

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»

На правах рукописи

A handwritten signature in blue ink, consisting of several loops and a long horizontal stroke, positioned to the right of the text 'На правах рукописи'.

ЛУКЪЯНОВ Кирилл Валерьевич

**МЕТОД ИМПУЛЬСНОГО НАГРЕВА ПРОВОЛОЧНОГО ЗОНДА ДЛЯ
ИССЛЕДОВАНИЯ ОСОБЕННОСТЕЙ ТЕПЛОТДАЧИ К ПРЕДЕЛЬНЫМ
УГЛЕВОДОРОДАМ С ПРИМЕСЬЮ ВОДЫ**

1.3.2. Приборы и методы экспериментальной физики

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Екатеринбург – 2022

Работа выполнена в лаборатории «Высокотемпературные измерения» ФГБУН Институт теплофизики Уральского отделения Российской академии наук

Научный руководитель: кандидат физико-математических наук,
СТАРОСТИН Александр Алексеевич

Официальные оппоненты: **ПОПЕЛЬ Петр Станиславович**,
доктор физико-математических наук, профессор,
ФГАОУ ВО «Уральский государственный педагогический университет», г. Екатеринбург,
профессор кафедры физики, технологии и методики преподавания физики и технологии;

ИВЛИЕВ Андрей Дмитриевич,
доктор физико-математических наук, профессор,
ФГАОУ ВО «Российский государственный профессионально-педагогический университет», г. Екатеринбург,
профессор кафедры математических и естественнонаучных дисциплин;

БАРАНОВ Игорь Владимирович,
доктор технических наук, профессор, ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский университет ИТМО» г. Санкт-Петербург, директор мегафакультета биотехнологий и низкотемпературных систем

Защита диссертации состоится «25» февраля 2022 г. в 15:00 часов на заседании диссертационного совета УрФУ 1.3.02.06 по адресу: 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19, И-420 (зал Ученого совета).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»: <https://dissovet2.urfu.ru/mod/data/view.php?d=12&rid=3322>

Автореферат разослан: «__» _____ 2022 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета

Ищенко Алексей Владимирович

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы. Вода, как вездесущий компонент нашей природы, может присутствовать в углеводородных рабочих телах различных аппаратов и установок. Работа технологических агрегатов нередко сопровождается нестационарными режимами локального тепловыделения, которые могут приводить к перегреву технологических жидкостей, их расслоению и вскипанию. Сложность протекающих процессов затрудняет их теоретическое описание и стимулирует экспериментальные исследования, направленные на разработку новых принципов и методов нестационарных теплофизических измерений. Возрастающий интерес к изучению свойств углеводородных жидкостей с примесью воды связан с необычными и малоизученными явлениями, протекающими в условиях высокоэнергетического импульсного воздействия на них при сгорании топлив, смазки высокоскоростных узлов трения, электрических разрядах. Добавки воды могут оказывать как отрицательное, так и положительное влияние на ход технологических процессов, что обуславливает необходимость их контроля. Массовое применение углеводородных жидкостей в составе топлив и масел широкого назначения определяет актуальность исследований их теплофизических свойств в экстремальных состояниях и разработки соответствующих методов и приборов.

Предметом данной работы стала разработка метода и прибора нестационарных теплофизических измерений для изучения явления повышения интенсивности теплопереноса обводненными жидкими углеводородами при импульсном нагреве проволочного зонда. Данное явление проявляет себя в области перегрева относительно температуры равновесия жидкость-пар при заданном давлении. Объектами изучения, исходя из практической значимости и наличия данных по теплофизическим свойствам, выбраны предельные углеводороды с различной длиной молекулярной цепи, а именно, н-гексан, н-декан и н-гексадекан. Постановка задачи исследования потребовала разработки автоматизированного прибора для управляемого импульсного воздействия на тонкий проволочный зонд, который является как нагревателем, так и термометром сопротивления. Нестационарный характер теплообменных процессов при импульсном нагреве проволочного зонда потребовал разработки нового подхода к выполнению измерений, актуального для исследований и других диэлектрических жидкостей с примесями.

Работа поддержана Российским научным фондом, проект № 19-19-00115.

Цель работы состояла в разработке метода и автоматизированного прибора для контролируемого импульсного нагрева проволочного зонда и сравнительной оценки интенсивности теплоотдачи с поверхности зонда к углеводородным жидкостям с примесями в условиях кратковременного мощного тепловыделения.

Задачи работы:

1. Разработка нового метода оценки теплоотдачи с поверхности импульсно нагреваемого зонда в исследуемую среду и моделирование процессов теплообмена в системе зонд – диэлектрическая среда.

2. Создание новых приборов и устройств для проведения исследований теплоотдачи с поверхности импульсно нагреваемого зонда к образцам жидких углеводородов

3. Разработка средств автоматизации импульсного эксперимента.

4. Экспериментальное исследование особенностей теплоотдачи с поверхности импульсно нагреваемого зонда в образцах жидких углеводородов с малыми добавками воды, включая кратковременно перегретые состояния жидкости.

Научная новизна

Разработан метод относительных измерений температурной зависимости теплоотдачи импульсно нагреваемого зонда к диэлектрическим жидкостям с примесями, апробированный на образцах углеводородных жидкостей с примесью воды.

Разработаны и созданы приборы и устройства для проведения исследований теплоотдачи импульсно нагреваемого зонда к образцам жидких углеводородов с малыми добавками воды при температурах до 400°C и давлениях до 5 МПа.

Разработаны и созданы средства автоматизации физического эксперимента для исследования теплоотдачи с поверхности импульсно нагреваемого зонда в различных средах.

Впервые получены количественные результаты экспериментального исследования явления непропорционального увеличения теплоотдачи импульсно нагреваемого зонда к образцам жидких углеводородов с малыми добавками воды с выходом в кратковременно перегретые состояния жидкости.

Теоретическая значимость работы заключается в разработке нестационарного метода определения относительного коэффициента теплоотдачи импульсно нагреваемого проволочного зонда к диэлектрическим жидкостям с примесями, позволяющего проводить измерения в широкой области стабильных и перегретых состояний жидкости.

Практическая значимость работы обусловлена широким применением исследованных углеводородов в составе технологических жидкостей и в технологических процессах с мощным тепловыделением. Развиваемый подход, основанный на оценке влияния малых добавок воды на тепловые процессы в перегретых углеводородных жидкостях, может служить инструментом оценки качества технологических жидкостей в широком диапазоне температур и давлений. Разработанный метод и прибор применены для сопоставления коэффициента теплоотдачи зонда в образцах промышленных масел и оценки их относительного влагосодержания по заранее выполненной калибровке.

Положения, выносимые на защиту:

1. Разработанный метод двухимпульсного нагрева проволочного зонда с подстройкой значения тока второго импульса позволяет проводить измерения среднего относительного коэффициента теплоотдачи (СОКТ) зонда с линейно-термозависимым сопротивлением к образцам диэлектрической жидкости с малыми примесями в близких температурно-временных условиях (ТВУ) нагрева зонда.

2. Разработанная и созданная экспериментальная установка обеспечивает проведение измерений температурных и барических зависимостей СОКТ зонда к образцам углеводородных жидкостей с примесью воды при температурах нагрева зонда до 400 °С и давлениях до 5 МПа.

3. Разработанные и созданные средства автоматизации физического эксперимента позволяют проводить исследования температурной зависимости СОКТ проволочного зонда к образцам углеводородных жидкостей с примесью воды в близких ТВУ двухимпульсного нагрева.

4. С помощью разработанной аппаратуры и приборов проведено экспериментальное исследование и дана количественная оценка эффекта непропорционального увеличения СОКТ зонда к образцам углеводородных жидкостей с примесью воды вблизи температуры вскипания жидкости и его уменьшения при увеличении давления.

Личный вклад автора заключается в разработке метода измерений, проведении экспериментальных исследований, выполнении необходимых расчетов, разработке математических моделей, обобщении результатов экспериментальных и численных исследований.

Достоверность результатов подтверждается применением апробированных методов теплофизических измерений, применением фундаментальных термодинамических законов, опытом работы с перегретыми жидкостями, соответствием результатов численного моделирования результатам экспериментов, выполнением численного моделирования на сертифицированном пакете программ Elcut.

