Øvelse i termisk analyse

Fysisk teknik ved Bo Jakobsen
http://dirac.ruc.dk/~boj/Teaching

Efterår 2011

1 Baggrund

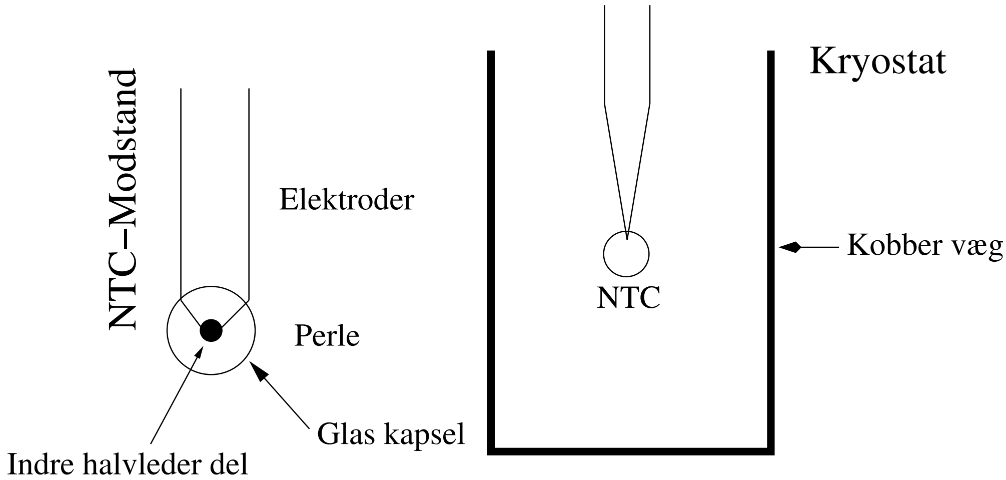
Øvelsen har til formål at sætte jer ind i en metode til at bestemme et materiales frekvensafhængige varmekapacitet. Målemetoden indgår i en række metoder som anvendes i væskelaboratoriet. Disse metoder, som tildels er udviklet her på stedet, er etableret med det formål at kunne måle et fuldstændigt sæt af elektriske og termo-mekaniske response funktioner.

I skal som forberedelse til denne øvelse læse denne vejledning grundigt samt forsøge at regne de forskellige opgaver heri. Efter øvelsens gennemførelse udarbejdes en rapport som indeholder en gennemgang af teorien bag metoden (det vil sige mindst en gennemregning af de fleste opgaver i denne note), samt en grundig analyse af de udførte målinger. De målte størrelser skal færdigbehandles og resultaterne sammenholdes med tabelværdier og teori.

Hjertet i metoden udgøres af en såkaldt NTC-modstand (negativ temperatur koefficient), dennes modstand, R, afhænger af temperaturen. Princippet i metoden består i at modstanden på samme tid kan levere varme (Joule varme) og registrere det til varmeproduktionen svarende temperatur response. Ved at sende en kendt elektrisk strøm gennem modstanden og måle spændingen over denne kan man således beregne både varmeproduktion og temperatur response.

NTC-modstanden har form af en lille perle. Den har en struktur med en indre halvleder del og en ydre glas kapsel, og forbindes med omverdenen gemmen tilhørende ben (elektroder) (se figure 1). NTC-modstanden anbringes i et termostateret kammer. Vi antager at kammerets vægge, som består af massivt kobber, kan termostateres således at temperaturen her ikke afhænger af den varmestrøm som genereres af NTC- modstanden.

Hvis nu modstanden er termisk koblet til en stofprøve, kan dennes termiske egenskaber beregnes. I laboratoriet arbejder vi med to forskellige „geometrier“, en tynd og en tyk. I den tynde geometri påføres væske perlen og hænger



Figur 1: **Venstre** Skitse af perle med indre del og glas kapsel. **Højre** Perlen i kryostaten.

som en dråbe omkring denne (p.g.a. overfladespændingen). Væskens specifikke varmekapacitet kan så bestemmes ud fra dråbens vægt, den samlede varmekapacitet samt perlens varmekapacitet. I den tykke geometri, anbringes perlen i en beholder (som er meget større end perlen) fyldt med væske. Disse to geometrier har hver deres fordele og ulemper.

