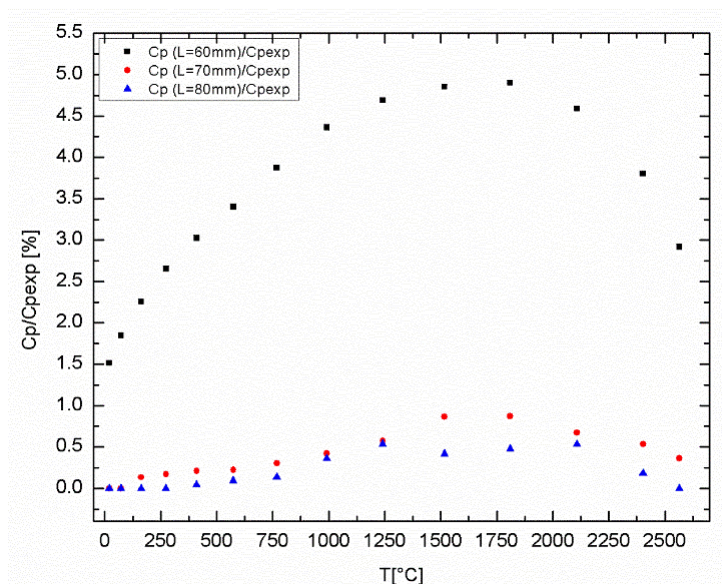


(b)

Сл. 40. Утицај дубине урањања крајева узорка у држаче у функцији дужине узорка на (а) максималну температуру и на (б) радијалну и (в) аксијалну расподелу температуре узорка



(a)



(б)

Сл 41. (а) Функције специфичне топлоте у зависности од температуре узорка волфрама различитих дужина (60, 70, 80, 200 mm), а једнаког пречника (3,02 mm) и (б) релативна промена специфичне топлотекраћих узорака у односу на експериментално одређену функцију специфичне топлоте за узорак од 200 mm за коју је потврђена валидност апроксимације дугачке танке жице

5. Обрада експерименталних сигнала

У оквиру рада на теми ове дисертације, унапређен је поступак обраде експерименталних сигнала добијених струјно-импулсном поставком Института „Винча“. Детаљан опис унапређеног поступка дат је у наредном тексту.

5.1 Почетне величине

Пре самог монтирања узорка и његовог импулсног загревања, потребно је на собној температури и атмосферском притиску обавити почетна мерења масе (m_0), дужине (l_0) и пречника (D_0) узорка. Потом се у атмосфери аргона, коришћењем посебног апарата за заваривање, поставља термопар на интринсичан начин на средини узорка, као што је приказано на Сл. 42. На једнакој удаљености са леве и десне стране завареног термопара постављају се затим напонски водови који одређују ефективну дужину узорка, l_{eff0} , која се мери посебним микроскопом са калибрисаном померајућом платформом. Како се принцип струјно-импулсне методе односи на ефективни део узорка, дефинише се ефективна маса узорка која одговара том делу као

$$m_{\text{eff0}} = \frac{l_{\text{eff0}}}{l_0} m_0 \quad (22)$$

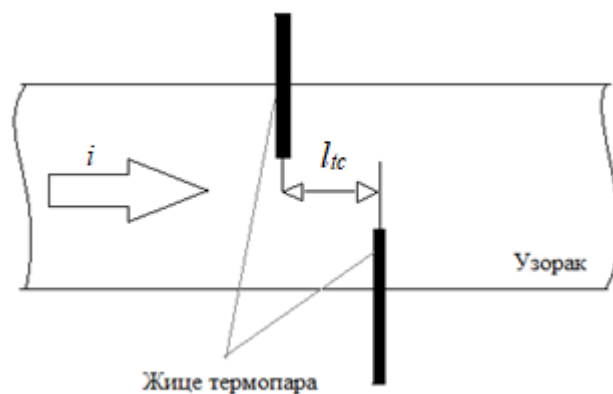
Ако се претпостави да маса узорка остаје константна током загревања и хлађења, ефективна маса на било којој температури узорка, m_{eff} , је:

$$m_{\text{eff}} = m_{\text{eff0}} \quad (23)$$

С друге стране, ефективна дужина и пречник узорка варирају са температуром у складу са одговарајућим коефицијентом термичког ширења материјала узорка, α , који је такође функција температуре. У случају изотропног материјала, релативне варијације ефективне дужине и пречника узорка на температури T се налазе из

$$\frac{\Delta l_{\text{eff}}(T)}{l_{\text{eff0}}} = \frac{\Delta D(T)}{D_0} = e^{\int_{T_0}^T \alpha(T) dT} - 1 \approx \int_{T_0}^T \alpha(T) dT \quad (24)$$

У овом раду се коефицијент топлотног ширења сматра параметарском вредношћу и стога су његове вредности у функцији температуре преузете или из других одговарајућих експерименталних мерења или из литературе.



Сл. 42. Спој интринсичнозаварених термопарова

5.2 Мерни сигнали

Користећи описану експерименталну поставку из поглавља 3.3, три напонска сигнала се снимају у функцији времена током једног циклуса мерења: пад напона преко ефективне дужине узорка, $u(t)$, пад напона преко стандардног отпорника, $u_{sr}(t)$, и напонски сигнал термопара или појачана електромоторна сила термопара, $u_A(t) = A \cdot u_{tc}(t)$, где је A појачање појачавача. Због потребе редукције количине података користи се сигнал $u(t)$ онако како је снимљен, док се сигнал $u_{sr}(t)$ конвертује у интензитет струје, $i(t)$, применом Омовог закона:

$$i(t) = \frac{u_{sr}(t)}{R_{sr}} \quad (25)$$

где је R_{sr} отпор стандардног отпорника.

За потребе конверзије сигнала термопара у температуру, потребно је увести две корекције. Прва корекција се односи на карактеристичан одзив термопара, а друга на појаву паразитног напона између термоелектрода отвореног споја, који је последица протичања струје кроз узорак, Сл. 44. Према референци Henning и Parker [65], време потребно да интринично заварен термопарски спој достигне 95% одзива стабилног стања износи

$$t_{tc} = \frac{25 D_{tc}^2 k_{tc}}{\pi a_s k_s} \quad (26)$$

где су D_{tc} пречник и k_{tc} топлотна проводност жице интриничног термопара, док су a_s и k_s топлотна дифузивност и топлотна проводност узорка, респективно. Да би се занемарио утицај овог параметра у пракси, вредност t_{tc} треба да буде много мања од најбрже детектоване варијације сигнала термопара током периода грејања. Овај услов се може записати као

$$t_{tc} \ll (\delta u_{tc})_{\min} / \left(\frac{\partial u_{tc}}{\partial t} \right)_{\max} \quad (27)$$

при чему је $(\delta u_{tc})_{\min}$ граница детекције сигнала која углавном одговара нивоу његовог шума. Међутим, када услов (27) није задовољен, ефекат коначног одзива термопара се не може занемарити. У том случају, сигнал термопара током грејања узорка се интерполира полиномом n -тог реда, уз претпоставку да је спој термопара систем првог реда. Компензовани сигнал термопара се тако у сваком тренутку, t_k , може наћи из

$$u_{tc}^*(t_k) = u_{tc}(t_k) + t_{tc}a_1 + 2t_{tc}a_2t_k + \dots + nt_{tc}a_nt_k^{n-1}, \quad k = 1, \dots, N \quad (28)$$

где су a_0 до a_n коефицијенти полинома, а N број мерених тачака током периода грејања узорка. Како је брзина хлађења обично много мања од брзине грејања узорка, компензација сигнала термопара током хлађења је линеарна и једнака разлици између последње компензоване тачке током грејања и прве вредности сигнала термопара током хлађења узорка, тј.

$$u_{tc}^*(t_j) = u_{tc}(t_j) + u_{tc}^*(t_N) - u_{tc}(t_{N+1}), \quad j = N + 1, \dots \quad (29)$$

где је $u_{tc}^*(t_N)$ вредност израчуната из једначине (28).

Када се добије компензовани сигнал термоелемента, $u_{tc}^*(t_N)$, он се подвргава другој корекцији, која је последица протока струје и резултујућег пада напона преко интринично заварених извода термопара, Δu_{tc} . Добросављевић и Маглић [37]-[38] су на основу односа измерених експерименталних величина $u(t)$, $i(t)$, $u_{tc}(t)$ за време грејања узорка и специфичне електричне отпорности дошли до корекције који анулира ефекат паразитног напона. На основу те корекције, израз за добијање стварне електромоторне силе термопара, $u_{emf}(t_k)$, у било ком тренутку, t_k , у току периода грејања је

$$u_{emf}(t_k) = u_{tc}(t_k) + u(t_k) \Delta u_{tc}(t_N) / u(t_N) \quad (30)$$

где величина t_N представља крај периода грејања. Овај израз важи под претпоставком константног односа l_{tc}/L_{eff} на било којој температури узорка, где је l_{tc} растојање између извода интринсичног термопара, Сл. 44 [5].

У пракси, међутим, овај однос можда неће важити због температурне неуниформности ефективног дела узорка, као и због промене положаја термопара на високим температурама. То може довести до неправилне корекције сигнала термопара, посебно на почетку периода грејања, t_1 . Дакле, да би се обезбедила боља корекција сигнала $u_{tc}^*(t)$, однос l_{tc}/L_{eff} се мора посматрати као функција времена, тј. као

$$\frac{l_{tc}}{L_{eff}} = \left(\frac{l_{tc}}{L_{eff}} \right) \Big|_{t=t_1} + \xi(t_k) \quad (31)$$

где се први члан израчунава на времену t_1 и где је $\xi(t_1) = 0$. Ако се у сваком тренутку t_k узме линеарна апроксимација члана, као што је $\xi(t_k) = t_k/t_N \cdot \xi(t_N)$, побољшана формула за корекцију сигнала термопара постаје

$$u_{emf}(t_k) = u_{tc}^*(t_k) + u(t_k) \left\{ \frac{\Delta u_{tc}(t_1)}{u(t_1)} + \frac{t_k}{t_N} \left[\frac{\Delta u_{tc}(t_N)}{u(t_N)} - \frac{\Delta u_{tc}(t_1)}{u(t_1)} \right] \right\}, k = 1, \dots, N \quad (32)$$

Када се добију вредности компензоване и кориговане електромоторне силе током периода грејања и хлађења узорка, њихова конверзија у апсолутну температуру у било ком тренутку се врши по формули:

$$T(t) = F_{tc}[u_{emf}(t)] \quad (33)$$

где је F_{tc} функција калибрације примењеног термопара. Стандардна функција за примењени високотемпературни стандардни термопар, као што су термопарови типа С, S или R, се такође може користити са одговарајућом несигурношћу. MatLab функција поменутих корекција сигнала електромоторне силе термопара приложена је у Прилогу.

5.3 Израчунавање термофизичких величина

Помоћу три иницијалне величине m_{eff} , $L_{eff}(T)$, и $D_{eff}(T)$ и три мерена и конвертована сигнала $u(t)$, $i(t)$ и $T(t)$, могу се добити три термофизичке особине материјала: специфична електрична отпорност, ρ , укупна хемисферна емисивност, ϵ_{th} , и специфична топлота, C_p . Како су све величине функције температуре, пад напона $u(t)$ и јачину струје $i(t)$ можемо посматрати као функцију температуре $T(t)$, односно као $u(T_k)$ и $i(T_k)$, где T_k добијена из једначине (33) одговара временском тренутку t_k . Специфична електрична отпорност се онда на свакој температури T_k може дефинисати као:

$$\rho(T_k) = \frac{\pi}{4} \frac{D^2(T_k)}{L_{eff}(T_k)} \frac{u(T_k)}{i(T_k)}, k = 1, \dots, N \quad (34)$$

Са друге стране укупна хемисферна емисивност ефективне површине узорка се може наћи искључиво на једној температури T_{max} из израза

$$\epsilon_{th}(T_{max}) = \frac{u(T_{max})i(T_{max})}{\pi \sigma_{SB} D(T_{max}) L_{eff}(T_{max}) (T_{max}^4 - T_0^4) \left[1 - \left(\frac{\partial T}{\partial t} \right) \Big|_{T=T_{max}}^g / \left(\frac{\partial T}{\partial t} \right) \Big|_{T=T_{max}}^h \right]} \quad (35)$$

где је T_{max} максимално достигнута температура узорка из једног експерименталног мерења. Ознаке g и h представљају промену температуре током грејања и хлађења, респективно. Применом једначине (34) за N температурних тачака, ($N > 1000$ у пракси) добија се N вредности специфичне електричне отпорности, док се применом једначине (35) добијају вредности укупне хемисферне емисивности узорка само на максимално достигнутим температурама грејања, тј. највише онолико тачака колико је било циклуса грејања и хлађења узорка. Због ограниченог броја вредности, укупна хемисферна емисивност се рачуна фитовањем добијених вредности и то најчешће полиномом нижег реда, као

$$\overline{\varepsilon_{\text{th}}}(T) = \text{Poly}[\varepsilon_{\text{th}1}(T_{\text{max}1}), \varepsilon_{\text{th}2}(T_{\text{max}2}), \varepsilon_{\text{th}3}(T_{\text{max}3}), \dots] \quad (36)$$

Најзад, коришћењем добијеног полинома за укупну хемисферну емисивност, специфична топлота на свакој температури T_k се добија из израза

$$c_p(T_k) = \frac{u(T_k)i(T_k) - \pi\sigma_{\text{SB}}\overline{\varepsilon_{\text{th}}}(T_k)D(T_k)L_{\text{eff}}(T_k)(T_k^4 - T_0^4)}{m_{\text{eff}}\left(\frac{\partial T}{\partial t}\right)\Big|_{T=T_k}}, k = 1, \dots, N \quad (37)$$

где је σ_{SB} Штефан-Болцманова константа.

