



## KAPITEL 5 / CHAPTER 5<sup>5</sup> DYNAMIC MEASUREMENT METHODS APPLICATION IN THE CONDUCTIVE CALORIMETRY

DOI: 10.30890/2709-2313.2022-10-02-017

### Вступ

Найбільш поширеними приладами для вимірювання теплоти, що виділяється або поглинається у фізико-хімічних процесах є ентальпійні калориметри та кондуктивні калориметри (теплового потоку) [1...8]. У ентальпійних калориметрах енергія, що виділилася у реакційній посудині, передається робочому тілу з відомою теплоємністю, а значення цієї енергії визначають за зміною температури робочого тіла. У кондуктивних приладах реакційна посудина розміщена у калориметричній комірці, яка охоплена перетворювачем, сигнал якого пропорційний до потужності (сумарного теплового потоку), що йде від комірки до зовнішнього блоку-термостату. Значення повної енергії, що виділилася у реакційній посудині визначають інтегруванням сигналу перетворювача. Зазвичай власна стала часу приладів теплового потоку значна менша ніж у ентальпійних і дозволяє досліджувати зміну тепловиділення у досліджуваному процесі, тому іноді калориметри теплового потоку називають «калориметрами-осцилографами», а ентальпійні – «калориметрами-інтеграторами» [2, 8]. В той же час при визначенні енергії, що виділяється у швидкоплинних процесах (згоряння речовин у кисневій атмосфері, імпульс випромінювання лазера, тощо), ентальпійні прилади виявляються більш швидкодіючими, оскільки в них для отримання результату достатньо досягти закінчення передавання енергії робочому тілу, а у калориметрах теплового потоку необхідне завершення процесу передавання енергії крізь перетворювач (батарею термопар) до блоку-термостату [9]. Для підвищення швидкодії калориметрів теплового потоку запропоновано декілька методів, які базуються на припущенні, що після закінчення дії імпульсу тепловиділення, сигнал перетворювача теплового потоку залежить тільки від властивостей самого калориметра. Кальве запропонував [8] так званий балістичний метод вимірювань, відповідно до якого визначають максимальне значення сигналу перетворювача теплового потоку, а загальну енергію імпульсу тепловиділення вважають пропорційною цьому значенню. Більш детальне дослідження цього методу показало, що залежність повної енергії від максимального сигналу може бути нелінійною, а похибка вимірювань має значну випадкову складову [10, 11].

### 5.1. Сучасні динамічні методи вимірювань імпульсу теплоти.

Запропоновані також методи вимірювань, в яких використовують додатковий електричний нагрівник або інше джерело для створення допоміжного імпульсу енергії, що дозволяє створити такі умови для динаміки теплових процесів, при яких достатньо провести обмежену кількість вимірювань

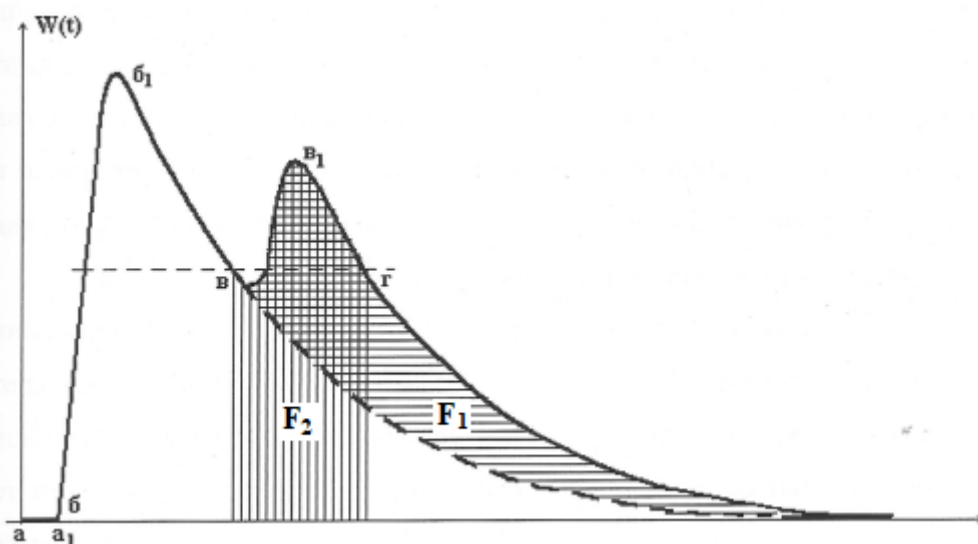
<sup>5</sup>Authors: Dekusha Leonid Vasylovych, Ivanov Serhii Oleksandrovych, Vorobiov Leonid Yosypovych



та розрахувати повну енергію імпульсу [12...14].

Більшість із запропонованих методів базується на використанні залежності зміни температури і теплового потоку у регулярному режимі через деякий інтервал часу після закінчення дії імпульсу тепловиділення. Відомо, що за умови стабільності температури оточуючого середовища і відсутності внутрішніх збурень у тепловій системі, в ній настає регулярний режим першого роду. Ознака регуляризації режиму 1-го роду полягає в тому, що зміна температури в кожній точці системи відбувається по експоненті, однаковій для всіх точок [15].

