

УДК 536.242

DOI: 10.15372/PMTF202315391

## ОТКЛИК СИСТЕМЫ МИКРОНАГРЕВАТЕЛЬ — РАСТВОР С НИЖНЕЙ КРИТИЧЕСКОЙ ТЕМПЕРАТУРОЙ РАСТВОРЕНИЯ ПРИ МОЩНОМ ЛОКАЛЬНОМ ТЕПЛОВОМ ВОЗДЕЙСТВИИ. МЕТОДОЛОГИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА

А. А. Игольников, С. Б. Рютин, П. В. Скрипов

Институт теплофизики УрО РАН, Екатеринбург, Россия

E-mails: alexander.igolnikov@bk.ru, ryutin.sergey@gmail.com, pavel-skripov@bk.ru

Представлена методология экспериментального исследования мощного тепловыделения в микроразмерном зонде, погруженном в двухкомпонентный раствор, имеющий нижнюю критическую температуру растворения. Для раствора вода — ППГ-425 приведены экспериментальные данные о перегреве относительно спинодали жидкость — жидкость и тепловом воздействии на устойчивость системы. Для раствора с околоскритической массовой долей ППГ-425 30 % установлено, что, несмотря на большую плотность теплового потока через поверхность нагревателя ( $9,2 \div 13,7$  МВт/м<sup>2</sup>), его температура стабилизируется при некотором значении, превышающем температуру равновесия системы жидкость — жидкость приблизительно на 150 К. Показано, что процесс теплообмена устойчив к изменению параметров нагрева: характер переноса теплоты раствором не изменился. Установлено, что коэффициент теплоотдачи в несколько раз больше соответствующего значения, полученного для воды.

**Ключевые слова:** импульсный нагрев, проволочный зонд, двухкомпонентный раствор, нижняя критическая температура растворения, диффузионная спинодаль, интенсификация теплообмена, неустойчивые состояния

**Введение.** Мощное тепловое воздействие на систему и регистрация ее отклика позволяют исследовать свойства различных веществ и материалов в экстремальных состояниях, а также быстропротекающие в них процессы [1–9]. Важным направлением исследований является изучение преобразования энергии фазового превращения жидкость — пар в движение жидких сред [10–12]. В условиях мощного локального воздействия превращение осуществляется в режиме взрывного вскипания (см. работы [13–18] и библиографию к ним). В данной работе исследуются особенности фазового превращения жидкость — жидкость, происходящего с вовлечением в процесс неустойчивых состояний [19], и его применимость при отведении тепловых потоков высокой плотности в микросистеме.

Увеличение эффективности работы микроэлектронных устройств и одновременное уменьшение их размеров приводят к увеличению генерируемого ими теплового потока на единицу площади  $q$ . Согласно данным [20] к 2025 г. значение  $q$  достигнет 2,5 МВт/м<sup>2</sup>. Поэтому актуальны исследования теплообмена в условиях мощного локального тепловыделения ( $q = 1 \div 10$  МВт/м<sup>2</sup>).

---

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (междисциплинарный проект № 23-69-10006) <https://rscf.ru/project/23-69-10006/>.

© Игольников А. А., Рютин С. Б., Скрипов П. В., 2024

Развитие методов интенсификации теплообмена привело к появлению разнообразных конструкций соответствующих устройств. Для отвода теплоты от мини- и микроустройств более предпочтительно использовать пассивные методы, так как их применение не требует установки дополнительного оборудования (насосов, форсунок и т. д.). Особое внимание уделяется модификациям теплоотдающей поверхности [21, 22]. Это позволяет значительно (в 10–12 раз) интенсифицировать процесс теплообмена при кипении жидкости в большом объеме и в стекающих пленках жидкости.

