



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК  
G01N 25/20 (2006.01)

(21)(22) Заявка: 2017129615, 22.08.2017

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
22.08.2017

Дата регистрации:  
28.05.2018

Приоритет(ы):  
(22) Дата подачи заявки: 22.08.2017

(45) Опубликовано: 28.05.2018 Бюл. № 16

Адрес для переписки:  
121352, Москва, ул. Нежинская, 1, корп. 3, кв.  
103, Шамакову Антону Владимировичу

(72) Автор(ы):

Муриков Сергей Анатольевич (RU),  
Краснов Максим Львович (RU),  
Урцев Владимир Николаевич (RU),  
Корнилов Владимир Леонидович (RU),  
Самохвалов Геннадий Васильевич (RU),  
Шмаков Антон Владимирович (RU),  
Муриков Егор Сергеевич (RU),  
Артемьев Игорь Анатольевич (RU),  
Урцев Николай Владимирович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Шмаков Антон Владимирович (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете  
о поиске: SU 1516926 A1, 23.10.1989. SU  
685966 A1, 15.09.1979. SU 498540 A1,  
05.01.1976. SU 1610415 A1, 30.11.1990. US  
20080071494 A1, 20.03.2008. US 6561692 B2,  
13.05.2003.

(54) Способ измерения теплоемкости материалов

(57) Реферат:

Изобретение относится к тепловым испытаниям, а именно к устройствам для определения теплоемкости материалов, и может быть применено для определения их теплотехнических свойств. Предложен способ измерения теплоемкости материалов, который осуществляется посредством дифференциального калориметра, включающего две калориметрические ячейки, размещенные внутри общего теплоизолирующего корпуса, снабженные измерителями температур, перепадов температуры и источниками электрической мощности, и заключается в том, что в одну из ячеек помещают исследуемый образец и измеряют температуру в каждой из ячеек в процессе их нагрева. При этом предварительно определяют теплоемкость каждой ячейки без образца, для чего на имеющие одинаковую температуру ячейки

подают некоторое количество энергии, регистрируют температуру ячеек при достижении ими теплового равновесия, а их теплоемкость определяют по формуле

$$c_i \left( \frac{T + \Delta T}{2} \right) = \frac{E_i}{\Delta T}$$

где  $c_i(T)$  - теплоемкость  $i$ -й ячейки при температуре  $T$ , Дж/(кг·°C);

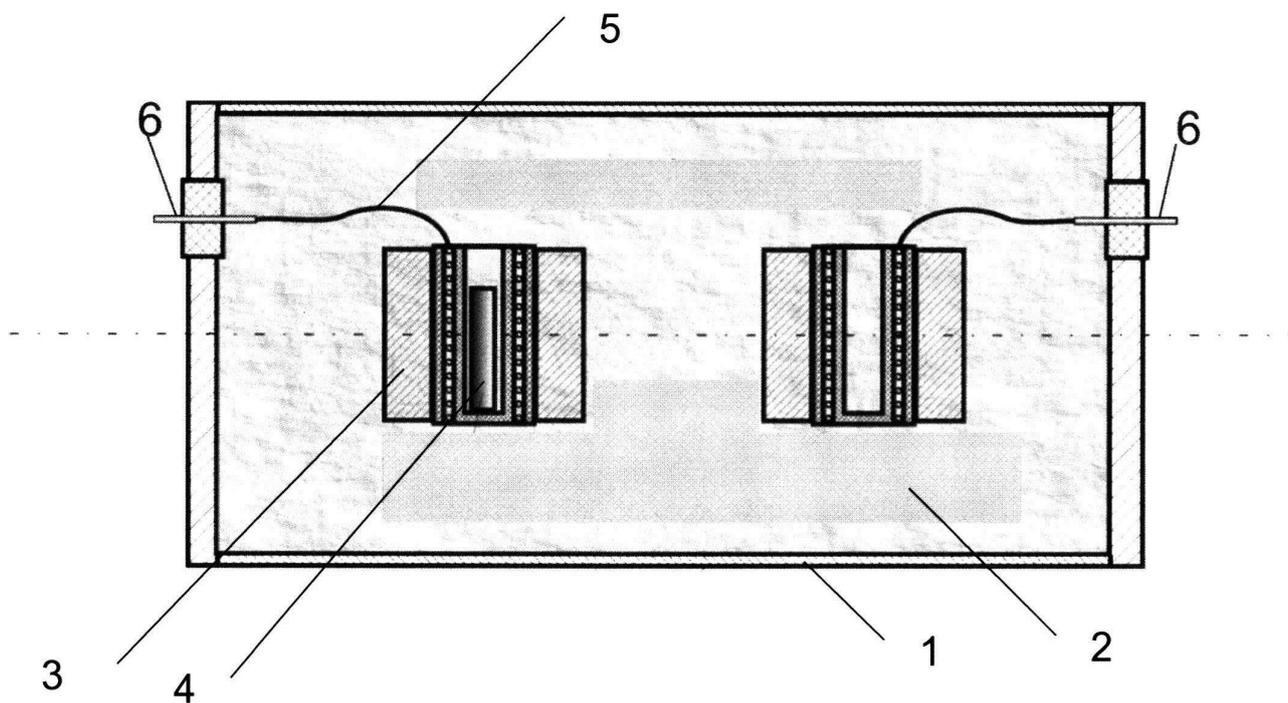
$\Delta T$  - изменение температуры ячейки, °C;