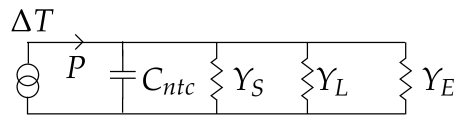
I denne øvelse kan vi p.g.a. tidnød dog kun bestemme perlens varmekapacitet, samt varmeledning gennem luft til omgivelserne (kryostatens kammer).

2 Moddelering af det termiske system

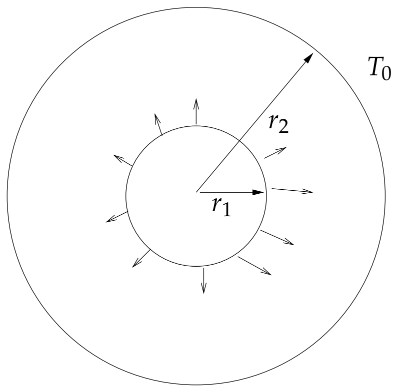
For at forstå de termiske egenskaber af systemet bestående af perlen og kryostaten, er det en fordel at opstille en „nætværks“ model. I denne model lader vi spændingen være temperature forskellen mellem perlen og kryostaten (ΔT) og strømmen er varmestrømmen (P), begge antages at var harmoniske funktioner med en given frekvens, og udtrykkes ved komplekse amplituder. Med disse definitioner kan vi tale om den frekvensafhængige komplekse termisk impedans ($Z = \Delta T/P$), termisk admitans ($Y = P/\Delta T$) og termiske kapacitet ($C = Q/\Delta T$, hvor Q er den samlede varme mængde, altså integralet over strømmen). [1]

De termiske egenskaber af systemet kan beskrives ved det elektriske netværk som ses på figur 2.

[1] Denne type modellering har I arbejdet med på "Fysisk modellering" kurset, se evt. noter der fra for diskussion af generaliseret impedans.



Figur 2: Elektrisk netværksmodel af det termiske system



Figur 3: Skitse af to kugle til beregning af thermiske admitans

Strømgeneratoren repræsentere den indre del af perlen. Det ses at strømgeneratoren sender en strøm ind i en parallelforbindelse af perlens varmekapacitet og tre termiske admitanser. De termiske egenskaber af perlen og omgivelserne repræsenteres typisk ved den samlede termiske impedans $Z_{th} = \Delta T/P$.

I de følgene opgaver skal I overveje hvordan de termiske admitanser kan findes.

Opgaver

Hvorfor er de 4 elementer parallel koblet? Hvilke varmeledningsevner repræsenterer Y_S, Y_L og Y_E? Hvodan finder vi C_{NTC} og den samlede ledningsevne ud fra den målte termiske impedans Z_{th}?

Tænk på et stof med den specifikke varme ledningsevne λ, hvori der anbringes to koncentriske kugleskaller med radius r_1 og r_2 (se figure 3). Hvis vi nu fastholder temperaturen T_0 i den yderste skal og sender en varmestrøm I_0 fra den indre skal ud i mediet, hvilken temperatur tilvæksten ΔT fås så i ligevægt ved den indre skal. Lad nu perlen være den indre skal og kryostaten den ydre, beregn et udtryk for den termiske admitans som ses ved den indre rand, når du desuden antager at $r_2 \gg r_1$.

Beregn et udtryk for den termiske admitans når varmen transporteres via stråling. Beregn endvidere et udtryk for elektrodernes termiske admitans.

I kammeret kan luftens varmeledningsevne ændres ved at ændre trykket, hvordan afhænger varmeledningskoefficienten, λ, af trykket?.

Skitser den teoretiske termiske impedans som funktion af frekvens af det harmoniske varme(strøm)input.

I øvelsen skal i måle den samlede varmeledningsevne ved forskellige tryk, overvej hvad vi vinder ved det, og hvordan det gør os i stand til at finde varmeledningsevnen for luft.

3 Et kort intermezzo om kompleks notation

I det følgende bruger vi kompleks notation til at repræsentere et periodisk signal. I princippet er det samme teknik som på "Fysisk modelerings kurset", men i denne sammenhæng er vi nødt til at være lidt mere grundige. Det skyldes at systemet ikke er lienært og vi derfor, som det senere vil blive klart, er nødt til at eksplicit opskrive det reelle tidsafhængige periodiske signal på baggrund af de komplekse størrelser.

