

Прямые измерения коэффициента теплового расширения тяжелой воды компенсационным методом с применением двойной модуляции

Л. А. Благодоров, О. О. Карчевский и Т. В. Ларюшин

Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Ленинские Горы, 1,
Москва 119991, Россия

E-mail: blagoravovla@mail.ru

Статья поступила в редакцию 22 ноября 2023 г.

Аннотация. Для прямого определения коэффициента теплового расширения (КТР) тяжелой воды применен компенсационный метод с использованием двойной модуляции. Поскольку метод изначально разрабатывался для проводящих сред, то при использовании в качестве образца диэлектрической жидкости требовалось присутствие вспомогательного проводящего образца для формирования компенсирующего сигнала. В качестве такого вспомогательного образца использовался графитовый стержень. Для оценки чувствительности установки при предельно малых сигналах была выбрана температурная область, в которой плотность жидкости проходит через максимум, что теоретически соответствует значению КТР, равному нулю. <https://doi.org/10.33849/2023306>

1. ВВЕДЕНИЕ

Дискуссионная тема о возможности фазового перехода второго рода в жидких щелочных металлах послужила в свое время поводом для развития методов измерения термодинамических коэффициентов. В 1995 году был предложен метод прямых измерений коэффициента теплового расширения проводящих жидкостей с применением двойной модуляции [1]. Для отработки оптимальных режимов измерений было предложено применить этот метод также для измерения коэффициента теплового расширения (КТР) диэлектрических жидкостей с использованием вспомогательного проводящего твердого образца [2].

В настоящей работе, носящей методический характер, применен усовершенствованный генератор давления. Амплитуда колебаний давления составляла 3.5 атм. Форма колебаний — близкая к гармоническим. Вторая гармоника составляла 15% от основного тона. Использование в качестве образца обычной дистиллированной воды или тяжелой воды позволяет также испытать возможности установки в условиях, при которых КТР имеет предельно малые величины. Выбор тяжелой воды в качестве исследуемого образца связан с тем, что тяжелая вода имеет максимальную плотность при более высокой температуре (11.6 °C), чем обычная вода (4 °C). Это обеспечивает более благоприятные условия для термостатирования образца в низкотемпературной области. В настоящей работе выполнены прямые измерения КТР тяжелой воды в температурном интервале от 20 °C до 8 °C. Кроме того, на той же установке при включении только генератора периодической составляющей давления получены значения адиабатического термического коэффициента давления (АТКД), представляющего собой

$$\gamma = \frac{1}{T} \left(\frac{\partial T}{\partial p} \right)_S = \frac{\alpha_p}{c_p \rho}, \quad (1)$$

где α_p — коэффициент теплового расширения, $c_p \rho$ — теплоемкость единицы объема. Из этих данных также были определены значения КТР. Полученные результаты были сопоставлены с известными литературными прецизионными данными [3] по плотности тяжелой воды.

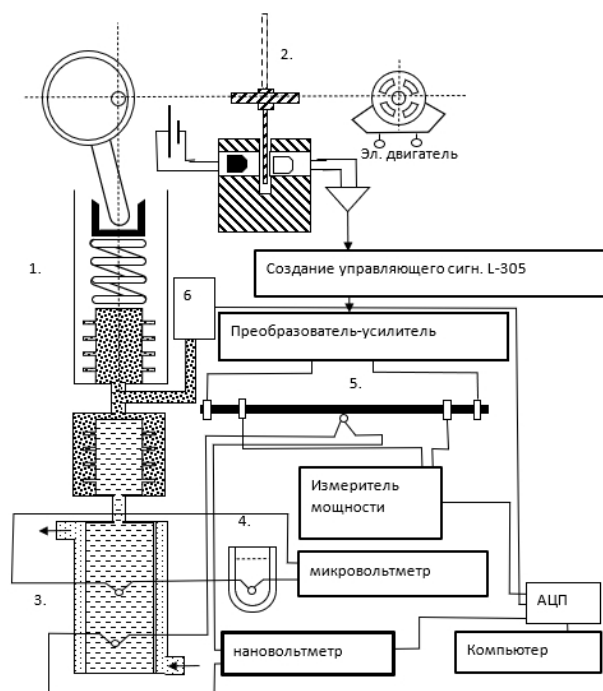


Рисунок 1. Схема установки для измерения КТР диэлектрических жидкостей.

2. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ

Для прямого определения коэффициента теплового расширения жидкого диэлектрического образца используется компенсационный метод с использованием двойной модуляции. Последняя включает в себя одновременные синхронные колебания давления, оказываемого на жидкий образец (тяжелая вода), и колебания мощности электрического тока, пропускаемого через вспомогательный образец (графитовый стержень). При достижении равенства температурных откликов образцов коэффициент теплового расширения определяется из отношения амплитуды колебаний мощности электрического тока к амплитуде колебаний давления.

На рисунке 1 показана схема установки для прямых измерений КТР диэлектрических жидкостей компенсационным методом с применением двойной модуляции.

Квазигармонические колебания в жидком образце, находящемся в ячейке 3, создаются с помощью пружинно-шатунного механизма 1, приводимого в движение электродвигателем. Колебания давления регистрировались датчиком *Mediamate-1000 (HoneyWell)* 6. Расположенный на одной оси с эксцентриком обтюратор 2 позволяет создавать тактовые импульсы (98 импульсов на один оборот обтюлятора), а также обеспечивает создание одного импульса на один оборот обтюлятора для формирования опорного сигнала, синхронного с колебаниями давления. Тактовые импульсы поступают на схему формирования управляющего сигнала. Схема состоит из АЦП-ЦАП преобразователя и компьютера. Компьютер осуществляет как формирование управляющего синусоидального сигнала, так и регулировку его фазового сдвига относительно опорного тактового сигнала в реальном времени. После усиления управляющий синусоидальный сигнал поступает на схему преобразователя и усилителя. Схема формирует сигнал в форме широтно-импульсной модуляции (ШИМ), которая представляет собой последовательность прямоугольных импульсов, длительность которых изменяется по гармоническому закону в соответствии с управляющим сигналом. Важным свойством ШИМ является то, что мощность данного сигнала изменяется синусообразно. Электромагнитная наводка, имеющая частоту следования импульсов ШИМ 10 кГц, не влияет на полезный сигнал на частоте 2.5 Гц. Это позволяет при измерении малых сигналов получать удовлетворительное отношение сигнал/шум. Усиленный сигнал поступает на вспомогательный образец (графитовый стержень) 5. Температурные отклики от основного и вспомогательного образцов регистрировались с помощью дифференциальной хромель-алюмелевой термопары. Один спай термопары находился в измерительной ячейке, а второй был закреплен внутри вспомогательного образца — графитового стержня. Измерение температурного отклика выполнялось на нановольтметре *SR-810* с предусилителем *SR-554*. Чувствительность измерений составила 5 тысячных градуса. Температурный контроль измерительной ячейки осуществлялся с помощью двухконтурного термостатирующего комплекса. Все измеряемые сигналы поступали на АЦП и регистрировались на компьютере. При помощи программной разработки в среде *LabView* в реальном времени осуществлялся гармонический анализ измеряемых сигналов, фильтрация наводок на 50 Гц и сохранение данных на диск. Обработка сигналов осуществлялась только по основному тону на частоте 2.5 Гц. Для дальнейшей обработки использовались свободные от высших гармоник амплитуды колебаний давления Δp , мощности электрического тока ΔW и температурного отклика ΔT . Температуры исследуемого и вспомогательного образцов регистрировались дополнительными термопарами.