Наряду с модификацией свойств поверхности важно найти теплоносители с улучшенными характеристиками, замена которых не требует изменения конструкции теплообменного оборудования. Традиционные теплоносители — однокомпонентные жидкости — применяются для обеспечения теплоотвода от термонапряженных элементов микросхем и иных устройств. Перспективным является применение течения тонких пленок жидкости, сопровождаемого при определенных условиях фазовыми превращениями [23, 24], например передача тепла спреям [25] и эмульсиям [15], в том числе в условиях мощного локального тепловыделения [26], сопровождающегося их фрагментацией и микровзрывом [27]. Эффективным способом интенсификации теплообмена является использование кипящих потоков. Двухфазные среды обеспечивают значительное увеличение коэффициента теплоотдачи. Недостатками таких сред являются сложность управления ими, вероятность возникновения кризиса кипения, высокие требования к чистоте теплоносителя и свойствам поверхности теплообмена. Подобные недостатки характерны для жидкостей в сверхкритическом состоянии. Несмотря на отсутствие кризиса кипения, при их использовании следует учитывать возможность ухудшения теплоотдачи [28] при определенном значении плотности теплового потока [29, 30].

В указанных выше работах не рассматривались такие типы теплоносителей, как частично смешиваемые двухкомпонентные растворы с нижней критической температурой растворения (НКТР). Данные растворы эффективны при отведении тепловых потоков мощностью до 5 МВт/м<sup>2</sup> в условиях вынужденной конвекции [31, 32]. Необходимо установить механизм релаксации растворов, перегретых относительно диффузионной спинодали (спинодали жидкость — жидкость [33]), используя данные о теплоотдаче в процессе распада неустойчивого раствора и известные данные о физико-химических свойствах раствора в устойчивом состоянии [34].

Целью настоящей работы является исследование процесса релаксации системы микронагреватель — раствор с НКТР при мощном локальном тепловом воздействии, в частности для подбора надежного теплоносителя. Для минимизации влияния возмущающих факторов используются малые размеры и время нагрева в неподвижной системе, когда теплообмен осуществляется преимущественно за счет теплопроводности вплоть до момента начала разделения смеси. Данная задача связана с задачей микровзрывной фрагментации композитных капель воды-в-топливе, служащей прототипом новой топливной технологии [17, 18].

В данной работе обосновывается выбор методологии эксперимента, обеспечивающей получение требуемых данных, и ее тестирование в опытах с одним раствором, имеющим подходящую НКТР. Выбор основан на адаптации для данной задачи метода управляемого импульсного нагрева проволоочного зонда — термометра сопротивления, ранее использовавшегося в экспериментах по перегреву сложных систем [8, 10, 29, 30, 35]. Предлагаемая методология позволяет осуществлять управление мощностью тепловыделения в зонде на фоне изменения свойств вещества, а также отслеживать режим теплообмена зонда с веществом и анализировать релаксационные процессы, сопровождающие нагрев.

**1. Частично смешиваемые двухкомпонентные растворы.** На фазовой диаграмме в координатах температура — концентрация растворы с ограниченной областью сов-

местимости компонентов могут быть разделены на группы. Эти растворы могут иметь верхнюю критическую температуру растворения (ВКТР) — экстремум выпуклой (по отношению к оси концентраций) кривой сосуществования фаз  $T_{L1}(\omega)$  ( $\omega$  — массовая доля одного из компонентов в растворе, %) НКТР — экстремум вогнутой кривой  $T_{LL}(\omega)$ ; замкнутую область несовместимости компонентов, включающую как ВКТР, так и НКТР. Растворы с ВКТР характеризуются положительными значениями энтальпии  $h^E$  и энтропии  $s^E$  смешения, а растворы с НКТР — отрицательными значениями этих величин [34].

В рамках поставленной задачи представляют интерес системы с НКТР. При превышении температуры, соответствующей кривой  $T_{LL}(\omega)$ , изначально однородная система переходит из кратковременного не вполне устойчивого (метастабильного) или неустойчивого однофазного состояния в устойчивое состояние с двумя разделенными жидкими фазами. В данной работе под не вполне устойчивыми будем понимать состояния перегрева относительно линии равновесия жидкость — жидкость. Неустойчивые состояния соответствуют условиям перегрева раствора по отношению к диффузионной спинодали. Разделение смеси происходит за счет образования и роста зародышей новых фаз или спинодального распада. В первом случае релаксация происходит за счет флуктуаций концентрации, размер которых превышает критический. При этом могут образовываться и расти зародыши как низкоконцентрированной, так и высококонцентрированной фазы. Механизм спинодального распада инициируется за счет флуктуаций любых размеров, поскольку процесс имеет безактивационный характер. В данном случае увеличивается не линейный размер флуктуаций, а их амплитуда, т. е. величина отклонения концентрации от исходного значения [34, 36].

