

А. В. Пальцев, Д. В. Косенков, К. Б. Панфилович

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ УСТАНОВКА ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ ИК-СПЕКТРОВ ПОГЛОЩЕНИЯ В ОКОЛОКРИТИЧЕСКОЙ ОБЛАСТИ

Ключевые слова: ИК-спектры, коэффициенты поглощения.

Дана схема экспериментальной установки для измерения спектров пропускания при давлении до 10 МПа и температур 293-500 К.

Keywords: IR-spectra, absorption coefficients.

The scheme of experimental installation for measurement transmittance spectrum at pressures 0.1- 10 MPa within the range of temperatures 293-500 K.

В современных технологиях (сушка, фракционирование, выделение, очистка и т.д.) существенна роль теплообменных процессов, особенно, где теплоноситель (органические вещества) находится в около- или сверхкритическом состоянии т.е. когда аппараты работают в условиях повышенной температуры и давления [1].

Многие теплоносители - полупрозрачные в инфракрасной области вещества. Теплообмен между такими веществами, при отсутствии конвекции, осуществляется одновременно радиационным и кондуктивным путями. Соотношение между кондуктивными и радиационными потоками теплоты, зависит от оптических постоянных (коэффициента поглощения и показателя преломления) жидкости и радиационных характеристик (степень черноты, поглощательная способность) и индикатрисы рассеяния ограничивающих поверхностей.

Разработана экспериментальная установка для измерения оптической постоянной - коэффициента поглощения, в жидких и газообразных средах в инфракрасной области при различных термодинамических параметрах состояния. Основными элементами экспериментальной установки (рис. 1) являются:

- Фурье-спектрофотометр Bruker Vertex 70;
- измерительная кювета;
- системы создания и поддержания избыточного давления;
- система вакуумирования;
- система контроля заполнения рабочей кюветы исследуемым веществом;
- система измерения температуры;
- система термостатирования.

Экспериментальная установка позволяет измерять спектральные пропускания жидкостей и газов при давлениях 0,1÷10 МПа, температуре до 500 К, спектральный диапазон 4000...400 см⁻¹.

Разработанная установка входит в программу приоритетного направления развития вуза «Комплексное освоение ресурсов углеводородного сырья».

Учитывая все недостатки измерительных ячеек предыдущих авторов [2, 3], была специально спроектирована кювета, оснащенная современной системой автоматизации.

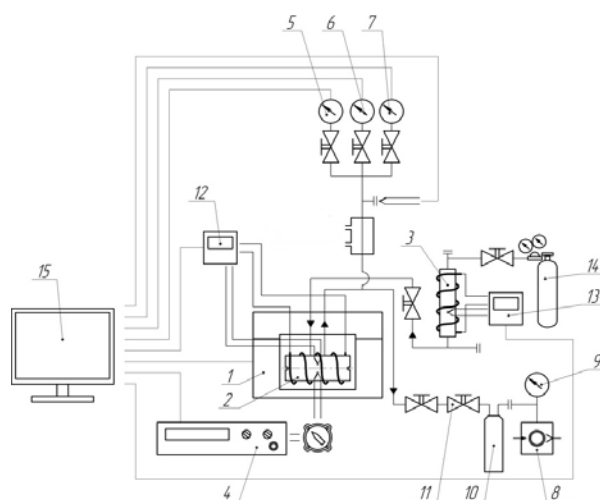


Рис. 1 - Схема экспериментальной установки: 1 - спектрофотометр; 2 - рабочая кювета; 3 - термокомпрессор; 4 - вольтметр цифровой; 5, 6, 7 - эталонный модуль давления; 8 - насос вакуумный; 9 - вакуумметр; 10 - баллон; 11 - вентиль; 12, 13 - тиристорные регуляторы мощности; 14 - баллон с исследуемым веществом; 15 - ЭВМ

Корпус кюветы (рис.2) выполнен из нержавеющей стали 12Х18Н10Т. Оптические окна изготовлены из синтетического монокристалла KRS-5, пропускающего излучение от 0,56 до 52 мкм [4]. Уплотнение оптических окон происходит за счет прокладки, изготовленной из резины, способной работать при температурах до 500 К. Усилие, необходимое для уплотнения и удержания оптических окон, создается гайками через нажимные втулки. Толщина слоя исследуемого вещества задается разрезными кольцами, которые устанавливаются между оптическими окнами. В корпусе сделаны несколько отверстий. К отверстию снизу приварена трубка, соединяющая кювету с системой создания избыточного давления. К отверстию сверху приварена трубка позволяющая контролировать заполнение рабочей кюветы, измерять давление исследуемого вещества и вводить термоду. В отверстиях с торца вставляется платиновый термометр сопротивления. В остальные отверстия вставляются электрические нагреватели. На гайки наматывается электрический

нагреватель. Рабочая кювета вставляется в универсальный держатель спектрофотометра.