Так, у [14] для підвищення швидкодії пропонується реакційну посудину (бомбу) з речовиною перегріти відносно робочої температури калориметру, після чого на спаді теплового потоку у зоні регулярного режиму ініціювати досліджуваний процес і одночасно включити інтегратор, виключивши його на тому ж рівні спаду теплового потоку від досліджуваного процесу. На рис. 1 наведена діаграма зміни сигналу теплового потоку  $W(t)$  у калориметричній комірці.



**Рисунок 1 - Діаграма зміни сигналу теплового потоку  $W(t)$  у калориметричній комірці, відповідно до методу [14].**

Вихідний стан комірки відображує ділянка діаграми  $aa_1$ , яка відповідає «нульовому» сигналу калориметра. У момент часу  $б$  у комірку вводиться реакційна посудина, яка попередньо перегріта на декілька градусів відносно робочої температури калориметру, але температура посудини обов'язкова повинна бути на декілька градусів нижча за температуру ініціалізації досліджуваного процесу.

Ділянка  $бб_1$  відповідає початковій частині перехідного процесу вирівнювання температури комірки та внесеної бомби. Це ділянка нерегулярного режиму, на якій тепловий потік змінюється за складним законом. Починаючи з якогось моменту часу настає регулярний режим, характерною особливістю якого є експоненційна залежність зміни теплового потоку у часі. Якщо на цій ділянці у точці  $в$  здійснити ініціацію процесу (підпал зразка), то наступній ділянці  $вг$  знову буде притаманний нерегулярний режим, а починаючи з точки  $г$  знову встановлюється регулярний режим. Стала часу обох регулярних режимів



буде однаковою, тому що вона визначається теплофізичними властивостями калориметричної комірки та її вмісту (бомби). Якщо теплові потоки у точках **В** та **Г** однакові, то площа **F<sub>1</sub>**, що відповідає теплоті що виділилася у досліджуваному процесі, дорівнює площі **F<sub>2</sub>**, що дає можливість проводити інтегрування лише протягом часу на ділянці **ВГ**.

Недоліками даного способу є:

- можливість дослідження тільки екзотермічних процесів; ендотермічні не можливо досліджувати, або потрібно попередньо не нагрівати, а охолоджувати реакційну посудину.

- обмеження динамічного діапазону, тому що теплові процеси, у яких регулярний режим у комірці настає при рівні теплового потоку нижчому за «вимірювальний відлік», тобто початку ділянки інтегрування, не досліджуються. Початкова ділянка кожної шкали є зоною нечутливості.

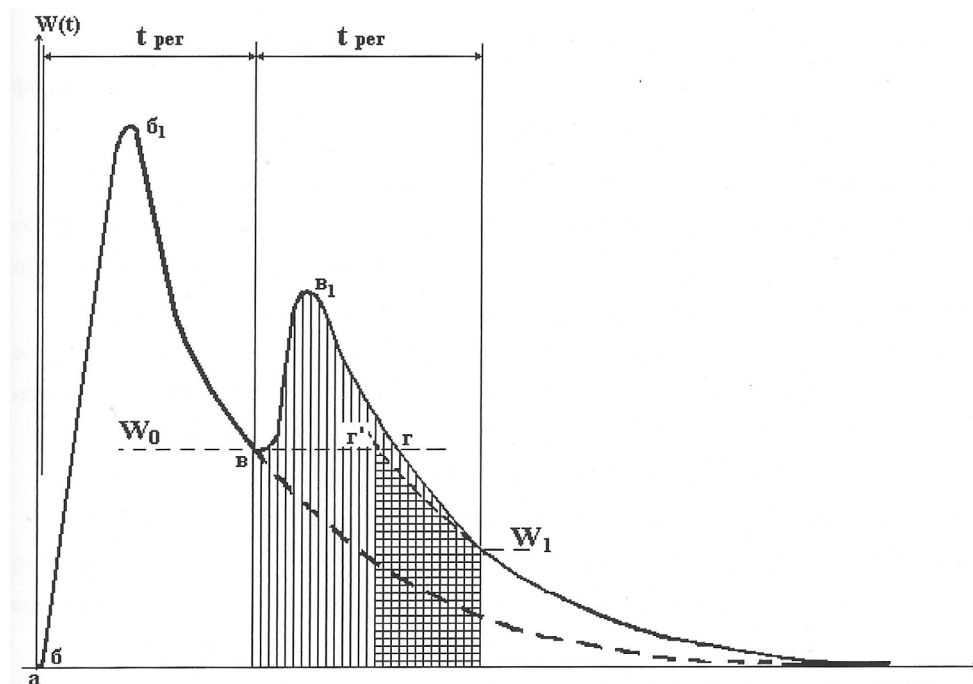
- тривалість режиму підготовки практично не зменшується, тому що необхідно довести сам калориметр до робочої температури і визначити значення експериментального «нульового» сигналу (ділянка **аа<sub>1</sub>**).

Для усунення деяких з вказаних недоліків, запропонована низка інших динамічних методів вимірювань, які продовжують розвиватися та удосконалюватися [12, 13, 16].