В настоящей работе исследуется двухкомпонентный раствор вода — полипропиленгликоль (ППГ-425). Водные системы, содержащие полипропиленгликоль, широко используются на практике. Компоненты раствора не токсичны, легкодоступны и хорошо смешиваются при нормальных условиях. Фазовая диаграмма раствора представлена на рис. 1. Оценка положения бинодали раствора выполнена методом точек помутнения. На основе полученных данных о бинодали выполнена оценка положения диффузионной спинодали с помощью теории Флори — Хаггинса [36]. Критической точке соответствуют следующие параметры: массовая доля ППГ-425 в растворе  $\omega_{кр} = 27\%$ ,  $T_{кр} = 323,2\text{ К}$ . Эксперимен-

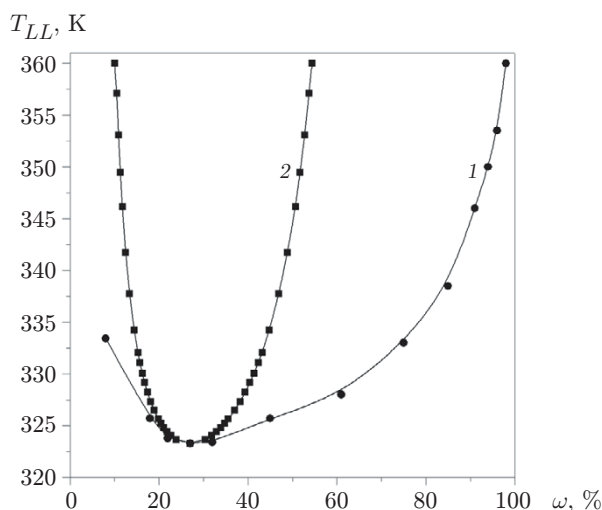


Рис. 1. Диаграмма жидкость — жидкость для раствора вода — ППГ-425:

1 — линия сосуществования фаз (бинодаль), 2 — диффузионная спинодаль, рассчитанная по теории Флори — Хаггинса

тальное исследование теплоотдачи в раствор выполнено в широком диапазоне значений избыточного давления вплоть до 40 МПа. Заметим, что фазовая диаграмма системы вода — ППГ-425 получена при атмосферном давлении. Такое сопоставление целесообразно, поскольку в работе [37] показано, что изменение давления на несколько десятков мегапаскалей не оказывает существенного влияния на положение линии сосуществования фаз и диффузионной спинодали в координатах температура — концентрация.

**2. Частичное равновесие в не вполне устойчивом и неустойчивом состояниях.** Как правило, исследования теплообмена выполняются в условиях термодинамического равновесия в системе. При описании результатов нестационарных опытов, когда в момент регистрации первичных данных система не успевает прийти в состояние полного равновесия, возникает вопрос о корректности применения понятий равновесной термодинамики к не вполне равновесным системам.

Согласно [38] в неравновесной системе можно выделить квазиравновесные подсистемы, к которым применимы законы равновесной термодинамики. Для них вводится понятие частичного (или расщепленного) равновесия. Данное приближение основано на существовании в исследуемых системах иерархии времен. Так, в случае метастабильной системы время ее релаксации определяется временем ожидания формирования зародыша стабильной фазы  $t^*$  в объеме  $V$ . Систему можно считать термически и барически равновесной при

$$t_T < t < t^*, \quad t_p < t < t^*,$$

где  $t_T$ ,  $t_p$  — время релаксации температуры и давления в объеме  $V$ ;  $t$  — длительность эксперимента. По мере продвижения в область не вполне устойчивых и неустойчивых состояний величина  $t^*$  экспоненциально уменьшается [38]. Таким образом, на фазовой диаграмме в координатах  $T$ – $p$  можно выделить область, в которой возможно проведение измерений и применимы соотношения равновесной термодинамики.