5.4 Мерна несигурност

Укупна варијанса ефективне дужине и пречника узорка на температури T износи:

$$\sigma_{L_{\text{eff}}}^2(T) = \sigma_{L_{\text{eff}0}}^2 + 2\alpha_{\parallel}(T)(T - T_0)\sigma_{L_{\text{eff}0}}\sigma_{\alpha_{\parallel}}(T) \quad (38)$$

$$\sigma_D^2(T) = \sigma_{D_0}^2 + 2\alpha_{\perp}(T)(T - T_0)\sigma_{D_0}\sigma_{\alpha_{\perp}}(T) \quad (39)$$

где $\sigma_{L_{\text{eff}0}}$, σ_D , $\sigma_{\alpha_{\parallel}}$ и $\sigma_{\alpha_{\perp}}$ представљају стандардне несигурности већ поменутих параметра. Иако обе несигурности зависе од температуре узорка, несигурност температуре и разлике $T - T_0$ се могу занемарити код израчунавања несигурности ефективне дужине и пречника узорка.

Даље, укупна варијанса пада напона на ефективном делу узорка и јачине струје може се израчунати из

$$\sigma_u^2 = \sigma_{u_{\text{acq}}}^2 \quad (40)$$

$$\sigma_i^2 = \frac{\sigma_{u_{\text{acq}}}^2}{R_{\text{sr}}^2} \left(1 + \frac{\sigma_{R_{\text{sr}}}^2}{R_{\text{sr}}^2} \right) \quad (41)$$

где је $\sigma_{u_{\text{acq}}}$ стандардна несигурност напона ефективне дужине узорка и $\sigma_{R_{\text{sr}}}$ стандардна несигурност стандардног отпорника. Ове несигурности су температурно независне уколико се мерење врши на константној амбијенталној температури.

Са друге стране, укупна варијанса температуре узорка зависи од саме температуре, тј. функција је измереног термопарског сигнала и његовог појачања, корекције и компензације. На основу једначине (33), укупна варијанса температуре узорка је једнака

$$\sigma_T^2 = \sigma_{F_{\text{tc}}}^2 + \left(\frac{\partial F_{\text{tc}}}{\partial u_{\text{emf}}} \right)^2 \sigma_{u_{\text{emf}}}^2 \quad (42)$$

где су $\sigma_{F_{\text{tc}}}$ и $\sigma_{u_{\text{emf}}}$ стандардне несигурности калибрационе функције F_{tc} и кориговане електромоторне силе u_{emf} , респективно. Из једначина (28) и (32), величина $\sigma_{u_{\text{emf}}}$ зависи од четири друге мерне величине u_{tc} , $\Delta u_{\text{tc}}(t_1)$, $\Delta u_{\text{tc}}(t_N)$ и u , где су прве три мерене са појачањем A . Занемарујући несигурности које потичу од саме природе мерења сигнала u , $\sigma_{u_{\text{acq}}}$, израз (42) на свакој температури T_k и у сваком тренутку t_k се може развити у

$$\begin{aligned} \sigma_{T_k}^2 = & \sigma_{F_{\text{tc}}}^2 + A^2 \left(\frac{\partial F_{\text{tc}}}{\partial u_{\text{emf}}} \right)^2 \Big|_{T=T_k} \times \\ & \times \left\{ \frac{u_{\text{emf}}^2}{A^2} \sigma_A^2 + \left(1 - \frac{t_k}{t_N} \right)^2 \frac{u^2(t_k)}{u^2(t_1)} \sigma_{\Delta u_{\text{tc}}(t_1)}^2 + \frac{t_k^2}{t_N^2} \frac{u^2(t_k)}{u^2(t_N)} \sigma_{\Delta u_{\text{tc}}(t_N)}^2 + \right. \\ & \left. + \left[a_1^2 + 4a_2^2 t_k^2 + \dots + n^2 a_n^2 t_k^{2(n-1)} \right] \sigma_{t_{\text{tc}}}^2 \right\} \end{aligned} \quad (43)$$

где је u_{emf} описан једначином (32). Несигурност одзива интринсично заварених термопарова се може проценити коришћењем својстава несигурности одзива термопара на собној температури из једначине (26).

Имајући горе наведене несигурности, комбинована стандардна несигурност специфичне електричне отпорности добијена из (34) се може проценити за сваку температуру T_k помоћу

$$\sigma_p(T_k) = \rho \left(\frac{\sigma_u^2}{u^2} + \frac{\sigma_i^2}{i^2} + \frac{\sigma_{L_{eff}}^2}{L_{eff}^2} + \frac{\sigma_D^2}{D^2} \right)^{1/2} \quad (44)$$

где су варијансе испод квадратног корена дате једначинама. (38)-(41). Поред несигурности (44), свака вредност $\rho(T_k)$ долази са температурном несигурношћу σ_{T_k} , израчунатом из једначине (43).

Укупна хемисферна емисивност се налази из полинома (36) у циљу добијања вредности специфичне топлоте на свакој температури T_k . Полином је фитован по вредностима добијених из једначине (35), где свака вредност има своју стандардну несигурност која зависи од неколико компоненти несигурности. Ако изводе температуре из једначине (35) обележимо као: $\dot{T}_H \equiv (\partial T / \partial t)|_{T=T_{max}}^g$ и $\dot{T}_C \equiv (\partial T / \partial t)|_{T=T_{max}}^h$, тада се комбинована стандардна несигурност сваке вредности ε_{th} може проценити из

$$\sigma_{\varepsilon_{th}}(T_{max}) = \varepsilon_{th} \left[\frac{\sigma_u^2}{u^2} + \frac{\sigma_i^2}{i^2} + \frac{\sigma_{L_{eff}}^2}{L_{eff}^2} + \frac{\sigma_D^2}{D^2} + \frac{16\sigma_T^2}{T_{max}^2} + \frac{\sigma_{\dot{T}_g}^2 + \left(\frac{\dot{T}_g}{\dot{T}_h}\right)^2 \sigma_{\dot{T}_h}^2}{\dot{T}_h^2 \left(1 - \frac{\dot{T}_g}{\dot{T}_h}\right)^2} \right]^{1/2} \quad (45)$$

где су $\sigma_{\dot{T}_g}$ и $\sigma_{\dot{T}_h}$ стандардне несигурности извода температуре у тачки T_{max} за период грејања и хлађења узорка, респективно, док су остале компоненте несигурности описане једначинама (38)-(41) и (43). У пракси, несигурности $\sigma_{\dot{T}_g}$ и $\sigma_{\dot{T}_h}$ су у потпуности одређене диференцирањем и филтрирањем снимљеног температурног сигнала. Када се добију дискретне вредности ε_{th} и њихове несигурности, примењује се фитовање полинома по једначини (36). Ниво несигурности полинома, $\sigma_{\varepsilon_{th}}$, се тада добија применом било којом статистичком методом.

Најзад, комбинована стандардна несигурност специфичне топлоте на температури T_k се може добити из једначине (37) као

$$\sigma_{c_p}(T_k) = \frac{ui}{m_{eff}\dot{T}_g} \left\{ \frac{\sigma_u^2}{u^2} + \frac{\sigma_i^2}{i^2} + \frac{\sigma_{m_{eff}}^2}{m_{eff}^2} + \frac{\sigma_{\dot{T}_g}^2}{\dot{T}_g^2} + \right. \\ \left. + \left[\frac{\pi\sigma_{SB}\varepsilon_{th}DL_{eff}(T_k^4 - T_0^4)}{ui} \right]^2 \left(\frac{\sigma_{m_{eff}}^2}{m_{eff}^2} + \frac{\sigma_{\dot{T}_g}^2}{\dot{T}_g^2} + \frac{\sigma_{\varepsilon_{th}}^2}{\varepsilon_{th}^2} + \frac{\sigma_{L_{eff}}^2}{L_{eff}^2} + \frac{\sigma_D^2}{D^2} + \frac{16\sigma_T^2}{T_k^2} \right) \right\}^{1/2} \quad (46)$$

где је $\sigma_{m_{eff}}$ стандардна несигурност ефективне масе узорка, док су сви остали параметри описани у једначинама изнад. Као и код електричне отпорности, свака вредност специфичне топлоте $c_p(T_k)$ на температури T_k има температурну несигурност, σ_{T_k} , која је описана једначином (43).

У пракси, мерне несигурности специфичне електричне отпорности, укупне хемисферне емисивности и специфичне топлоте материјала узорка највише зависе од мерне несигурности измерене апсолутне температуре узорка и њеног извода у периоду грејања и хлађења, што ће се видети у наредној глави ове дисертације.

6. Експериментална истраживања

6.1 Узорци и опис мерења

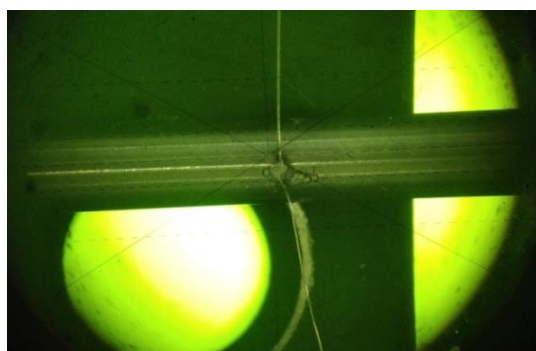
Експериментална истраживања су рађена на узорцима чистих високотемпературних метала волфрама и молибдена и једне легуре молибдена, титанијума, цирконијума и угљеника, комерцијалног назива TZM. Прва два материјала су изабрана као референтна у циљу валидације методе, развијеног модела и поступка обраде сигнала, док је трећи изабран као важан материјал који се користи у авио-космичкој и нуклеарној индустрији [1]. Чистоћа узорака волфрама и молибдена је била већа од 99,95 %, док је састав легуре TZM био 99,5 % молибден, 0,5 % титанијум, 0,08 % цирконијум и 0,02 % угљеник. У Таб. 4 су приказане димензије, маса и густина испитиваних узорака. Коефицијенти термичког ширења ових материјала су су преузети из литературе [61].

Таб. 4. Подаци испитиваних узорака

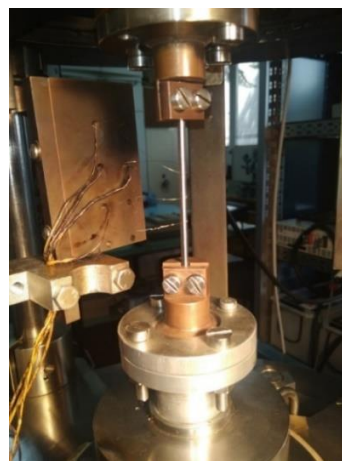
Карактеристике узорка	W	Mo	TZM
Дужина, L [mm]	207.0	200.1	199.9
Ефективна дужина, L_{eff} [mm]	20.18	20.19	20.14
Пречник, D [mm]	3.43	3.54	2.99
Маса, m [g]	33.102	19.973	14.241
Израчуната густина, ρ [g/cm ³]	19.27	10.15	10.147

Температура узорака је мерена интринсично завареним волфрам-ренијумским термопаровима типа C (W95%/Re5%-W74%/Re26%), дебљине водова 70 μm . Пад напона по ефективној дужини узорака су мерени једном врстом волфрам-ренијумског вода. Ефективне дужине узорака су мерене пре и након грејања узорака и за сва три материјала су биле у опсегу од 20.1 mm до 20.2 mm. Дубина урањања узорака у држаче је биле око 5mm. Сви експерименти су рађени у високом вакууму од $7 \cdot 10^{-5}$ Pa, на собној температури. У циљу минимизације Томпсоновог ефекта и појаве електромагнетних сметњи, смер струје се кроз узорак мењао уз помоћ двосмерног механичког релеја.

