



Badania zależności temperaturowych rozszerzalności cieplnej i ciepła właściwego stopu glinu PA-6

ANDRZEJ J. PANAS¹, JAROMIR J. PANAS², HENRYK POLAKOWSKI³,
TADEUSZ PIĄTKOWSKI³

¹Wojskowa Akademia Techniczna, Wydział Mechatroniki,
00-908 Warszawa, ul. S. Kaliskiego 2, andrzej.panas@wat.edu.pl

²Uniwersytet Warszawski, Wydział Fizyki,

00-681 Warszawa, ul. Hoża 69, jp264318@okwf.fuw.edu.pl

³Wojskowa Akademia Techniczna, Instytut Optoelektroniki,
00-908 Warszawa, ul. S. Kaliskiego 2, hpolakowski@wat.edu.pl, tpiatkowski@wat.edu.pl

Streszczenie. W pracy przedstawiono wyniki badań dwóch komplementarnych właściwości cieplnych: ciepła właściwego i rozszerzalności cieplnej liniowej stopu glinu PA6. Ciepło właściwe określono metodą względną za pomocą mikrokalorymetru skaningowego (DSC) w zakresie od -20 do 230°C . Rozszerzalność cieplną określono metodą absolutną, wykorzystując stanowisko do badań zmodyfikowaną metodą interferencyjną. Pomiary tej właściwości przeprowadzono w zakresie od 20°C do ok. 400°C . W obydwu przypadkach zachowano dużą rozdzielczość termiczną badań, co pozwoliło na określenie reprezentatywnych charakterystyk aproksymacyjnych ciepła właściwego i rozszerzalności cieplnej liniowej. Wyniki badań dylatometrycznych przeliczono również do wartości wydłużenia względnego. W dodatkowych badaniach wyznaczono gęstość badanego materiału metodą wypornościową.

Słowa kluczowe: właściwości cieplno-fizyczne, ciepło właściwe, rozszerzalność cieplna, mikrokalorymetria skaningowa (DSC), dylatometria interferencyjna

Oznaczenia

a	$[\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}]$	dyfuzyjność cieplna
c_p	$[\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}]$	ciepło właściwe przy stałym ciśnieniu
\dot{H}	$[\text{W}]$	strumień entalpii
l	$[\text{m}]$	długość/wysokość/wymiar liniowy
m	$[\text{kg}]$	masa

p	[Pa]	ciśnienie
t	[°C]	temperatura
T	[K]	temperatura bezwzględna
V	[m ³]	objętość
α^*	[K ⁻¹]	rozszerzalność cieplna liniowa odniesiona do długości początkowej
ε	[m · m ⁻¹]	wydłużenie względne
λ	[W · m ⁻¹ · K ⁻¹]	przewodność cieplna
$\lambda_{\text{He-Ne}}$	[nm]	długość fali promieniowania lasera
ρ	[kg · m ³]	gęstość
τ	[s]	czas

1. Wprowadzenie

Celem wykonywanych badań jest określenie właściwości cieplno-fizycznych (termofizycznych) próbki stopu, z którego są wytwarzane matryce imitujące rastrową emisyjną strukturę powierzchniową [13]. Znajomość rzeczywistych właściwości cieplno-fizycznych jest niezbędna do określenia rozkładu temperatury zarówno w analizach numerycznych, jak i przy weryfikacji wyników badań doświadczalnych prototypów matryc rastrowych. Zgodnie z deklaracją dostarczoną do badań stopem był stop glinu PA-6. Ze względu na brak takowej potrzeby informacji dotyczącej rodzaju materiału nie weryfikowano na drodze badań metalograficznych: składu i struktury. Niniejsze opracowanie dotyczy badań mikrokalorymetrycznych i dylatometrycznych oraz zawiera rezultaty pomiarów wagowych. Ich dopełnienie stanowią będą wyniki realizowanych niezależnie badań dyfuzyjności cieplnej.

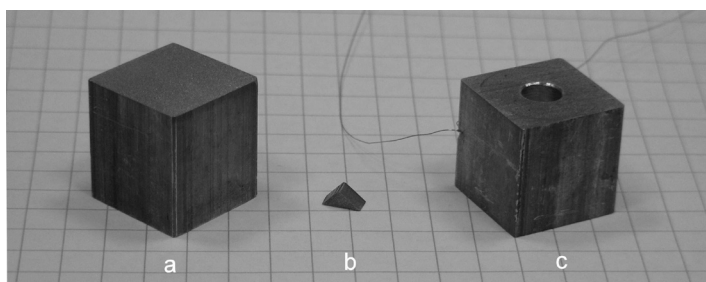
Zwięzły opis pomiarów, procedur opracowania danych oraz komplet uzyskanych wyników pierwszego etapu badań przedstawiono w dalszej części opracowania. Dodać należy, że charakterystyki ciepła właściwego i rozszerzalności liniowej określono w rozszerzonym zakresie temperatury w stosunku do przedziału obejmującego typowe okołopokojowe temperatury eksploatacji urządzeń elektronicznych. Wynika to nie tylko z właściwości zastosowanych metod i urządzeń, lecz także z potrzeby poszerzenia znajomości charakterystyki właściwości cieplnych badanego materiału.

