

УДК 681.536  
© 2015

*Дрючко О. Г., кандидат хімічних наук,  
Стороженко Д. О., кандидат хімічних наук,  
Бунякіна Н. В., кандидат хімічних наук,  
Іваницька І. О., кандидат хімічних наук,  
Голубятніков Д. В., студент*

Полтавський національний технічний університет імені Юрія Кондратюка

## ТЕРМОАНАЛІТИЧНИЙ КОМПЛЕКС ДЛЯ ІДЕНТИФІКАЦІЇ РЕЧОВИН МЕТОДОМ ДИФЕРЕНЦІАЛЬНО-ТЕРМІЧНОГО АНАЛІЗУ

*Рецензент – кандидат фізико-математичних наук А. Т. Лобурець*

*Сконструйований термоаналітичний комплекс за функціонуванням і технічною реалізацією з низки існуючих прототипів вирізняє розроблений і запатентований спосіб формування лінійного закону зміни температури нагрівника та використання комбінованого диференціально-термічного методу дослідження зразка й індиферентної речовини. Він використовує прецизійну систему фазового керування подачі середньої теплової енергії у зону нагрівання програмним задаванням пропорційного з часом закону «розгортки» величини опорної напруги задатчика у відповідності з температурною характеристикою хромель-алюмелевого перетворювача з одночасним безперервним відслідковуванням напруги розбалансу ХА термопари у ланцюгу її негативного зворотного зв'язку. Комплекс простий, із високою чутливістю і хорошою розрізняльною здатністю.*

**Ключові слова:** термоаналітичний комплекс, ідентифікація речовин, диференціально-термічний аналіз.

**Постановка проблеми.** Для вирішення низки наукових і виробничих завдань зі створення нових і удосконалення існуючих технологічних регламентів сучасних виробництв, одержання досконалих матеріалів різного призначення із заданою однорідністю, комплексом функціональних можливостей і набором стабільних відтворюваних характеристик виникає нагальна потреба у використанні дієвих багатоцільових термоаналітичних комплексів для ідентифікування та характеристики чистоти речовин експрес-методами.

**Аналіз останніх досліджень і публікацій, у яких започатковано розв'язання проблеми.** Відомі аналогічні вирішення подібних завдань реалізовано у сучасних термоаналітичних комплексах фірми МОМ – дериватографах Q-1500 D [3], компанії СЕТАРАМ – термоаналізаторах [5, 6], термічних диференціальних кількісних аналізаторах Модель «2000 К», Модель «1500 К» [8, 6], диференціальних програмованих калори-

метрах ДСК 111, 101 [6, 6], компанії Bahr-Geratebau GmbH – комплексах для вивчення зразків методами диференціально-термічного аналізу (DTA) та одночасно методами диференціально-термічного аналізу й термогравіметричного аналізу (STA) [2], частково у спеціальному лабораторному обладнанні [4] з лінійною за потужністю статичною вихідною характеристикою, призначеному для високоточного регулювання й стабілізації теплових процесів та інших.

Окрім складності й високої собівартості, їх недоліком є те, що вони не можуть бути універсальними у вирішенні складних завдань за рахунок існування широкої різноманітності й складності об'єктів дослідження. Конструкції силових блоків нагрівання комплексів, використання наявного комплектуючого оснащення поставки не передбачають легкого доступу до об'єкта дослідження та візуального спостереження за ним у процесі перетворень, що важливо в разі комплексного вивчення природи і температурних меж низки теплових процесів, що накладаються: дегідратації, розкладання, фазових перетворень (особливо високоінтенсивних, із газовиділенням тощо); функціональних залежностей фізичних властивостей речовин в умовах і режимах не передбачених інструкціями з експлуатації комплексів; вивчення зразків у малих кількостях. Це призводить до невідтворюваності результатів дослідження, збільшує вірогідність помилкової інтерпретації природи й механізмів перетворень, а в деяких випадках навіть унеможлиблює реалізацію поставленої задачі.