Као пример мерне поставке, на Сл. 43а је приказана фотографија интринсично завареног термопара на средини ефективне дужине узорка волфрама, док је на Сл. 43б дата фотографија целог узорка постављеног између два држача, од којих је горњи фиксиран, а доњи покретљив ради спречавања деформације узорка услед топлотног ширења. На Сл. 43б се могу уочити и напонски водови за мерење пада напона по ефективној дужини узорка.



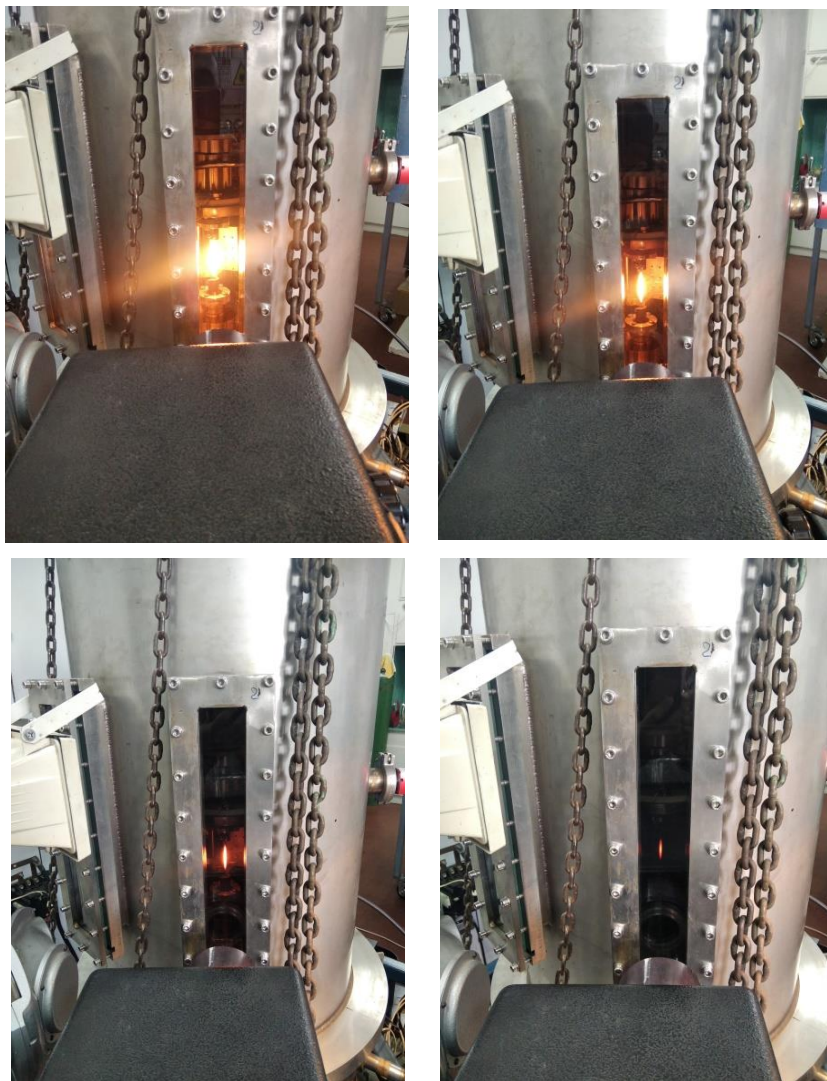
(a)



(b)

Сл. 43. Фотографија (а) интринсично завареног термопара на узорку волфрама и (б) исти узорак постављен између два држача унутар вакуумске коморе

Током експерименталних истраживања извршена су укупно 171 успешних мерења и то на узорку волфрама 83, на узорку молибдена 51 и на узорку легуре TZM 37 мерења. Максимална брзина загревања узорака волфрама и молибдена била је 1800 °C/s, док је за легуру TZM била 800 °C/s. Максимално достигнута температура волфрама била је 3300 °C, молибдена 2600 °C и TZM легуре 2400 °C. Хлађење узорака од максимално достигнутих температура до собне температуре се вршило зрачењем ка зидовима коморе и кондукцијом топлоте ка масивним држачима. На Сл. 44 су приказане фотографије етапног хлађења узорка волфрама током једног типичног експеримента.



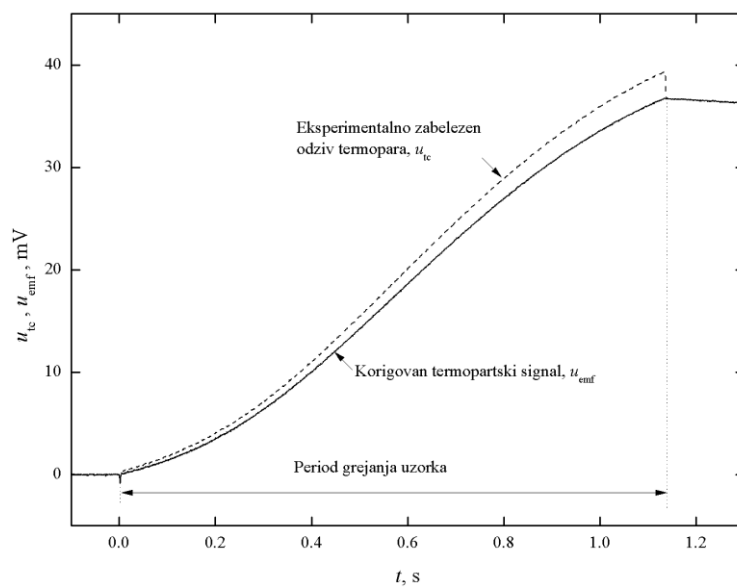
Сл. 44. Фотографије процеса хлађења узорка волфрама услед зрачења и одвођења топлоте кондукцијом ка држачима узорка

Обрада података и добијених експерименталних сигнала и израчунавање одговарајућих термофизичких величина вршени су на основу поступка описаним у Глави 5 и коришћењем посебно развијеног програма у комерцијалном MatLab софтверу. Сигнал термопара се израчунавао из једанчине

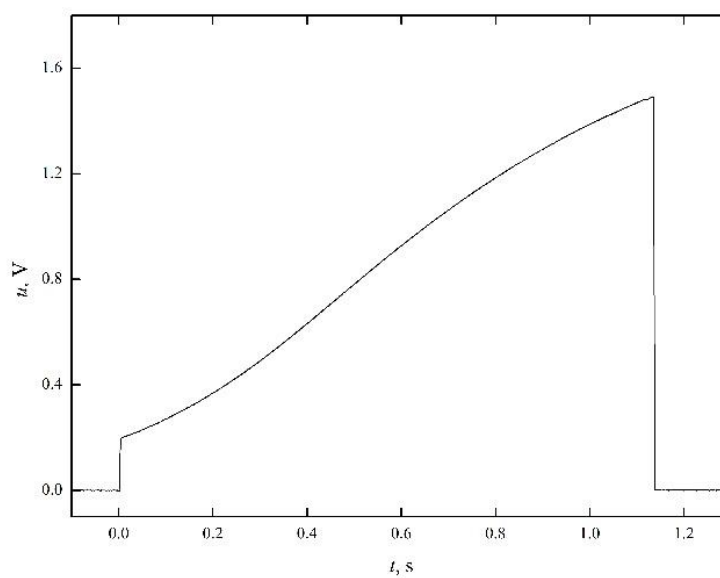
$$u_{tc} = 6.4960374172 \cdot u_A - 10.044043134 \quad (47)$$

која је добијена калибрацијом коришћеног појачавача. Након подешавања почетног дела свих сигнала према времену почетка грејања, вршила се компензација и корекција сигнала на начин описан у Глави 5. Пример корекције сигнала електромоторне силе термопара,

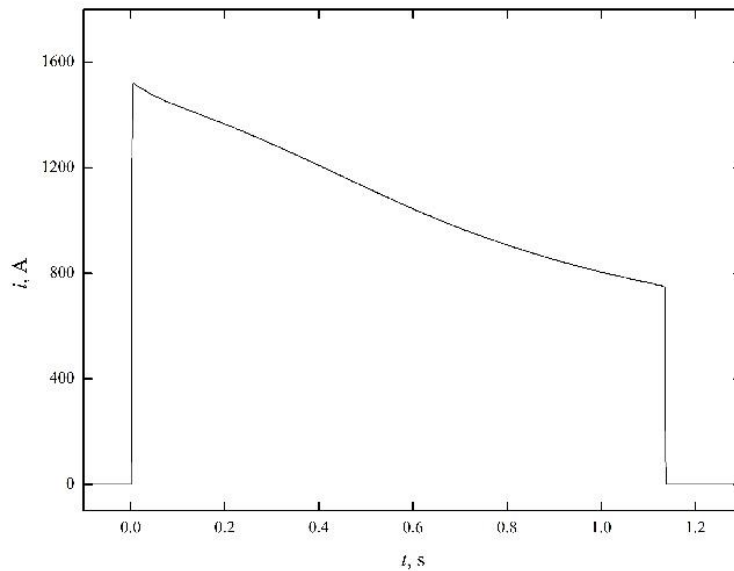
описаним јед. (32), дат је на Сл. 45., заједно са типичним експерименталним сигналим пада напона преко ефективног дела узорка и сигнала интензитета струје кроз узорак.



(a)



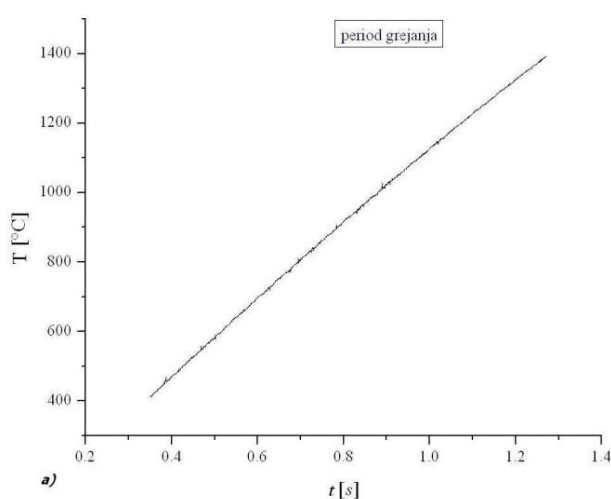
(б)



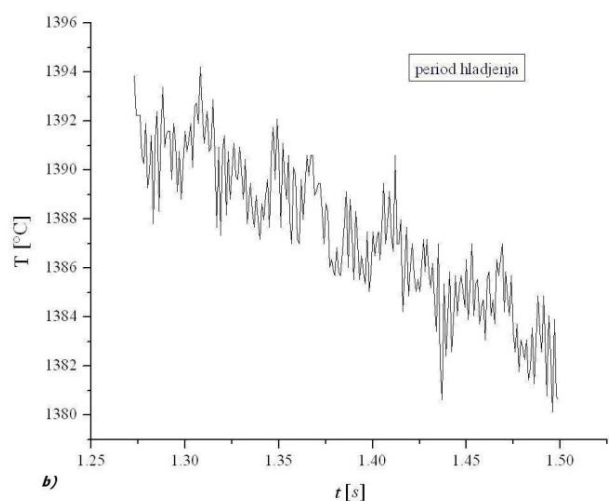
(b)

Сл. 45. а) Пример корекције сигнала термопара и типични сигнал електромоторне силе термопара за период грејања узорка б) сигнал пада напона преко ефективне дужине узорка; (в) сигнал интензитета струје кроз узорак