Запропоновано два вдосконалені методи динамічних вимірювань у кондуктивних калориметрах, які засновані на тому, що настання регулярного режиму надійніше контролювати не за рівнем теплового потоку, а за проміжком часу, який пройшов після закінчення дії теплового збурення, що призвело до нерегулярного теплового режиму.

## 5.2. Динамічний метод із початковим перегрівом реакційної посудини.

Перший із запропонованих методів передбачає початковий перегрів реакційної посудини та ілюструється часовою діаграмою, наведеною на рис. 2. У момент часу **б** у калориметр, розігрітий до робочої температури, вставляють заправлену реакційну посудину, попередньо перегріту на декілька градусів відносно температури термостабілізації калориметру. Одночасно включають таймер. По закінченню заздалегідь визначеного інтервалу часу **t<sub>рег</sub>**, достатнього для регуляризації теплового процесу, вимірюють та запам'ятовують поточне значення теплового потоку **W<sub>0</sub>**, проводять ініціацію (підпал проби) і починають вимірювання та інтегрування сигналу перетворювача теплового потоку комірки, а також новий відлік часу регуляризації. На другому спаді сигналу перетворювача за точкою **В<sub>1</sub>** вимірювання та інтегрування продовжують до закінчення другого інтервалу регуляризації **t<sub>рег</sub>**.



**Рисунок 2 - Діаграма зміни сигналу теплового потоку  $W(t)$  у калориметричній комірці, відповідно до першого запропонованого методу.**

При цьому вимірюють і запам'ятовують значення теплового потоку  $W_1$ , що відповідає кінцю інтервалу інтегрування. По закінченню інтегрування, буде накоплене сумарне значення енергії  $Q_{\Sigma}$ , що відповідає площі на діаграмі (рис. 2.19) з вертикальним штрихуванням. Площа на діаграмі з горизонтальним штрихуванням обмежена зверху експоненційною кривою, що описує регулярний режим та має уявне значення  $W_0$  у точці  $\Gamma'$ . Ця площа відповідає надлишку енергії, визначеної інтегруванням за різних значень потоку на початку та у кінці інтегрування, і дорівнює  $\tau \cdot (W_0 - W_1)$ .

Значення енергії, що виділилася у досліджуваному процесі визначають за формулою:

$$Q_{\Pi} = Q_{\Sigma} - \tau \cdot (W_0 - W_1) \quad (1)$$

У випадку, коли імпульс енергії від досліджуваного процесу перевищує імпульс, утворений внесенням у калориметр перегрітої бомби, вимірювання проводять за тим же алгоритмом, але при цьому  $W_1 > W_0$ .

Цей перший запропонований динамічний метод вимірювань дозволяє скоротити тривалість вимірювань зі збереженням повного діапазону вимірюваних енергій.

Недоліками цих методів є можливість їх використання лише за умови створення певних додаткових теплових впливів; одноразові вимірювання теплового потоку призводять до збільшення випадкової похибки обчислення кількості теплоти; нехтування «зміщенням нуля» також викликає похибку вимірювань.

Тому при проведенні подальших досліджень була поставлена мета створення динамічного методу вимірювання імпульсу тепловиделення у калориметрі теплового потоку і підвищення точності вимірювань шляхом скорочення режиму



підготовки та багаторазових вимірювань теплового потоку в регулярному режимі з їх подальшою екстраполяцією, що дає можливість зменшити вплив випадкової похибки та врахувати вплив «зміщення нуля» на результат вимірювання.

### 5.3. Динамічний метод із скороченням режиму підготовки та екстраполяцією регулярних режимів за трьома вимірюваннями.

Основна ідея запропонованого методу [17, 18] проілюстрована часовою діаграмою на рис. 3.

Лінія графіку ABCDEFG демонструє зміну теплового потоку у калориметрі за традиційного інтегрального способу вимірювань. У точці А включають калориметр та розміщують у ньому бомбу (реакційну посудину). Ділянка АВ – характеризує процес розігріву калориметра, тепловий вплив не розігрітої бомби і т.п. Після точки В тепловий стан поступово стабілізується і поблизу точки С процес приймає регулярний характер, а вимірюваний тепловий продовжує зменшуватися до деякого малого значення «зміщення нуля».