$E_i$  - энергия, нагревшая ячейку, Дж.

Помещают в одну из ячеек образец. На каждую ячейку, с учетом их теплоемкости, подают энергию, необходимую для ее нагрева на заданную величину. На ячейку, содержащую образец, подают дополнительную энергию до выравнивания температур ячеек и определяют

удельную теплоемкость образца по формуле. Величину подаваемой на ячейки энергии определяют по числу электрических импульсов на нагреватель каждой ячейки от разряда на них общего для обоих нагревателей ячеек

конденсатора, измеряя напряжение конденсатора перед каждым импульсом. Технический результат - повышение точности определения искомого параметра. 2 ил.



Фиг. 1

RU 2655459 C1

RU 2655459 C1



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC  
*G01N 25/20* (2006.01)

(21)(22) Application: **2017129615, 22.08.2017**

(24) Effective date for property rights:  
**22.08.2017**

Registration date:  
**28.05.2018**

Priority:

(22) Date of filing: **22.08.2017**

(45) Date of publication: **28.05.2018** Bull. № 16

Mail address:  
**121352, Moskva, ul. Nezhinskaya, 1, korp. 3, kv. 103,  
Shmakovu Antonu Vladimirovichu**

(72) Inventor(s):

**Murikov Sergej Anatolevich (RU),  
Krasnov Maksim Lvovich (RU),  
Urtsev Vladimir Nikolaevich (RU),  
Kornilov Vladimir Leonidovich (RU),  
Samokhvalov Gennadij Vasilevich (RU),  
Shmakov Anton Vladimirovich (RU),  
Murikov Egor Sergeevich (RU),  
Artemev Igor Anatolevich (RU),  
Urtsev Nikolaj Vladimirovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Shmakov Anton Vladimirovich (RU)**

(54) **METHOD OF MEASURING HEAT CAPACITY OF MATERIALS**

(57) Abstract:

FIELD: test technology.