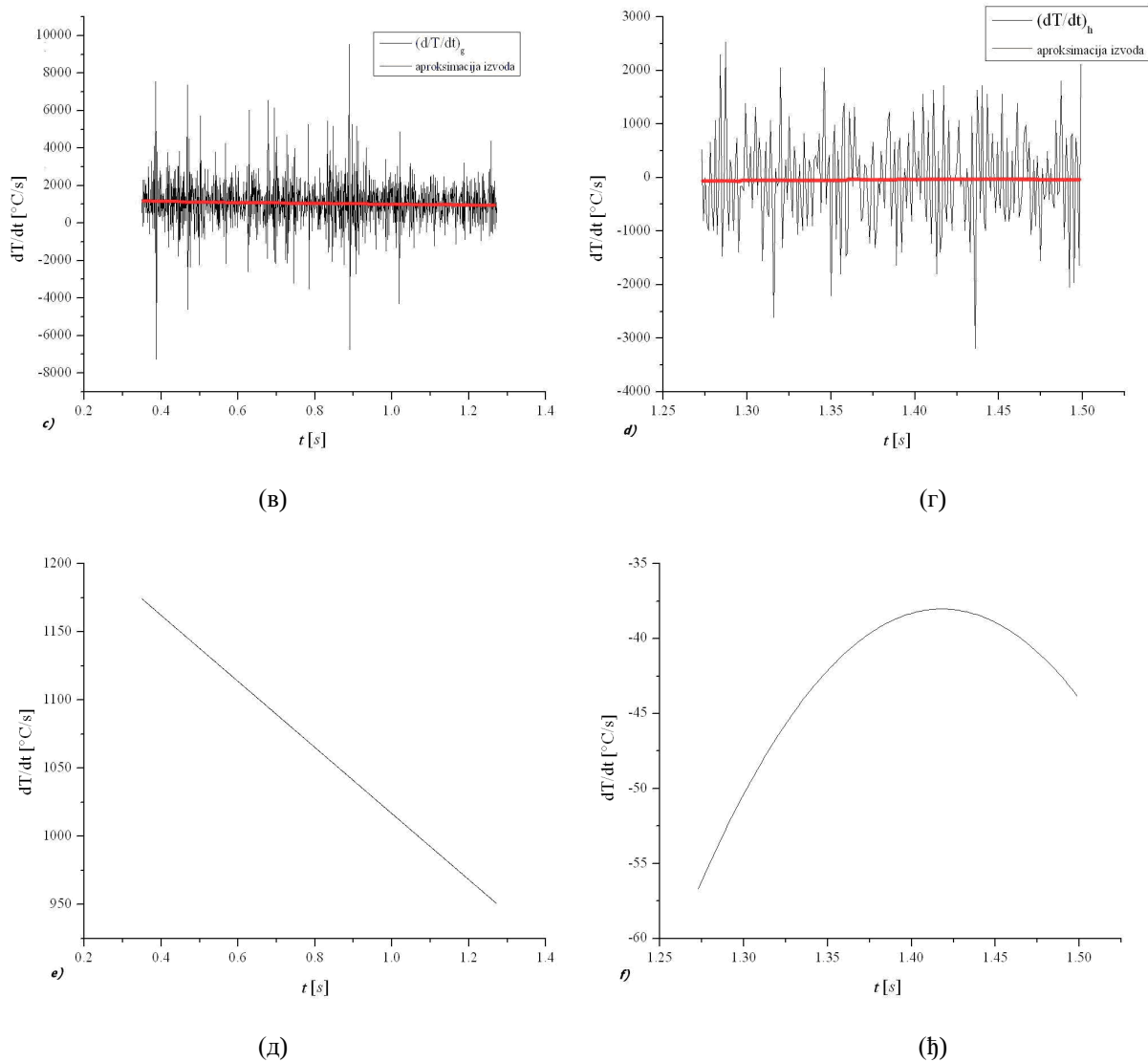
Најсложенији део обраде експерименталних података је израчунавање извода сигнала температуре, како у целом периоду грејања узорка, тако и у почетном тренутку хлађења чије су вредности потребне за израчунавање укупне хемисферне емисивности узорка. Обзиром да струјно-импулсна техника припада категорији брзих динамичких метода где су брзине аквизиције реда милисекунде и мање, експериментални сигнал температуре је често поредив са нивоом шума. Исти се додатно знатно увећава његовим диференцирањем, односно израчунавањем првог извода. У овом раду се стога вршило усредњавање сигнала температурне тзв. *moving averaging* филтером, водећи рачуна да сигнал у највећој мери сачува оригиналан облик. На Сл. 46 су приказани преузети примери усредњених експерименталних сигнала и добијених извода температуре, [56].



a)



b)



Сл. 46. (а) Вредности температуре током грејања; (б) Вредности температуре током хлађења; (в) dT/dt током грејања, (г) dT/dt током хлађења; (д) апроксимација извода температуре током грејања; (ђ) апроксимација извода температуре током хлађења у функцији времена, преузето из [56]

Коначни резултати експерименталних истраживања су сумирани за сваки материјал посебно и приказани су по добијеним термофизичким особинама, специфичној топлоти и специфичној електричној отпорности.

6.2 Специфична топлота

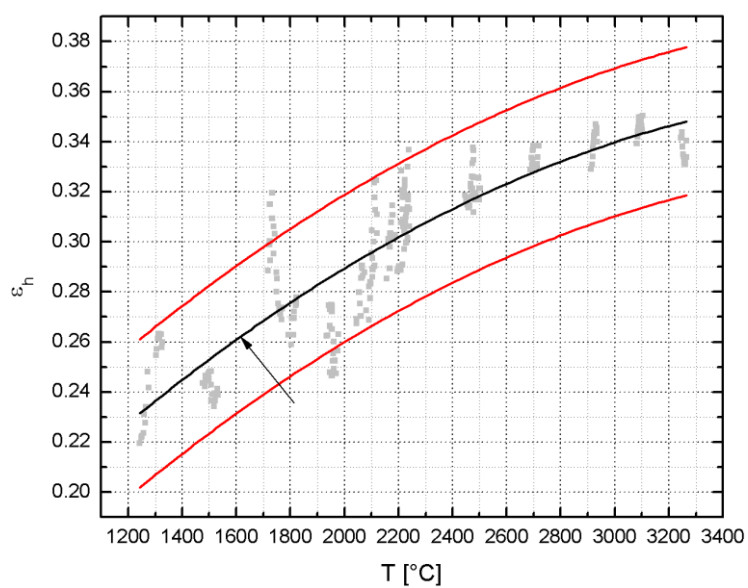
Пре одређивања специфичне топлоте, вршена су израчунавања укупне хемисферне емисивности материјала узорка на основу једначине (35). На Сл. 47 су сивим тачкама приказане израчунате вредности укупне хемисферне емисивности на максималним температурама грејања за сва три материјала, док су полиноми који најбоље описују промену ових вредности у функцији температуре дате са

$$\varepsilon_h = 0.0936 + 1.24751 \cdot 10^{-4}T - 1.48731 \cdot 10^{-8}T^2, 1200^{\circ}\text{C} \leq T \leq 3300^{\circ}\text{C} \quad (48)$$

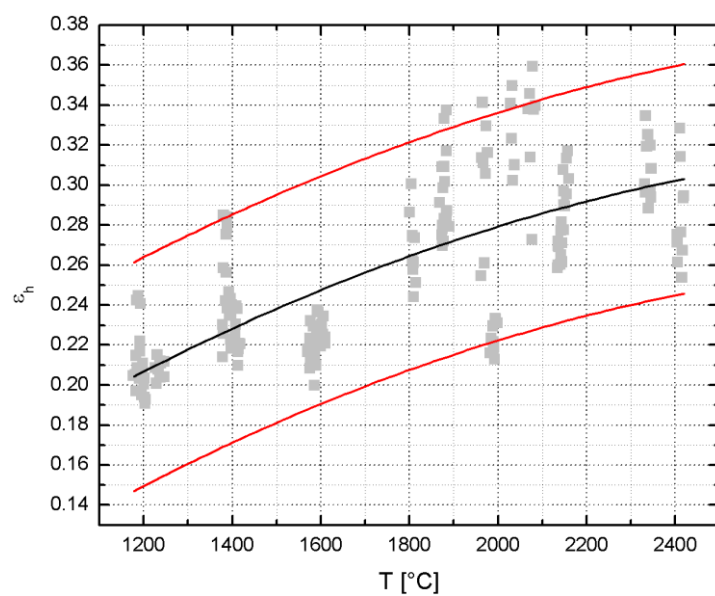
$$\varepsilon_h = 0.03102 + 1.79918 \cdot 10^{-4}T + 2.78913 \cdot 10^{-8}T^2, 1200^{\circ}\text{C} \leq T \leq 2400^{\circ}\text{C} \quad (49)$$

$$\varepsilon_h = -0.042491 + 1.67405 \cdot 10^{-4}T, 1150^{\circ}\text{C} \leq T \leq 2450^{\circ}\text{C} \quad (50)$$

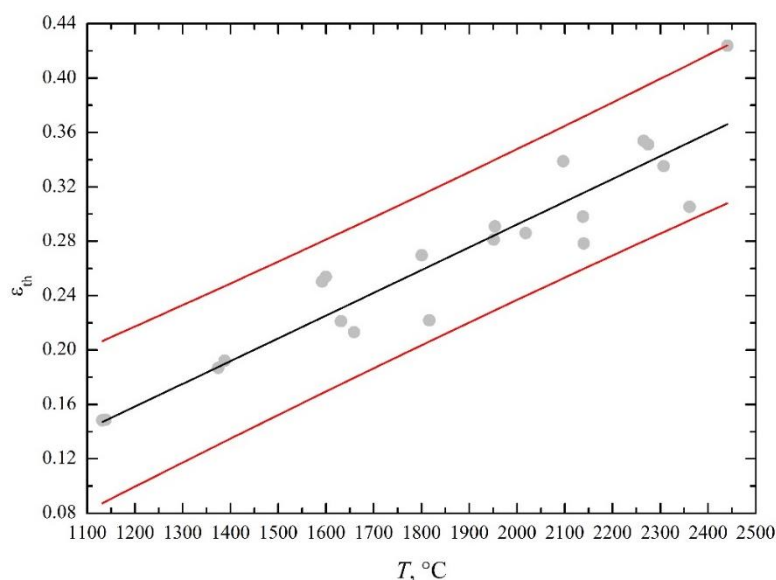
за волфрам, молибден и легуру TZM, респективно. Релативна неодређеност ове величине за цео одговарајући температурни опсег износи 11 % за волфрам и 21 % за молибден и TZM легуру.



(a)



(б)



(в)

Сл.47. Резултати укупне хемисферне емисивности у функцији температуре узорка (а) волфрама, (б) молибдена и (в) TBM легуре

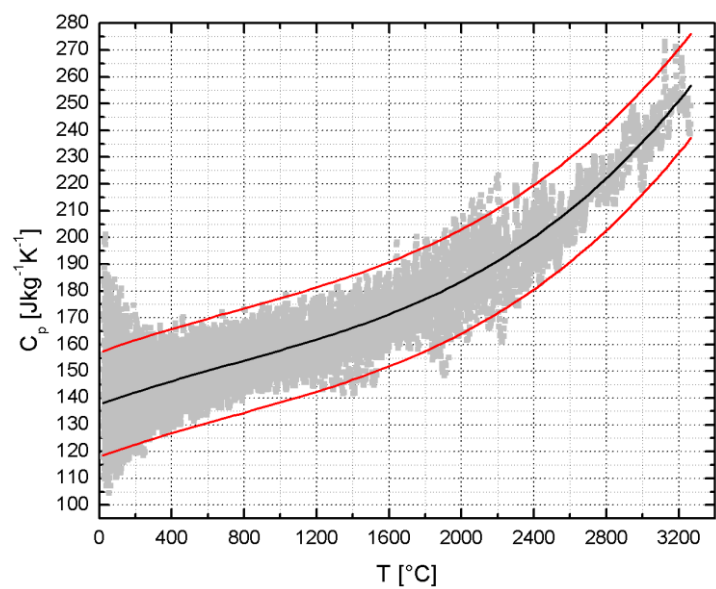
Приказани резултати укупне хемисферне емисивности су коришћени за израчунавање специфичне топлоте на основу једначине (37). Због занемарљивог утицаја члана са емисивношћу има на укупну вредност специфичне топлоте у једначини (37), вредности емисивности испод примењивог температурног опсега из (50-52) су узете као константне и једнаке вредности израчунатој из полинома која одговара почетној температури опсега. На Сл. 48 сивим тачкама су приказане израчунате вредности специфичне топлоте, док су полиноми који описују промену ове величине у функцији температуре дати са

$$C_p = 137.53311 + 0.02452T - 7.7071 \cdot 10^{-6}T^2 + 3.48034 \cdot 10^{-9}T^3 \quad (51)$$