**3. Экспериментальная установка.** Растворы заданных концентраций были получены путем смешения деионизированной воды и ППГ-425, предоставленного фирмой “Sigma-Aldrich Rus”. Состав систем определялся с помощью электронных весов SE224-C. Абсолютная погрешность определения массовой доли компонентов в растворе составляет  $\pm 0,1$  %. Смешивание компонентов происходило при комнатной температуре, т. е. в области их полной совместимости.

Методика измерений включает процедуру подготовки зонда и его аттестацию. Платиновая проволока диаметром  $d = 20$  мкм припаивается к медным токоподводам. Длина зонда  $l$  и его ориентация в пространстве выбираются в зависимости от цели и объекта исследования. В данном эксперименте  $l \approx 1$  см. Величина  $l$  определяется с помощью прецизионного прибора GW Instek LCR-819 по значению электрического сопротивления  $R_0$  платинового нагревателя до начала основной серии опытов. Неопределенность измерения  $\delta R_0$  по паспорту прибора не превышает 0,05 %. Платина является химически инертным материалом, и зависимость ее удельного сопротивления от температуры монотонна в широком диапазоне измерений. Отношение площади теплоотдающей поверхности к объему нагревателя составляет  $10^5$ , что обуславливает высокую чувствительность метода к изменению свойств нагреваемой среды.

Подготовка зонда включает очистку его поверхности от загрязнений (жиров и продуков пайки). Для этого измерительная ячейка помещается в 95 %-й раствор этилового спирта на 24 ч. Затем осуществляется отжиг зонда в воздухе. Время нагрева составляет  $t = 25$  мс, конечная температура  $T_{\text{отж}} = 973 \div 1023$  К. По окончании отжига измеряются начальное электрическое сопротивление зонда  $R_0$  и температура окружающей среды  $T_0$ . Полученные данные вводятся в программу управления установкой.

Подготовка зонда завершается серией калибровочных опытов с “эталонными” жидкостями — органическими соединениями, свойства которых хорошо известны (толуол, изобутанол, химически чистый изопропиловый спирт). В ходе калибровочных опытов выполняется оценка разности между фактической критической температурой (температурой спонтанного вскипания “эталонного” соединения) и температурой, регистрируемой в опыте:  $\Delta T^* = T_{exp} - T^*$  (подробнее об этом см. [39]).

Зонд применяется в дальнейших измерениях в том случае, если получен сосредоточенный по температуре и времени сигнал о вскипании, а  $\delta T = \Delta T^*/T^*$  составляет не более 5 %. Эта поправка учитывается при обработке первичных экспериментальных данных.

**4. Методика измерений.** Для уточнения величины  $\Delta T^*$  выполним математическое моделирование нагрева платинового зонда в объеме воды. Для этого запишем уравнение теплопроводности в цилиндрических координатах с начальными и граничными условиями, считая, что в радиальном направлении градиент температуры отсутствует:

$$\frac{\partial T(z, t)}{\partial t} = \alpha_{pt} \frac{\partial^2 T(z, t)}{\partial z^2} + q_V - \frac{\lambda_w}{\delta} (T(z, t) - T_0); \quad (1)$$

$$T(z, 0) = T_0, \quad T(0, t) = T(l, t) = T_0.$$

Здесь  $\alpha_{pt} = 25,2 \cdot 10^{-6} \text{ м}^2/\text{с}$  — температуропроводность платины при  $T = 300 \text{ К}$ ;  $q_V$  — источник теплоты за счет подвода электрического тока. Слагаемое  $(\lambda_w/\delta)(T(z, t) - T_0)$  в уравнении (1) определяет сток теплоты в слой воды за счет теплопроводности (ввиду малости времени нагрева (порядка 10 мс) влияние естественной конвекции можно не учитывать);  $\delta = \sqrt{\alpha_w t}$  — характерная длина области тепловой диффузии;  $\alpha_w$ ,  $\lambda_w$  — температуропроводность и теплопроводность воды, заданные как функции температуры при давлении 25 МПа. Длительность нагрева принята равной 10 мс. Результаты расчета представлены на рис. 2, 3. Расчет проведен при давлении 25 МПа, что позволило исключить фазовый переход жидкость — пар. Установлено, что температура распределена равномерно по всей длине зонда, за исключением участков, находящихся вблизи его концов. Этот эффект обусловлен стоком теплоты через массивные медные токоподводы. Согласно результатам расчета значение  $\delta T$  не превышает 3 %.