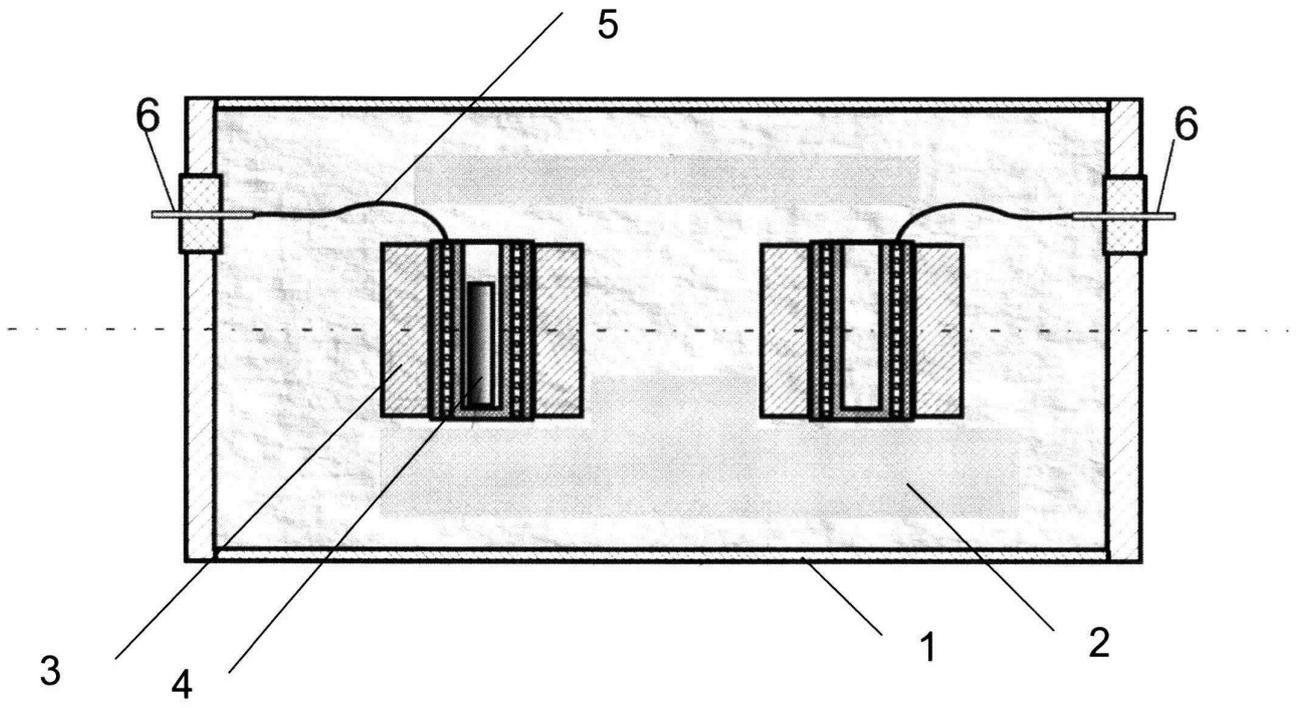
SUBSTANCE: invention relates to thermal tests, namely to devices for determining the heat capacity of materials, and can be used to determine their thermal properties. Method for measuring material heat capacity is proposed, which is carried out by means of a differential calorimeter comprising two calorimetric cells placed inside a common heat-insulating body equipped with temperature meters, temperature fluctuations and electric power sources, is that the sample under study is placed in one of the cells and the temperature in each of the cells during their heating is measured. In this case, the heat capacity of each cell without a sample is preliminarily determined, for which an amount of energy is supplied to the cells having the same temperature, cells temperature is recorded when they reach thermal equilibrium, and their heat capacity

is determined by the formula 
$$c_i \left( \frac{T + \Delta T}{2} \right) = \frac{E_i}{\Delta T}$$

where  $c_i(T)$  – heat capacity of the  $i$ -th cell at temperature  $T$ , J/(kg·°C);  $\Delta T$  is a change in the cell temperature, °C;  $E_i$  – energy, heated cell, J. Sample is placed in one of the cells. For each cell, taking into account their heat capacity, energy necessary to heat it by a given amount is supplied. Cell containing the sample is supplied with additional energy until the cell temperatures equalize and the specific heat of the sample is determined by the formula. Value of the energy supplied to the cells is determined from the number of electrical pulses per heater of each cell from the discharge on them common for both heaters of the condenser cells, measuring the capacitor voltage before each pulse.

EFFECT: increased determination accuracy of the required parameter.

1 cl, 2 dwg



Фиг. 1

RU 2655459 C1

RU 2655459 C1

Изобретение относится к тепловым испытаниям, а именно к устройствам для определения теплоемкости материалов, и может быть применено для определения их теплотехнических свойств.

Известен способ измерения теплоемкости материалов путем непрерывного обогрева электрическим нагревателем с постоянной скоростью образца, находящегося в адиабатических условиях (SU 262438, G01K, 1970 [1]). При этом для повышения точности определения производят одновременный нагрев нескольких образцов, непрерывно измеряя мощность обогрева, и находят среднее арифметическое из них, пропорциональное теплоемкости. Недостатком известного способа является невысокая точность определения искомого параметра, обусловленная невысокой точностью определения мощности, идущей на обогрев образцов. Способ предусматривает измерение в процессе проведения экспериментов нескольких параметров - температуры, тока, напряжения. Применение стандартных источников тока или напряжения не обеспечивает необходимой точности стабилизации и измерений мощности. В самом деле, на результат влияет изменение внутреннего сопротивления источника и сопротивления нагревателя, поэтому просто измерений тока в нагрузке и напряжения для точных измерений недостаточно.