2. Metodyka badań doświadczalnych

2.1. Przygotowanie próbek do badań

Badaniom poddano próbki stopu deklarowanego jako stop glinu PA-6. Próbki do badań wykonano z pręta pryzmatycznego o przekroju kwadratowym 15×15 mm, wysokości 35 mm i masie 21,74 g (rys. 1a). Próbkę do badań mikrokalorymetrycznych

wycięto z rogu płaskiej kwadratowej płytki (rys. 1b). Masa próbki wynosiła 54,07 mg (tab. 1). W przypadku tego rodzaju badań kształt próbki ma mniejsze znaczenie, a bardziej istotna jest jej masa. Do badań dylatometrycznych zastosowano próbkę z nawierconym w osi pręta otworem o średnicy ok. 5 mm do penetracji promieniowania laserowego i z dokładnie splanowanymi powierzchniami podstawy górnej i dolnej (rys. 1c; tab. 1). Wysokość próbki — długość bazy interferometru pomiarowego — wynosiła 14,98 mm. Do boku próbki, na jej krawędzi bocznej, przytwierdzono druty termoelementu pomiarowego typu K. Średnica drutów wynosiła 0,11 mm.



Rys. 1. Widok fragmentu wyjściowego pręta (a) oraz wykonanych z niego próbek do badań ciepła właściwego (b) i rozszerzalności cieplnej z widocznymi drutami termoelementu (c)

TABELA 1

Parametry badanych próbek stopu PA-6 i podstawowe dane wykonanych badań

Badany parametr	Oznaczenie/ /metoda badań	Masa [mg]	Wymiary [mm]			Zakres temperaturowy badań [°C]
			bok podstawy	średnica otworu	wysokość	
Ciepło właściwe	$c_p(t)$ /DSC	54,07	n.d.	n.d.	n.d.	-20-230
Rozszerzalność cieplna	$\alpha^*(t), \varepsilon(t)$ / /dylatometr interfer.	b.d.	14,975	4,65	14,98	20-270 20-406

2.2. Pomiary wagowe

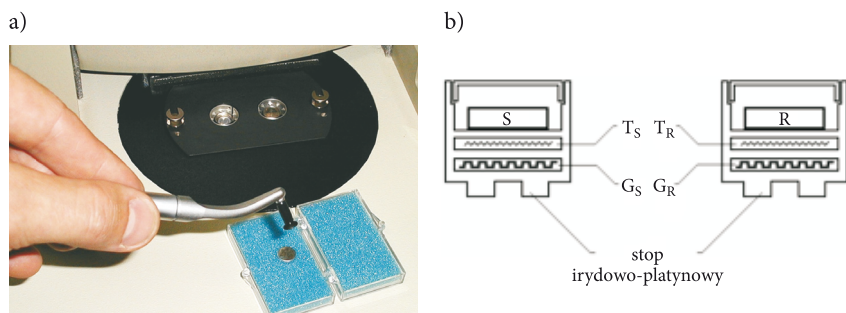
Niezbędne do określenia efektów cieplnych i ciepła właściwego przy badaniach mikrokalometrycznych pomiary masy (por. tab. 1) wykonywano za pomocą wagi laboratoryjnej Mettler-Toledo AT 261. Rozdzielczość pomiaru wynosiła 0,01 mg, a deklarowana dokładność $\pm 0,02$ mg. Za pomocą tej samej wagi uzupełnionej o specjalny zestaw elementów dodatkowych wykonano pomiary gęstości. Zastosowano wypornościową metodę badań (por. [6]). Jako płynu odniesieniowego użyto wody destylowanej

z dodatkiem środka zmniejszającego napięcie powierzchniowe. Badania wykonano przy temperaturze pokojowej, uwzględniając w obliczeniach efekty rozszerzalności cieplnej płynu. Dokładność wyznaczenia gęstości jest uzależniona od wymiarów badanej próbki — dla próbek o masie kilkudziesięciu gramów i objętości ok. 5 cm^3 maksymalny błąd względny pojedynczego pomiaru jest nie większy niż 0,1%.

2.3. Pomiary mikrokalorymetryczne — DSC

Badania ciepła właściwego z identyfikacją i określeniem efektów ewentualnych przemian fazowych przeprowadzono za pomocą mikrokalorymetru skaningowego Perkin-Elmer Pyris 1. Widok i schemat głowicy przyrządu przedstawiono na rysunku 2. Mikrokalorymetr skaningowy DSC (*differential scanning calorimetry*) Pyris 1 jest przystosowany do prowadzenia analiz termicznych różnego rodzaju. Wykorzystanie jako zasady pozyskania sygnału termicznego metody kompensacji strumienia ciepła uprzywilejowuje ten przyrząd w pomiarach ciepła właściwego [4]. Typowe pomiary wykonuje się na próbkach o masach od kilku do kilkudziesięciu miligramów dla materiałów o małej gęstości i pojedynczych setek miligramów dla materiałów o dużej gęstości i małym ciepłe właściwym. Przy doborze masy badanej próbki decydującym parametrem jest jej pojemność cieplna. Przyrząd skalibrowano zarówno dla pomiarów temperatury, jak i badania efektów cieplnych, wykorzystując standardowe procedury kalibracji. Jako wzorców użyto indu i cynku. Kalibrację wykonano dla szybkości (tempa) zmian temperatury 10 K/min .

W badaniach charakterystyk termicznych procesu skanowania wykorzystuje się informację o sygnale odniesienia¹. W terminologii kalorymetrycznej oznacza to uwzględnienie kształtu krzywej bazowej. Krzywą tę rejestrowano dla warunków dokładnie odpowiadających pomiarowi zasadniczemu przy pustych komorach pomiarowych,



Rys. 2. Widok głowicy pomiarowej mikrokalorymetru Perkin Elmer Pyris 1 (a) i schemat układu pomiarowego (b): S — próbka; R — próbka odniesieniowa lub kompensująca; T_S, T_R — rezystancyjne czujniki temperatury oraz G_S, G_R — grzejniki odpowiednio komory pomiarowej i referencyjnej

¹ Chodzi o próbkę z angielska zwaną referencyjną.

przykrytych standardowymi przykrywkami platynowymi. Zachowanie tych samych warunków oznacza przeprowadzanie pomiaru przy takiej samej, standardowej szybkości przepływu gazu inertnego — odwodnionego N_2 — wynoszącej 20 ml/min oraz włączonym grzejniku ochronnym głowicy po ustabilizowaniu się parametrów pracy głowicy w warunkach chłodzenia przez chłodziarkę Perkin-Elmer Intracooler 1.