Апробация работы:

Результаты работы докладывались на 23 конференциях, среди которых: 7th Rostocker International Conference: THERMAM2018, Rostock, Germany (Германия, Росток, 2018); 9th Rostocker International Conference: THERMAM2020, Rostock, Germany (Германия, Росток, 2020); MEASUREMENT 2019, Proceedings of the 12th International Conference (Словакия, Смоленице, 2019); SibTest – 2019 Екатеринбург; V Российская Конференция «Метастабильные состояния и флуктуационные явления», посвященная 90-летию со дня рождения академика В.П. Скрипова, Екатеринбург, 2017; Фазовые превращения в углеводородных флюидах: теория и эксперимент, Москва, 2016; Российская конференция по теплофизическим свойствам веществ, Москва, 2018; XIV Российская конференция по теплофизическим свойствам веществ, Казань, 2014; V Международная научно-техническая конференция «Современные методы и средства исследований теплофизических свойств веществ», Санкт-Петербург, 2019 и др.

Публикации

По теме диссертации опубликовано 33 научных труда, в том числе 8 статей в рецензируемых научных журналах [1-8] из списка ВАК РФ, из которых 5 проиндексированы в базе Scopus и Web of Science, и 1 патент РФ [9] на полезную модель.

Структура и объем работы

Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения, приложения, списка сокращений, списка использованных источников из 92 наименований. Работа изложена на 129 страницах, содержит 86 рисунков.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обсуждается выбор направления исследования, намечена его цель и объекты для изучения, представлена структура диссертации.

Здесь же приведена принятая в тексте диссертации терминология. В частности, под термином «температура зонда» понимается его среднеинтегральная (по объему) температура как функция времени $T(t)$; интенсивность переноса тепла от зонда к различным образцам сопоставляется путем отношения коэффициентов теплоотдачи; влагосодержание в образцах изменяется от 5 до 35 ppm, где ppm составляет одну миллионную долю от массы образца; базовый образец, прошедший процедуру удаления воды (5 ppm), именуется «осушенным» или «сухим» образцом (с индексом С); образец с добавкой воды (30-35 ppm), именуется «обводненным» образцом (индекс В).

В первой главе обсуждаются известные теплофизические методы исследования углеводородных жидкостей и влияние добавок воды на их свойства. Показаны положительные (например, повышение октанового числа в топливах) и отрицательные стороны добавок воды в углеводородные жидкости (ухудшение смазочных свойств, уменьшение электросопротивления и др.). Показаны различные методики и устройства исследования углеводородов на предмет наличия в них воды и ее количества. Сделан вывод, что среди методов физического контроля метод импульсного нагрева проволочного зонда выделяется высокой чувствительностью, простотой реализации, пригодностью для организации мониторинга влагосодержания углеводородных жидкостей в лабораторных и производственных условиях.

Дано описание различных методик импульсного нагрева и их аппаратурных реализаций. С учетом их особенностей, было предложено разработать пригодную для автоматизации методику на основе двухимпульсного нагрева и позволяющую количественно оценивать влияние «обводнения» в образцах на теплоотдачу зонда в различных условиях нагрева.

Глава завершается постановкой задачи исследования.

Во второй главе описывается разработка метода компенсационного импульсного нагрева зонда для определения теплоотдачи зонда в образцах с примесями в близких температурно-временных условиях (ТВУ) нагрева.

Суть метода заключается в следующем (рисунок 1): на втором импульсе тока I_2 существует различие между образцами; «сухой» образец нагревается до температуры T_1 за интервал времени (t_0-t_C) , «обводненный» – за время (t_0-t_B) . При этом можно подобрать такой ток I_{2B} , при котором $(t_0-t_C) \approx (t_0-t_B)$. При условии компенсации линейно-термозависимого изменения теплоотдачи зонда соответствующим изменением мощности нагрева на линейно-термозависимом сопротивлении зонда термограммы для обоих образцов станут практически одинаковыми. Близость термограмм позволяет сравнивать интенсивность

теплоотдачи с поверхности зонда к образцам с малыми добавками примеси в близких ТВУ нагрева.

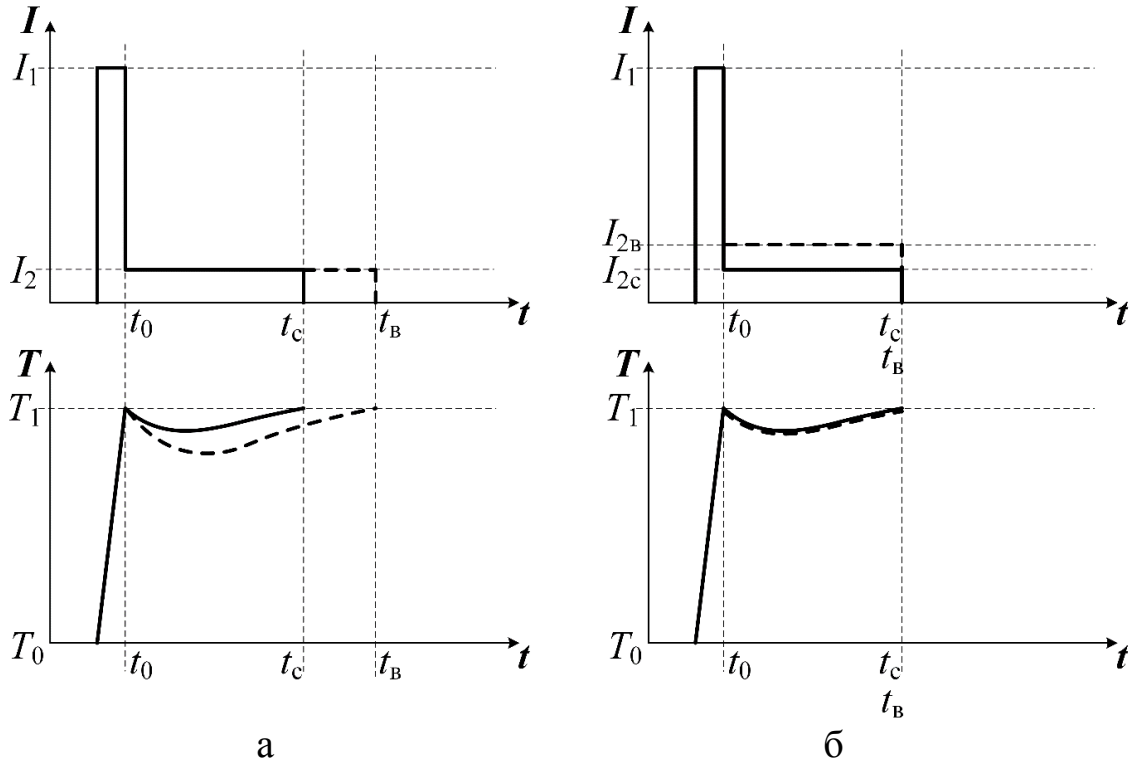


Рисунок 1. Методика обычного (а) и компенсационного (б) нагрева зонда.

Для оценки теплоотдачи тонкого проволочного зонда пренебрегаем концевыми теплопотерями и считаем, что мощность его нагрева в основном расходуется на нагрев среды $W_{cp}(t)$ и нагрев материала зонда. Эффект изменения «мгновенной» теплоотдачи зонда для двух образцов с разным влагосодержанием будем оценивать по отношению коэффициентов теплоотдачи зонда в этих образцах. Поскольку оба образца находились в близких ТВУ нагрева, то величины температурного напора $\Delta T_B(t) \approx \Delta T_C(t)$ и площадь зонда $S_B = S_C$ в данном случае можно исключить. Отсюда следует, что отношение «мгновенных» коэффициентов теплоотдачи зонда в «обводненном» $K_B(t)$ и «осушенном» $K_C(t)$ образцах будет близко к отношению соответствующих значений мощностей $W_{cp}(t)$, передаваемых с поверхности зонда в среду в близких ТВУ нагрева:

$$\frac{K_B(t)}{K_C(t)} = \frac{W_{cpB}(t)}{W_{cpC}(t)} \quad (1)$$

В случае близкого соответствия начального и конечного значений температуры зонда на втором импульсе (T_1 на рисунке 1), его теплосодержание изменится незначительно. Тогда на интервале второго импульса количество тепла, переданного с поверхности зонда в среду, будет близко к значению выделенной электрической энергии E_2 :

$$\int_{t_0}^{t_c} W_{cp}(t) dt \approx \int_{t_0}^{t_c} I^2 R_3(t) dt = E_2 \quad (2)$$

Следовательно, при соблюдении перечисленных условий, средний относительный коэффициент теплоотдачи (СОКТ) с поверхности импульсно нагреваемого зонда можно определить простым соотношением:

$$\frac{K_B}{K_C} = \frac{E_{2B}}{E_{2C}} \quad (3)$$

Наблюдаемые в опыте процессы воспроизведены в приближении двумерной численной модели цилиндрического проволочного зонда со справочными теплофизическими характеристиками на примере чистого гексадекана. Подгонка под наблюдаемую температурную зависимость для «обводненного» образца за счет изменения значений теплопроводности и теплоемкости гексадекана показала, что необходимые в численном опыте изменения для теплопроводности (на 15%) и теплоемкости (в 2 раза) не правдоподобны для нашего случая влагосодержания менее 0,005% (вес.). Моделирование с добавкой конвекционной составляющей показало, что изменение теплоотдачи зонда в «обводненных» образцах объяснимо при предположении развития микроконвекции в перегретом слое жидкости вблизи значения температуры вскипания.