Et periodisk signal $A(t)$ kan generelt skrives som en sum af harmoniske termer:

$$A = A_0 + |A_1|\cos(\omega t + \phi_1) + \ldots + |A_n|\cos(n\omega t + \phi_n) \tag{1}$$

hvor A_0,$|A_k|$ er reelle amplituder og ϕ_k faserne. Et sådan sum af harmoniske termer kan skrives som (hvis du ikke kan se dette umiddelbart så regn på det)

$$A = \frac{1}{2}\left(A_0 + A_0 + |A_1|e^{i(\omega t+\phi_1)} + |A_1|e^{-i(\omega t+\phi_1)} + \ldots + |A_n|e^{i(n\omega t+\phi_n)} + |A_n|e^{-i(n\omega t+\phi_n)}\right). \tag{2}$$

Ved at introducere den komplekse amplitude $A_k = |A_k|e^{i\phi_k}$ og en kort notation $E_k = e^{ik\omega t}$ kan summen skrives som

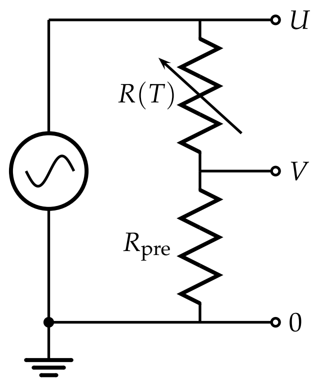
$$A = \frac{1}{2}(A_0 + A_1E_1 + \ldots + A_nE_n + c.c.), \tag{3}$$

hvor $+c.c.$ betyder at man skal lægge den komplekst konjugerede af alle termer i parentesen til (inklusiv af den reelle konstant).

Et par regneregler ses at gælde (overbevis dig om det):
$E_0 = 1$, $E_kE_l = E_{k+l}$, and $E_kE_l^* = E_{k-l}$.

Opgave

Lad $A = \frac{1}{2}(A_0 + A_1E_1 + c.c.)$ og $B = \frac{1}{2}(B_0 + B_1E_1 + c.c.)$, beregn $A \cdot B$ og udtryk det i den ovenstående notation (dvs. angive de komplekse amplituder).



Figur 4: Måle kredsløb, U er input spændingen, V er den målte spændingen over formodstanden R_{pre} og $R(T)$ er den temperaturafhængige modstand af NTC modstanden.

4 Det elektriske setup og de grundlæggende ligninger

Perlens elektrisk strøm/spændings forhold måles v.h.a. kredsløbet som ses på figur 4. NTC modstanden anbringes i en såkaldt spændingsdeler sammen med en kendt formodstand, R_{pre}, som er temperatur uafhængig.

Spændingsgeneratoren er speciel bygget af værkstedet og levere en tidsafhængig spænding $U(t) = A\cos(2\pi\nu t)$, hvor amplituden A kan vælges mellem 0 og 10V i 256 step, mens frekvensen ν kan varieres mellem 1mHz og 100Hz.

Den tidsafhængige output spænding $U(t)$ måles v.h.a. et 26 bit digital voltmeter. Målingerne foreligger som et array af 512 målinger taget med ens afstand over en periode af input signalet. I konstruktionen af opstillingen er der gjort meget for at holde styr på fasen mellem input spændingen og den målte spænding.

Opgave

Udled spændingsdeler formlen:

$$V(t) = \frac{R_{\text{pre}}}{R_{\text{pre}} + R(T(t))} U(t). \tag{4}$$

Perlens temperatur afhængighed kan beskrives som $R(T) = R_\infty e^{T_a/T}$, hvorfor det?

Antag at perlens temperatur er tæt på kryostat temperaturen, T_0, og udtryk R som funktion af ΔT til første orden, som $R = R_0(1 + \alpha\Delta T)$ (hvor ΔT er afvigelsen fra kryostat temperaturen). Hvad udtrykker R_0?

Vis at temperatur koefficienten α kan findes som $\alpha = \frac{d\ln R}{dT}$, og opskrive et udtryk for dens afhængighed af T og T_a.