Do wyznaczania ciepła właściwego wykorzystano dokładniejszą metodę doświadczalnego określania pojemności cieplnej, a mianowicie metodę trzech krzywych [6, 4]. Jest to metoda pomiaru porównawczego (względego). Polega ona na wyznaczeniu, w trzech oddzielnych pomiarach, wartości różnicy strumienia entalpii (w warunkach eksperymentu jest to ciepło dostarczane do badanego układu) w funkcji temperatury dla (por. rys. 2):

- obydwu pustych komór $\dot{H}_{bz}(T)$ (wyznaczenie linii bazowej),
- z badaną próbką w komorze pomiarowej oraz z pustą kapsułką w komorze odniesienia $\dot{H}(T)$,
- dla materiału wzorcowego w komorze pomiarowej $\dot{H}_{wz}(T)$ i pustej kapsułki w komorze odniesienia, o ile materiał wzorcowy jest zamknięty w kapsułce (wyznaczenie krzywej odniesienia).

Wszystkie trzy sygnały są wyznaczane dla jednakowych nastaw przyrządu pomiarowego w celu zapewnienia identycznych warunków pomiaru. Mając powyższe zależności oraz znając charakterystykę pojemności cieplnej wzorca $c_{p,wz}$, jego masę m_{wz} oraz masę próbki m , ciepło właściwe można obliczyć ze wzoru

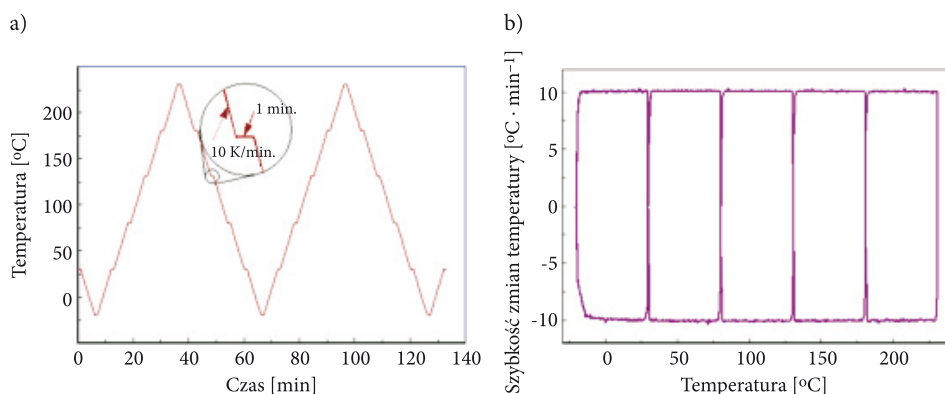
$$c_p(T) = c_{p,wz}(T) \frac{m_{wz} \dot{H}(T) - \dot{H}_{bz}(T)}{m \dot{H}_{wz}(T) - \dot{H}_{bz}(T)}. \quad (1)$$

Materiał stosowany na wzorec musi się charakteryzować stabilnością termiczną. Jego właściwości cieplne muszą być ściśle określone i znane. W danym przypadku użyto próbki szafrowej o masie 60,33 mg. Do opracowania sygnałów zastosowano standardowe oprogramowanie mikrokalorymetru z wprowadzonymi charakterystykami wzorca. We wcześniejszych badaniach ustalono, że są one tożsame z danymi publikacji [17].

Zalecenia literaturowe ograniczają możliwości mikrokalorymetrycznego pomiaru ciepła właściwego do procesów grzania (por. np. [4, 18]). W niniejszym przypadku zastosowano autorskie zmodyfikowane programy termiczne badań przedstawione na rysunku 3. Modyfikacja polegała na zastosowaniu sekwencyjnego liniowego grzania lub chłodzenia z izotermicznymi przerwami procesu. Dzięki temu możliwe było uzyskanie wiarygodnych wyników pomiarów zarówno z procesów grzania, jak i chłodzenia (por. [6, 9]). Zastosowanie procedur aproksymacyjnych przy opracowaniu bezpośrednich wyników obliczeń (por. [15, 12]) pozwala na zidentyfikowanie charakterystyki termicznej ciepła właściwego z dużą dokładnością. W pomiarach testowych, wykonanych dla próbek materiałów o znanych

właściwościach, uzyskano zgodność wyników badań na poziomie 0,7% (w zakresie temperatury od 20°C do 530°C różnice mniejsze od 0,5%, a w zakresie od -20°C do 600°C mniejsze niż 0,9% [9]). Możliwa do uzyskania, deklarowana przez producenta, dokładność pomiaru ciepła właściwego przy grzaniu wynosi 0,7% [4]. Oszacowania własne, uwzględniające z jednej strony odejście od typowych właściwości materiałowych badanych próbek, z drugiej zaś strony biorące pod uwagę potrzebę wykonywania badań w procesach chłodzenia, wskazują, że dokładność pomiaru ciepła właściwego przy zastosowaniu odpowiedniego reżimu badań nie powinna być gorsza niż 2%.

W celu określenia wpływu historii stanu cieplnego materiału nie ograniczono się do pomiaru pojedynczego, lecz cykl badań powtórzono (por. rys. 3a).