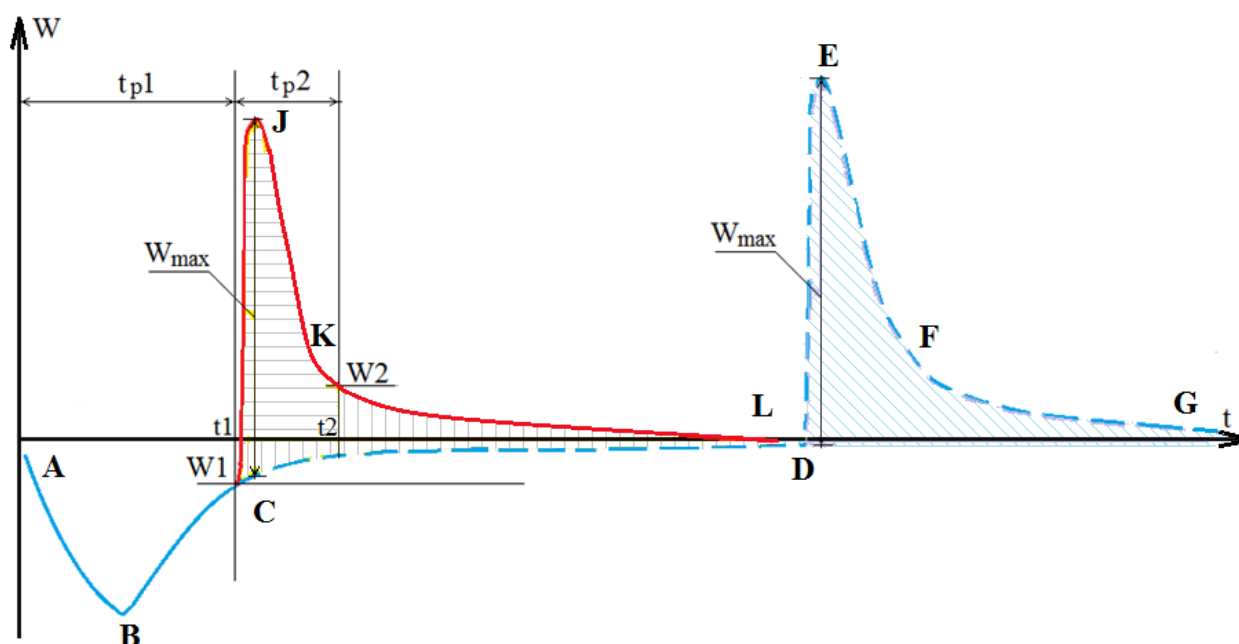


Рисунок 3 - Часова діаграма, що ілюструє основну ідею динамічного методу вимірювань (другий запропонований метод).

Після умовного досягнення стабілізації у точці D проводять підпал проби речовини, тобто ініціацію реакції, після чого тепловий потік швидко збільшується, досягає у точці E максимального значення, після чого починає зменшуватися. У точці F знову настає регулярний режим і тепловий потік продовжує зменшуватися за експоненціальним законом до точки G, в якій умовно прийнято вважати закінченим тепловий процес. Площа під кривою DEFG, яка позначена на рис. 3 косим штрихуванням, відповідає енергії, що виділилася після ініціації досліджуваного процесу.



Суть запропонованого методу полягає в тому, ініціацію процесу проводять не в стаціонарному тепловому режимі, а поблизу точки С у регулярному режимі після витримки часу  $t_{p1}$ , достатнього для регуляризації режиму після останнього збурення [15]. Якщо би ініціація не відбулася, значення теплового потоку продовжували би змінюватися відповідно до передбачуваної кривої CD. Коли ж ініціація проведена, зміна теплового потоку буде проходити відповідно до кривої CJKL. При цьому енергії, що виділяється у реакції відповідає площі між кривими CJKL та CD, причому відрізки кривих KL та CD є передбачуваними експонентами. Тому частину площі під кривою CJK з горизонтальним штрихуванням визначають прямим вимірюванням та інтегруванням, а частину площі між відрізками кривих KL та CD з вертикальним штрихуванням визначають розрахунковим методом по екстраполяційним рівнянням цих кривих:

$$W_{CD}^{pez} = A1 \cdot \exp\left(-\frac{(t-t1)}{\tau1}\right) + A01, \quad t \geq t1; \quad (2)$$

$$W_{KL}^{pez} = A2 \cdot \exp\left(-\frac{(t-t2)}{\tau2}\right) + A02, \quad t \geq t2; \quad (3)$$

де  $W_{CD}^{pez}$  і  $W_{KL}^{pez}$  - значення теплового потоку у регулярних режимах на кривих CD та KL;

$A1, A2, A01, A02$  - коефіцієнти екстраполяційних функцій;

$\tau1, \tau2$  - сталі часу.

У більшості реальних випадків сталі часу та «зміщення нуля» до та після проведення досліджуваного процесу не змінюються, тому:

$$\tau1 = \tau2 = \tau; \quad A01 = A02 = A0.$$

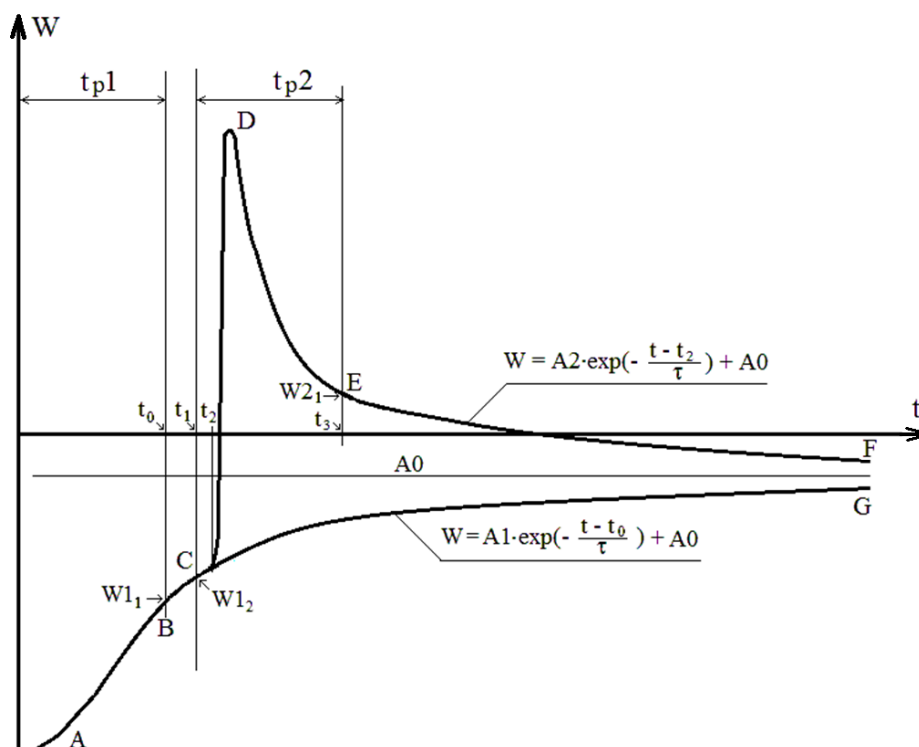
За умови, що значення сталої часу відоме (визначене при налагоджені калориметра), для визначення коефіцієнтів екстраполяційних функцій  $A0, A1, A2$  достатньо трьох вимірювань значень теплового потоку, наприклад, як це показано на рис. 4, двох вимірювань  $W1_1$  і  $W1_2$  у першому регулярному режимі до ініціації процесу та одного вимірювання  $W2_1$  у другому регулярному режимі при повторній регуляризації теплового процесу після ініціації. У цьому випадку коефіцієнти екстраполяційних функцій розраховують за формулами:

$$A0 = \frac{W1_2 - W1_1 \cdot \exp\left(-\frac{\Delta t}{\tau}\right)}{1 - \exp\left(-\frac{\Delta t}{\tau}\right)}; \quad (4)$$

$$A1 = \frac{W1_1 - W1_2}{1 - \exp\left(-\frac{\Delta t}{\tau}\right)}; \quad A2 = \frac{W1_1 \cdot \exp\left(-\frac{\Delta t}{\tau}\right) - W1_2}{1 - \exp\left(-\frac{\Delta t}{\tau}\right)} + W2, \quad (5)$$

де  $\Delta t = (t_1 - t_0)$  - інтервал часу між вимірюваннями значень теплового потоку  $W1_1$  та  $W1_2$ .





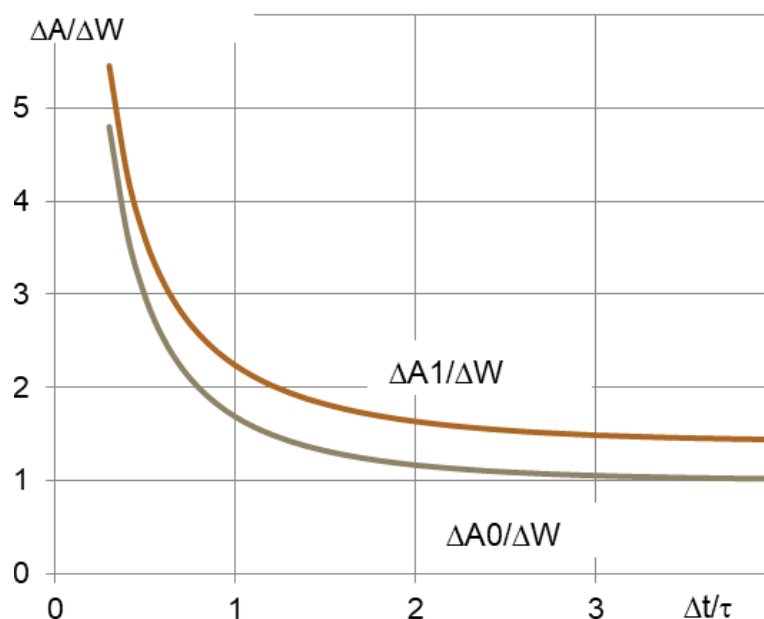
**Рисунок 4 - Зміна теплового потоку в калориметрі у часі – визначення коефіцієнтів екстраполяції за трьома вимірюваннями значень теплового потоку.**

Вимірювання значень теплового потоку не є абсолютно точним, результат вимірювань містить похибку, яка впливає на точність визначення коефіцієнтів екстраполяційних функцій  $A0$ ,  $A1$ ,  $A2$  і, відповідно на точність визначення теплоти, що виділилася у досліджуваному процесі. Крім того на похибку визначення коефіцієнтів екстраполяційних функцій впливає співвідношення між інтервалом часу між вимірюваннями та сталою часу калориметра  $\frac{\Delta t}{\tau}$ .

Якщо похибки вимірювань значень теплового потоку є незалежними випадковими величинами та мають абсолютне значення до  $\Delta W$ , то можна розрахувати відношення абсолютної похибки визначення коефіцієнтів екстраполяційних функцій до похибки вимірювання теплового потоку:

$$\left| \frac{\Delta A0}{\Delta W} \right| = \frac{\sqrt{\left[ \exp\left(-\frac{\Delta t}{\tau}\right) \right]^2 + 1}}{\exp\left(-\frac{\Delta t}{\tau}\right) - 1} ; \quad \left| \frac{\Delta A1}{\Delta W} \right| = \frac{\sqrt{2}}{\exp\left(-\frac{\Delta t}{\tau}\right) - 1} . \quad (6)$$

На рис. 5 представлені графіки значень похибок, розрахованих за (6) в залежності від відношення  $\frac{\Delta t}{\tau}$ .