Исследование теплоотдачи в расслаивающийся раствор осуществлялось методом импульсного нагрева проволочного зонда. В рамках этого метода можно провести минимизацию произведения  $Vt^*$ , где  $V$  — объем перегретой жидкости;  $t^*$  — время ее нахождения в перегретом состоянии [13]. Такой подход позволяет создавать кратковременно существующие состояния перегрева и за счет поддержания заданных условий тепловыделения в серии опытов получать отклик системы на малое изменение параметров эксперимента, в частности давления в системе, концентрации фаз и степени перегрева системы относительно линий равновесия жидкость — пар, жидкость — жидкость или температуры начала терморазрушения вещества. Ранее метод был применен для определения условий спонтанного вскипания жидкостей [14, 39], в том числе в случае терморазрушения высокомолекулярных соединений [8] и фазового перехода жидкость — жидкость [29, 40, 41]. Использование нового подхода для управления мощностью тепловыделения в зонде позволило исследовать особенности закритического перехода, характерные для процессов быстрого нагрева (охлаждения) вдоль закритической изобары [30, 42].

Экспериментальная установка осуществляет управление подводимой к нагревателю электрической мощностью  $P(t)$  с высокой точностью (99,5 %) даже при структурных (фазовых) превращениях исследуемой жидкости [29, 42]. Основой установки является быстродействующее аналоговое устройство — пропорционально-интегрально-дифференциальный (ПИД) контроллер с системой обратных связей, управление которым осуществляется внешним импульсом напряжения прямоугольной формы. Программное обеспечение позволяет гибко управлять количеством звеньев в импульсе (до трех), их

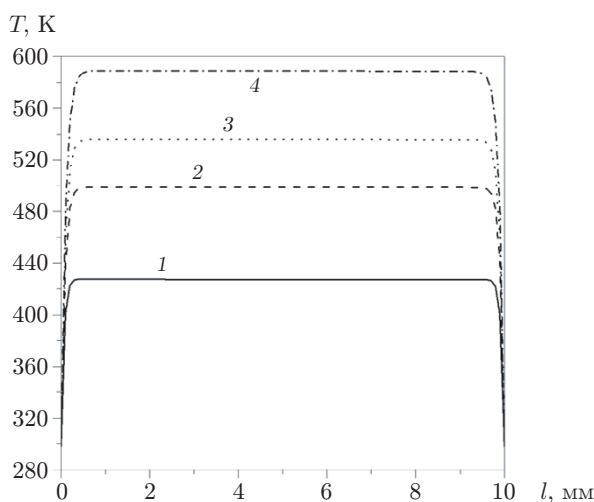


Рис. 2

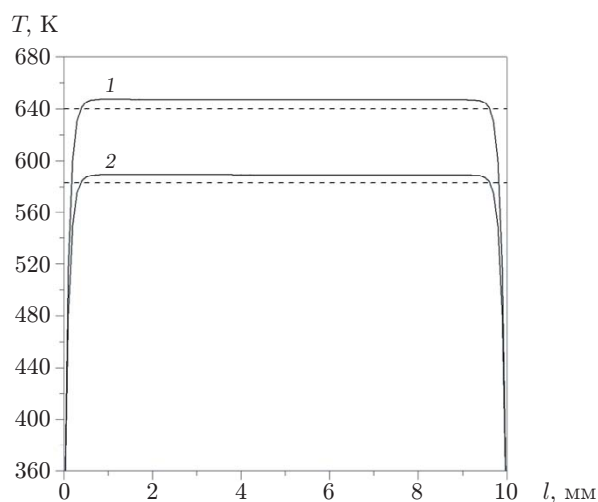


Рис. 3

Рис. 2. Распределение температуры  $T$  по длине зонда  $l$  при мощности подводимого электрического тока 6 Вт в различные моменты времени:

1 —  $t = 1$  мс, 2 —  $t = 3$  мс, 3 —  $t = 5$  мс, 4 —  $t = 10$  мс

Рис. 3. Распределение температуры  $T$  по длине зонда  $l$  в момент времени  $t = 10$  мс (сплошные линии) и среднеинтегральное значение температуры зонда (штриховые линии) при различных значениях мощности электрического тока:

1 —  $P = 7,2$  Вт ( $\Delta T \approx 2,2\%$ ), 2 —  $P = 6,0$  Вт ( $\Delta T \approx 1,9\%$ )

амплитудой и длительностью, а также регистрировать первичные экспериментальные данные в режиме реального времени. Функция нагрева зонда подбирается для решения конкретной задачи. Преобразование цифрового сигнала, поступающего от компьютера к аналоговому устройству, осуществляется с помощью связи аналого-цифровой преобразователь (АЦП) — цифроаналоговый преобразователь (ЦАП). Аналогичное преобразование сигнала из аналогового в цифровой происходит в процессе регистрации первичных данных. Блок-схема установки представлена в работе [43], подробное описание архитектуры ее аналоговой части — в работе [44]. Измерительная ячейка, содержащая исследуемое вещество и зонд, помещается в камеру давления. Стенки ячейки выполнены из силикона и являются гибкими. В крышку камеры впаяны токоподводы, выдерживающие избыточное давление более 110 МПа.

Суть метода заключается в поддержании заданных условий тепловыделения, в данном случае  $P(t) = \text{const}$ . Первичными данными, регистрируемыми в режиме реального времени, являются падение напряжения на зонде  $U(t)$  и сила тока  $I(t)$ , протекающего через эталонное сопротивление, последовательно включенное в цепь зонда, за время  $t$  (рис. 4). В ходе нагрева регистрируются рассеиваемая зондом мощность  $P(t) = U(t)I(t)$  и его сопротивление  $R(t) = U(t)/I(t)$ . Изменение средневзвешенной температуры зонда  $T(t)$  рассчитывается на основе термометрической градуировки платины. На рис. 5 представлена характерная кривая нагрева зонда, погруженного в толуол. Момент начала фазового перехода и соответствующая ему температура  $T^*$  определяются по производной  $dT(t)/dt$ . Операция дифференцирования позволяет разрешить отклонение функции  $T(t)$ , вызванное изменением режима теплоотдачи с поверхности нагревателя (см. [41]).

Давление создается и поддерживается с помощью гидравлического пресса WIKA CRR1200-X. Измерения давления осуществляются манометром WIKA CPG1500 с классом точности 0,025.