Абсолютные значения коэффициента теплового расширения определялись по формуле:

$$\alpha_p = \frac{c_{p1}\rho_1}{c_{p2}\rho_2} \frac{1}{V_2\omega T_1} \frac{\Delta W}{\Delta p}, \quad (2)$$

где $c_{p1}\rho_1$ — теплоемкость единицы объема жидкого образца; $c_{p2}\rho_2$ — теплоемкость единицы объема вспомогательного образца (графит); V_2 — объем вспомога-

ного образца; ω — круговая частота колебаний; T_1 — температура жидкого образца; ΔW — амплитуда колебаний мощности электрического тока, протекающего через графит; Δp — амплитуда колебаний давления. В изучаемом небольшом температурном интервале первый сомножитель изменяется очень слабо, второй сомножитель, зависящий от абсолютной температуры образца, также претерпевает небольшие изменения. Поэтому температурная зависимость КТР определяется в основном отношением амплитуд $\Delta W/\Delta p$.

3. СПОСОБЫ КОМПЕНСАЦИИ

При определении коэффициента теплового расширения по схеме компенсации температурных откликов были изучены два варианта компенсации. Первый вариант соответствует нормальной компенсации. Сначала регистрируется температурный отклик от давления и ожидается установление устойчивого сигнала на нановольтметре. Затем включается модуляция мощности электрического тока. Сдвиг по фазе при этом устанавливается такой, чтобы температурные отклики от давления и мощности были в противофазе. Регулировкой колебаний мощности электрического тока добиваются минимального температурного отклика от дифференциальной термопары. Записываются одновременно сигналы давления, мощности электрического тока и температуры отнесения. На рисунке 2 показан скриншот осциллограмм с панели *LabView*, соответствующих нормальной компенсации. Другой способ компенсации можно

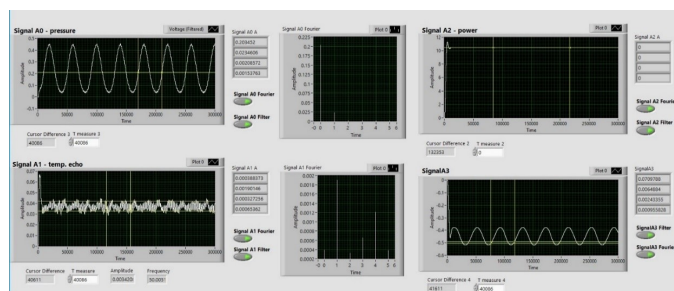


Рисунок 2. Нормальная компенсация. Колебания давления и мощности электрического тока находятся в противофазе. Осциллограмма *Signal A0* демонстрирует колебания давления, *Signal A1* — температурные колебания, регистрируемые дифференциальной термопарой, *Signal A3* — колебания мощности электрического тока.

назвать методом удвоенной амплитуды. Сначала измеряется температурный отклик от переменного давления. Одновременно регистрируется температура отнесения. Затем включается модуляция электрического тока. При этом сдвиг по фазе устанавливается такой, чтобы температурные отклики от давления и мощности электрического тока имели одинаковые фазы. Амплитуда колебаний мощности устанавливается такой, чтобы температурный отклик соответствовал удвоенной амплитуде от того значения отклика, который был получен от переменного давления. Регистрируется амплитуда колебаний электрического тока. На рисунке 3 показана осциллограмма колебаний удвоенного температурного отклика с дифференциальной термопары. На рисунке 4 изображена фазовая диаграмма, из которой видно, что диаграмма имеет острый минимум, когда сигналы находят-

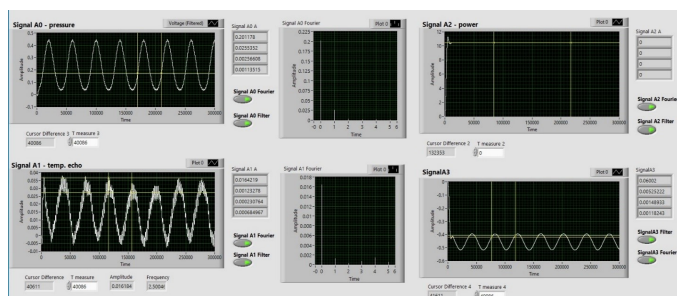


Рисунок 3. Компенсация с удвоенным температурным откликом. Колебания давления и мощности электрического тока имеют одинаковую фазу.