Термограммы нагрева проволоки рассчитывались в пакете численного моделирования ELCUT компании «ТОР» в режиме, близком к режиму нагрева проволоки в реальном эксперименте. Результаты моделирования показали, что температура в самой горячей точке не превосходила значения температуры достижимого перегрева для исследуемых углеводородных жидкостей. Также был смоделирован дополнительный конвекционный сток тепла с зонда, характерный для «обводненных» образцов и компенсация этого стока тепла изменением тока на втором импульсе с достижением схожих температурно-временных условий нагрева зонда в разных образцах с точностью $\pm 1\%$. Подтверждена возможность компенсации отклонений температурных зависимостей нагрева зонда в образцах с различным содержанием влаги за счет изменения значения постоянного тока на втором импульсе.

Вторая глава завершается заключением о работоспособности компенсационной методики на модели и определением требований к требуемой чувствительности блоков нагрева и измерения сигналов зонда.

В третьей главе приведено описание разработки прибора для импульсных теплофизических измерений с проволочным зондом и экспериментальной установки. Описаны компоненты экспериментальной установки, принцип работы прибора, блок-схема устройств нагрева проволочного зонда и быстродействующих измерений, изложена структура средств автоматизации, программного обеспечения для управления экспериментальной установкой и получения первичных данных эксперимента. Приведены оценки основных составляющих неопределенности измерения относительного коэффициента теплоотдачи с поверхности проволочного зонда.

Для применения метода относительной оценки теплоотдачи с поверхности проволочного зонда в заданных температурно-временных условиях к образцам жидких углеводородов разработана новая экспериментальная установка.

Установка включает измерительную ячейку и устройство программирования и контроля нагрева зонда. Для создания давления на исследуемую жидкость до 6 МПа используется поршневой пресс с винтовым приводом. Разработка электронных узлов устройства нагрева выполнена А.Н. Котовым (ИТФ УрО РАН).

Устройство программируемого нагрева зонда

Для исследований малых изменений теплоотдачи с проволочного зонда в нестационарных процессах с двухимпульсным нагревом необходимо обеспечить повторяемость задаваемых режимов нагрева (необходимая относительная точность установки температуры T_1 (рисунок 1) $\pm 0,3\%$) и большой динамический диапазон точных измерений тока в цепи зонда и напряжения зонда (неопределенность значений напряжения для первого импульса составила 4 мВ, для второго импульса – 0,125 мВ, при измерении тока – 1 мА).

По сравнению с ранее применявшимися решениями введены следующие изменения:

- программный задатчик тока нагрева. Для выбора режима нагрева отдельно для первого и второго импульса был применен генератор тока с цифровой установкой с помощью двух ЦАП и возможностью быстрого (меньше 1 мкс) переключения.

- отдельные измерительные каналы для регистрации сигналов на первом и втором импульсе нагрева зонда. Существенное различие (до 15 раз) между уровнями токов нагрева на первом и втором импульсе приводит к соответствующему различию в уровне измеряемых напряжений на сопротивлении проволочного зонда. Для обеспечения необходимой точности измерений напряжения целесообразна раздельная обработка сигналов на первом и втором импульсах. Применение двухканальной схемы, состоящей из двух ОУ и двух АЦП, коэффициент передачи которых подобран под соответствующий режим нагрева (первая связка ОУ и АЦП для первого импульса, вторая связка ОУ и АЦП для второго импульса) позволяет иметь высокую чувствительность измерения напряжения на обоих импульсах нагрева [9].

Устройство нагрева, подключённое к ПК, работает в режиме slave (ведомого), а ПК выступает в роли master (ведущий). ПК посылает запрос, устройство отвечает на этот запрос в зависимости от текущего состояния. Размер пакета запроса и пакета ответа равен 64 байта. Таким образом происходит загрузка данных на устройство и их выгрузка. Для считывания массива данных и графиков нагрева запускается цикл последовательного считывания из памяти устройства этих данных.

Для упрощения работы пользователя с устройством, передача данных и команд управления устройством разбита на два уровня: уровень пользователя и аппаратный уровень. Данная особенность также упрощает написание программной оболочки и применения устройства в будущем, поскольку на уровне пользователя (верхний уровень) присутствуют только физические величины (ток, сопротивление, время), которые передаются ПК в устройство в виде переменных формата float. Команды управления устройством и задание режимов измерения также поступают от ПК. Коды установки ЦАП и считывания из АЦП

присутствуют только на аппаратном уровне, и от экспериментатора они скрыты. МК пересчитывает значения, полученные от ПК, в цифровые коды, управляя ЦАП и другими логическими компонентами. Данная процедура происходит и в обратном направлении в сторону ПК: коды с логических компонентов и АЦП пересчитываются в физические величины и передаются от МК к ПК в виде массивов формата float.

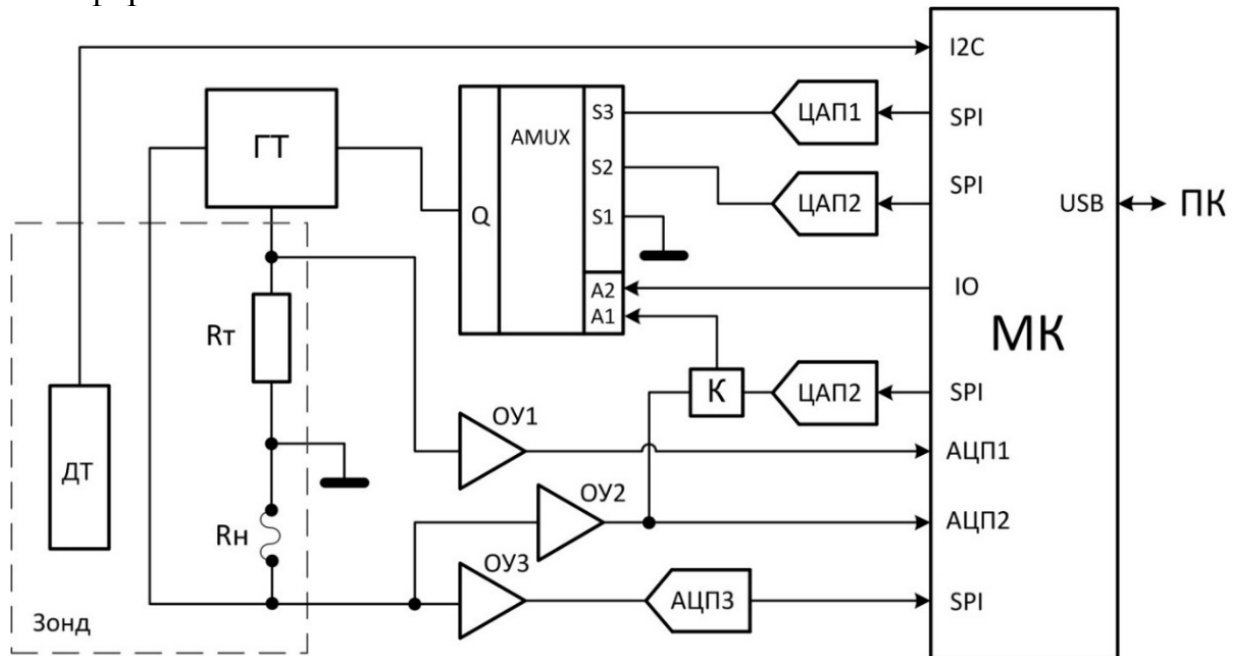


Рисунок 2. Микропроцессорное устройство нагрева с зондом. МК – микроконтроллер, АЦП – аналого-цифровой преобразователь, ЦАП – цифро-аналоговый преобразователь, AMUX – аналоговый мультимultipлексор, ГТ – генератор тока, R_t – токоизмерительное сопротивление, R_n – термозависимое сопротивление проволочного нагревателя, ОУ – операционный усилитель, К – компаратор, ДТ – датчик температуры, ПК – персональный компьютер.