Известен способ измерения теплоемкости материалов, заключающийся в нагреве по одному и тому же закону двух цилиндрических образцов из исследуемого материала, одинаковых по внешним размерам и состоянию поверхности, но различных по массе, с измерением изменения температур образцов и разности подведенных к ним энергий (SU 685966, G01N 25/20, 1979 [2]). После установления в образцах температурного поля, близкого к стационарному, искомая величина теплоемкости может быть определена из записанной во времени разности расходов электроэнергии, затраченной на нагрев образцов, и измеренного приращения их температуры. Недостатком известного способа является невысокая точность определения искомого параметра, обусловленная невысокой точностью определения мощности, идущей на обогрев образцов. Применение стандартных источников тока или напряжения не обеспечивает необходимой точности стабилизации и измерений мощности, поскольку на результат влияет изменение внутреннего сопротивления источника и сопротивления нагревателя.

Поэтому просто измерений тока в нагрузке и напряжения для точных измерений мощности недостаточно.

Наиболее близким к заявляемому по своей технической сущности является способ измерения теплоемкости, известный из SU 1516926, G01N 25/20, 1989 [3]. Способ измерения теплоемкости осуществляется посредством дифференциального калориметра, содержащего две калориметрические ячейки, размещенные внутри выравнивающего температуры блока, снабженные измерителями перепадов температур и источниками электрической мощности. Проводят два испытания, помещая в одну из ячеек образец сравнения, а в другую последовательно - эталонный и исследуемый образцы, подводят к ячейкам равные мощности и регистрируют изменение разности температур ячеек после прекращения подвода мощности, а искомый параметр вычисляют с использованием математической зависимости, в которую входят измеренные в эксперименте величины.

Недостатком известного способа является невысокая точность определения искомого параметра, обусловленная невысокой точностью определения мощности, идущей на обогрев образцов. Применение стандартных источников тока или напряжения не обеспечивает необходимой точности стабилизации и измерений мощности, поскольку на результат влияет изменение внутреннего сопротивления источника и сопротивления

нагревателя. Поэтому просто измерений тока в нагрузке и напряжения для точных измерений мощности недостаточно. Заявляемый способ измерения теплоемкости материалов направлен на повышение точности определения искомого параметра.

Указанный результат достигается тем, что способ измерения теплоемкости материалов осуществляется посредством дифференциального калориметра, включающего две калориметрические ячейки, размещенные внутри общего теплоизолирующего корпуса, снабженные измерителями температур, перепадов температуры и источниками электрической мощности, и заключается в том, что в одну из ячеек помещают исследуемый образец и измеряют температуру в каждой из ячеек в процессе их нагрева. При этом предварительно определяют теплоемкость каждой ячейки без образца, для чего на имеющие одинаковую температуру ячейки подают некоторое количество энергии, регистрируют температуру ячеек при достижении ими теплового равновесия, а их теплоемкость определяют по формуле

$$c_i \left( \frac{T + \Delta T}{2} \right) = \frac{E_i}{\Delta T},$$

где:  $c_i(T)$  - теплоемкость  $i$ -й ячейки при температуре  $T$ , Дж/(кг·°С);

$\Delta T$  - изменение температуры ячейки, °С;

$E_i$  - энергия, нагревшая ячейку, Дж,

помещают в одну из ячеек образец, на каждую ячейку, с учетом их теплоемкости, подают энергию, необходимую для ее нагрева на заданную величину, на ячейку, содержащую образец, подают дополнительную энергию до выравнивания температур ячеек и определяют удельную теплоемкость образца по формуле

$$c = \frac{\Delta E}{m \Delta T},$$

где  $\Delta E$  - энергия, необходимая для догрева ячейки с образцом до заданной температуры, Дж;

$m$  - масса образца, кг;

$\Delta T$  - разность начальной и конечной после догрева температур ячеек, °С,

а величину подаваемой на ячейки энергии определяют по числу электрических импульсов на нагреватель каждой ячейки от разряда на них общего для обоих нагревателей ячеек конденсатора, измеряя напряжение конденсатора перед каждым импульсом.