**Метою розроблення комплексу** є створення простими технічними засобами багатоцільового лабораторного пристрою для ідентифікації речовин за теплотами фазових перетворень (плавлення, кипіння, кристалізації, поліморфних переходів), термічного розкладання; вивчення природи і температурних меж протікання низки

теплових ефектів – ступінчастих, близько розташованих за температурним значенням, таких, які накладаються (зумовлені зміною просторової модифікації, дегідратації, розкладання та ін.); функціональних залежностей фізичних властивостей речовин; якісного, а в деяких випадках і кількісного аналізу механічних сумішей речовин; вимірювання температур фазових переходів індивідуальних речовин і систем, побудови на їх основі діаграм стану.

Завдання створення такого пристрою зумовило проведення тривалого пошуку і здійснення творчого вибору найбільш оптимального варіанту його технічної реалізації, що поєднує ефективність й переваги принципів, які лежать в основі побудови сучасних систем регулювання в блоці керування програмуванням температури в дериватографі [3], та підвищену стійкість і надійність у роботі прецизійних систем керування тепловими процесами, організованих із застосуванням лінійних елементів у головному контурі негативного зворотного зв'язку [1, 5, 8–13]. Можливе використання й інших комбінованих варіантів (наприклад, з електронним дискретним задаванням опорної напруги), які особливо ефективні у випадку автоматизації експерименту.

**Результати розроблення.** В основу функціонування комплексу покладено використання комбінованого диференціально-термічного методу дослідження зразка й індиферентної речовини. Комплекс складається з легкокорозбірних електричних печей зі спеціальними тримачами та касетами для зразків і еталону, пристрою формування лінійного закону температури нагрівника (ПФЛЗТ) із фазовим керуванням, планшетного двохкоор-

динатного компенсаційного потенціометра для запису термограм досліджуваних зразків у координатах  $\Delta T$ - $T$ .

Його робочий температурний інтервал визначається областю значень використання хромель-алюмелевих (ХА) перетворювачів – до 1300 °С. Високі метрологічні характеристики комплексу забезпечуються використанням ХА термопари у негативному зворотному зв'язку пристрою регулювання температури та низкою схемних і конструкторських рішень його реалізації.

Вітчизняна промисловість подібних комплексів не виготовляє. Його спосіб функціонування запатентований [7]. Залежно від цілей втілюваних завдань пристрій може бути використаний самостійно в локальних системах або у комплексі засобів під час проведення термоаналітичних досліджень.

Функціонування комплексу наочно пояснює наведена нижче структурна схема (див. рис.).

Робота програмного регулятора температури (ПФЛЗТ) базується на фазовому методі керування потужністю, що підводиться до електричних нагрівників опору. Він складається із задатчика температури, первинного перетворювача (датчика температури – хромель-алюмелевої термопари, ТХА), вузла віднімання (ВВ) на основі диференціального операційного підсилювача, порогового пристрою (тригера Шмітта, ТШ), генератора з лінійним законом зміни напруги (ГЛЗН) для синхронізування роботи пристрою з частотою напруги живлення, блокунг-генератора (БГ), силового блоку, схеми індикації режимів роботи пристрою, схеми індикації пориву кола термоперетворювача, параметричного стабілізатора двополярної напруги живлення.