Измерительная ячейка

Измерительная ячейка изготовлена из инертного материала – фторопласта. Стенки ячейки тонкие и легко деформируемые, с внешней стороны контактируют с гидравлической жидкостью, а с внутренней стороны – с исследуемой жидкостью. Проверка разности давлений производилась с помощью второго манометра, установленного вместо токоподводов. Этот манометр измерял давление непосредственно внутри ячейки с исследуемой жидкостью. Проверка разности давлений снаружи и внутри ячейки показала погрешность передачи давления не более 0,2%.

Внутри ячейки помимо исследуемой жидкости находится зонд с тонкой платиновой проволочкой и датчик средней температуры объема жидкости. Сверху ячейку закрывает герметичная крышка с крепежными болтами и выводами токоподводов. Контакты токоподводов проходят в текстолите толщиной 5 мм и залиты изолирующим герметиком. Эта конструкция с целью герметизации прожимается двумя фторопластовыми прокладками и стягивается болтами. Данная конструкция позволяет прикладывать давление до 10 МПа.

Программное обеспечение

Для управления процессом нагрева зонда, сбора и обработки данных была разработана программная оболочка, которая выполняет следующие функции (рисунок 3):

- управление режимами нагрева проволочного зонда;
- расчет температурных кривых нагрева по полученным данным сопротивления проволочного зонда в зависимости от времени нагрева, расчет параметров нагрева зонда (скорость изменения средней температуры зонда, средний тепловой поток с поверхности зонда, средний коэффициент теплоотдачи зонда к среде);
- графическое представление параметров нагрева зонда, температурных кривых нагрева зонда, предварительных результатов эксперимента;
- сохранение данных эксперимента в файл, для последующей обработки в других математических пакетах (MATlab, Origin, Excel).

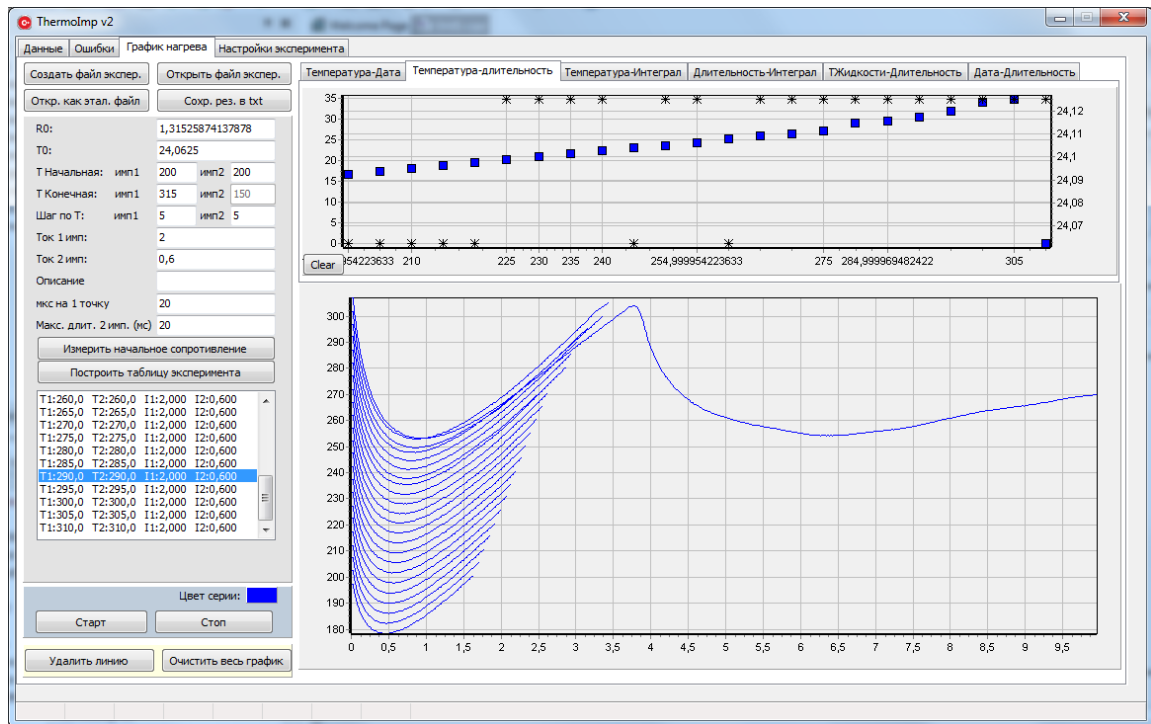


Рисунок 3. Экранная форма программы управления устройством нагрева зонда.

Алгоритм работы программы построен на циклической загрузке параметров эксперимента из таблицы параметров в устройство (рисунок 4). Эта таблица формируется автоматически перед экспериментом на основе данных, загруженных экспериментатором. Данные из этой таблицы циклично загружаются в устройство, таким образом меняются параметры каждого нагрева. После загрузки параметров устройство производит нагрев и измерение. Программа непрерывно опрашивает устройство с периодом 1 мс. Как только данные будут готовы, устройство выставляет «флаг» готовности данных эксперимента в передаваемом пакете, после этого начинается прием измеренных устройством данных нагрева зонда. Если никаких ошибок и прерываний во время

этого процесса не произошло, цикл повторяется, начиная с загрузки новых данных эксперимента.

В зависимости от режима работы, иногда необходимо скомпенсировать кривые нагрева. Для этого перед загрузкой новых параметров нагрева их необходимо скорректировать. Программа автоматически подбирает ток нагрева и задает следующий опыт на нагрев с новым током. Это происходит до тех пор, пока кривые не будут скомпенсированы с минимальной допустимой ошибкой. По завершению эксперимента программа выводит результат эксперимента на экран, и позволяет сохранить полученные данные в файл.



Рисунок 4. Блок схема алгоритма работы программы управления экспериментом

Оценка неопределенности измерений относительного коэффициента теплоотдачи учитывала неопределенности передаточных функций измерительных каналов прибора, неопределенности физических параметров зонда и условий опытов. Суммарная стандартная неопределенность отношения средних значений коэффициентов теплоотдачи обводненного и сухого образцов оценена на уровне $\pm 1\%$.

В четвертой главе представлены основные результаты опытов и их обсуждение. Первые опыты проведены с нагревом зонда постоянным током величиной около 0,5А.

В образец был погружен платиновый зонд, диаметром 20 мкм и длиной 10 - 15 мм и подан импульс постоянного тока заданного значения. Сигнал напряжения с зонда измерялся устройством и передавался на компьютер для дальнейшей обработки. Средняя температура зонда определялась по величине его сопротивления, вычисляемого по значениям тока и напряжения, регистрируемого в опыте. Для опытов был взят химически чистый *n*-декан. Перед исследованием он был предварительно осушен силикагелем. Для оценки влагосодержания использовался метод Карла Фишера, влагосодержание не превышало 5 ppm. Температура кипения чистого *n*-декана при нормальных условиях составляет 174 °С, а спонтанного вскипания – 250-260 °С.

Далее образец был обводнен через паровую фазу до влагосодержания 35 ppm. Уровень влагосодержания также был оценен методом Карла Фишера. Серия опытов включала нагрев с разными значениями тока, чтобы обеспечить различную скорость изменения температуры зонда.