Rys. 3. Ilustracja programu termicznego badań mikrokalorymetrycznych z zastosowaniem izotermicznych przystanków: a — zmiany temperatury w czasie; b — szybkość zmian temperatury badanej próbki w funkcji temperatury

2.4. Pomiary dylatometryczne

Do badań rozszerzalności cieplnej liniowej wykorzystano zmodyfikowaną metodę interferencyjną. Dokładny opis metody i stanowiska dylatometrycznego podano w opracowaniu [5]. Zastosowana metoda jest metodą pomiaru bezpośredniego absolutnego. Schemat zastosowanego interferometru pomiarowego przedstawiono na rysunku 4. W wysokorozdzielczych termicznie pomiarach określa się charakterystyki termiczne (czyli zależności temperaturowe) rozszerzalności liniowej odniesionej do długości początkowej [5, 2]

$$\alpha^*(T) \equiv \frac{1}{l(T_0)} \left[\frac{\partial l(T)}{\partial T} \right]_p = \frac{1}{l_0} \left[\frac{\partial l(T)}{\partial T} \right]_p \quad (2)$$

oraz wydłużenia względnego badanej próbki definiowanego jako

$$\varepsilon(T) \equiv \frac{l(T) - l(T_0)}{l(T_0)} = \frac{\Delta l}{l_0}, \quad (3)$$

ale w eksperymencie wyznaczanego zgodnie z zależnością

$$\varepsilon(T) = \int_{T_0}^T \alpha^*(\xi) d\xi, \quad (4)$$

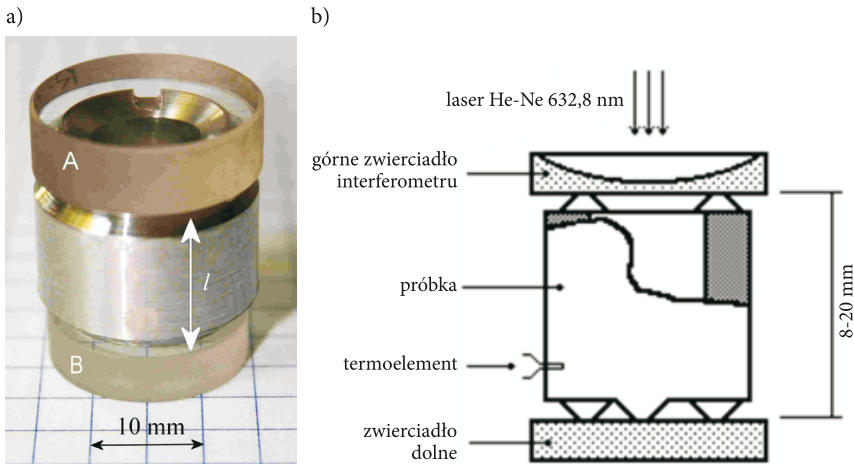
gdzie $l(T)$ jest długością badanej próbki w temperaturze T . Ponieważ próbka stanowi bazę interferometru pomiarowego, więc pomiar zmian długości sprowadza się do śledzenia zmian obrazu interferencyjnego [5]. Przy automatycznym zliczaniu prążków interferencyjnych rozszerzalność cieplna liniowa jest z reguły obliczana w przedziałach dT_i odpowiadających dyskretnej zmianie długości badanej próbki wg wzoru:

$$dl_m = (-1)^m \frac{\lambda_{\text{He-Ne}}}{4} = (-1)^m \frac{632,8}{4} [\text{nm}] = (-1)^m 158,2 [\text{nm}], \quad m = 0 \vee 1. \quad (5)$$

Umożliwia to obliczenie różnicowego przybliżenia rozszerzalności cieplnej liniowej

$$\alpha^*|_{T_i}^{T_i+dT_i} = \frac{1}{l(T_0)} \frac{l(T_i + dT_i) - l(T_i)}{dT_i} = \frac{1}{l(T_0)} \frac{dl_m}{dT_i}, \quad (6)$$

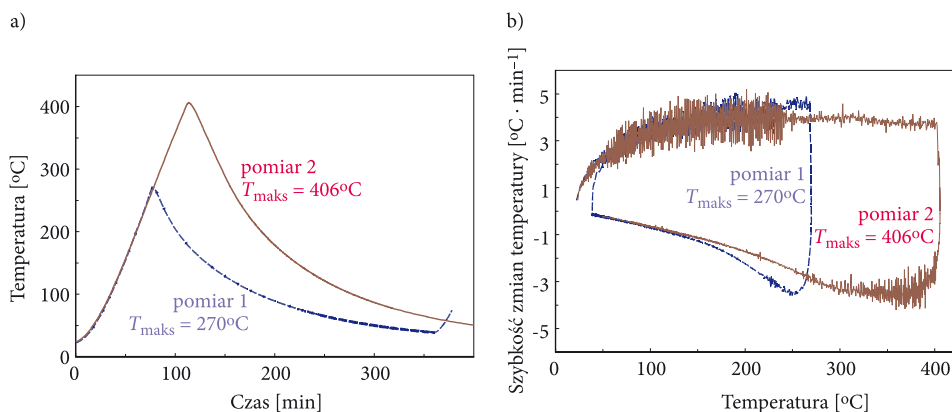
gdzie: i jest numerem prążka, natomiast $m = 0$, gdy próbka się wydłuża, $m = 1$ przy zmniejszaniu się długości próbki. Parametr m jest dobierany programowo podczas opracowywania danych.