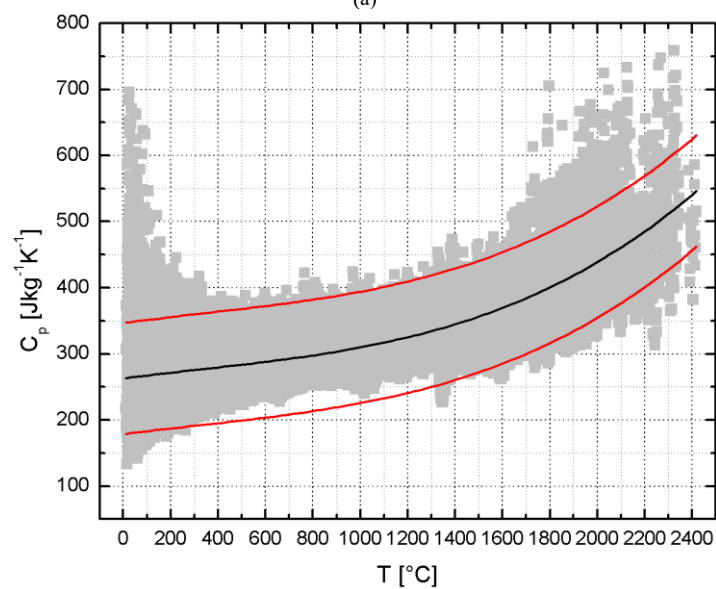
$$C_p = 262.67012 + 0.04704T - 2.02288 \cdot 10^{-5}T^2 + 2.03675 \cdot 10^{-8}T^3 \quad (52)$$

$$C_p = 245.49 + 0.070207T + 2.8272 \cdot 10^{-5}T^2 - 5.1233 \cdot 10^{-8}T^3 + 3.30581 \cdot 10^{-11}T^4 - 5.1415 \cdot 10^{-15}T^5 \quad (53)$$

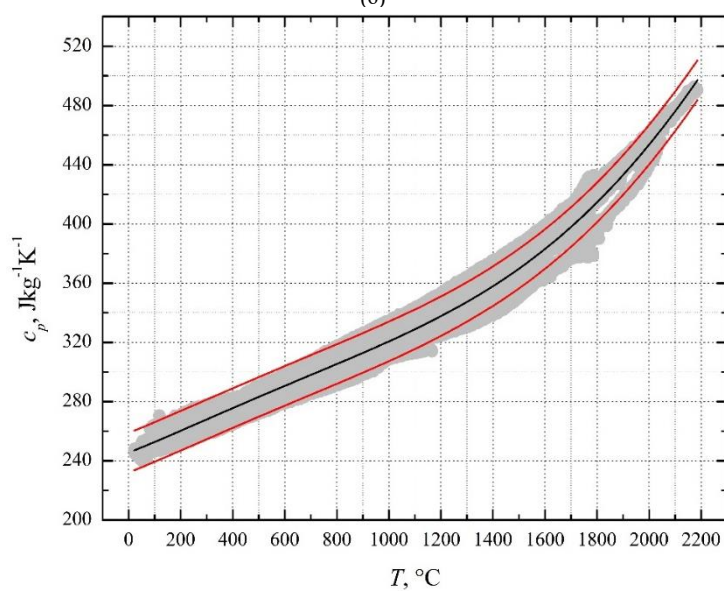
за волфрам, молибден и TBM легуру, респективно. Релативна неодређеност специфичне топлоте за цео температурни опсег износи 11 % за волфрам и 35 % за молибден и 6 % TBM легуру.



(a)



(б)



(в)

Сл. 48. Резултати специфичне топлоте у функцији температуре узорака (а) волфрама, (б) молибдена и (в) TZM легуре

Из приказаних резултата се види да неодређеност вредности специфичне топлоте веома зависи од растурања појединачних вредности, које су у готово у потпуности последица диференцирања експерименталног сигнала температуре. Код свих експеримената са узорцима молибдена, на пример, забележен је висок ниво шума сигнала термopара, што је дало као резултат велику неодређеност резултата за специфичну топлоту овог материјала. Пример буџета мерне несигурности специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности, дат у Таб. 5., потврђује чињеницу да је највећа компонента мерне несигурности специфичне топлоте управо први извод сигнала температуре (dT/dt).

Таб. 5. Пример буџета мерне несигурности специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности

Еталон напона (МА-1, опсег 100 мВ):		Еталон напона (МА-1, опсег 1 В):					
-11	корекција напона еталона из последње калибрације [μV]	-30	корекција напона еталона из последње калибрације [μV]				
4	неодређеност корекције напона еталона из последње калибрације [μV]	8	неодређеност корекције напона еталона из последње калибрације [μV]				
2	неодређеност напона еталона услед временског дрефта [μV]	4	неодређеност напона еталона услед временског дрефта [μV]				
1	резолуција индикатора напона еталона [μV]	10	резолуција индикатора напона еталона [μV]				
Еталон електричног отпора (ЕЕ-1):		Еталон дужине (МЛ-4):					
0.999775	вредност отпорности еталона из последње калибрације [mΩ]	0	корекција дужине еталона из последње калибрације [μm]				
4.10E-05	неодређеност вредности отпорности еталона из последње калибрације [mΩ]	6	неодређеност корекције дужине еталона из последње калибрације [μm]				
5.00E-05	неодређеност вредности отпорности еталона услед временског дрефта [mΩ]	1	неодређеност дужине еталона услед временског дрефта [μm]				
		1	резолуција индикатора дужине еталона [μm]				
Време одзива сензора и мерила:		Еталон растојања (МЛ-2):					
100	карактеристично време одзива интринсично везаних водова [μs]	0	корекција растојања еталона из последње калибрације [μm]				
50	неодређеност карактеристичног времена одзива водова [μs]	29	неодређеност корекције растојања еталона из последње калибрације [μm]				
10	карактеристично време одзива аквизиционе картице [μs]	5	неодређеност растојања еталона услед временског дрефта [μm]				
2	неодређеност каракт. времена одзива аквизиционе картице [μs]	5	резолуција индикатора растојања еталона [μm]				
Зависност коефицијента линеарног топлотног ширења узорка од температуре:		Еталон масе:					
1.12E-05	a0 - коефицијент полинома нултог степена [1/°C]	7	корекција масе еталона из последње калибрације [mg]				
2.86E-09	a1 - коефицијент полинома првог степена [1/°C²]	1	неодређеност корекције масе еталона из последње калибрације [mg]				
0	a2 - коефицијент полинома другог степена [1/°C³]	1	неодређеност масе еталона услед временског дрефта [mg]				
5	релативна неодређеност коефицијента топлотног ширења узорка	0.1	резолуција индикатора масе еталона [mg]				
Величина	Опис	Вредност	Стандардна девијација	Функција вероватноће	Коефицијент осетљивости	Мерна несигурност	Прош. мерна несигурност
D_{Si}	средња вредност пречника узорка на 20 °C [mm]	2.004	3.000E-03	нормална	1	0.003	
δD_{Scal}	корекција пречника узорка услед последње калибрације еталона дужине [mm]	0	3.000E-03	нормална	1	0.003	
δD_{Sd}	корекција пречника узорка услед временског дрефта еталона дужине [mm]	0	5.000E-04	нормална	1	0.001	
δD_{Sres}	корекција пречника узорка услед ограничене резолуције еталона дужине [mm]	0	2.887E-04	правоугаона	1	0.000	
D_S	пречник узорка [mm]	2.004				0.004	0.009
L_{Si}	средња вредност ефективног растојања водова на 20 °C [mm]	20.040	7.000E-03	нормална	1	0.007	
δL_{Scal}	корекција ефект. растојања водова услед последње калибрације еталона дужине [mm]	0	1.450E-02	нормална	1	0.015	
δL_{Sd}	корекција ефект. растојања водова услед временског дрефта еталона дужине [mm]	0	2.500E-03	нормална	1	0.003	
δL_{Sres}	корекција ефект. растојања водова услед ограничене резолуције еталона дужине [mm]	0	1.443E-03	правоугаона	1	0.001	
L_S	ефективно растојање водова [mm]	20.040				0.016	0.033
m_{Si}	средња вредност ефективне масе узорка [g]	7.571	3.600E-04	нормална	1	0.000	
δm_{Scal}	корекција ефективне масе узорка из последње калибрације еталона масе [mg]	0.007	5.000E-04	нормална	1	0.001	
δm_{Sd}	корекција ефективне масе узорка услед временског дрефта еталона масе [mg]	0	5.000E-04	нормална	1	0.001	
δm_{Sres}	корекција ефективне масе узорка услед ограничене резолуције еталона масе [mg]	0	2.887E-05	правоугаона	1	0.000	
m_S	ефективна маса узорка [g]	7.578				0.001	0.002
u_{Si}	средња вредност напона на ефективној дужини узорка [V]	0.6254	1.200E-04	нормална	1	0.000	
δu_{Scal}	корекција напона на ефективној дужини узорка из последње калибрације еталона напона [V]	-0.00003	4.000E-06	нормална	1	0.000	
δu_{Sd}	корекција напона на ефективној дужини узорка услед временског дрефта еталона напона [V]	0	2.000E-06	нормална	1	0.000	
δu_{Sres}	корекција напона на ефективној дужини узорка услед ограничене резолуције еталона напона [V]	0	2.887E-06	правоугаона	1	0.000	

u_s	напон на ефективној дужини узорка [V]	0.625				0.000	0.000
u_{Ri}	средња вредност напона на стандардном отпорнику [V]	0.3512	1.600E-04	нормална	1	0.000	
δu_{Rcal}	корекција напона на стандардном отпорнику из последње калибрације еталона напона [V]	-0.00003	4.000E-06	нормална	1	0.000	
δu_{Rd}	корекција напона на стандардном отпорнику услед временског дрефта еталона напона [V]	0	2.000E-06	нормална	1	0.000	
δu_{Res}	корекција напона на стандардном отпорнику услед ограничене резолуције еталона напона [V]	0	2.887E-06	правоугаона	1	0.000	
u_R	напон на стандардном отпорнику [V]	0.351				0.000	0.000
em_{Si}	средња вредност емс термопара [mV]	8.3689	7.300E-03	нормална	1	0.007	
δem_{Scal}	корекција емс термопара из последње калибрације еталона напона [mV]	-0.011	2.000E-03	нормална	1	0.002	
δem_{Sd}	корекција емс термопара услед временског дрефта еталона напона [mV]	0	1.000E-03	нормална	1	0.001	
δem_{Res}	корекција емс термопара услед ограничене резолуције еталона напона [mV]	0	2.887E-04	правоугаона	1	0.000	
em_s	емс термопара [mV]	8.358				0.008	0.015
T_i	температура као функција емс термопара (C-тип) [°C]	891.85				0.68	
δT_{cal}	корекција температуре од последње калибрације термопара [°C]	0.00	1.250E+00	нормална	1	1.25	
δT_d	корекција температуре услед временског дрефта термопара [°C]	0.00	6.250E-01	правоугаона	1	0.63	
δT_0	корекција температуре услед вредности температуре "хладне тачке" [°C]	0.00	1.155E-02	правоугаона	1	0.01	
δT_r	корекција темп. еталона услед коначног одзива интринсично везаних водава [°C]	0.00	6.830E-04	нормална	1	0.00	
T	температура еталона [°C]	891.85				1.56	3.11
dT/dt_i	промена температуре узорка у времену на измереној температури узорка [°C/s]	104.6	5.250E+00	нормална	1	5.250	
dT/dt_r	промена температуре узорка у времену на измереној температури узорка [°C/s]	104.6				5.250	10.500
δD_{ST}	корекција пречника узорка на измереној температури узорка [mm]	0.020	9.989E-04	нормална	1	0.001	
D_{ST}	пречник узорка на измереној температури узорка [mm]	2.024				0.004	0.009
δL_{ST}	корекција ефективне дужине узорка на измереној температури узорка [mm]	0.200	9.989E-03	нормална	1	0.010	
L_{ST}	ефективна дужина узорка на измереној температури узорка [mm]	20.240				0.010	0.020
ρ_{ST}	специфична електрична отпорност узорка на измереној температури узорка [Wm]	2.83E-07				1.580E-09	3.16E-09
cp_{ST}	специфична топлота узорка на измереној температури узорка [J/kgK]	277.2				14.154	2.83E+01