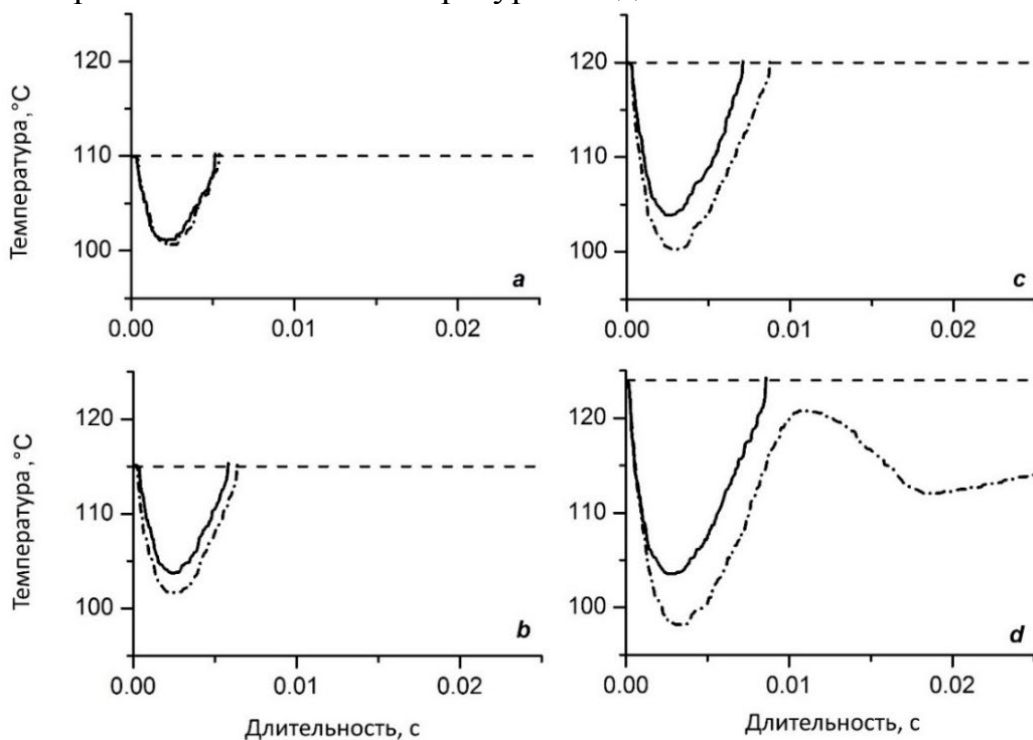


Рисунок 5. Термограммы нагрева зонда в образцах осушенного (сплошная линия) и обводненного *n*-гексана (штрихпунктирная линия). Значение температуры T_1 показаны горизонтальной штриховой линией. Выше значения температуры опыта $T_1=115^{\circ}\text{C}$ наблюдается снижение температуры зонда в обводненном образце *n*-гексана на участке второго импульса, связанное с увеличением теплоотдачи с поверхности зонда.

Изучение особенностей теплопереноса в углеводородных жидкостях с примесью воды выполнено на основе применения методики двухимпульсного нагрева проволочного зонда, помещенного в исследуемую жидкость, с

компенсацией температурно-временных изменений нагрева зонда в образцах с примесями за счет регулировки тока нагрева. Были произведены несколько серий опытов с последовательным приращением средней температуры зонда на каждой жидкости с различным влагосодержанием на одном зонде с контролируемой начальной температурой.

Одна задача исследования заключалась в определении влияния примеси на значение температуры спонтанного вскипания основного вещества в условиях двухимпульсного нагрева. Другая задача заключалась в оценке характерных черт теплообмена перед вскипанием жидкости с примесью. В качестве примеси использовалась вода. Исследовались образцы предельных углеводородов с известными теплофизическими характеристиками. *n*-гексан с температурой кипения при нормальных 69°C , которая ниже температуры кипения примеси. *n*-декан с температурой кипения при нормальных условиях 174°C , которая выше температуры кипения примеси. *n*-гексадекан с температурой кипения при нормальных условиях 287°C , которая значительно выше температуры кипения примеси. Исследование углеводородов проводилось с постепенным повышением температуры нагрева с шагом примерно на 1°C

Каждый углеводород имел два образца: осушенный (влагосодержание 4-6 ppm) и обводненный (влагосодержание 30-35 ppm). На рисунке 5 показаны графики нагрева зонда в образцах *n*-гексана на втором импульсе нагрева с начальной и конечной температурой зонда T_1 равной $110-125^{\circ}\text{C}$. При значениях температуры T_1 более 115°C наблюдается снижение температуры зонда в обводненном образце *n*-гексана на участке второго импульса, связанное с увеличением теплоотдачи с поверхности зонда.

При температуре $T_1=125^{\circ}\text{C}$ наблюдается вскипание обводненного образца *n*-гексана. Перед вскипанием наблюдается более явное уменьшение значений температуры зонда при тех же значениях тока нагрева, что может быть объяснено усилением теплообмена в системе зонд – обводненный образец гексана в данных условиях.

Подобное поведение характерно и для *n*-декана и *n*-гексадекана. При температурах нагрева зонда вблизи температуры вскипания для обводненных образцов начинают проявляться аномалии теплоотдачи с поверхности зонда на втором импульсе нагрева.

Сравнение теплоотдачи зонда в образцах углеводородных жидкостей с различным влагосодержанием.

Исследование образцов разного влагосодержания показало, что можно подобрать такой ток нагрева зонда на втором импульсе, при котором температурные изменения, обусловленные влагосодержанием, можно скомпенсировать и обеспечить близкие ТВУ нагрева зонда в сравниваемых образцах.

Компенсационная методика осуществлена в автоматическом режиме с помощью специально написанного программного обеспечения по условию минимизации среднеквадратичного отклонения кривых термограмм. Таким образом получен рисунок 6, где линии 1 – сухой образец при значении тока 0,619

А, кривая 2 – сухой образец при значении тока 0,589 А, кривая 3 – обводненный образец при значении тока 0,619 А.

Расчет усредненного по длине проволоки теплового потока с поверхности проволочного зонда показан на рисунке 7, где видно, что кривые 2 и 3 подобны. Обозначение кривых по номерам аналогично рисунку 6. Примечательно, что отношения «мгновенных» значений коэффициентов теплоотдачи для «обводненного» образца к «сухому» практически не зависит от времени, но изменяется с температурой (рисунок 8)

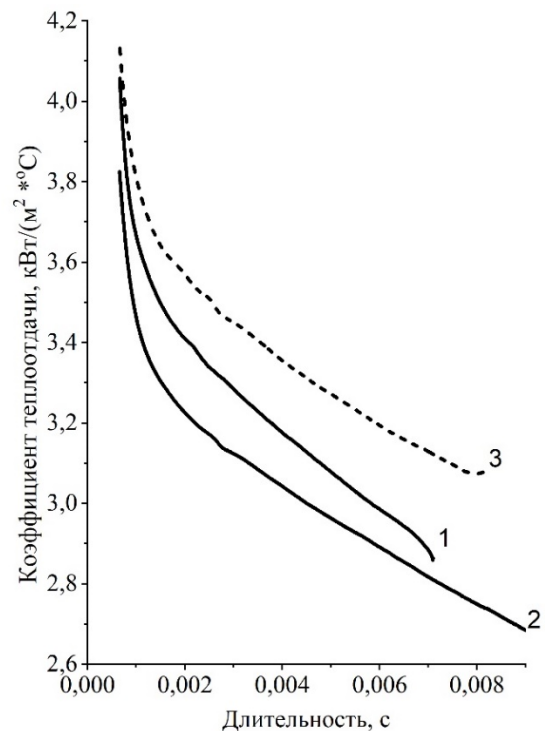
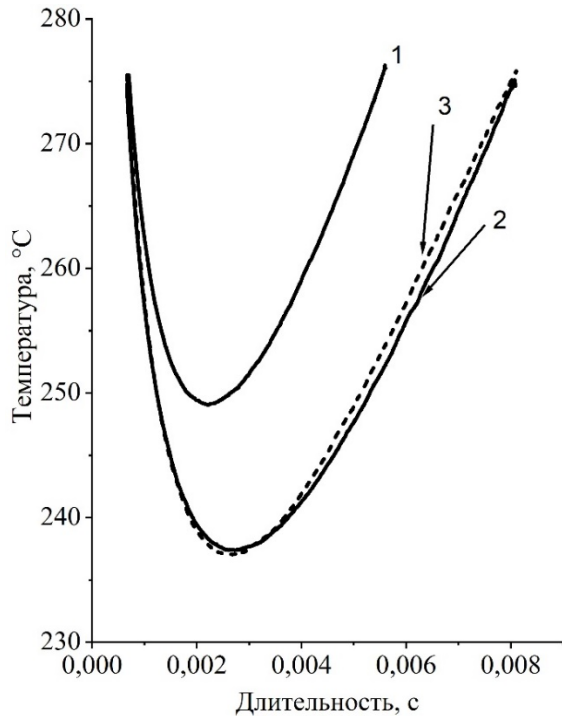


Рисунок 6. Исходные и компенсированные термограммы с различными значениями тока зонда для «сухого» (1,2) и «обводненного» (3) образцов гексадекана. Компенсация ТВУ нагрева зонда произведена снижением значения тока нагрева для «сухого» образца.