СПОСІБ ПРОГРАМНОГО ФОРМУВАННЯ ЛІНІЙНОГО ЗАКОНУ ЗМІНИ TEMПЕРАТУРИ НАГРІВНИКА

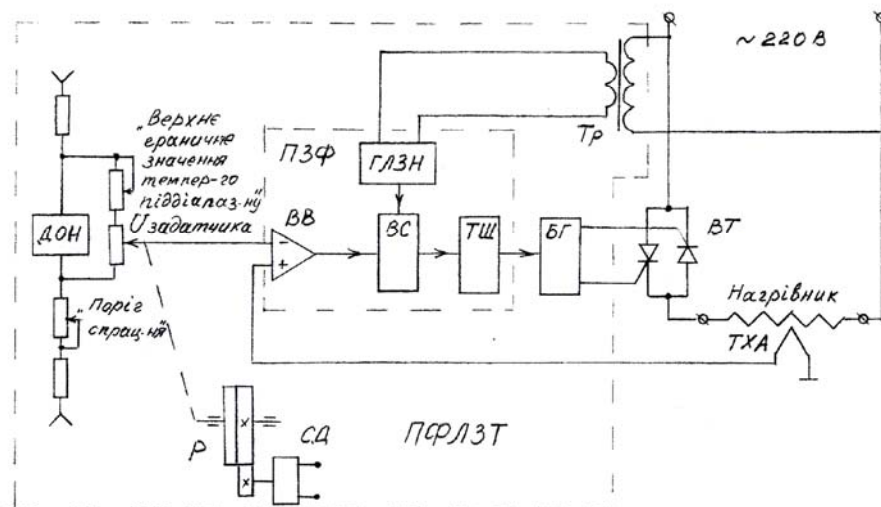


Рис. Структурна схема пристрою формування лінійного закону зміни температури нагрівника

У вузлі задатчика опорної напруги використано серійний змінний потенціометр СП із лінійною залежністю опору від кута повороту (характеристика А) після нескладного видалення фіксатора кінцевого положення, на вал якого насаджена шестерня.

Редуктор (Р) зі здвоєними шестернями й храповиком дають змогу легко змінювати положення движка потенціометра в процесі проведення експерименту, а також встановлювати його в початкове положення.

Для зручності експлуатації потенціометр, редуктор, синхронний двигун (СД) жорстко закріплені на загальній виносній платформі.

Проведенню експерименту передують підготовчі стадії:

а) повзунок потенціометра задатчика із храповим механізмом встановлюють у крайнє початкове положення;

б) потенціометр корекції «поріг спрацювання» переводять у положення, що відповідає моменту включення системи керування;

в) визначають  $t_{\text{поч. об'єкта}}$  дослідження;

г) залежно від цілей поставлених завдань і режиму програмування піднімання температури вибирають передаточне відношення редуктора приводного механізму часової «розгортки» опорної напруги задатчика й встановлюють відповідно з [11]  $U_{\text{опорне верхнє}}$ , що відповідає верхньому граничному значенню досліджуваного температурного піддіпазону.

Після виконання всіх підготовчих операцій за командою «пуск» розпочинається робота комплексу в автоматичному режимі.

Напруга задатчика температури з прецизійного опорного джерела (ДОН) подається на інвертуючий вхід вузла віднімання (ВВ).

На його неінвертуючий вхід приєднана хромель-алюмелева термопара, яка введена у ланцюг головного контуру протилежного зворотньому зв'язку системи регулювання, а вибір її типу зумовлений природною практично лінійною залежністю ЕРС від температури, яка характерна для електродів із хромель-алюмелевих сплавів.

«Гарячий» спай термопари розташовується біля нагрівника й ізолюється тонким шаром термостійкого діелектрика.

Різниця напруг задатчика і термопари є сигналом похибки.

На вході каскаду узгодження (ВС) сигнал похибки складається з напругою формувача лінійно змінної напруги (ГЛЗН). За умови:

$$U_{\text{вих.ВВ}} + U_{\text{вих.ГЛЗН}} \geq U_{\text{верх.пор.}}$$

На виході тригера Шмітта утворюються прямокутні імпульси, задній фронт яких «фіксова-

ний» і співпадає з кінцем робочого півперіоду напруги живлення в мережі, а передній фронт «зміщується» в разі зміни сигналу похибки в системі відслідковування терморегулюючого пристрою.

Прямокутні імпульси, що формуються тригером Шмітта, керують роботою блоку генератора, на виході якого з'являються серії імпульсів загальною шириною, що відповідають тривалості прямокутних імпульсів.

Блоку генератора застосовується для електричного розв'язування кола керування із силовою частиною регулюючого пристрою за допомогою імпульсного трансформатора.

Імпульси зі вторинної обмотки трансформатора блоку генератора керують фазою відкриття силового тиристорного вентиля (ВТ), здійснюючи таким чином пропорційне керування середньою потужністю нагрівача.

Подача енергії в об'єкт здійснюється до тих пір, доки температура в ньому не досягне заданого значення.

Водночас напруга на виході диференційного підсилювача наближається до нуля, і силовий вентиль закривається (призакривається).

Система повільно проходить через низку послідовних квазіблизьких станів, відтворюючи лінійну температурну закономірність із часом у зоні нагрівання.