**Рисунок 5 - Графіки значень похибок визначення коефіцієнтів екстраполяційної функції в залежності від відношення  $\frac{\Delta t}{\tau}$ .**

Як видно з рис.5 при значеннях відношення  $\frac{\Delta t}{\tau} < 1$  значення похибок визначення коефіцієнтів екстраполяційної функції різко зростають і при значенні  $\frac{\Delta t}{\tau} \approx 0,3$  приблизно у 5 разів перевищують похибку вимірювань теплового потоку.

#### 5.4. Динамічний метод з екстраполяцією регулярних режимів за серіями багаторазових вимірювань.

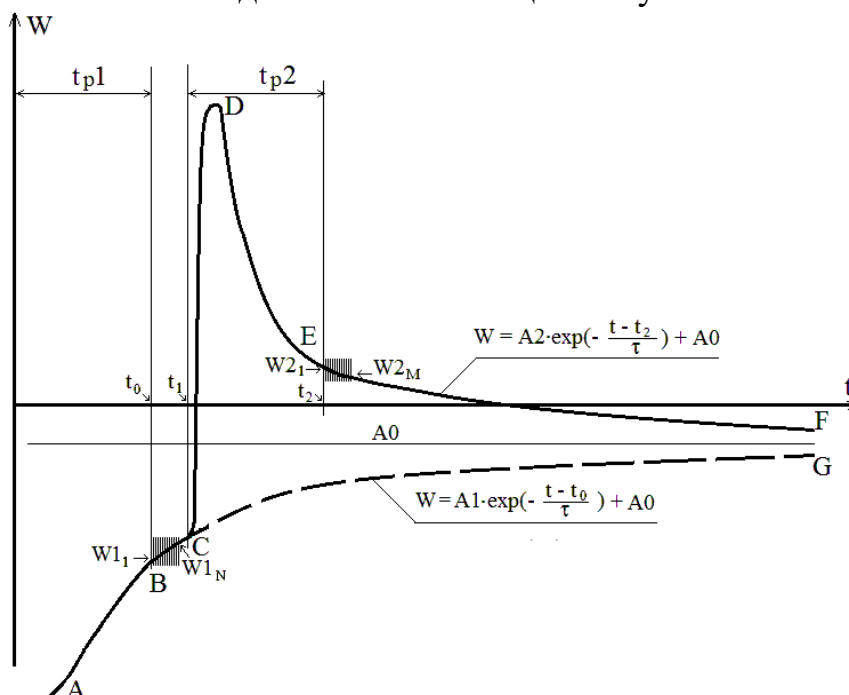
Враховуючи суттєвий вплив випадкової похибки вимірювання при одноразовому вимірюванні, запропоновано проводити серії вимірювань у регулярних режимах перед ініціацією процесу і після повторного настання регулярного режиму, а за результатами цих серій вимірювань визначати коефіцієнти екстраполяції  $A_1$ ,  $A_2$ ,  $A_0$  як коефіцієнти регресії [17, 18].

Розглянемо більш детально послідовність дій при реалізації запропонованого методу динамічних вимірювань. Графік зміни теплового потоку в калориметрі у часі у випадку, коли початкова температура реакційної посудини нижча за робочу температуру калориметра, представлений на рис.6.

На початку експерименту (точка А) реакційну посудину з досліджуваними речовинами розміщують в калориметричній комірці і починають контролювати тепловий потік. По мірі розігріву реакційної посудини, на ділянці графіку АВ тепловий потік зменшується за абсолютним значенням. Витримують калориметр протягом часу регуляризації  $t_p$ , після чого він переходить у регулярний режим в точці В у момент  $t_0$  проводять першу серію вимірювань значень теплового потоку  $W1_i$  ( $i=1 \dots N$ ), причому кількість вимірювань  $N \geq 20$ , а проміжок часу між



вимірюваннями -  $\Delta t$ . Якщо ніяк не впливати на тепловий стан калориметра, то надалі тепловий потік буде змінюватися відповідно до пунктирної кривої BCG на рис.6 за законом регулярного режиму  $W = A1 \cdot \exp[(t_0 - t)/\tau] + A0$ , з асимптотичним наближенням до значення «зміщення нуля»  $A0$ .



**Рисунок 6 - Зміна теплового потоку в калориметрі у часі – визначення коефіцієнтів екстраполяції за серією вимірювань значень теплового потоку (початкова температура реакційної посудини нижча за робочу температуру калориметра).**

Після закінчення серії вимірювань у точці С в момент часу  $t_1$  проводять ініціювання досліджуваного процесу і одночасно починають інтегрування теплового потоку  $W$ . Тепловий потік внаслідок тепловиділення в досліджуваному процесі змінюється відповідно до кривої CDE. Інтегрування теплового потоку проводять впродовж інтервалу часу регуляризації  $t_p$  до точки Е в момент часу  $t_2$ , коли повторно настає регулярний режим.