Udnyt nu denne førsteordens approksimation til at opskrive $V(t)$ som funktion af $U(t)$ og $R(T)$ til 1. orden i ΔT som:

$$V = \frac{1}{A+1}\left(1 - \frac{A\alpha}{1+A}\Delta T\right) U. \tag{5}$$

Udled endeligt følgende to udtryk for effekten afsat i perlen,

$$P = \frac{1}{R_{\text{pre}}}\frac{A}{(1+A)^2}\left(1 + \frac{1-A}{1+A}\alpha_1\Delta T\right) U^2 \text{ (til første orden i}\Delta T) \tag{6}$$

$$P = \frac{(U-V)V}{R_{\text{pre}}}, \tag{7}$$

hvad er fordelen ved hvert af disse to udtryk?

5 Fra tidsdomæne til frekvensdomæne

Vi måler som beskrevet det tidsafhængige signal $V(t)$, når man påtrykker et periodisk signal $U(t)$. Vi ønsker at omsætte dette signal til en sum af harmoniske bidrag. Dette gøres i computeren ved at bruge en såkaldt „Fast Fourier transform" (FFT).

I matlab ser det således ud

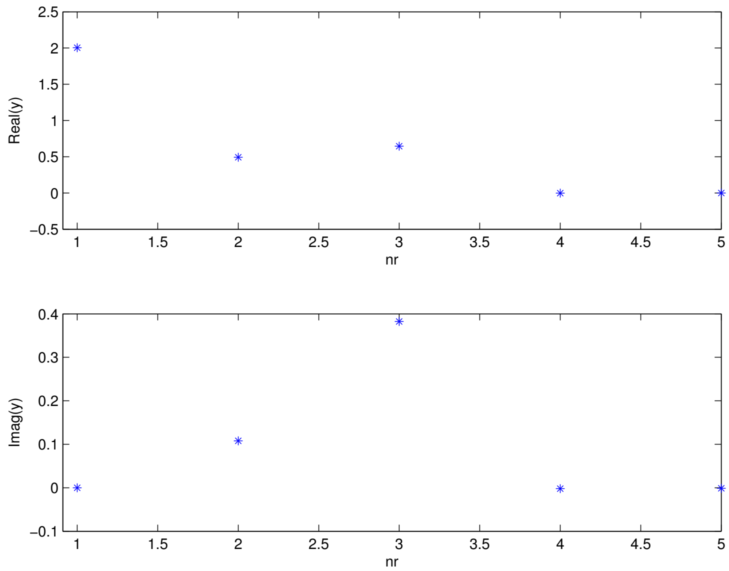
```
x=fread(multi,512,'int32')*iscale;
xfft=fft(x)/256;
```

Første linje henter de 512 målinger af spændingen (denne ganges med en faktor som stammer fra voltmeteret). I anden linje tages den diskrete Fouier transform af dette signal (for at få de absolutte væredier til at passe skal man dividere med det halve antal punkter (se evt. matlab help siden om fft)). Resultatet er et array hvor 1. plads indenholder 2 gange amplituden til den 0'te harmoniske, 2. pladsen den komplekse amplitude til den 1. harmoniske, 3. pladsen den komplekse amplitude til den 2. harmoniske og så videre (grunden til at vi får 2 gange amplituden til den 0'te harmoniske ligge i definitionen af den Fouier transformerende, hvilket vi ikke kommer nærmere ind på her). Et simple eksempel ses i figur 5.

```
%number of points
n=512

% array with evenly spaced points between 0 and 2pi
x=linspace(0,2*pi,n)

%A function
y=1+0.5*cos(x+12/180*pi)+0.75*cos(2*x+30/180*pi)
% the FFT transform scaled by n/2
yfft=fft(y)/n*2
```



Figur 5: Eksempel på de værdier som fremkommer i resultat arrayet efter en FFT transformation af et signal samplet over en periode. Her vises kun de første 5 array pladser.