6.3 Специфична електрична отпорност

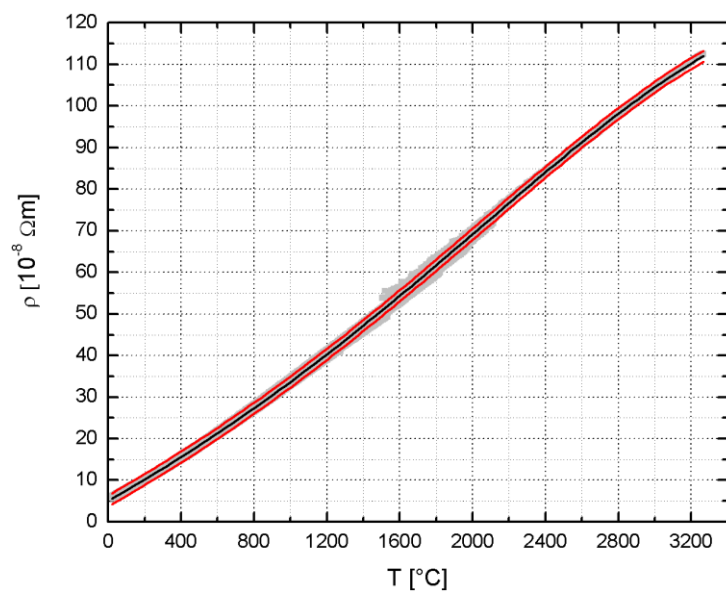
Специфична електрична отпорност се израчунавала коришћењем једначине (34) и резултати за сва три материјала су приказани сивим тачкама на Сл. 49. Одговарајући полиноми у функцији температуре који најбоље описују добијене вредности дати су са

$$\rho = 5.05548 \cdot 10^{-8} + 2.51696 \cdot 10^{-10}T + 2.56092 \cdot 10^{-14}T^2 + 1.26588 \cdot 10^{-17}T^3 - 4.10581 \cdot 10^{-21}T^4 \quad (54)$$

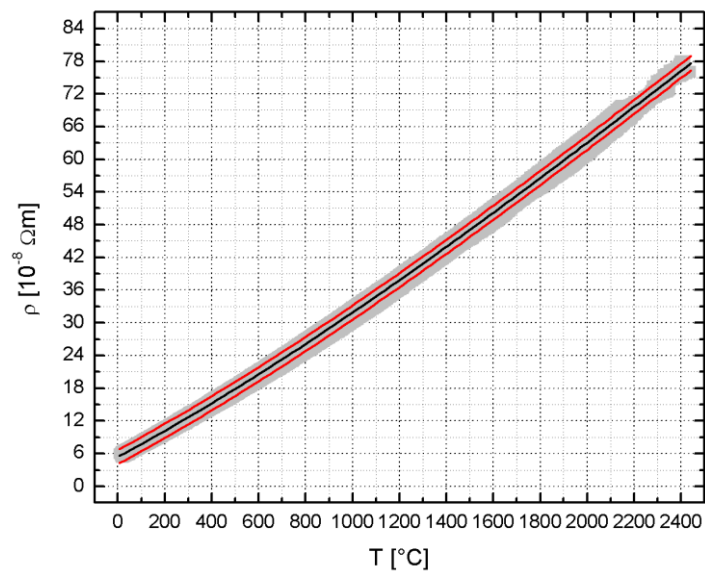
$$\rho = 5,39279 \cdot 10^{-8} + 2,32386 \cdot 10^{-10}T + 3,7076 \cdot 10^{-14}T^2 - 4,5561 \cdot 10^{-8}T^3 \quad (55)$$

$$\rho = 6,2722 \cdot 10^{-8} + 2,1727 \cdot 10^{-10}T + 7,9786 \cdot 10^{-14}T^2 - 5,8204 \cdot 10^{-17}T^3 + 3,2263 \cdot 10^{-20}T^4 + 6,1902 \cdot 10^{-24}T^5 \quad (56)$$

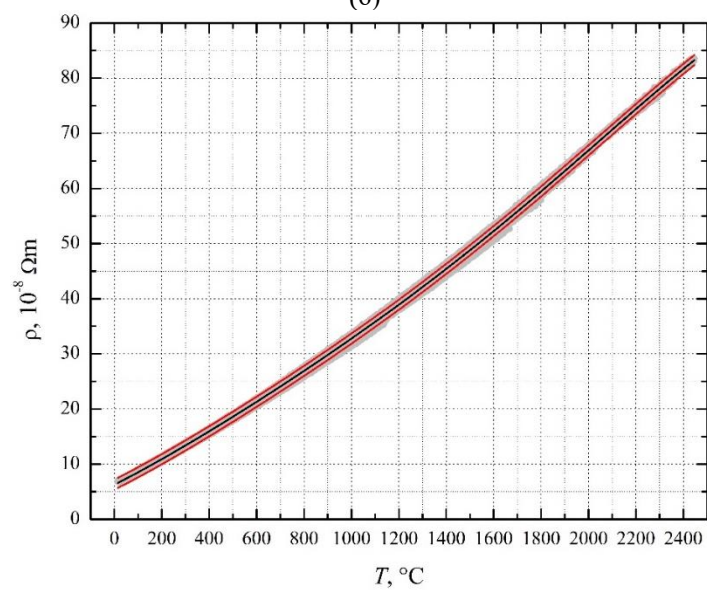
за волфрам, молибден и TZM легуру, респективно. Релативна неодређеност специфичне електричне отпорности за цео температурни опсег износи 4 % за волфрам и 12 % за молибден и 6 % TZM легуру.



(a)



(б)



(в)

Сл.49. Результати специфічне електричне опірності у функції температури зразка (а) волфрама, (б) молибдена и (в) TZM легуре

Из примера буџета мерне несигурности специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности (Таб. 5) се види да је највећа компонента мерне несигурности специфичне електричне отпорности шум сигнала температуре (*ems*).

7. Закључак и перспективе

Циљ овог рада је побољшање струјно-импулсне методе развојем новог нумеричког модела и унапређењем обраде експерименталних сигнала, као и њена примена ради одређивања специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности референтних материјала у широком опсегу температура.

Најпре је развијен нумерички модел методе који одговара постојећој експерименталној поставци у Институту ВИНЧА и поређењем експериментално добијених података на узорку референтног материјала волфрама и одговарајућих излазних параметра нумеричког модела извршена је верификација модела. Такође је потврђено да верзија модела која подразумева држаче узорка даје релативно боље резултате поређења од верзије модела без држача.

Након извршене верификације развијеног модела приступило се нумеричким истраживањима ефекта расподеле температуре дуж узорка и по његовом попречном пресеку. Резултати истраживања су показали да обе димензије узорка, укупна дужина и пречник, као и брзина грејања, материјал и дубина урањања узорка, могу знатно утицати на расподелу температуре. Очекивано, апроксимација дугачке и танке жице, која се стандардно користи у струјно-импулсној методи, није одговарајућа у случају релативно кратких и дебелих узорка. Добијена неуниформност температуре је затим анализирана и приказан је њен утицај на компоненту мерне несигурности величина које се одређују, тј. специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности. Тиме је, ради минимизације ефекта температурне неуниформности, омогућена и оптимизација експерименталних параметара погодним одабиром димензија узорка, брзине грејања и дубине урањања узорка у држаче. Такође процењен је ниво и систематске грешке мерења на вредност специфичне топлоте у случају смањења дужине узорка.

Поред поменутог истраживања, извршено је побољшање обраде сигнала и то увођењем корекционог фактора за коначни одзив термopара, као и нове корекције паразитног напона између термopарских жица. На крају, сва побољшања су примењена и посебно извршеним експерименталним истраживањима, где су одређене вредности специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности референтних материјала у широком температурном опсегу, од собне температуре до максималних 3300 °C. Добијене функције су коришћене као улазни параметри за извршене симулације, а омогућено је и међулабораторијско поређење поменутих величина у оквиру међународног пројекта EMPIR-17IND11.

Оригинални допринос ове дисертације се може сажети у следећем:

1. Коришћењем програмског пакета COMSOL® развијен је тродимензионални нумерички модел струјно-импулсне методе који подразумева произвољни пречник и дужину узорка и који одговара како општој, тако и специфичној експерименталној струјно-импулсној поставци Института ВИНЧА. Модел укључује губитке топлоте према околини зрачењем и пренос топлоте кроз узорак кондукцијом, што се занемарује приликом стандардне примене методе. Извршена је верификација модела коришћењем добијених експерименталних вредности на узорку волфрама.
2. Применом развијеног нумеричког модела је извршена детаљна анализа температурних неуниформности по обе осе узорка, радијалној и аксијалној, за различите димензије и материјале узорка и за различите брзине грејања узорка. Такође је разматран и утицај дубине урањања узорка у држаче на расподелу температуре. На основу ове анализе је извршена процена одговарајуће компоненте мерне несигурности специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности и предложене су мере оптимизације експеримента.
3. На примеру материјала волфрама, процењена је вредност статистичке грешке специфичне топлоте у зависности од примењене дужине узорка. Узимајући у обзир све

результате анализе и приказана побољшања, формиран је одговарајући буџет мерне несигурности за специфичну топлоту и специфичну електричну отпорност.

4. Ради прецизније обраде експерименталних података уведена су два нова корекциона фактора која се односе на компензацију коначног времена одзива термопара и корекцију паразитног напона између интринсично заварених водова термопара. MatLab функција поменутих корекција су приказане у Прилогу.

5. Применом побољшане струјно-импулсне методе и у оквиру европског истраживачког пројекта EMPIR-17IND11 извршена су експериментална истраживања термофизичких особина референтних материјала волфрама, молибдена и легуре молибдена TZM у широком температурном опсегу, тј. од собне температуре до максималних 3300 °C, 2600 °C и 2400 °C за узорке волфрама, молибдена и легуре молибдена TZM, респективно.

6. Показано је да апроксимација дугачке и танке жице оправдана за узорке од 200 mm, док се код узорака мањих дужина јављају температурне неуниформности услед кондукције топлоте која не може бити занемарена. У тим случајевима је неопходно спровести горе наведена нумеричка истраживања.

Дакле, у оквиру ове дисертације, комбинацијом експерименталног рада и развијеног теоријског модела је извршено унапређење струјно-импулсне методе за одређивање специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности у широком температурном опсегу. Унапређење је нарочито важно за примену методе на високим температурама где су ефекти губитака топлоте значајни. Имајући у виду да је ова метода једна од ретких експерименталних техника која омогућава мерења на високим температурама, резултати ове дисертације омогућавају примену методе са већом поузданошћу и тачношћу што је веома значајно за истраживање нових материјала у свим областима индустрије, нарочито нуклеарне индустрије, аеронаутике и космонаутике.