Інтегруванням теплового потоку  $W(t)$  з моменту часу  $t_1$  до  $t_2$  визначають

кількість теплоти  $Q_1 = \int_{t_1}^{t_2} W(t) \cdot dt$ . У повторному регулярному режимі,

починаючи з точки Е, проводять другу серію вимірювань значень теплового потоку  $W2_j$  ( $j=1 \dots M$ ), причому кількість вимірювань  $M \geq 20$ , а проміжок часу між вимірюваннями -  $\Delta t$ . Після точки Е тепловий потік буде змінюватися відповідно до кривої EF на рис.6 за законом регулярного режиму  $W = A2 \cdot \exp[(t - t_2)/\tau] + A0$ , з асимптотичним наближенням до значення «зміщення нуля»  $A0$ .

Розраховують повну теплоту, що виділилася в реакційній посудині в результаті досліджуваної реакції, яка відповідає площі між кривими CDEF та CG на рис.6.



$$Q = \int_{t_1}^{\infty} [W_{CDEF}(t) - W_{CG}(t)] \cdot dt = Q_1 + Q_2, \quad (7)$$

$$\text{де } Q_1 = \int_{t_1}^{t_2} W(t) \cdot dt, \quad (8)$$

$$Q_2 = \left[ A_2 - A_1 \cdot \exp\left(-\frac{t_1 - t_0}{\tau}\right) \right] \cdot \tau + A_0 \cdot (t_2 - t_1), \quad (9)$$

$A_0, A_1, A_2$  – коефіцієнти екстраполяційних функцій, які розраховують по формулам, отриманим методом найменших квадратів з першої та другої серії вимірювань в регулярних режимах [19, 20]:

$$A_0 = \frac{\sum_{i=1}^N W1_i \cdot \exp\left(-\frac{i \cdot \Delta t}{\tau}\right) \times \sum_{i=1}^N \exp\left(-\frac{i \cdot \Delta t}{\tau}\right) - \sum_{i=1}^N \exp\left(-2 \frac{i \cdot \Delta t}{\tau}\right) \times \sum_{i=1}^N W1_i}{\left[ \sum_{i=1}^N \exp\left(-\frac{i \cdot \Delta t}{\tau}\right) \right]^2 - N \times \sum_{i=1}^N \exp\left(-2 \frac{i \cdot \Delta t}{\tau}\right)}, \quad (10)$$

$$A_1 = \frac{\sum_{i=1}^N W1_i \times \sum_{i=1}^N \exp\left(-\frac{i \cdot \Delta t}{\tau}\right) - N \times \sum_{i=1}^N W1_i \exp\left(-\frac{i \cdot \Delta t}{\tau}\right)}{\left[ \sum_{i=1}^N \exp\left(-\frac{i \cdot \Delta t}{\tau}\right) \right]^2 - N \times \sum_{i=1}^N \exp\left(-2 \frac{i \cdot \Delta t}{\tau}\right)}, \quad (11)$$

$$A_2 = \frac{\sum_{j=1}^M W2_j \times \sum_{j=1}^M \exp\left(-\frac{j \cdot \Delta t}{\tau}\right) - M \times \sum_{j=1}^M W2_j \exp\left(-\frac{j \cdot \Delta t}{\tau}\right)}{\left[ \sum_{j=1}^M \exp\left(-\frac{j \cdot \Delta t}{\tau}\right) \right]^2 - M \times \sum_{j=1}^M \exp\left(-2 \frac{j \cdot \Delta t}{\tau}\right)}, \quad (12)$$

де:  $W1_i$  - результати вимірювань теплового потоку перед ініціюванням досліджуваного процесу ( $i=1, 2, \dots, N$ );

$W2_j$  - результати вимірювань теплового потоку після повторного встановлення регулярного режиму ( $j=1, 2, \dots, M$ )

$N \geq 20$ - кількість вимірювань теплового потоку перед ініціюванням досліджуваного процесу;

$M \geq 20$  - кількість вимірювань теплового потоку після повторного встановлення регулярного режиму;

$\Delta t$  - інтервал часу між вимірюваннями;

$t_0$  - момент початку вимірювань теплового потоку перед ініціюванням досліджуваного процесу;