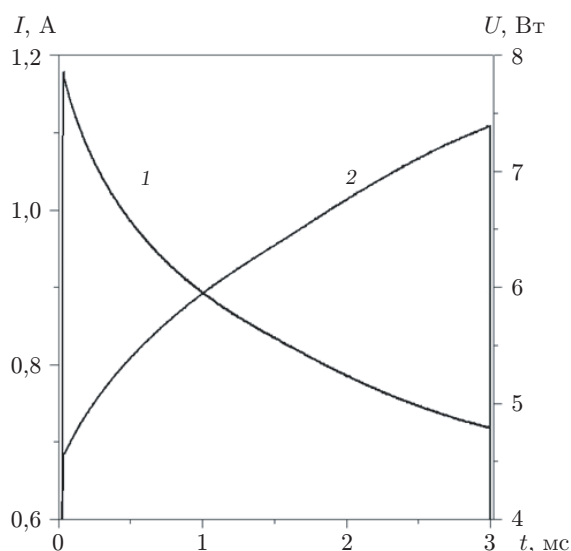


Рис. 4

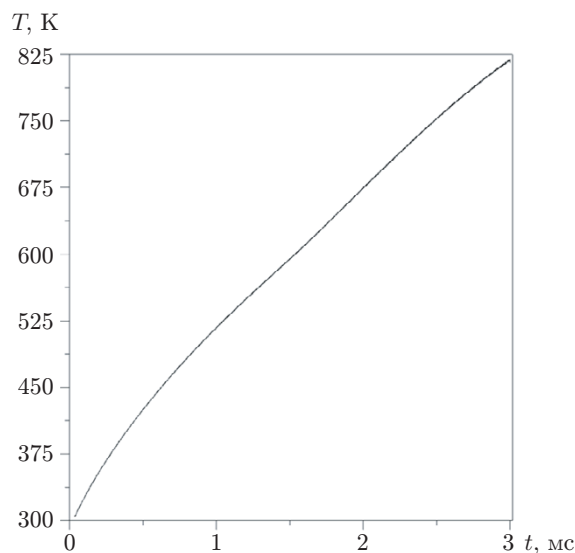


Рис. 5

Рис. 4. Первичные экспериментальные данные об импульсном нагреве зонда, погруженного в толуол, при закритическом давлении 5 МПа в режиме постоянной мощности  $P = 5,308$  Вт:

1 — сила тока  $I$ , 2 — напряжение  $U$

Рис. 5. Зависимость средневзвешенной температуры от времени, рассчитанная по первичным данным

Таким образом, данная методика существенно дополняет методику управления температурой зонда в веществе, импульсно нагретого до заданного значения [45].

Неопределенности измерений рассчитаны в соответствии с ГОСТ Р 54500.3-2011 по методике, представленной в работе [46]. Неопределенность измерения первичных экспериментальных данных зависит от характеристик применяемых АЦП Е-502 (разрешение — 16 бит, отношение сигнал/шум — 82 дБ, чистота дискретизации — 2 МГц) фирмы L-Card. Неопределенность измерения составляет 0,05 %. В сочетании с неопределенностью, вносимой масштабирующим усилителем, относительная погрешность измерения  $U(t)$  и  $I(t)$  составляет 0,2 %. Погрешности определения мощности тепловыделения  $P(t)$  и электрического сопротивления зонда  $R(t)$  могут быть вычислены по следующим формулам:

$$\Delta P(t) = \sqrt{\left(\frac{\partial P(t)}{\partial U(t)} \Delta U(t)\right)^2 + \left(\frac{\partial P(t)}{\partial I(t)} \Delta I(t)\right)^2} = \sqrt{(I(t) \Delta U(t))^2 + (U(t) \Delta I(t))^2},$$

$$\Delta R(t) = \sqrt{\left(\frac{\partial R(t)}{\partial U(t)} \Delta U(t)\right)^2 + \left(\frac{\partial R(t)}{\partial I(t)} \Delta I(t)\right)^2} = \sqrt{\left(\frac{1}{I(t)} \Delta U(t)\right)^2 + \left(\frac{U(t)}{I^2(t)} \Delta I(t)\right)^2}. \quad (2)$$

Для расчета относительных погрешностей измерения  $P(t)$  и  $R(t)$  используем результаты экспериментов по нагреву толуола в режиме постоянной мощности тепловыделения при давлении 5 МПа (см. рис. 5). В конце импульса первичные и расчетные данные имеют следующие значения:  $I = 0,718$  А,  $U = 7,387$  В,  $P = 5,308$  Вт,  $R = 10,288$  Ом,  $\Delta I = 0,00144$  А,  $\Delta U = 0,01477$  В. В результате расчета по формулам (2) получаем  $\delta I \approx 0,3$  %,  $\delta U \approx 0,3$  %.

Измерение начальной температуры  $T_0$  проводилось с помощью лабораторного ртутного термометра. Относительная погрешность измерений  $T_0$  не превышала 1 %. Измерение

начального электрического сопротивления нагревателя  $R_0$  осуществлялось прибором GW Instek LCR-819. Согласно паспорту прибора неопределенность измерения  $\delta R_0$  не превышает 0,05 %.

Температура платинового нагревателя рассчитывается по термометрической градуировке платины, представленной в ГОСТ 6651-2009:

$$T(t) = \frac{1}{2B} \left[ \sqrt{A^2 - 4B \left( 1 - \frac{R(t)(1 + AT_0 + BT_0^2)}{R_0} \right)} - A \right],$$

где  $A = 3,969 \cdot 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ ;  $B = -5,841 \cdot 10^{-7} \text{ } ^\circ\text{C}^{-2}$ .