Пристрій із таким лінійним додатковим ланцюгом «н. з. з.» виявляє слабку залежність від нестабільності вихідних компонентів і в разі великої глибини негативного зворотного зв'язку за потужністю забезпечує не тільки високу лінійність коефіцієнта передачі, але й слабку залежність вихідної потужності від коливань напруги живлення.

Перевагою даного способу в разі його технічної реалізації у системі керування нагрівником за відхиленням температурного параметра у ході вирішення поставленої задачі є використання у системі задатчика параметра й лінійного негативного зворотного зв'язку природної лінійної залежності термо-ЕРС хромель-алюмелевих сплавів від різниці температури їх гарячого і холодного спаїв, яка сьогодні не використовується в жодному подібному аналітичному засобі.

Він являє інтерес за схемним і конструкційним шляхами вирішення проблеми формування закону регулювання температури об'єкта – простий, із високою чутливістю і хорошою розрізняльною здатністю.

Реалізується на сучасних комплектуючих елементах, які серійно виготовляються, і може бути запропонований для використання під час вирішення багатьох аналогічних задач.

**Висновок.** Розробка може бути використана для фундаментальних наукових досліджень, у виробничих лабораторіях для проведення експрес-аналізу фазового складу вхідної сировини і готової продукції, її випробуваннях, тестуванні,

оцінюванні надійності й визначенні ресурсу на працювання, сертифікації, під час встановлення функціональних зв'язків досліджуваних об'єктів тощо.

### БІБЛІОГРАФІЯ

1. Дериватограф Q-1500 D. Руководство по эксплуатации. МОМ, Завод оптических приборов. – Будапешт, 1990. – 102 с.
2. *Заметин В. И.* Линейный тиристорный усилитель для регуляторов температуры / В. И. Заметин // Приборы и техника эксперимента. – 1976. – №2. – С. 113.
3. *Иващенко Н. Н.* Автоматическое регулирование / Н. Н. Иващенко. – М. : Машиностроение, 1973. – 430 с.
4. Каталог промышленного контроля компании СЕТАРАМ. Научно-исследовательские инструменты и приборы. Калюир. Термоанализаторы. – 1991. – С. 5.
- Дифференциальный программированный калориметр ДСК 111, 101. – БИО ДСК «БАТЧ ФЛОУ». – С. 6.
- Калориметр Кальве – С. 7, С. 80.
- Термические дифференциальные количественные анализаторы Модель «2000 К», Модель «1500 К». – С. 8.
5. Пат. 43549 Україна, МПК G 05 D 23/00. Спосіб програмного формування лінійного закону зміни температури нагрівника / О. Г. Дрючко, Д. О. Стороженко, Н. В. Бунякіна, І. О. Іваницька. – № 2009 01783 ; заявл. 02.03.2009 ; опубл. 25.08.2009, Бюл. №16. – 10 с.
6. *Певзнер В. В.* Приборы и системы управления / В. В. Певзнер, В. П. Ткачев. – 1973. – №6. – С. 32.
7. *Попов Е. П.* Приближенные методы исследования нелинейных автоматических систем / Е. П. Попов, И. П. Пальтов. – М. : Энергия, Наука, 1974. – 292 с.
8. *Попович М. Г.* Теорія автоматичного керування / М. Г. Попович, О. В. Ковальчук. – К. : Либідь, 2007. – 656 с.
9. Приборы автоматические следящего уравновешивания КС 2. Техническое описание и инструкция по эксплуатации ТО-994. – С. 68.
10. Тиристоры. Технический справочник / [авт. текста Лабунцов В. А.]. – М. : Энергия, 1971. – 76 с.
11. *Шукишунов В. Е.* Корректирующие звенья в устройствах измерения нестационарных температур / В. Е. Шукишунов. – М. : Энергия, 1970. – Вып. 383. – 80 с.
12. *Atkinson P., Gee A. E.* The Radio and Electronic Engeneering – 1969. – Vol.38. – №1. – P. 23.
13. *Bahr Geratebau GmbH.* Systeme zur Thermoanalyse. Hullhorst. 1991. – S. 7.