Рисунок 7. Изменение от времени «мгновенного» коэффициента теплоотдачи обводненного (3) и сухого (1,2) образцов гексадекана до (1) и после (2) компенсации ТВУ нагрева зонда. Видно подобие кривых 2 и 3 после процедуры компенсации.

Отношение «мгновенных» коэффициентов теплоотдачи зонда к обводненному и сухому образцам после процедуры компенсации в пределах неопределенностей эксперимента проявляет постоянство во времени (рисунок 8). Таким образом, экспериментально выявлена относительная характеристика нестационарного процесса теплообмена на втором импульсе нагрева зонда, практически не зависящая от времени. На этом основании можно перейти к определению средних значений относительного коэффициента теплоотдачи зонда СОКТ. Из результатов экспериментов по определению температурных зависимостей СОКТ следует, что существует такая характерная температура

нагрева зонда для данного влагосодержания, при которой вода начинает влиять на интенсивность теплообмена в системе. Для проверки этого факта были проведены эксперименты с другими углеводородами: гексан и декан. Эффект влияния добавок воды проявил себя схожим образом в образцах различных углеводородов (рисунок 9). Максимальное увеличение СОКТ составило около 10% при добавках воды менее 0,004%.

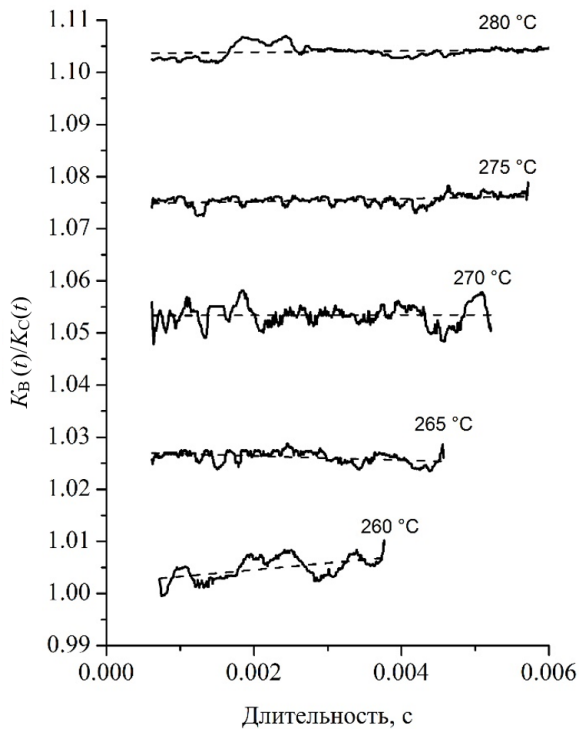


Рисунок 8. Отношение коэффициентов «мгновенной» теплоотдачи зонда к обводненному и сухому образцам гексадекана устойчиво во времени при разных температурах нагрева зонда. Слабая зависимость от времени (~1%) для значения температуры 260°C объясняется ошибками компенсации.

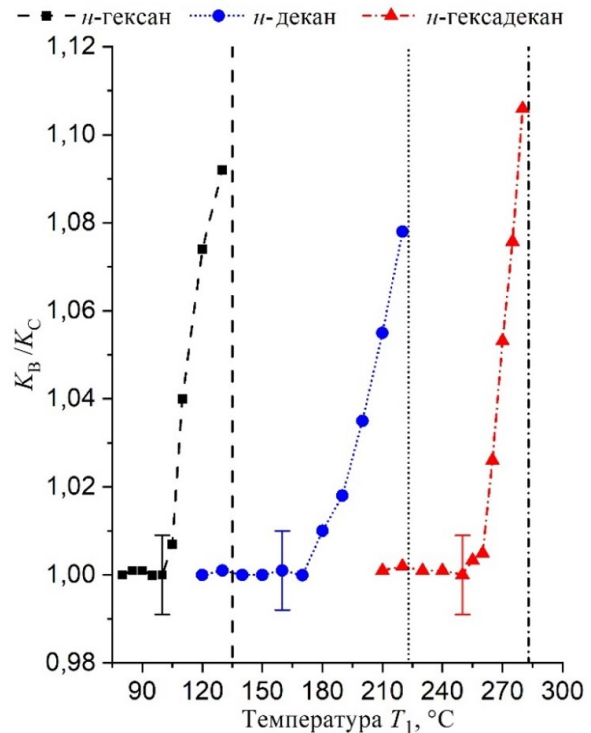


Рисунок 9. Зависимость СОКТ зонда от значения температуры T_1 (рис.1) на втором импульсе нагрева. Вертикальными линиями отмечены значения температуры T_1 , соответствующие наблюдаемому вскипанию обводненных образцов на интервале второго импульса.

Влияние давления на относительный коэффициент теплоотдачи

Диапазон исследованных давлений составил от 0,08 МПа до 4 МПа. Обнаружено, что незначительное увеличение давления вблизи атмосферного значения оказывает сильное влияние на характер нестационарного теплообмена нагретого зонда в образцах с добавками воды. Повышение давления в значительной степени уменьшает СОКТ зонда что хорошо видно на рисунке 10. При давлении около 7 атмосфер влияние воды на теплоотдачу к *n*-гексадекану исчезает. Аналогичные эффекты наблюдаются также на гексане и декане. По приращению теплоотдачи зонда в образцах обводненного углеводорода относительно сухого образца можно определить давление, при котором эффекты влияния воды становятся не разрешимы при данных условиях нагрева.

При оценке влияния добавок воды на теплоотдачу с поверхности зонда вблизи температуры вскипания обводненного образца относительно приложенного давления, отмечено закономерное уменьшение СОКТ K_B/K_C зонда во всем диапазоне давлений, включая участок разрежения относительно атмосферного значения (рисунок 11). Повышение давления сопровождается уменьшением эффекта влияния воды на теплообмен. Создание разрежения в образце усиливает этот эффект до 15% относительно «сухого» образца.

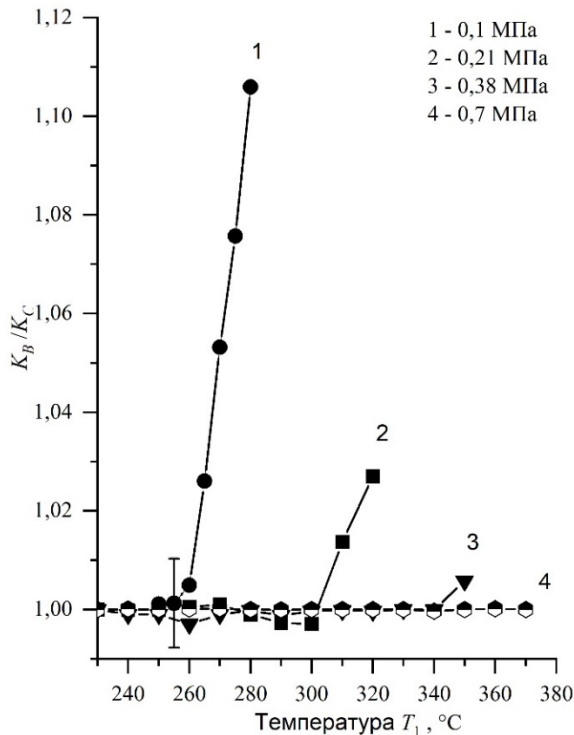


Рисунок 10. Изменение СОКТ K_B/K_C зонда для образцов гексадекана в близких ТВУ при различном давлении. Увеличение давления приводит к уменьшению СОКТ зонда вплоть до неразличимости «сухого» и «обводненного» образцов.