Rys. 4. Widok interferometru pomiarowego w typowym zestawieniu z próbką cylindryczną (a) oraz jego schemat (b): A — zwierciadło górne; B — zwierciadło dolne; l — długość próbki/baza pomiarowa [5]

Przy standardowych badaniach rozszerzalności z wykorzystaniem omawianego stanowiska możliwe jest wyznaczenie wydłużenia względnego z błędem względnym nieprzekraczającym 1,5% oraz uzyskanie zgodności charakterystyk aproksymacyjnych liniowej rozszerzalności cieplnej z danymi literaturowymi badanych materiałów referencyjnych nie gorszej niż 2% [5]. W badaniach próbki z czystej miedzi zanotowano odstępstwa aproksymowanych danych rozszerzalności cieplnej liniowej mniejsze od 1% przy temperaturze nieprzekraczającej 530°C [6]. Należy dodać, że dokładność bezpośredniego określenia rozszerzalności liniowej zależy od takich czynników, jak np. właściwości termofizyczne materiału badanej próbki, wielkość przedziału uśredniania dT_p , długość próbki itd. Każdy przypadek wymaga indywidualnego potraktowania. Dla przykładu można podać, iż w testach z wykorzystaniem wzmiankowanej próbki z Cu, przy zachowaniu rozdzielczości poniżej 1 K, rozrzut punktów pojedynczych pomiarowych na ogół nie przekracza $\pm 2,5\%$.

Pomiar rozszerzalności cieplnej przeprowadzono dwukrotnie z rejestracją sygnałów zarówno podczas grzania jak i chłodzenia. Tak jak i w przypadku badań mikrokalorymetrycznych, starano się określić wpływ historii cieplnej materiału na otrzymywane wyniki. Zakres temperatury badań wynosił od 20°C do 270°C i od 20°C do 406°C. Zarejestrowane sygnały zmian temperatury przedstawiono na rysunku 5. Zróżnicowanie rozrzutu punktów na rysunku 5b jest efektem czysto numerycznym, związanym z zastosowaniem stałego kroku obliczenia szybkości zmian temperatury i zmiennej częstotliwości rejestracji sygnałów pomiarowych. Im większa jest częstotliwość rejestracji, tym mniejsze są przyrosty temperatury pomiędzy poszczególnymi pomiarami i tym bardziej uwypuklają się efekty cyfrowego przetwarzania danych. Poprawność działania regulatora temperatury można ocenić porównując wykresy z rysunków 5a i 5b. Jak już wcześniej wspomniano, do pomiaru temperatury zastosowano



Rys. 5. Ilustracja programów badań dylatometrycznych w postaci rzeczywistych zapisów zależności szybkości zmian temperatury próbki od jej temperatury: a — zmiany temperatury w czasie; b — szybkość zmian temperatury badanej próbki w funkcji temperatury (zapisy bezpośrednie)

termoelement typu K. Do termostatowania końców złączy odniesienia drutów termoelementu wykorzystano mieszaninę wody destylowanej i lodu. Pomiaru napięcia termoelektrycznego dokonywano za pomocą multimetru cyfrowego Keithley 2001 z maksymalną rozdzielczością $7\frac{1}{2}$ cyfry na zakresie ± 200 mV. Więcej szczegółowych informacji dotyczących dylatometru interferencyjnego i pomiarów rozszerzalności cieplnej podano w opracowaniach [10] i [5].

3. Wyniki badań doświadczalnych

Pomiar gęstości badanego materiału przeprowadzono dla wyjściowego pręta przed wykonaniem próbek pomiarowych. Rezultaty, w postaci uśrednionych wyników dwóch kolejnych doświadczeń, przedstawiono w tabeli 2. Wartość gęstości obliczona na podstawie danych wymiarowych próbki (por. tab. 1) wynosi $2798,5 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$. Zgodność obu wartości, przy uwzględnieniu dokładności pomiarów oraz możliwych nieregularności założonego kształtu, można uznać za zadowalającą.