8. Литература

- [1] Euramet, Industrial process optimisation through improved metrology of thermophysical properties, Short Name: Hi-TRACE, Project Number: 17IND11, 2018-2021.
- [2] Y.S. Touloukian, E.H. Buyco, Specific Heat Metallic Elements and Alloys, *Thermophysical Properties of matter*, Vol 4., IFI/ PLENUM New York-Washington, 1970, SBN (Vol 4) 306-67024-0
- [3] <https://periodictable.com/Elements/032/data.html>
- [4] K. D. Maglić, A. Cezairliyan, and V.E. Peletsky, Compendium of Thermophysical Property Measurement Methods Vol. 1, Survey of Measurement Techniques, Plenum Press, New York and London, 1984, ISBN 0-306-41424-4
- [5] Aleksandar S. Dobravljević, Prilog Razvoju Novih Dinamičkih Metoda za Merenje električnih termofizičkih karakteristika elektroprovodnih materijala, Doktorska disertacija, Univerzitet u Beogradu, Elektrotehnički fakultet, Avgust 1989
- [6] Yaakov Kraftmakher, Modulation calorimetry and related techniques, *Physics Reports* Volume 356, Issues 1–2, January 2002, Pages 1-117, [https://doi.org/10.1016/S0370-1573\(01\)00031-X](https://doi.org/10.1016/S0370-1573(01)00031-X)
- [7] Y. Marcus, A. Minevich, L. Ben-dor, Differential drop calorimetry for the determination of enthalpy of fusion, *The Journal of Chemical Thermodynamics*, Vol. 35, Issue 6, June 2003, Pages 1009-1018, DOI:10.1016/S0021-9614(03)00045-4, Corpus ID: 97774050
- [8] Tomasz Maciąg: Enthalpy of formation of intermetallic phases from Al–Zr system determined by calorimetric solution method, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry* volume 134, pages 423–431, 2018, <https://link.springer.com/article/10.1007/s10973-017-6917-9>
- [9] H. K. D. H. Bhadeshia, Differential Scanning Calorimetry Introduction, University of Cambridge, *Materials Science & Metallurgy*
- [10] Kodre Kv, Attarde SR, Yendhe PR, Patil RY, and Barge VU, Differential scanning calimetry: A Review, Research and reviews: *Journal of Pharmaceutical Analysis*, Vol 3, Issue 3, pp. 11-22, July-September, 2014, e-ISSN:2321-0812, p-ISSN: 2347-2340
- [11] Yadunath Singh, Electrical Resistivity Measurements: A Review, International Conference on Ceramics, Bikaner, India, *International Journal of Modern Physics: Conference Series*, Vol.22, 2013, pp. 745-756, DOI: 10.1142/S2010194513010970
- [12] Vedant Kadam , Semiconductor Physics, Two and four point probe technique & Van der Pauw method (RA2111003010241), <https://www.studocu.com/in/document/srm-institute-of-science-and-technology/physics-semiconductor-physics/two-and-four-point-probe-technique-van-der-pauw-method/24058701>
- [13] Arthur Uhlir, Jr., The potentials of infinite systems of sources and numerical solutions of problems in semi-conductor engineering, *The Bell System Technical Journal*, Vol. 34, No1, pp.105--128, January 1955
- [14] L. B. Valdes, Resistivity Measurements on Germanium for Transistors, *Proceedings of the IRE*, vol. 42, pp. 420-427, February 1954.
- [15] F. M. Smits, Measurement of Sheet Resistivities with the Four-Point Probe, *The Bell System Technical Journal*, Vol 37, Issue 3, pp. 711-718, May 1958, <https://doi.org/10.1002/j.1538-7305.1958.tb03883.x>
- [16] L.J. Van-der Pauw, A Method of Measuring Specific Resistivity and Hall Effect of Disc of Arbitrary Shape, *Philips Research reports*, Vol 13., No1, pp.1-9, February 1958, 537.723.1:53081.7+538.632:083.9
- [17] F. S. Oliveira, R. B. Cipriano, F. T. da Silva, E. C. Romão & C. A. M. dos Santos, Simple analytical method for determining electrical resistivity and sheet resistance using the van der Pauw procedure, *Scientific Reports*, Vol 10., 02 October 2020, Article number: 16379 (2020)

- [18] K. D. Maglić, A. Cezairliyan, and V.E. Peletsky, Compendium of Thermophysical Property Measurement Methods Vol. 2, Recommended Measurement Technique and practices, Plenum Press, New York and London, 1992, ISBN 0-306-43854-2
- [19] Spišiak J., Righini F., Bussolino G.C., Mathematical models for Pulse-Heating Experiments, *Int. J. Thermophys.*, Vol 22, No. 4, p. 1241-1251, 2001.
- [20] Bárta Š., Thermodiffusion and thermo-electric phenomena in condensed systems, *Int. J. Heat Mass Transf.*, Vol. 39, p. 3531-3542, 1996.
- [21] G Lohöfer, Neuniform Electric Fields in Pulse Heated Wire, *International Journal of Thermophysics*, Vol. 14., No.3, pp. 471-483, 1993.
- [22] Christopher Donaghy-Spargo, Alton Horsfall, Transient skin effect in power electronic applications, The Journal of Engineering, The 9th International Conference on Power Electronics, Machines and Drives (PEMD 2018), July 2018, eISSN 2051-3305, doi: 10.1049/joe.2018.8132
- [23] Kaschnitz E., Supancic P., Three- Dimensional Finite-Element Analysis of High-Speed (Milisecond) Measurements, *Int. J. Thermophys.*, Vol. 26, No. 4, p. 957-967, DOI 10.1007/s10765-005-6677-9, 2005.
- [24] Bussolino G.C., Annino G., Ferrari C., Righini F., Virtual Experiments by Pulse Heating Techniques: Cilindrical Tungsten Specimens, *Int. J. Thermophys.*, Vol. 32, p. 2716-2726, DOI 10.1007/s10765-011-1098-4, 2011.
- [25] Bussolino G.C., Righini F., Virtual Experiments by Pulse Heating Techniques: Tubular Tungsten Specimens, *Int. J. Thermophys.* Vol. 34, p. 78-92, DOI 10.1007/s10765-012-1182-4, 2013.
- [26] Worthing A.G., Atomic heats of tungsten and of carbon at incandescent temperatures, *Phys. Rev.*, Vol. 12, No. 3, p. 199-225, 1918.
- [27] Lapp E., Etude de la chaleur spécifique vraie du nickel, *Ann. Phys.*, Vol. 10, No. 12, p. 442-521, 1929.
- [28] Grew K.E., The specific heat of nickel and of some nickel-copper alloys, *Proc. Royal Soc. London.*, Vol. A145, No. 855, p. 509-522, 1934
- [29] L. Néel and B. Persoz, Nouvelle méthode de mesure des chaleurs spécifiques vraies à haute temperature, *Comptes Rendus Hebdomadaires Des Seances De L Academie des Sciences*. Vol. 208, pp.642-643, 1939
- [30] Kurrelmeyer B., Mais W.H., Green E.H., Heat capacity of fine wires, *Rev. Sci. Instr.*, Vol. 14, No. 12, p. 349-355, 1943.
- [31] N.S. Rasor and J.D. McClelland, Thermal properties of graphite, molybdenum and tantalum to their destruction temperatures, *J. Phys. Chem. Solids*, Vol. 15, Issues 1–2, , pp 17-26, August 1960, [https://doi.org/10.1016/0022-3697\(60\)90095-0](https://doi.org/10.1016/0022-3697(60)90095-0)
- [32] N.S. Rasor and J.D. McClelland, Thermal Property Measurements at Very High Temperatures, *Review of Scientific Instruments*, Vol 31, pp 595, 1960, <https://doi.org/10.1063/1.1931263>
- [33] Pasternak R.A., Wiesendanger H.U.D., Bergsnov-Hansen B., A dynamic method for measuring total emissivities and specific heats of electrical conductors, *J. Appl. Phys*, Vol. 34, p. 3416-3417, 1963.
- [34] R. Parker, *Trans. Met. Soc. AIME* 233, 1545-1549 (1965)
- [35] Kollie T., Specific heat determinations by pulse calorimetry utilizing a digital voltmeter for data acquisition, *Rev. Sci. Instr.*, Vol. 38, No. 10, p. 1452-1463, 1967.
- [36] Thomas G. Kollie, Specific Heat Determinations by Pulse Calorimetry Utilizing a Digital Voltmeter for Data Acquisition, *Review of Scientific Instruments*, Vol. 38, pp. 1452, 1967, <https://doi.org/10.1063/1.1720561>
- [37] Dobrosavljević A.S., Maglić K.D., Pulse heating method for specific heat and electrical resistivity measurement in the range 300 to 1400 K, “Advanced Course in Measurement Techniques in Heat and MassTransfer”, Eds. Soloukhin R.I. and Afgan N. (Hemisphere, Washington DC, USA), pp. 411-420, 1985.

- [38] Dobrosavljević A.S., Maglić K.D., Evaluation of a direct pulse heating method for measurement of specific heat and electric resistivity in the range 300-1900 K, *High Temp. High Press.*, Vol. 21, p. 411-421, 1989.
- [39] Avramescu A., Temperaturabhängigkeit der wahren spezifischen Wärme von Leitungskupfer und Leitungsaluminium bis zum Schmelzpunkt, *Z. Tech. Physik*, Vol. 20, No. 7, p. 213-217, 1939.
- [40] Baxter H.W., Determination of specific heat of metals, *Nature*, Vol. 153, p. 316, 1944.
- [41] Nathan A.M., A dynamic method for measuring the specific heat of metals, *J. Appl. Phys.*, Vol. 22, p. 234-235, 1951.
- [42] Taylor R.E., Finch R.A., The specific heats and resistivities of molybdenum, tantalum, and rhenium, *J. Less-Comm. Metals*, Vol. 6, p. 283-294, 1964.
- [43] R. A. Finch and R. E. Taylor, Apparatus for Determining Thermophysical Properties of Solids by Direct Electrical Pulse Heating, *Review of Scientific Instruments*, Vol. 40, pp. 1195, 1969; <https://doi.org/10.1063/1.1684197>
- [44] G. Jura and W. A. Stark Jr., A Technique for Measurement of the Heat Capacity of Metals under Pressure, *Review of Scientific Instruments*, Vol.40, pp. 656, 1969; <https://doi.org/10.1063/1.1684030>
- [45] Cezairliyan A., Morse M.S., Berman H.A., Beckett C.W., High-speed (subsecond) measurement of heat capacity, electrical resistivity, and thermal radiation properties of molybdenum in the range 1900 to 2800 K, *J. Res. Natl. Bur. Stand.*, Vol. 74A, No. 1, p. 65-92, 1970.
- [46] G. M. Foley, High Speed Optical Pyrometer, *Review of Scientific Instruments*, Vol. 41, pp. 827, 1970; <https://doi.org/10.1063/1.1684658>
- [47] Righini F., Rosso A., Ruffino G., *High Temp. High Press.*, Vol. 4, p. 597, 1972.
- [48] G. Pottlacher, E. Kaschnitz and H. Jäger, Liquid and amorphous metals VIII, *Proceedings of the Eight International Conference on Liquid and Amorphous Metals*, Investigations of Thermophysical Properties of Liquid Metals with a Rapid Resistive Heating Technique, Institute für Experimentalphysik, Technische Universität Graz, Petersgasse 16, 8010 Graz, Austria, Wien, Austria, August 31- September 4, 1993, Part 1, 0022-3093/93/\$06.00 1993-Elsevier Science Publisher B.V.
- [49] S.V. Lebedev and G.I. Mozharov, *High Temp. High Press*, Vol.9, pp.319-324, 1977
- [50] U. Seydel, H. Bauhof, W. Fucke and H. Wadle, *High Temp. High Press.*, Vol.11, pp.635-642, 1979
- [51] U. Seydel, W. Fucke and B. Moller, *Z. Naturforsch*, Vol. 32a, pp.994-1002, 1977
- [52] U. Seydel, H. Bauhof, W. Fucke and H. Wadle, *High Temp. High Press*, Vol.11, pp. 35-42, 1979
- [53] U. Seydel, W. Fucke and B. Moller, *Z. Naturforsch*, Vol. 32a, pp. 147-151, 1977
- [54] G. M. Foley, M.S. Morse and A. Cezairliyan, *In Temperature: Its measurement and Control in science and Industry* (J.f. schooley, Ed.) Vol. 5, pp. 447-452, ISA, Pittsburgh, 1982
- [55] Nenad D. Milošević, Application of the subsecond calorimetry technique with both contact and radiance temperature measurements case study on the solid phase tungsten at very high temperatures, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, April 2021, <https://doi.org/10.1007/s10973-021-10866-4>
- [56] Marijana Babić, Određivanje termofizičkih osobina paladijuma impulsnom metodom sa direktnim grejanjem u širokom temperaturnom opsegu, master rad, Elektrotehnički fakultet u Beogradu, Jun 2010.
- [57] Keithley Instruments, Inc., KPCI-3110 PCI Bus Data Acquisition Boards, User's Manual, 2002
- [58] Marijana Babić, Nenad Milošević, Nenad Stepanić, Software Solution for Control and Data Acquisition in the Pulse Calorimetry Method, *Serbian Journal of Electrical Engineering*, Vol10., No. 10, February 2013, 13-21, DOI: 10.2298/SJEE1301013B

- [59] N.D. Milošević, I.D. Nikolić, Thermophysical properties of solid phase ruthenium measured by the pulse calorimetry technique over a wide temperature range, *International Journal of Materials Research*, Vol. 106, No. 4, p. 361-367, 2015.
- [60] N.D. Milošević, Thermophysical properties of solid phase rhodium measured by the pulse calorimetry technique over a wide temperature range, *International Journal of Materials Research*, Vol. 105, No. 6, p. 571-576, 2014.
- [61] Touloukian Y.S., Kirby R.K., Taylor R.E., and Desai P.D., Thermophysical Properties of Matter, Vol. 12: *Thermal Expansion – Metallic Elements and Alloys*, IFI/Plenum: New York, 1975.
- [62] Touloukian, Y.S., Powel, R.W., Ho, C.Y., and Klemens, P.G., Thermophysical Properties of Matter, Vol. 1: *Thermal Conductivity, Metallic Elements and Alloys*, IFI/Plenum: New York, 1970.
- [63] Nikolić Ivana D., Milošević Nenad D., Petričević Slobodan J., Temperature Nonuniformity due to Heat Conduction and Radiation in the Pulse Calorimetry Technique, *Thermal Science*, 2022, 26, 4 Part B, 3619-3626, DOI: 10.2298/TSCI220115037N, Scopus: 2-s2.0-85135526357
- [64] Milošević N.D., Vuković G.S., Pavičić D.Z., Maglić K.D., Thermal Properties of Tantalum Between 300 and 2300 K, *Int. J. Thermophys.*, Vol. 20, No. 4, 1129-1136, 1999.
- [65] Henning C.D, Parker R., Transient Response of an Intrinsic Thermocouple, *J. Heat Transfer*, Transactions of the ASME, 146-153, May 1967.