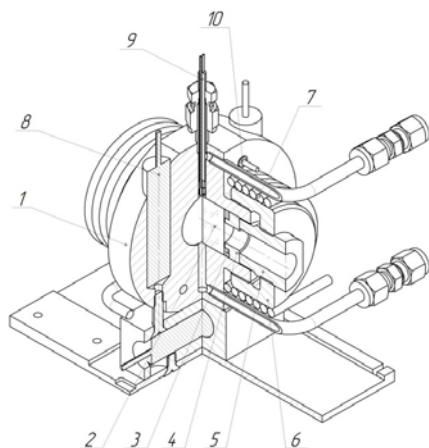
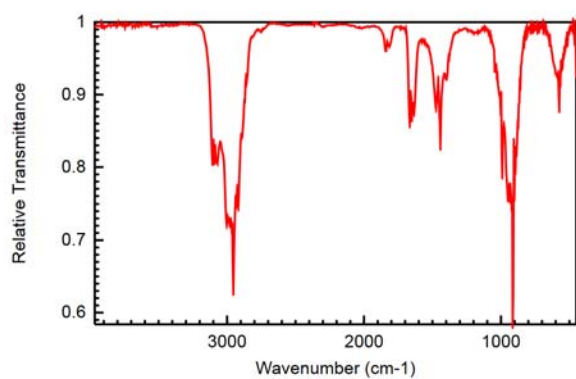
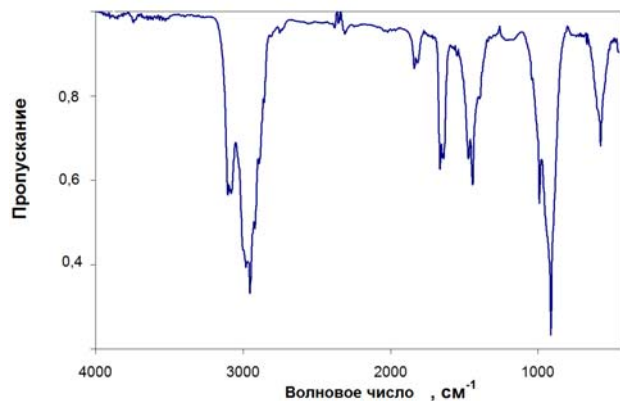


Рис. 2 - Схема измерительной кюветы: 1 - корпус; 2 - кристалл; 3 - кольцо резиновое; 4, 5 - втулка; 6 - гайка; 7, 8 - ТЭН; 9, 10 - датчик температуры



а



б

Рис. 3 - Инфракрасные спектры пропилена: а - по данным <http://webbook.nist.gov> при комнатной температуре и давлении 0,02 МПа с добавлением N₂ до 0,08 МПа, толщина слоя 30 мм; б - наш эксперимент, при температуре 343 К и давлении 1,013 МПа, толщина слоя 0,36 мм

Для оценки равномерности температурного поля были измерены температуры окон, внутренней поверхности корпуса ячейки и межоконного пространства. Применение корпуса, прогреваемого по

всей длине и автоматической системы поддержания температуры позволило снизить перепад температур по радиусу окон и по длине ячейки до 0,1 К при 100⁰С.

Первые полученные ИК-спектр пропилен был сравнены со справочным спектром (рис.3). Расхождений по расположению полос поглощения не наблюдается.

По полученному спектру пропускания рассчитаны спектральные коэффициенты поглощения используя методику [5] (рис. 4).

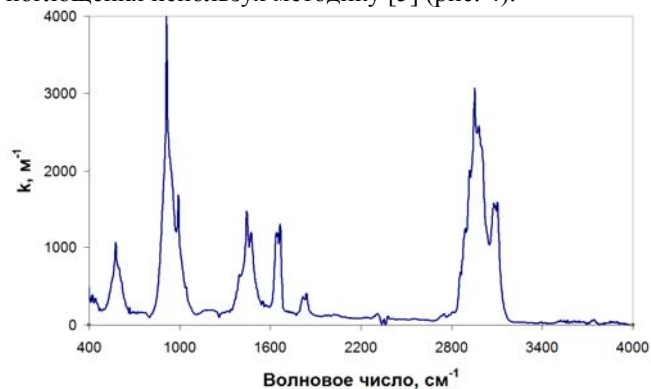


Рис. 4 - Спектральный коэффициент поглощения газообразного пропилен при температуре 343 К и давлении 1,013 МПа, толщина слоя 0,36 мм

Располагая данными по радиационным характеристикам любого органического вещества и коэффициентами преломления возможно рассчитать радиационную составляющую коэффициента теплопроводности [6], вклад которой достигает порядка 10 - 20 %.

Литература

1. Анисимов М.А., Рабинович В.А., Сычев В.В. Термодинамика критического состояния индивидуальных веществ. - М.: Энергоатомиздат, 1990.- 190 с
2. Панфилович В.К., Аляев В.А. Оптические постоянные н-октана, н-нонана и н-декана / Вестник Казан. гос. технол. ун-та. Казань. 2005, №2, ч.II С. 84-85
3. Бударин А.П. Оптические характеристики и радиационно-кондуктивный перенос тепла в плоском слое жидких н-бутана и н-гексана при давлениях до 10 МПа / В.А. Аляев, А.П. Бударин, П.И. Бударин, К.Б. Панфилович // Вестник Казан. гос. технол. ун-та. Казань. 2003; №2. С. 172-184
4. Лебедева В.В. Экспериментальная оптика. – 4-е изд. – М.: Физический факультет МГУ им. М.В. Ломоносова, 2005. -282 с.
5. Косенков Д.В. Установка для измерения ИК-спектров пропускания газообразных веществ при повышенных давлениях и температурах / Д.В. Косенков, П.А. Бударин, К.Б. Панфилович // Вестник Казан. гос. технол. ун-та. Казань. 2011; № 22. С.36-40.
6. Аляев В.А., Панфилович К.Б. Радиационно-кондуктивный теплообмен в полупрозрачных органических жидкостях. – Казань: Изд-во Казан. ун-та, 2003. – 195 с.