I det følgende arbejder vi udelukkende i frekvens domænet. Vi definere altså generelt (hvor der kun er medtaget op til 4. ordens led)

$$
\begin{aligned}
V(t) &= \frac{1}{2}\left(V_0 + V_1 E_1 + V_2 E_2 + V_3 E_3 + V_4 E_4 + c.c.\right) \\
U(t) &= \frac{1}{2}\left(U_0 + U_1 E_1 + U_2 E_2 + U_3 E_3 + U_4 E_4 + c.c.\right) \\
P(t) &= \frac{1}{2}\left(P_0 + P_1 E_1 + P_2 E_2 + P_3 E_3 + P_4 E_4 + c.c.\right) \\
\Delta T(t) &= \frac{1}{2}\left(T_0 + T_1 E_1 + T_2 E_2 + T_3 E_3 + T_4 E_4 + c.c.\right).
\end{aligned}
$$

Ligeledes defineres den termiske impedans for alle de harmoniske, så vi har at

$$
\begin{aligned}
Z_{th,1} &= T_1/P_1 \\
Z_{th,2} &= T_2/P_2 \\
\vdots & \quad \vdots
\end{aligned}
$$

.

Opgaver

Generelt måler vi den frekvensafhængige termiske impedans $Z_{th,i}(\omega)$. Hvad er sammenhængen mellem $Z_{th,1}(\omega)$ og $Z_{th,2}(\omega)$? (Dette er en meget vigtig men svær pointe så brug lidt tid på at tænke over det).

Overbevis dig om at de værdier som ses i figure 5 passer med den funktion som er blevet transformeret.

6 Kalibrering af perlens temperaturafhængige modstand

Når perlen sidder i kryostaten kan dennes temperaturafhængige modstand bestemmes ved at måle V ved forskellige temperaturer og på forhånd måle U og R_{pre} som ikke afhænger af temperaturen. Når R på denne måde måles ved at sende en strøm gennem denne, vil perlen ikke have samme temperatur som kryostaten.

Antag i det følgende at generatoren er „perfekt“ det vil sige at den levere et rent harmonisk signal, $U = \frac{1}{2}(U_1 E_1 + c.c.)$, og at den målte spænding kan skrives som $V = \frac{1}{2}(V_0 + V_1 E_1 + c.c.)$ (det vil sige at vi ser bort fra evt. højereordens harmoniske led).

Opgaver

Udtryk varmeeffekten fra perlen som en harmoniske serie ved at bruge ligning 7, hvad er de dominerende led? Hvordan kommer temperaturen til at variere på perlen (hvilke led skal medtages hvis denne skrives som en sum af harmoniske led).

Vis at DC amplitude af varmeeffekten kan skrive som:

$$P_0 = \frac{1}{4R_{\text{pre}}}((U_1 - V_1)V_1^* + (U_1^* - V_1^*)V_1) \tag{8}$$

Vis at den førsteharmoniske i det målte signal (V_1) kan skrives som

$$V_1 = \frac{1}{A+1}\left(U_1 - \frac{A\alpha}{1+A}T_0U_1 - \frac{1}{2}\frac{A\alpha}{1+A}T_2U_1^*\right) \tag{9}$$

(hvor $A = R_0/R_{pre}$).

Ved at måle ved forskellige amplituder af U kan man ved ekstrapolation bestemme R ved den aktuelle kryostat temperatur, hvordan? (Bemærk at ledet $\frac{1}{2}\frac{A\alpha}{1+A}T_2U_1^*$ kan antages at være lille).

Det er på baggrund af dette udtryk også muligt at finde DC niveauet af den termiske impedans (Z_0), hvordan?

7 3ω metoden

Vi har nu (forhåbentlig) set at et rent harmonisk input, giver anledning til en varmestrøm som variere som 2ω, og dermed til en temperatur som variere med 2ω. Da modstanden er temperatureafhængig, vil dens modstand også variere med 2ω. Spændingsfaldet over den er give ved Ohms-lov (produktet af modstand og strøm) og da strømmen har et dominerende 1. harmonisk led, fås et 3 harmonisk led i spændingen over modstanden.

Man kan altså finde temperaturamplituden ved at studere den 3. harmoniske i det målte signal.