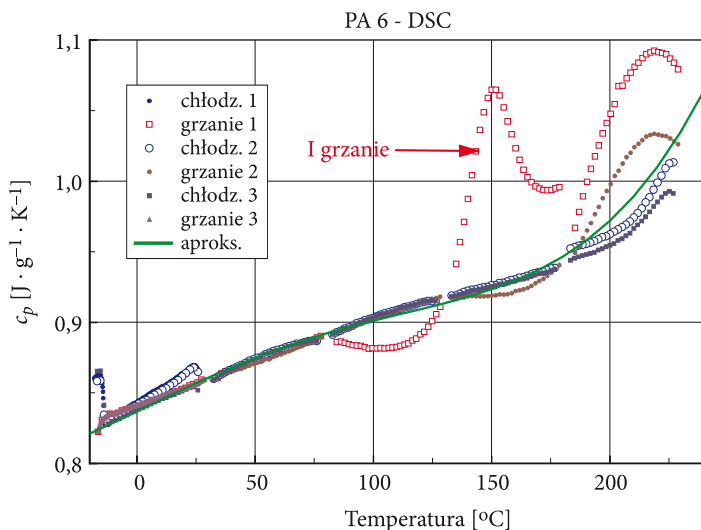
TABELA 2

Wyniki pomiarów wagowych gęstości

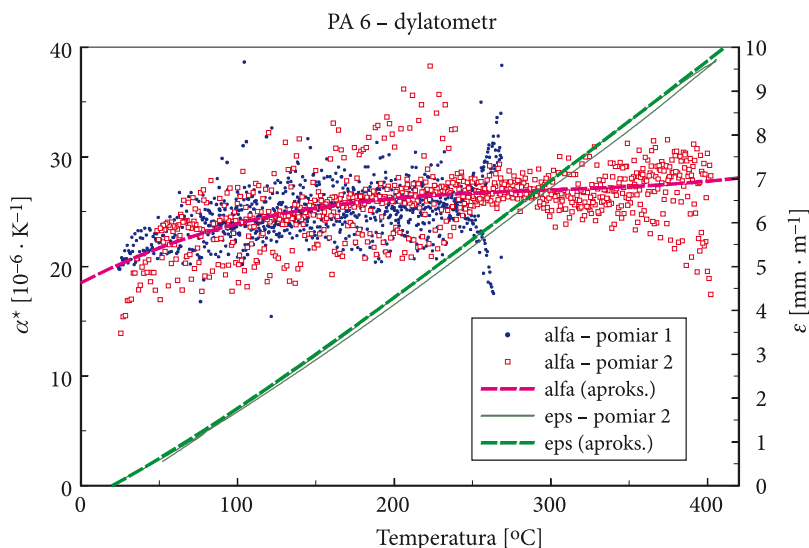
Próbka	Liczba pomiarów	Masa m [g]	Objętość V [$10^{-6} \cdot \text{m}^3$]	Gęstość ρ (20°C) [$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$]
PA-6 — pręt wyjściowy	2	21,74485	7,741	2810

Pomiary ciepła właściwego przeprowadzono zgodnie z opisaną wcześniej metodą według programu zmian temperatury jak na rysunku 3. Do prezentacji i dalszej analizy z bezpośrednich wyników opracowania sygnałów mikrokalorymetrycznych usunięto fragmenty danych „rozbiegowych” odpowiadające początkowym fazom każdego pojedynczego procesu grzania lub chłodzenia (por. [6, 9]). Te rezultaty odpowiadają niestabilizowanym, pozamodelowym warunkom wymiany ciepła. Uzyskane wyniki badań przedstawiono na rysunku 6. Dodać należy, że w celu zwiększenia czytelności na ilustracji zamieszczono tylko około co piąty punkt pomiarowy. Rzeczywista rozdzielczość temperaturowa pomiaru wynosiła 6 pkt./1°C.

Badania rozszerzalności liniowej wykonano w podstawowym i rozszerzonym zakresie temperatury (por. tab. 10). Uzyskane wyniki przedstawiono na rysunku 7. Prezentację ograniczono do co drugiego wyniku pomiaru rozszerzalności w pomiarze 2, wyłączając również z zamieszczania wyniki obliczeń wydłużenia względnego w pomiarze 1. Tak jak i poprzednio bezpośrednią przyczyną tego zabiegu była potrzeba zwiększenia czytelności rysunku. Rozdzielczość termiczna pomiaru zmieniała się od ok. 1,8 pkt./ 1°C dla temperatury pokojowej do ok. 2,5 pkt./ 1°C dla temperatury przewyższającej 200°C.



Rys. 6. Wyniki mikrokalorymetrycznego pomiaru ciepła właściwego badanego materiału (punkty) wraz z zaznaczeniem przebiegu reprezentatywnej charakterystyki aproksymacyjnej (linia)



Rys. 7. Wyniki badań dylatometrycznych w postaci zależności rozszerzalności liniowej od temperatury (lewa oś rzędnych) i zależności wydłużenia względnego w pomiarze 2 od temperatury (prawa oś rzędnych). Na rysunku zaznaczono również przebieg charakterystyk aproksymacyjnych badanych parametrów (linie przerywane)

4. Opracowanie i analiza uzyskanych wyników

Analizując rezultaty pomiaru ciepła właściwego, należy skomentować wyraźne odstępstwa wyników pierwszego grzania w obszarze wyższej temperatury od pozostałych. Efekt ten można przypisać bądź to przemianom zachodzącym w materiale próbki, bądź skutkom procesów zachodzących na powierzchni próbki przy pierwszym grzaniu. Ewentualne przemiany objętościowe powinny się jednak uwidocznić również na wynikach badań dylatometrycznych (por. [8]). Ku takiemu wnioskowi skłania przesłedzenie bezpośrednich związków pomiędzy ciepłem właściwym i rozszerzalnością cieplną (por. [5, 1]). Wobec braku wyraźnych efektów przemian fazowych na wynikach badań dylatometrycznych (rys. 5 i 7) za bardziej prawdopodobną uznano drugą z hipotez. Do opracowania reprezentatywnej charakterystyki aproksymacyjnej ciepła właściwego wykorzystano zatem wyniki grzania nr 2 od -20°C do 230°C i chłodzenia nr 3 od 230°C do -20°C . Dane aproksymowano wielomianem

$$f(t / ^{\circ}\text{C}) = \sum_{i=0}^n a_i t^i. \quad (7)$$

Podobną procedurę aproksymacji zastosowano również do wyników badań rozszerzalności liniowej. Aproksymacji poddano wszystkie uzyskane wyniki obu pomiarów. Współczynniki wyznaczonych metodą aproksymacji średniokwadratowej wielomianów wraz z informacją o stopniu zastosowanej funkcji przedstawiono w tabeli 3. Przebieg charakterystyk aproksymacyjnych zamieszczono na rysunkach 6 oraz 7, a stabelaryzowane wartości ciepła właściwego, rozszerzalności liniowej i wydłużenia względnego zamieszczono w tabeli 4. Dodać należy, że charakterystykę wydłużenia względnego otrzymano drogą całkowania funkcji $\alpha^*(t)$ z doбором stałej całkowania tak, by uzyskać wartość $\epsilon(20^{\circ}\text{C}) = 0$.