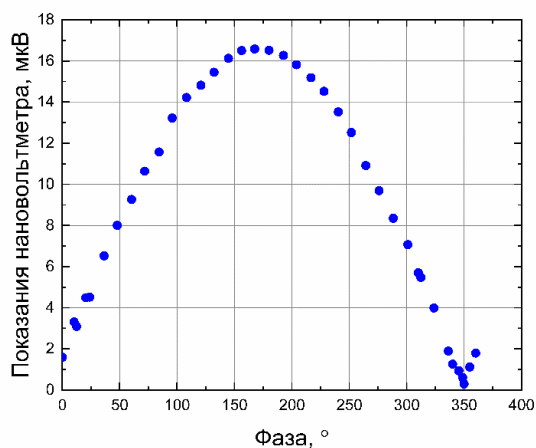


Рисунок 4. Зависимость суммы температурных откликов образца от разности фаз колебаний давления и мощности электрического тока.

ся в противофазе (360°). А при нулевом фазовом сдвиге (180°) диаграмма имеет плавный максимум. В этом случае небольшая ошибка в установлении фазы вносит меньшую погрешность в определении параметров компенсации, чем в случае, когда сигналы находятся в противофазе. При измерении малых температурных откликов (в температурной области минимума КТР) преимущественно использовался способ удвоенного отклика. Необходимо отметить и недостатки второго способа компенсации. Этот способ не учитывает небольших изменений в сигнале давления, которые могут возникнуть при подборе удвоенного сигнала. В этот момент теряется контроль за сигналом давления, поэтому необходимо иметь достаточно стабильный сигнал давления и не затягивать поиск удвоенного сигнала. Этот недостаток не является критическим при компенсации малых температурных откликов.

4. ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Температурные зависимости КТР, полученные с использованием двойной модуляции (смотри формулу (2)), в основном определяются температурной зависимостью отношения $\Delta W/\Delta p$. На рисунке 5 показана температурная зависимость КТР в абсолютных единицах. Проведенные расчеты дают результат, имеющий правильный порядок величины: 10^{-4} K^{-1} . Результаты

прямых измерений КТР тяжелой воды сопоставлены с оценками КТР, сделанными на основе прецизионных данных по плотности тяжелой воды [3]. Значения КТР, полученные в наших опытах, согласуются с литературными данными в температурной области, близкой к точке минимума КТР. При температурах выше 18°C заметный разброс экспериментальных данных связан с несовершенной схемой термостатирования вспомогательного образца и, соответственно, с погрешностью в определении ΔW . Результаты, полученные с использованием

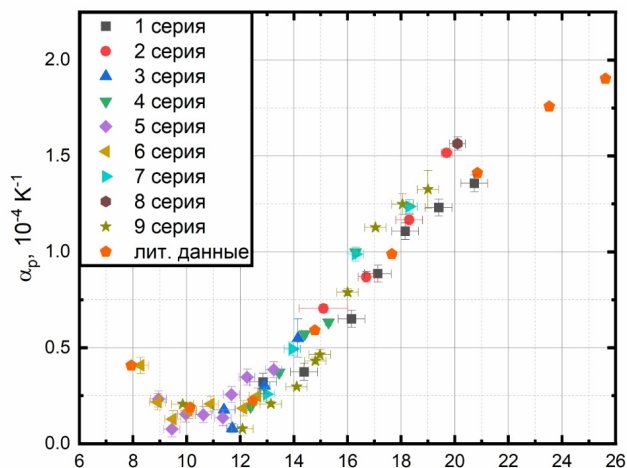


Рисунок 5. Температурная зависимость КТР в абсолютных величинах.