Отличительными признаками заявляемого способа являются:

- предварительное определение теплоемкости каждой ячейки без образца, для чего на имеющие одинаковую температуру ячейки подают некоторое количество энергии, регистрируют температуру ячеек при достижении ими теплового равновесия, а их теплоемкость определяют по математической зависимости, приведенной выше;

- помещают в одну из ячеек образец, на каждую ячейку, с учетом их теплоемкости, подают энергию, необходимую для ее нагрева на заданную величину, на ячейку, содержащую образец, подают дополнительную энергию до выравнивания температур ячеек и определяют удельную теплоемкость образца по математической зависимости, приведенной выше;

- величину подаваемой на ячейки энергии определяют по числу электрических импульсов на нагреватель каждой ячейки от разряда на них общего для обоих нагревателей ячеек конденсатора, измеряя напряжение конденсатора перед каждым импульсом.

Предварительное определение теплоемкости каждой ячейки без образца позволяет при проведении экспериментов вычленивать из полученных данных те параметры, которые связаны с истинной теплоемкостью образца, и тем самым повысить точность определения искомого параметра.

5 Помещение в одну из ячеек образца и подача на каждую ячейку, с учетом их теплоемкости, энергии, необходимой для ее нагрева на заданную величину, а на ячейку, содержащую образец, дополнительную энергию до выравнивания температур ячеек, также повышает точность определения искомого параметра. Действительно, такие действия позволяют определить энергию, потраченную только на нагрев образца, так как дополнительная энергия численно равна энергии, затраченной на нагрев образца от начальной до конечной температуры. Тем самым из формулы для вычислений исключаются теплоемкости ячеек, что повышает точность измерений.

15 Определение величины подаваемой на ячейки энергии по числу электрических импульсов на нагреватель каждой ячейки от разряда на них общего для обоих нагревателей ячеек конденсатора, измеряя напряжение конденсатора перед каждым импульсом, позволяет очень точно определить затраченную на нагрев энергию. Обычно для ее достижения необходимо иметь источник питания, обеспечивающий не только высокую стабильность мощности на нагревателях, но и знание ее величины. Применение стандартных источников тока или напряжения не обеспечивает необходимой точности стабилизации и измерений мощности. В самом деле, на результат влияет изменение внутреннего сопротивления источника и сопротивления нагревателя, поэтому просто измерений тока в нагрузке и напряжения для точных измерений недостаточно. Особенности работы источника питания по предлагаемому алгоритму позволяют обеспечить преимущества за счет следующих факторов:

25 - энергия отдельного импульса, питающего нагреватель калориметрической ячейки, может быть с высокой точностью определена по формуле  $E=C_2U^2/2$ , где  $U$  - напряжение, считанное измерителем  $V_1$  (см. схему источника питания). Эта энергия не зависит от величины сопротивления нагрузки, если время разряда емкости на нагрузку достаточно велико;

30 - для подачи на ячейку калориметра заданной величины энергии необходимо подать на нее нужное число импульсов питания, просуммировав их энергии до достижения заданного значения.

35 Сущность заявляемого способа поясняется примером реализации и чертежами. На фиг. 1 представлена схема устройства (дифференциального калориметра), реализующего предложенный способ. На фиг. 2 представлена упрощенная схема импульсной системы питания нагревателей ячеек.

40 Устройство для реализации способа содержит корпус 1, заполненный теплоизоляционным материалом 2, калориметрические ячейки 3, образец 4, выводы нагревателей и термопар 5, контакты для подключения системы измерений и блока питания нагревателей 6. Устройство содержит импульсный блок питания с компьютерным управлением, схема которого представлена на фиг. 2. Блок содержит емкость  $C_1$ , которая через выпрямитель, трансформатор и ограничивающий ток резистор  $R_1$  заряжается от сети. От этой емкости, являющейся буферным накопителем энергии, 45 через сопротивление  $R_2$  и нормально-замкнутый контакт реле  $k_1$  заряжается рабочая емкость.

Для подачи импульса энергии в нагрузку ( $R_{H1}$  или  $R_{H2}$ ) контакты реле  $k_1$  размыкают,

производят отсчет напряжения на конденсаторе  $C_2$  с помощью измерителя  $V_1$ , а затем замыкают контакты реле  $K_2$  или  $K_3$  в зависимости от того, в какую ячейку калориметра необходимо подать импульс. После полной разрядки конденсатора  $C_2$  схему возвращают в исходное состояние, что приводит к повторной зарядке емкости  $C_2$ . Емкость  $C_1$  заряжается непрерывно по мере отбора от нее энергии на перезарядку  $C_2$ . Блок компьютерного управления осуществляет подсчет числа импульсов, вычисляет их энергию и выделенную мощность на нагревателях.