9. Прилог

```
function [sig,tip,yrange,pyr]=obrada_yrange(sig)
% Funkcija za podesavanje opsega odziva ems

yrange='d';
tip=0;
while yrange=='d'
    disp(' ')
    close;plot(sig(:,2),'.-');grid;zoom
    nsigstart0=input('Uneti redni broj tacke signala temperature pre prve smetnje: ');
    close;plot(sig(:,2),'.-');grid;zoom
    nsigstart1=input('Uneti redni broj tacke signala temperature nakon prve smetnje: ');
    close;plot(sig(:,2),'.-');grid;zoom
    nsigend0=input('Uneti redni broj tacke signala temperature pre druge smetnje: ');
    close;plot(sig(:,2),'.-');grid;zoom
    nsigend1=input('Uneti redni broj tacke signala temperature nakon druge smetnje: ');
    sigstart0=sig(nsigstart0,2);
    sigstart1=sig(nsigstart1,2);
    dsigstart=sigstart0-sigstart1;
    sigend0=sig(nsigend0,2);
    sigend1=sig(nsigend1,2);
    dsigend=sigend1-sigend0;
    for i=nsigstart1:nsigend0
        dsig(i)=(dsigend-dsigstart)/(nsigend0-nsigstart1)*(i-nsigstart1)+dsigstart;
    end

    disp(' ')
    compttc=input('Kompenzacija ems signala usled konacnog vremena odziva termopara (d/n)? ','s');
    if compttc==[];compttc='n';end
    while compttc=='d'
        ttc=input('Uneti karakteristicno vreme odziva termopara [ms]: ');
        ttc=ttc*1e-3;
        fit='d';
        while fit=='d'
            close;plot(sig(nsigstart1:nsigend0,1),sig(nsigstart1:nsigend0,2));grid;zoom
            nfit=input('Uneti stepen polinoma za fitovanje signala termopara (1,2,3,..., ENTER -
5)? ');
            if nfit==[];nfit=5;end
            P=polyfit(sig(nsigstart1:nsigend0,1),sig(nsigstart1:nsigend0,2),nfit);
            sigfit(:,1)=polyval(P,sig(nsigstart1:nsigend0,1));
            sigfitres=sigfit-sig(nsigstart1:nsigend0,2); % rezidual fitovanja

            close;plot(sig(nsigstart1:nsigend0,1),sig(nsigstart1:nsigend0,2),'.',sig(nsigstart1:nsigend0,1),
sigfit',r.-');
            legend('Signal termopara','Fitovan polinom');grid;zoom;pause
            close;plot(sig(nsigstart1:nsigend0,1),sigfitres);legend('Rezidual fitovanja
polinomom');grid;zoom
            fit=input('Nastavak fitovanja signala termopara polinomom (d/n)? ','s');
            if fit==[];fit='n';end
        end
    end
end
```

```

        for i=nsigstart1:nsigend0
            s0=sig(i,2)+ttc*P(nfit);
            j=2;
            while j<=nfit
                ss=s0+j*ttc*P(nfit-j+1)*sig(i,1)^(j-1);
                s0=ss;
                j=j+1;
            end
            sigcomp(i+1-nsigstart1,1)=s0;
        end

close;plot(sig(nsigstart1:nsigend0,1),sig(nsigstart1:nsigend0,2),'.',sig(nsigstart1:nsigend0,1),sigcomp, 'r.-');
    legend('Signal termopara','Kompenzovan signal termopara');grid;zoom
    pause
close;plot(sig(nsigstart1:nsigend0,1),sigcomp-sig(nsigstart1:nsigend0,2),'.-');
    legend('Razlika kompenzovanog i nekompenzovanog signala termopara');grid;zoom
    compttc=input('Nastavak kompenzacije signala usled konacnog vremena odziva termopara (d/n)? ','s');
end
sig(nsigstart1:nsigend0,2)=sigcomp;

sigref=sig;
disp(' ')
close;plot(sigref(:,3),'.-');legend('U');grid;zoom
nsigrefstart=input('Uneti redni broj tacke pocetka korisnog signala napona: ');
sigrefstart=sigref(nsigrefstart,3);
close;plot(sigref(:,3),'.-');legend('U');grid;zoom
nsigrefend=input('Uneti redni broj tacke kraja korisnog signala napona: ');
sigrefend=sigref(nsigrefend,3);

signew(:,1)=sig(:,2);
signew(:,2)=sig(:,2);
signew(:,3)=sig(:,2);
signew(:,4)=sig(:,2);
for i=nsigstart1:nsigend0
    signew(i,1)=sig(i,2)+sigref(nsigrefstart+i-nsigstart1,3)*dsigstart/sigrefstart;    % signal
sa podesenim odzivom na pocetku
    signew(i,2)=sig(i,2)+sigref(nsigrefend+i-nsigend0,3)*dsigend/sigrefend;    % signal
sa podesenim odzivom na kraju
    signew(i,3)=sig(i,2)+sigref(nsigrefstart+i-nsigstart1,3)*dsig(i)/sigref(i,3);    % signal
sa podesenim odzivom na pocetku i na kraju
    signew(i,4)=sig(i,2)+sigref(nsigrefstart+i-nsigstart1,3)*(dsigstart/sigrefstart+...
        sig(i,1)/sig(nsigend0,1)*(dsigend/sigrefend-dsigstart/sigrefstart));    % signal
sa vremenski zavisnom linearnom aproksimacijom
end
close;plot(sig(:,1),sig(:,2),'.-',sig(:,1),signew(:,1),'.-',sig(:,1),signew(:,2),'.-',...
    sig(:,1),signew(:,3),'.-',sig(:,1),signew(:,4),'.-');legend('T','T-adjstart','T-adjend','T-adj','T-adjlin');grid;zoom
    %tip=input('Uneti tip podesavanja signala (1 - na pocetku, 2 - na kraju, 3 - na pocetku i na kraju signala, 4 - sa linearnom aproksimacijom): ');
    tip=4;

```



```

if tip==1
    signew=signew(:,1);
elseif tip==2
    signew=signew(:,2);
elseif tip==3
    signew=signew(:,3);
elseif tip==4
    signew=signew(:,4);
end
sig(:,2)=signew;
yrange=input('Nastavak podesavanja opsega ems signala (d/n)? ','s');
end
disp(' ')

```

10. Биографија

Стручна биографија

- Ивана Николић је 2003. године завршила Математичку гимназију у Београду. Исте године уписала је основне дипломске студије на Електротехничком факултету у Београду, смер Микроелектроника, оптоелектроника и ласерска техника. Дипломирала је 30.10.2007. са општим успехом 8,53 и оценом 10 на дипломском испиту, са темом „Карактеристике луминозности ТЦС модела повратних удара муња и грома“, док је мастер студије на истом факултету завршила 09.07.2009. са општим успехом 10,0 и оценом 10,0 на теми „Одређивање топлотне дифузивности цинка применом ласерске импулсне методе у широком температурном опсегу. Докторске студије је уписала у октобру 2009. године, смер Наноелектроника и фотоника. Јула 2016 године на Универзитету у Београду прихваћена је тема докторске дисертације под називом „Одређивање специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности чврстих електропроводних материјала струјно-импулсном методом у широком опсегу температура“

- Од 17.03.2008. године је запослена је у ИНН „Винча“, у Лабораторији за термотехнику и енергетику.

- Од 2015. до 2018. године ангажована је на међународном пројекту „Developing traceable capabilities in thermal metrology - Eura-Thermal“ у оквиру програма HORIZON 2020. Од 2018. до 2021. године ангажована је на међународном пројекту подржаном од стране EURAMET под скраћеним називом Hi-TRACE.

- Од 2015. године ради као овлашћени испитивач у акредитованој метролошкој лабораторији за температуру и влажност и у лабораторији за термофизичке особине материјала.

- Истраживачки рад Иване Николић је заснован на експерименталном одређивању термофизичких особина чврстих материјала, преношењу следивости и унапређењу експерименталних поставки Лабораторије за термотехнику и енергетику.

- Досадашњи резултати Иване Николић су: 4 рада у међународним научним часописима са импакт фактором, 3 рада са међународских конференција, 1 рад у научном часопису од националног значаја, 2 рада у зборницима скупова од националног значаја и 1 техничко решење. У оквиру израде дисертације објавила је један рад у међународном часопису са импакт фактором.

Изјава о ауторству

Име и презиме аутора Ивана Николић

Број индекса 09/5022

Изјављујем

да је докторска дисертација под насловом

Одређивање специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности чврстих електропроводних материјала струјно импулсном методом у широком опсегу температура

резултат сопственог истраживачког рада;

- да дисертација у целини ни у деловима није била предложена за стицање друге дипломе према студијским програмима других високошколских установа;
- да су резултати коректно наведени и
- да нисам кршио/ла ауторска права и користио/ла интелектуалну својину других лица.

Потпис аутора

У Београду, 27.02.2023.

Ивано Николић

Изјава о истоветности штампане и електронске верзије докторског рада

Име и презиме аутора **Ивана Николић**

Број индекса **5022/09**

Студијски програм Електротехника

Наслов рада Одређивање специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности чврстих електропроводних материјала струјно импулсном методом у широком опсегу температура

Ментор др Слободан Петричевић

Изјављујем да је штампана верзија мог докторског рада истоветна електронској верзији коју сам предао/ла ради похрањивања у **Дигиталном репозиторијуму Универзитета у Београду**.

Дозвољавам да се објаве моји лични подаци везани за добијање академског назива доктора наука, као што су име и презиме, година и место рођења и датум одбране рада.

Ови лични подаци могу се објавити на мрежним страницама дигиталне библиотеке, у електронском каталогу и у публикацијама Универзитета у Београду.

Потпис аутора

У Београду, 27.02.2023.

Ивана Николић

Изјава о коришћењу

Овлашћујем Универзитетску библиотеку „Светозар Марковић“ да у Дигитални репозиторијум Универзитета у Београду унесе моју докторску дисертацију под насловом:

Одређивање специфичне топлоте и специфичне електричне отпорности чврстих електропроводних материјала струјно импулсном методом у широком опсегу температура

која је моје ауторско дело.

Дисертацију са свим прилозима предао/ла сам у електронском формату погодном за трајно архивирање.

Моју докторску дисертацију похрањену у Дигиталном репозиторијуму Универзитета у Београду и доступну у отвореном приступу могу да користе сви који поштују одредбе садржане у одабраном типу лиценце Креативне заједнице (Creative Commons) за коју сам се одлучио/ла.

1. Ауторство (CC BY)
2. Ауторство – некомерцијално (CC BY-NC)
3. Ауторство – некомерцијално – без прерада (CC BY-NC-ND)
4. Ауторство – некомерцијално – делити под истим условима (CC BY-NC-SA)
5. Ауторство – без прерада (CC BY-ND)
6. Ауторство – делити под истим условима (CC BY-SA)

(Молимо да заокружите само једну од шест понуђених лиценци.
Кратак опис лиценци је саставни део ове изјаве).

Потпис аутора

У Београду, 27.02.2023.

Љана Ничић