Opgave

Vis at amplituden af den 3. harmoniske i det målte signal (V_3) kan skrives som

$$V_3 = -\frac{1}{2}\frac{A\alpha}{(A+1)^2}T_2U_1. \tag{10}$$

Vis desuden at amplituden til den 2. harmoniske i varmeeffekten kan skrives som:

$$P_2 = \frac{1}{2R_{\text{pre}}}(U_1 - V_1)V_1. \tag{11}$$

Udnyt ligning 8, 9, 10 og 11, til at finde den frekvensafhængige termiske impedans og DC impedansen.

Ved hvilke termisk frekvens evalueres den frekvens afhængige termiske impedans?

8 Øvelse

1. øvelsesgang

NTC-modstanden monteres i en prøveholder sammen med formodstanden R_{pre}, hvis værdi bestemmes med et multimeter. Prøveholderen anbringes i kryostaten og forbindes til måleopstillingen, hvis virkemåde afprøves.

NTC-modstandens temperaturafhængighed findes ved at måle V og U ved mindst 3 forskellige amplituder (50, 75 og 100) ved mindst tre forskellige temperaturer (300K, 275K og 250K). Målingen foretages ved 10Hz. På baggrund af disse målinger findes T_a og R_∞ samt et første gæt på den termiske DC impedans (dette kaldes i det følgende *DC-metoden*), samt DC temperatur amplituden (overvej hvordan denne hænger sammen med amplituden af den 2. harmoniske varmestrøm).

Overvej hvordan vi "online" kan følge om temperaturen er kommet i ligevægt.

2. øvelsesgang

Ved en passende temperatur f.eks. 200K måles V og U som funktion af frekvens i intervallet 0.1 til 100Hz, og resultatet analyseres.

Kammeret evakueres og målinge gentages.

Hvis I vil kan vi nu lave en noget længere måling over et par dage, så vi får bedre lavfrekvens data.

Den termiske impedans beregnes nu på to måder h.h.v. ved „DC-metoden“ og „3ω-metoden“.

Luftens varmeledningsevne og perlens varmekapacitet bestemmes ud fra de to målinger, og sammenlignes med litteratur værdier.

9 Baggrundslitteratur

De nedenstående artikler indenholder en del af baggrunden for den diskuterede metode. Det er ikke nødvendigt at læse disse for at lave øvelsen eller skrive rapporten men referencerne tages med her for forstændighedens skyld.

Måling af den frekvensafhængige varmefylde ved brug af perlen og en meget tykt væskelag. Indenholder en detaljeret gennemgang af 3ω teknikken:

- Bo Jakobsen, Niels Boye Olsen & Tage Christensen. Frequency dependent specific heat from thermal effusion in spherical geometry. *arXiv:0809.4617v1 [cond-mat.soft]*, 2008. (Bemærk at det er version 1 af denne artikel som er mest relevant i forhold til denne øvelse).
- Bo Jakobsen, Niels Boye Olsen & Tage Christensen. Frequency-dependent specific heat from thermal effusion in spherical geometry. *Phys. Rev. E*, 2010, **81**, 061505.

Måling af den frekvensafhængige varmefylde, ved brug af perlen og et tyndt væskelag:

- Tage Christensen & Niels Boye Olsen. Thermoviscoelasticity of glass-forming liquids. *J. Non-Cryst. Solids*, 1998, **235–237**, 296–301.

Detaljeret beskrivelse af kryostat og elektrisk setup findes i følgende to artikler:

- B. Igarashi, T. Christensen, E. H. Larsen, N. B. Olsen, I. H. Pedersen, T. Rasmussen & J. C. Dyre. A cryostat and temperature control system optimized for measuring relaxations of glass-forming liquids. *Rev. Sci. Instrum.*, 2008, **79**, 045105
- B. Igarashi, T. Christensen, E. H. Larsen, N. B. Olsen, I. H. Pedersen, T. Rasmussen & J. C. Dyre. An impedance-measurement setup optimized for measuring relaxations of glass-forming liquids. *Rev. Sci. Instrum.*, 2008, **79**, 045106.

En introduktion til modellering via elektriske netværks modeller, kan findes i:

- Niels Boye Olsen, "Modellering med elektriske netværk — Noter fra Fysik B kurset", IMFUFA tekst nr. 466 (2009).
- Tage Christensen, "Noter til Fysisk Modellering" (findes online på `http://dirac.ruc.dk/~tec/FysMod`).