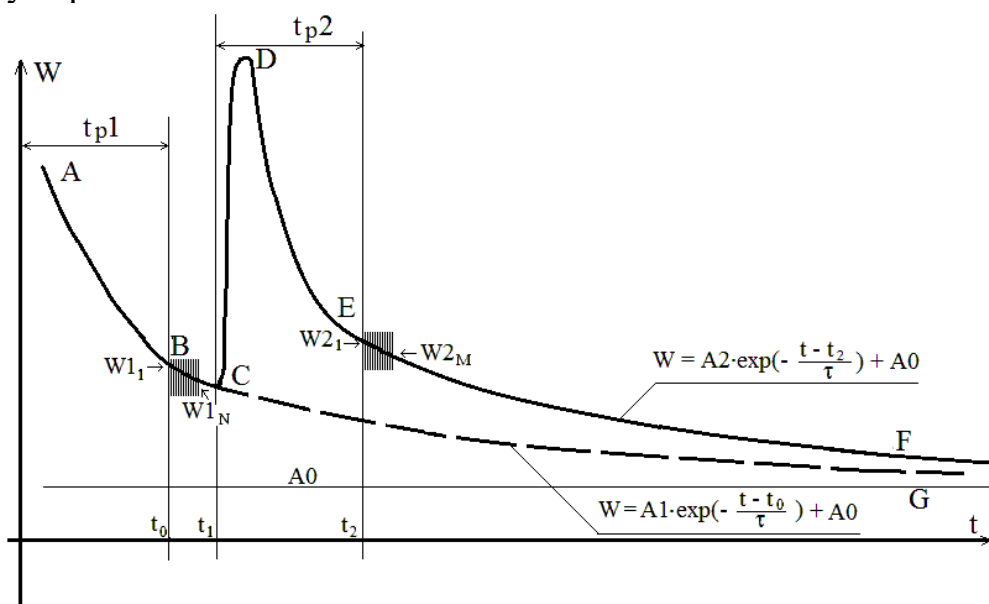
$t_1, t_2$  - моменти ініціювання реакції з початком інтегрування і кінця інтегрування;

$\tau$  – стала часу калориметра.

Запропонований метод вимірювань здійснюється таким же чином у випадку іншого співвідношення початкової та робочої температури, знаку «зміщення



нуля». Графік зміни теплового потоку в калориметрі у часі у випадку, коли початкова температура реакційної посудини вища за робочу температуру калориметра, а «зміщення нуля» є додатнім представлений на рис.7. У цьому та інших можливих випадках порядок операцій та розрахунків такий же, як і в розглянутому варіанті.



**Рисунок 7 - Зміна теплового потоку в калориметрі у часі – визначення коефіцієнтів екстраполяції за серією вимірювань значень теплового потоку (початкова температура реакційної посудини вища за робочу температуру калориметра).**

Таким чином, кількість теплоти, що виділилася, визначають як суму двох доданків - результату інтегрування теплового потоку у нерегулярному режимі та інтегралу від екстраполяційних функцій зміни теплового потоку в регулярних режимах.

Для визначення похибок, що виникають внаслідок застосування динамічного методу вимірювань, проведено імітаційне моделювання методом Монте-Карло. При моделюванні встановлені такі параметри калориметричної системи: тривалість встановлення регулярного режиму після закінчення дії збурення – 600 с, стала часу в регулярному режимі – 330 с, відносна випадкова похибка вимірювання теплового потоку у калориметрі має рівномірний розподіл у межах  $\pm 0,1\%$ . Ці та інші застосовані при моделюванні параметри приблизно відповідають характеристикам квазідиференціального бомбового калориметра моделі КТС-4 [21]. При моделюванні варіювалися кількість вимірювань у серії N та M, а також інтервал часу між вимірюваннями  $\Delta t$ . Відповідно варіювалась і тривалість вимірювань та накопичення даних для визначення коефіцієнтів екстраполяційних функцій.

Встановлено, що для бомбового калориметру моделі КТС-4, при вимірюванні теплового потоку з похибкою до  $0,1\%$  і тривалості серій вимірювань для визначення коефіцієнтів екстраполяційних функцій 180с, похибка вимірювання значення  $Q_2$  не перевищує  $0,27\%$ , а повної енергії  $Q$  -



0,034%. Оскільки похибка вимірювання калориметра КТС-4 складає  $\pm 0,1\%$ , можна вважати, що запропонований динамічний метод не суттєво підвищить загальну похибку. В той же час зменшення тривалості вимірювань разом із підготовкою є доволі значним, При традиційному інтегральному методі вимірювань у КТС-4 підготовка триває приблизно 80 хвилин, а саме вимірювання 30 хвилин, тобто разом 110 хвилин. За використання запропонованого динамічного методу: підготовка, що включає стабілізацію температурного режиму теплорозсіювального блоку та нерегулярний режим при включенні і встановленні бомби – 25...30 хвилин; регулярний режим з вимірюваннями для розрахунку коефіцієнтів  $A_0$  і  $A_1$  – 3 хвилини; підпал та інтегрування сигналу для визначення значення  $Q_1$  у нерегулярному режимі – 10 хвилин; регулярний режим з вимірюваннями для розрахунку коефіцієнту  $A_2$  – 3 хвилини, тобто загалом 41...46 хвилин. Таким чином, динамічний метод дозволяє скоротити тривалість вимірювань у 2...2,5 рази.

На запропонований динамічний метод вимірювання імпульсу теплоти отримано патент України на винахід [17].

Робота виконана у рамках виконання науково–дослідної відомчої тематики ІТТФ НАН України, тема "Розвиток методів та засобів підвищення екологоенергетичної ефективності в газотурбобудуванні та теплоенергетиці" (шифр 1.7.1.896).

## **Висновки**

Запропоновано два нових динамічних методи вимірювання імпульсу теплоти у кондуктивних калориметрах. Метод динамічного вимірювання імпульсного тепловиділення з екстраполяцією регулярних режимів за серіями багаторазових вимірювань дає можливість зменшити тривалість підготовки та вимірювання у 2...2,5 рази у порівнянні з інтегральним методом.