только модуляции давления, представляют собой величины, пропорциональные КТР (смотри формулу (1)). Соответствующие температурные зависимости КТР, полученные по схеме определения отношения амплитуды температурных колебаний ΔW к амплитуде колебаний давления Δp , показаны на рисунке 6. График построен в относительных единицах. При этом учтено, что теплоемкость единицы объема c_{pr} на данном температурном интервале изменяется слабо.

Необходимо отметить, что при использовании формулы (1) вблизи точки экстремума определение КТР в абсолютных величинах является затруднительным ввиду малой величины температурного отклика. При использовании формулы (2) нет необходимости измерять температурный отклик в абсолютных величинах. Тем не менее расчет по формуле (2) требует определения температурного отклика. Таким образом, погрешность определения КТР в области экстремума для обеих формул будет одинаковой, при этом значения КТР, полученные из формулы (2), будут лучше соответствовать абсолютным значениям. Погрешность определения α_p связана преимущественно с погрешностями нахождения величин ΔW , Δp и абсолютной температуры T_1 (см. формулу (2)). Остальные величины в рассматриваемом температурном диапазоне остаются практически постоянными. Случайная погрешность определения величины ΔW составляет 10%, величины Δp — около 1%, величины абсолютной температуры — 0.2%. Суммарная погрешность КТР определяется как сумма квадратов независимых случайных величин. Кроме того, необходимо было учесть неявно присутствующий фактор, связанный с погрешностью компенсации температурных откликов, вызываемых колебаниями давления и мощно-

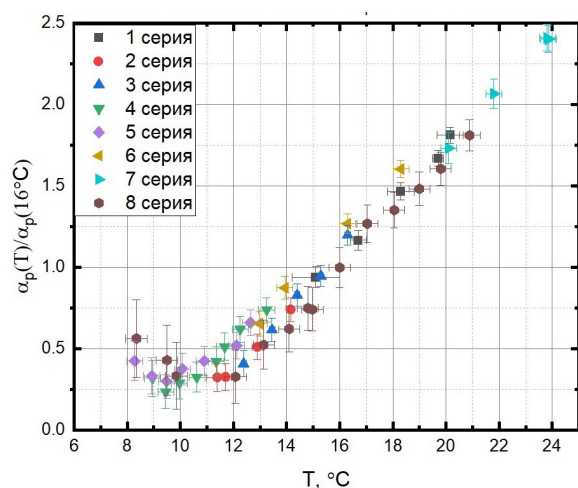


Рисунок 6. Температурная зависимость КТР в относительных единицах.

сти электрического тока. Это определило значительный размер оценки погрешности ΔW . В нашем случае погрешность при определении абсолютного значения КТР

вблизи экстремума составила $1.5 \times 10^{-5} \text{ K}^{-1}$, что соответствует погрешности воспроизводимости. На рисунке 5 видно, что разброс данных для разных серий соответствует оценке погрешности измерений.

Следует отметить, что разработки методов прямых измерений термодинамических коэффициентов (КТР, коэффициента изотермической сжимаемости и др.) должны помочь в изучении слабых структурных аномалий, наблюдаемых в конденсированных средах [4, 5].

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Благоднаров Л А 1995 *Письма в ЖТФ* **21**(24) 51–54
2. Благоднаров Л А, Карчевский О О, Иванников П В и Клепиков А С 2003 *Вестник МГУ Физика.Акустика* **21** 17–21
3. Brulmans J, Verdock J and Eschbach H L 1975 *Z.Naturforsch* **30 a** 107–108
4. Шарыкин Ю Н, Глазков В И, Сковородько С Н, Соменков В А, Фомин В А, Шильштейн С Ш и Шпильрайн Э Э 1979 *ДАН СССР* **244**(1) 72–82
5. Астапкович Ф Ю, Иолин Е М, Козлов Е Н, Николаев В О, Сковородько С Н, Фомин В А, Чиркунова С Е, Шарыкин Ю И и Шпильрайн Э Э 1982 *ДАН СССР* **263**(1) 73–75