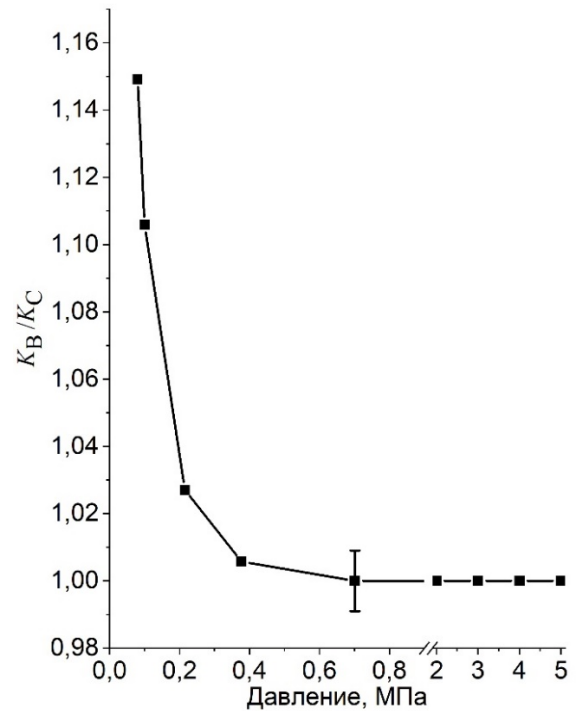


Рисунок 11. Влияние давления и разрежения вблизи атмосферного значения на СОКТ K_B/K_C зонда для образцов гексадекана вблизи температуры вскипания обводненного образца.

В пятой главе рассмотрено практическое применение метода для влагометрии промышленных масел. Показано, что зависимость СОКТ зонда для трансформаторного масла от значений влагосодержания и температуры нагрева зонда может служить мерой влагосодержания масел при соответствующей калибровке. Разработано специализированное программное обеспечение для влагомера промышленных масел ВТИ-118 (НВФ «ЭТК»). Прибор включен в реестр средств измерений РФ (№75066-19). Двухканальная структура измерительной части прибора защищена патентом [9].

В заключении сформулированы итоги исследования. Выяснено влияние параметров опыта – содержания влаги, давления и степени перегрева относительно линии равновесия жидкость-пар основной жидкости, на

характерные черты процесса. Обнаружено два результата, которые трудно было предсказать заранее. Во-первых, это взаимосвязь порога проявления эффекта именно с температурой достижимого перегрева углеводорода, вне зависимости от температуры фазового перехода в воде. Во-вторых, это чрезвычайно сильная зависимость проявления эффекта от приведенного давления. Далее, перечислены основные результаты выполненного исследования:

1. Разработан и апробирован сравнительный метод измерения температурной зависимости теплоотдачи импульсно нагреваемого зонда к диэлектрическим жидкостям с примесями, апробированный на образцах углеводородных жидкостей с примесью воды. Особенность разработанной методики заключается в возможности создавать близкие условия нагрева проволочного зонда в различных образцах жидкостей с примесью воды.

2. Разработаны и созданы прибор и экспериментальная установка для проведения исследований особенностей теплоотдачи с поверхности импульсно-нагреваемого зонда к углеводородам с добавками воды при температурах зонда до 400°C и давлениях до 5 МПа.

3. Разработаны и созданы средства автоматизации физического эксперимента для исследования теплоотдачи с поверхности импульсно-нагреваемого зонда к различным средам. Разработано специализированное программное обеспечение для управления нагревом проволочного зонда и автоматизации высокоскоростных измерений в импульсных экспериментах.

4. С помощью вновь разработанных метода и прибора впервые дана количественная оценка явлению интенсификации теплообмена в системе проволочный зонд – углеводородная жидкость с добавками воды при приближении температуры зонда к температуре вскипания жидкости.

5. Показана применимость разработанного метода для влагометрии промышленных масел.

Основные публикации по теме диссертации:

Статьи, опубликованные в рецензируемых научных журналах и изданиях, определенных ВАК РФ и Аттестационным советом УрФУ:

1. **Лукьянов К.В.** Импульсно-тепловой контроль летучих примесей в диэлектрических технологических жидкостях / **К.В. Лукьянов**, А.Н. Котов, А.А. Старостин // Датчики и системы. – 2014. – №10. – С. 46-49, 0,46 п.л. / 0,15 п.л.

2. Волосников Д.В. Метод экспресс-контроля остаточного влагосодержания в нефтепродуктах по комплексу их тепловых свойств / Д.В. Волосников, Д.А. Галкин, **К.В. Лукьянов**, А.А. Старостин, В.В. Шангин // Вестник технологического университета. – 2014. – №21. – С.93-960, 0,46 п.л. / 0,1 п.л.

3. **Lukynov K. V.** Heat transfer under high-power heating of liquids. 4. The effect of water admixtures on the heat transfer in superheated hydrocarbons / **K. V. Lukynov**, A. A. Starostin, P. V. Skripov // International Journal of Heat and Mass Transfer. – 2017. – 106. – P. 657–665, 1,04 п.л. / 0,35 п.л. (Web of Science)

4. Starostin A.A. Investigation of not fully stable fluids by the method of controlled pulse heating. 4. Evaluation of PMMA thermophysical properties up to 673 K / A. A.

Starostin, **K. V. Luk'yanov**, A. A. Smotrinskiy, P. V. Skripov // *Thermochimica Acta*. – 2019. – 682. – P. 178416 0,8 п.л. / 0,2 п.л. (Web of Science).

5. Starostin A. Digital device for thermophysical measurements by wire probe / A. Starostin, **K. V. Luk'yanov**, A. Kotov, P. V. Skripov, D. V. Volosnikov // *J. Phys.: Conf. Ser.* – 2019. – 1327 – P.012031, 0,92 п.л. / 0,2 п.л. (Web of Science).

6. **Lukianov K.V.** The effect of water traces on heat transfer in liquid hydrocarbons underpulse heating mode / **K. V. Lukianov**, A. N. Kotov, A. A. Starostin, P. V. Skripov // *J. Phys.: Conf. Ser.* – 2019. –1385. – P. 012057, 0,8 п.л. / 0,2 п.л. (Scopus).

7. **Lukianov K.V.** Heat transfer enhancement in superheated hydrocarbons with traces of water: the effect of pressure / **K. V. Lukianov**, A. N. Kotov, A. A. Starostin, P. V. Skripov // *Interfacial Phenomena and Heat Transfer*. – 2019. – 7(3). – P. 283–294, 1,39 п.л. / 0,35 п.л. (Web of Science, Scopus).

8. Котов А. Н. Устройство для контролируемого импульсного теплового воздействия на вещество / А. Н. Котов, **К. В. Лукьянов**, В. Н. Сафонов, А.А. Старостин, В.В. Шангин // *Приборы и техника эксперимента*. – 2020. – № 6. – С. 133–134, 0,23 п.л. / 0,05 п.л.

Патент на изобретение:

9. Пат. № 2699241 Российская Федерация, RU 2 699 241 С1, МПК G01N 25/56(2006.01), G01N 22/04(2006.01), G01F 23/24(2006.01). Устройство влагометрии технологических жидкостей / А. А. Старостин, В. Н. Сафонов, П. В. Скрипов, **К. В. Лукьянов**, А. Н. Котов; заявитель и патентообладатель: Общество с ограниченной ответственностью Научно-внедренческая фирма «ТермоЭкспрессКонтроль» (RU). - № 2019103546; заявл. 07.02.2019; опубл. 04.09.2019; Бюл. № 25. 1,38 п.л. / 0,28 п.л.

Другие публикации:

10. **Лукьянов К.В.** Особенности теплообмена при импульсном нагреве растворов гексадекана с водой / **К.В. Лукьянов**, А.Н. Котов, А.А. Старостин, П.В. Скрипов // Сборник трудов III Международной научно-технической конференции. Современные методы и средства исследований теплофизических свойств веществ. - С-Петербург: Университет ИТМО, 2015. - с. 90 - 96. 0,81 п.л. / 0,2 п.л.

11. **Лукьянов К.В.** Устройство импульсно-теплового контроля технологических жидкостей / **К.В. Лукьянов**, А.Н. Котов, А.А. Старостин, Д.А. Галкин // Сборник трудов III Международной научно-технической конференции. Современные методы и средства исследований теплофизических свойств веществ. - С-Петербург: Университет ИТМО, 2015. - с. 71 - 76. 0,69 п.л. / 0,2 п.л.

12. **Лукьянов К.В.** Аномалии теплообмена перегретых двухкомпонентных жидкостей в районе температуры вскипания при импульсном нагреве / **К.В. Лукьянов**, А.Н. Котов, А.А. Старостин // Сб. тез. XVI Всероссийская школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества. Екатеринбург: ИФМ УрО РАН, 2015. - с.138. 0,12 п.л. / 0,04 п.л.