TABELA 3
Współczynniki wielomianów aproksymacyjnych $c_p(t)$ i $\alpha^*(t)$

i	$c_p(t) [\text{J} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}]$ $n = 4$	$\alpha^*(t) [10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}]$ $n = 3$
0	$8,3686 \cdot 10^{-1}$	$1,851779 \cdot 10^1$
1	$8,1000 \cdot 10^{-4}$	$7,422000 \cdot 10^{-2}$
2	$3,8802 \cdot 10^{-7}$	$-2,300000 \cdot 10^{-4}$
3	$-3,5907 \cdot 10^{-8}$	$2,558100 \cdot 10^{-7}$
4	$1,5300 \cdot 10^{-10}$	

TABELA 4

Wyznaczone na podstawie przeprowadzonych badań doświadczalnych charakterystyki aproksymacyjne właściwości badanego materiału (kursywą oznaczono wartości ekstrapolowane)

t [°C]	C_p [J · g ⁻¹ · K ⁻¹]	α^* [10 ⁻⁶ · K ⁻¹]	ε [mm · m ⁻¹]	t [°C]	α^* [10 ⁻⁶ · K ⁻¹]	ε [mm · m ⁻¹]
-20	0,821	16,9	-0,740	260	26,8	5,883
-10	0,829	17,8	-0,566	270	26,8	6,151
0	0,837	18,5	-0,385	280	26,9	6,420
10	0,845	19,2	-0,196	290	26,9	6,689
20	0,853	19,9	0,000	300	27,0	6,959
30	0,861	20,5	0,202	310	27,0	7,229
40	0,868	21,1	0,411	320	27,1	7,500
50	0,875	21,7	0,625	330	27,2	7,771
60	0,881	22,2	0,844	340	27,2	8,043
70	0,887	22,7	1,069	350	27,3	8,315
80	0,892	23,1	1,298	360	27,4	8,589
90	0,897	23,5	1,531	370	27,5	8,863
100	0,901	23,9	1,768	380	27,6	9,138
110	0,905	24,2	2,009	390	27,7	9,414
120	0,909	24,6	2,253	400	27,8	9,691
130	0,914	24,8	2,500	410	27,9	9,969
140	0,918	25,1	2,749	420	28,1	10,249
150	0,923	25,3	3,002	430	28,2	10,531
160	0,930	25,6	3,256	440	28,4	10,814
170	0,937	25,7	3,513	450	28,7	11,099
180	0,946	25,9	3,771			
190	0,958	26,1	4,031			
200	0,972	26,2	4,292			
210	0,989	26,3	4,555			
220	1,010	26,4	4,819			
230	1,035	26,5	5,084			
240	1,065	26,6	5,350			
250	1,100	26,7	5,6161			

Wyznaczone w pomiarach wartości gęstości, ciepła właściwego i rozszerzalności cieplnej liniowej (tab. 2 i 4) mieszczą się w zakresie typowych wartości dla stopów duraluminiowych (por. np. [14, 19]), co potwierdza dane dotyczące identyfikacji

badanego materiału jako stop PA6 (według PN). Porównanie wartości zmierzonych parametrów przy temperaturze pokojowej z danymi dotyczącymi właściwości stopu PA6 dostępnymi w źródłach internetowych wskazuje na uzyskanie w badaniach nieco niższych wartości ciepła właściwego i rozszerzalności cieplnej (od ok. -2% do -10% wartości względnych). Należy jednak podkreślić, że źródła ogólne nie precyzują charakteru prezentowanych danych, a w szczególności nie informują, czy przedstawiany parametr odpowiada wartości chwilowej, czy uśrednionej. Porównania należy dokonywać w kontekście szybko wzrastających reprezentatywnych wartości ciepła właściwego i rozszerzalności liniowej (por. tab. 3 i 4). Uzyskane różnice uzasadniają natomiast potrzebę wykonywania badań indywidualnych, weryfikujących standardowe dane producenta lub dostawcy materiału. Dotyczy to w szczególności przypadków, gdy planuje się wykorzystanie poszukiwanych danych nie tylko do celów dokumentacyjnych, lecz także do wykorzystania w precyzyjnych analizach zjawisk wymiany ciepła.

Użycie opracowanych danych w modelowaniu numerycznym wymaga określenia jeszcze jednego parametru, a mianowicie przewodności cieplnej lub zamiennie dyfuzyjności cieplnej. W przypadku metali przewodność cieplną wyznacza się na ogół drogą pośrednią (por. [3]), poprzez pomiar dyfuzyjności cieplnej i obliczenie wartości przewodności cieplnej z zależności [19]

$$\lambda = \rho a c_p. \quad (8)$$

Wstępne wyniki wykonywanych obecnie pomiarów [16] pozwalają sądzić, że przewodność cieplna badanego materiału wynosi od 120 do 127 W · m⁻¹ · K⁻¹. Zakres wartości można uznać za zgodny z typem badanego materiału. Dane te wymagają jednak potwierdzenia i uzupełnienia o informację dotyczącą zależności badanej dyfuzyjności cieplnej od temperatury.

5. Podsumowanie

Podczas wykonywanych doświadczeń określono zależności ciepła właściwego i rozszerzalności cieplnej liniowej badanego materiału od temperatury. Pomiar ciepła właściwego wykonano za pomocą mikrokalorymetru skaningowego, a badania rozszerzalności liniowej za pomocą stanowiska dylatometru interferencyjnego. Otrzymane wyniki potwierdziły wstępną deklarację rodzaju materiału jako stopu duraluminiowego PA6. W badaniach nie stwierdzono jednoznacznych oznak objętościowych przemian fazowych zachodzących w pomiarowym zakresie temperatury badań.

Dzięki wysokiej rozdzielczości obu pomiarów możliwe było określenie reprezentatywnych charakterystyk mierzonych parametrów. Charakterystyki określono metodą aproksymacji średniokwadratowej z wykorzystaniem funkcji wielomianowej.