Способ реализуют со следующей последовательностью действий:

1. Производят калибровку калориметрических ячеек. Для этого на ячейки без образца, имеющие одинаковую температуру, подают некоторое количество энергии и регистрируют их температуру при достижении теплового равновесия. Если после подачи заданной энергии температура ячеек различается, подают дополнительные импульсы до выравнивания температуры. Вычисляют теплоемкости ячеек по формуле

$$c_i \left( \frac{T + \Delta T}{2} \right) = \frac{E_i}{\Delta T},$$

где  $c_i(T)$  - теплоемкость  $i$ -й ячейки при температуре  $T$ , Дж/(кг·°C);

$\Delta T$  - изменение температуры ячейки, °C;

$E_i$  - энергия, нагревшая ячейку, Дж.

2. Подготавливают образец исследуемого материала, взвешивают его. Помещают образец в одну из калориметрических ячеек.

3. На каждую ячейку, с учетом их теплоемкости, подают энергию, необходимую для ее нагрева на заданную величину.

4. На ячейку, содержащую образец, подают дополнительную энергию до выравнивания температур ячеек.

5. Вычисляют удельную теплоемкость образца по формуле

$$c = \frac{\Delta E}{m \Delta T},$$

где  $\Delta E$  - энергия, необходимая для догрева ячейки с образцом до заданной температуры, Дж;

$m$  - масса образца, кг;

$\Delta T$  - разность начальной и конечной после догрева температур ячеек, °C.

Для реализации способа была создана установка в соответствии фиг. 1 и 2.

Размеры внутреннего стакана ячейки дифференциального калориметра - 8×40 мм, обмотка нагревателя изготовлена из нихрома и имеет сопротивление 4.5 Ом, рубашка ячейки изготовлена из нержавеющей стали и имеет толщину стенки 15 мм. Стакан и чехол нагревателя - из корундовой керамики.

Корпус дифференциального калориметра герметичен, допускает вакуумирование и заполнение защитным газом. Все проводные соединения выполнены с помощью гермовводов.

Система питания установки имеет на входе разделительный трансформатор 220/220 В, 400 Вт. Все резисторы проволочные, имеют сопротивление 4.5 Ом. Конденсатор  $C_1$  электролитический, 1000 мФ, 450 В,  $C_2$  - пусковой, 25 мФ, 450 В. В блоке питания используются быстродействующие электронные реле 5П40.10ПА1-75-4-Д68, управляемые от контроллера через оптронную развязку. Во вторую ячейку калориметра

помещен образец из стали 20 диаметром 6 и длиной 30 мм. Вес образца составил 6.6 г.

При температуре 612°C теплоемкость 1-й ячейки калориметра составляет 124 Дж/°С, второй - 131 Дж/°С. Для нагрева ячеек на 10 градусов на первую ячейку подана энергия 1.240 кДж, на вторую - 1.310 кДж. Для выравнивания температуры на вторую ячейку потребовалось подать дополнительно 39.7 Дж. Удельная теплоемкость стали 20 составила 601.5 Дж/(кг·°С).

#### (57) Формула изобретения

Способ измерения теплоемкости материалов посредством дифференциального калориметра, включающего две калориметрические ячейки, размещенные внутри общего теплоизолирующего корпуса, снабженные измерителями температуры, измерителем перепада температуры и источниками электрической мощности, заключающийся в том, что в одну из ячеек помещают исследуемый образец и измеряют температуру в каждой из ячеек в процессе их нагрева, отличающийся тем, что предварительно определяют теплоемкость каждой ячейки без образца, для чего на имеющие одинаковую температуру ячейки подают некоторое количество энергии, регистрируют температуру ячеек при достижении ими теплового равновесия, а их теплоемкость определяют по формуле

$$c_i \left( \frac{T + \Delta T}{2} \right) = \frac{E_i}{\Delta T},$$

где  $c_i(T)$  - теплоемкость  $i$ -й ячейки при температуре  $T$ , Дж/(кг·°С);

$\Delta T$  - изменение температуры ячейки, °С;