13. **Лукьянов К.В.** Устройство теплового контроля качества технологических жидкостей / **К.В. Лукьянов**, А.Н. Котов // Материалы докладов конференции XIV Российская конференция по теплофизическим свойствам веществ. Казань, 2014. -Т. 1. -С. 405-406. 0,23 п.л. / 0,12 п.л.

14. **Лукьянов К.В.** Разработка устройства импульсно-теплового контроля технологических жидкостей / **К.В. Лукьянов**, А.Н. Котов, А.А. Старостин, П.В. Скрипов // Измерения, контроль и диагностика – 2014: III Всерос. науч.-техн. конф. студентов, аспирантов и молодых ученых. Ижевск, 2014. – С86-91. 0,69 п.л. / 0,17 п.л.

15. **Лукьянов К.В.** Исследование теплообмена многокомпонентных жидкостей при импульсном нагреве / **К.В. Лукьянов**, А.Н. Котов, А.А. Старостин // В кн. XV Всероссийская школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (СПФКС-15). Екатеринбург, 2014. - с.161. 0,12 п.л. / 0,04 п.л.

16. **Лукьянов К.В.** Особенности теплообмена при импульсном нагреве углеводородных жидкостей с примесью воды / **К.В. Лукьянов**, Д.А. Галкин, А.А. Старостин, П.В. Скрипов // Фазовые превращения в углеводородных флюидах: теория и эксперимент. Тезисы докладов Международной научной конференции – Москва, 2016. - с.61. 0,12 п.л. / 0,03 п.л.

17. Поволоцкий И.И. Способ быстрого обнаружения влаги в маслах / И.И. Поволоцкий, Д.В. Волосников, П.В. Скрипов, **К.В. Лукьянов** // Тезисы докладов III Международной молодежной научной конференции: Физика. Технологии. Инновации ФТИ-2016. Екатеринбург, 2016. - С64. 0,12 п.л. / 0,03 п.л.

18. **Лукьянов К.В.** Влияние следов влаги на теплообмен импульсно нагретого зонда в гексадекане / **К.В. Лукьянов**, А.Н. Котов, А.А. Старостин, П.В. Скрипов // Тезисы докладов III Международной молодежной научной конференции: Физика. Технологии. Инновации ФТИ-2016. Екатеринбург, 2016. - С137. 0,12 п.л. / 0,03 п.л.

19. **Лукьянов К.В.** Метод оценки изменений коэффициента теплопереноса при импульсном нагреве проволочного зонда / **К.В. Лукьянов**, А.А. Старостин, П.В. Скрипов // Сборник трудов. IV Международная научно-техническая конференция «Современные методы и средства исследований теплофизических свойств веществ», СПб: Университет ИТМО, 2017. - С.107-114. 0,92 п.л. / 0,31 п.л.

20. **Лукьянов К.В.** Влияние давления на теплообмен при импульсном нагреве слабых растворов углеводородов с водой / **К.В. Лукьянов** // V Рос. конф. «Метастабильные состояния и флуктуационные явления», посвященная 90-летию со дня рождения академика В.П. Скрипова. Екатеринбург: ИТФ УрО РАН, 2017. 0,12 п.л. / 0,03 п.л.

21. **Лукьянов К.В.** Оценка температурных зависимостей теплопроводности и объемной теплоемкости полимерных материалов при импульсном нагреве / **К.В. Лукьянов**, А.А. Смотрицкий // V Росс. Конф. «Метастабильные состояния и флуктуационные явления», посвященная 90-летию со дня рождения академика В.П. Скрипова. Екатеринбург: ИТФ УрО РАН, 2017. 0,12 п.л. / 0,03 п.л.

22. Galkin D. Microscale thermophysics group: a review of investigations / D. Galkin, **K. Luk'yanov**, A. Kotov, P. Skripov // 7th Rostocker International Conference: THERMAM2018. Rostock, Germany, 2018. 0,12 п.л. / 0,03 п.л.

23. Котов А.Н. Мониторинг технологических масел теплоимпульсным методом / А.Н. Котов, **К.В. Лукьянов**, В.Н. Сафонов, Старостин А.А., Шангин

В.В., Шлеймович Е.М., Скрипов П.В. // Материалы XIII международного симпозиума проблем экоинформатики. Москва, 2018. - с.190. 0,12 п.л. / 0,03 п.л.

24. Старостин А.А. Устройство теплового контроля диэлектрических жидкостей с программируемыми режимами нагрева / А.А. Старостин, А.Н. Котов, **К.В. Лукьянов**, Д.М. Волосников, И.И. Поволоцкий, П.В. Скрипов // SibTest – 2019 Сборник тезисов докладов V Международной конференции по инновациям в неразрушающем контроле. Екатеринбург, 2019. 0,12 п.л. / 0,03 п.л.

25. **Лукьянов К.В.** Влияние давления и влаги на теплообмен при импульсном нагреве проволочного зонда в предельных углеводородах / **К.В. Лукьянов**, А.Н. Котов, А.А. Старостин, П.В. Скрипов // Материалы V МНТК «Современные методы и средства исследований теплофизических свойств веществ». СПб, 2019. - С. 137-142. 0,69 п.л. / 0,17 п.л.

26. Котов А.Н. Мониторинг технологических масел на действующем оборудовании / А.Н. Котов, **К.В. Лукьянов**, В.Н. Сафонов, А.А. Старостин, В.В. Шангин, Е.М. Шлеймович, П.В. Скрипов // Доклады Российского научно-технического общества радиотехники, электроники и связи имени А.С. Попова. Сер. "Научные Международные симпозиумы. Инженерная экология" Москва, 2019. - С. 256-258. 0,35 п.л. / 0,07 п.л.

27. Starostin A. Digital Device for Thermophysical Measurements by Wire Probe / A. Starostin, **K. Luk'yanov**, A. Kotov, P. Skripov // MEASUREMENT 2019, Proceedings of the 12th International Conference, Smolenice, Slovakia, 2019. - p. 262-265. 0,46 п.л. / 0,12 п.л.

28. **Лукьянов К.В.** Методика теплового контроля жидких углеводородов и отвержденных полимеров / **К.В. Лукьянов** // XX Юбилейная Всероссийская школа - семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (СПФКС-20) Екатеринбург: ИФМ УрО РАН. 2019 г. -С. 179. 0,12 п.л. / 0,12 п.л.

29. **Лукьянов К.В.** Оценка тепловой активности эпоксиполиуретана в интервале температур 400-1000К / **К.В. Лукьянов**, А.Н. Котов, А.А. Смотрицкий, А.А. Старостин // Материалы XI межрегиональной научно-технической конференции "Люльевские чтения". Екатеринбург, 2018. -С.115-116. 0,12 п.л. / 0,03 п.л.

30. **Лукьянов К.В.** Влияние влаги на теплоперенос в жидких углеводородах при импульсном нагреве проволочного зонда / **К.В. Лукьянов**, А.Н. Котов, А.А. Старостин, П.В. Скрипов // Сборник тезисов. XV Российская конференция по теплофизическим свойствам веществ (РКТС-15). Москва, 2018. -С. 163-164. 0,12 п.л. / 0,03 п.л.

31. **Лукьянов К.В.** Влияние влаги на теплоотдачу к жидким углеводородам при импульсном нагреве проволочного зонда / **К.В. Лукьянов**, А.Н. Котов, А.А. Старостин, П.В. Скрипов // XIX Всероссийская школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (СПФКС-19). Екатеринбург: ИФМ УрО РАН, 2018. -С. 119. 0,12 п.л. / 0,03 п.л.

32. **Lukianov K.V.** The effect of pressure on the heat transfer in superheated partially-soluble binary liquid / **K.V. Lukianov**, A.N. Kotov, A.A. Starostin, P.V. Skripov // Book of Abstracts THERMAM 2020 9th Rostocker International Conference:

“Thermophysical Properties for Technical Thermodynamics”, Rostock, Germany, 2020.
- Р.37. 0,12 п.л. / 0,03 п.л.

33. **Лукьянов К.В.** Исследование термоустойчивости эпоксидных смол и композитов на их основе при импульсном нагреве / **К.В. Лукьянов**, А.Н. Котов, А.А. Старостин, А.И. Бекетова, Д.В. Лейман, С.А. Койтов // В сб. Люльевские чтения: материалы двенадцатой межрегиональной отраслевой научно-технической конференции, Екатеринбург: АО «ОКБ Новатор», 2020. - С. 180-182. 0,35 п.л. / 0,08 п.л.