Metodą całkowania zależności $\alpha^*(t)$ wyznaczono również reprezentatywną zależność wydłużenia względnego badanego materiału od temperatury [11].

Uzyskane wyniki będą wykorzystane do modelowania numerycznego wymiany ciepła wykonanej z badanego materiału urządzenia, tzn. matrycy rastrowej (por. [13]). Matryca ma za zadanie imitować rastrową emisyjną strukturę powierzchni do badań kamer termowizyjnych. Przeprowadzenie analiz numerycznych wymaga jeszcze uzupełnienia obecnie prezentowanych wyników badań o wyniki pomiaru dyfuzyjności cieplnej i jej zależności od temperatury. Stosowny program badawczy jest w toku.

Praca naukowa finansowana ze środków na naukę w latach 2008-2010 jako projekt badawczy O N515 076536 oraz GW-PT 902/WAT/2010.

Artykuł wpłynął do redakcji 19.07.2010 r. Zweryfikowaną wersję po recenzji otrzymano w czerwcu 2011 r.

LITERATURA

- [1] G. GRIMVALL, *Thermophysical Properties of Materials*, Elsevier Sc. Publ. B.V., Amsterdam, 1986.
- [2] C. Y. HO, R. E. TAYLOR, *Thermal Expansion of Solids*, ASM International, Materials Park, 1998.
- [3] K. D. MAGLIĆ, A. CEZAIRLIYAN, V. E. PELETSKY, eds., *Compendium of Thermophysical Property Measurement Methods*, Plenum Press, New York, 1984.
- [4] J. L. MCNAUGHTON, C. T. MORTIMER, *Differential Scanning Calorimetry*, Perkin-Elmer — reprinted from IRS; Physical Chemistry Series, 2, 10, published by Butterworths, London, 1975.
- [5] A. J. PANAS, *Wysokorozdzielcze termicznie badania rozszerzalności liniowej — dylatometryczna analiza termiczna*, WAT, Warszawa, 1998.
- [6] A. J. PANAS, *Analiza błędów dynamicznych w badaniach charakterystyk termicznych właściwości termofizycznych lotniczych materiałów konstrukcyjnych — badania doświadczalne materiałów wzorcowych z przemianą fazową*, Sprawozdanie z PBW 725/WAT/2000, WAT, Warszawa, 2001.
- [7] A. J. PANAS, *Archives of Thermodynamics*, 24, 4, 2003, 47-65.
- [8] A. J. PANAS, S. CUDZIŁO, *Complementary DSC and Dilatometric Investigation of Me-PTFE Pyrotechnic Compositions*, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 77, 2004, 329-340.
- [9] A. J. PANAS, *Thermal Conductivity 26 / Thermal Expansion 14*, Dinwiddie R. B., Mannello R. eds., DEStech Publications, Inc., Lancaster PA, 2005, 530-539.
- [10] A. J. PANAS, J. TERPIŁOWSKI, T. MAJEWSKI, *Biul. WAT*, 57, 3, 2008, 361-380.
- [11] A. J. PANAS, *B-spline Processing of 90W-7Ni-3Fe WHA Dilatometric Data*, *Thermophysics 2008 Proceedings*, Kočovce, October 16th-17th, Vydavateľstvo STU, Bratislava, 2008, 119-130.
- [12] A. J. PANAS, D. PANAS, *High Temperatures — High Pressures*, 38, 2009, 63-78.
- [13] H. POLAKOWSKI, T. PIĄTKOWSKI, T. ZARANSKI, A. PANAS, *Structural tests for IR measurements*, AITA Conference Proceedings, Florence, 2009.
- [14] K. RAŹNJEVIĆ, *Tablice cieplne z wykresami*, WNT, Warszawa, 1966.
- [15] J. TERPIŁOWSKI, A. J. PANAS, T. MAJEWSKI, *Biul. WAT*, 58, 2, 2009, 363-375.
- [16] J. Terpiłowski, *Wstępny wynik pomiaru dyfuzyjności cieplnej stopu PA6 zmodyfikowaną metodą impulsowego wymuszenia laserowego*, informacja własna, WAT, Warszawa, październik 2009.

- [17] G. K. WHITE, M. L. MINGES, *Int. J. Thermophysics*, 18, 5, 1997, 1269-1327.
[18] W. WM. WENDLANDT, *Thermal Analysis*, John Wiley & Sons, New York, 1986.
[19] S. WIŚNIEWSKI, *Wymiana ciepła*, PWN, Warszawa, 1980.

A. J. PANAS, J. J. PANAS, H. POLAKOWSKI, T. PIĄTKOWSKI

Investigation of thermal expansivity and heat capacity temperature dependence of PA-6 aluminium alloy

Abstract. Results of experimental investigation of a temperature dependence of two basic thermophysical properties, i.e., thermal expansivity (coefficient of thermal linear expansion) and heat capacity of PA-6 aluminium alloy have been presented. The heat capacity was measured using a Perkin-Elmer Pyris 1 DSC apparatus within the range from -20°C to 230°C . A relative three-curve method of microcalorimetric data processing has been applied. The CLTE was determined using the laser interferometry dilatometer in the course of absolute measurements. These investigations were performed within the range from 20°C to 400°C . On the basis of the high temperature resolution experimental data, the representative least square approximates for heat capacity and CLTE were calculated. The results of CLTE measurements were also recalculated to the linear expansion (LE) values. The experimental investigations were complemented with buoyancy measurements of the tested material density.

Keywords: thermophysical properties, thermal expansivity, heat capacity, laser interferometry, DSC technique, PA-6 aluminium alloy