$E_i$  - энергия, нагревшая ячейку, Дж,

помещают в одну из ячеек образец, на каждую ячейку, с учетом их теплоемкости, подают энергию, необходимую для ее нагрева на заданную величину, а на ячейку, содержащую образец, подают дополнительную энергию до выравнивания температур ячеек и определяют удельную теплоемкость образца по формуле

$$c = \frac{\Delta E}{m \Delta T},$$

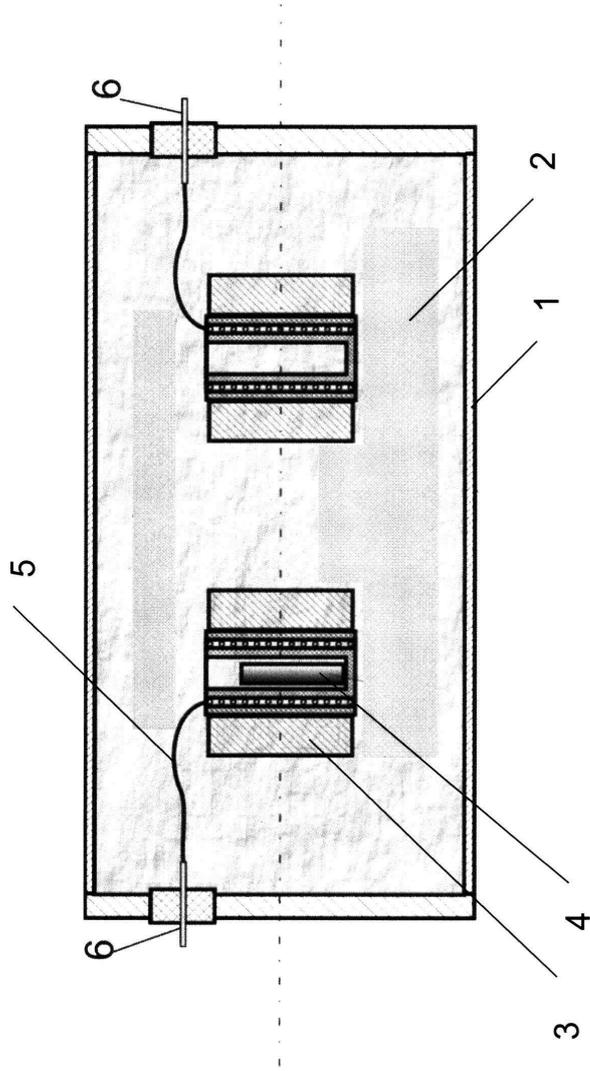
где  $\Delta E$  - энергия, необходимая для догрева ячейки с образцом до заданной температуры, Дж;

$m$  - масса образца, кг;

$\Delta T$  - разность начальной и конечной после догрева температур ячеек, °С,

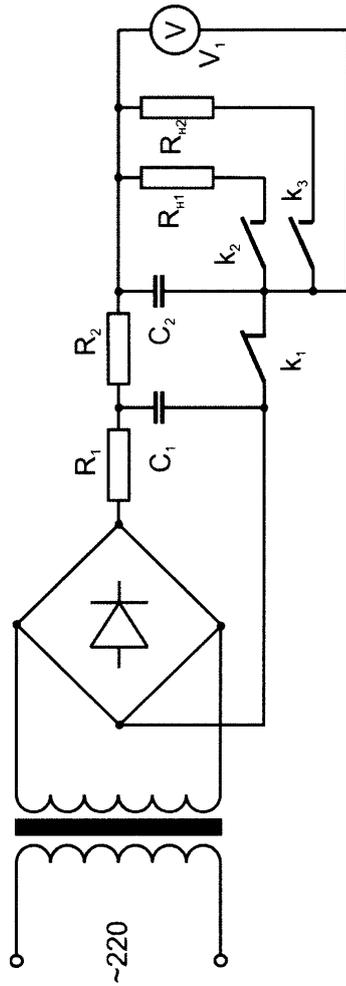
при этом величину подаваемой на ячейки энергии определяют по числу электрических импульсов на нагреватель каждой ячейки от разряда на них общего для обоих нагревателей ячеек конденсатора, измеряя напряжение конденсатора перед каждым импульсом.

Способ измерения теплоемкости материалов



Фиг. 1

Способ измерения теплоемкости материалов



Фиг. 2