Оценка неопределенности измерения средневзвешенной температуры зонда выполнена по формуле

$$\Delta T(t) = \sqrt{\left( \frac{\partial T(t)}{\partial R(t)} \Delta R(t) \right)^2 + \left( \frac{\partial T(t)}{\partial R_0} \Delta R_0 \right)^2 + \left( \frac{\partial T(t)}{\partial T_0} \Delta T_0 \right)^2}, \quad (3)$$

где

$$\begin{aligned} \frac{\partial T(t)}{\partial R(t)} &= \frac{1}{2B} \frac{1}{2\sqrt{A^2 - 4B(1 - R(t)(1 + AT_0 + BT_0^2)/R_0)}} \frac{4B(1 + AT_0 + BT_0^2)}{R_0}, \\ \frac{\partial T(t)}{\partial R_0} &= \frac{1}{2B} \frac{1}{2\sqrt{A^2 - 4B(1 - R(t)(1 + AT_0 + BT_0^2)/R_0)}} \left( -\frac{4BR(t)(1 + AT_0 + BT_0^2)}{R_0^2} \right), \\ \frac{\partial T(t)}{\partial T_0} &= \frac{1}{2B} \frac{1}{2\sqrt{A^2 - 4B(1 - R(t)(1 + AT_0 + BT_0^2)/R_0)}} \left( \frac{4BAR(t)}{R_0} + \frac{8B^2R(t)T_0}{R_0} \right). \end{aligned}$$

Используем результаты экспериментов по нагреву толуола в режиме постоянной мощности тепловыделения при давлении 5 МПа:  $T = 817,287 \text{ К}$ ,  $R = 10,288 \text{ Ом}$ ,  $\Delta R = 0,03086 \text{ Ом}$ ,  $R = 3,12 \text{ Ом}$ ,  $\Delta R_0 = 0,00156 \text{ Ом}$ ,  $T_0 = 298 \text{ К}$ ,  $\Delta T_0 = 2,98 \text{ К}$ . Подставляя эти значения в формулу (3) и выполняя расчет, получаем значение относительной неопределенности измерения  $\delta T(t)$ , приближенно равное 0,5 %.

Аналогичным образом можно оценить неопределенности измерения плотности теплового потока с поверхности нагревателя и коэффициента теплоотдачи, приняв погрешности определения радиуса  $\delta r$  и длины платинового зонда  $\delta l$  равными 5 и 1 % соответственно. Для  $q(t)$  и  $h(t)$  неопределенность измерения составляет 5,1 %.

**5. Результаты экспериментов и их обсуждение.** При тестировании применимости методики для растворов с НКТР выполнены пять экспериментов в рассматриваемом диапазоне значений концентрации водного раствора ППГ-425. Нагрев осуществлялся в области устойчивых состояний вплоть до момента фазового перехода, которому соответствует характерный сигнал-отклик. Схема эксперимента представлена на рис. 6, 7. Смеси с малой и большой концентрацией раствора ППГ-425 нагревались в области однофазных перегретых (относительно  $T_{LV}$ ) состояний (линии 1, 5). Нагрев вдоль линий 2 и 4 сопровождался пересечением бинодали  $T_{LL}$  и продолжения бинодали  $T_{LV}$ , нагрев вдоль линии 3 — пересечением бинодали и спинодали жидкость — жидкость. Однотипные линии 1 и 5, 2 и 4 на рис. 7 формально объединены. На линиях 1, 5 и 2, 4 имеются точки, соответствующие спонтанному вскипанию  $T^*(t)$ . На линиях 2, 4 имеются также точки, соответствующие началу перехода жидкость — жидкость  $T_{LL}(t)$ , аналогичные точкам, соответствующим закритическому переходу  $T(t; p > p_c)$  из однородной жидкости в сверхкритический флюид [29, 30, 42]. В рамках рассматриваемой задачи наибольший интерес



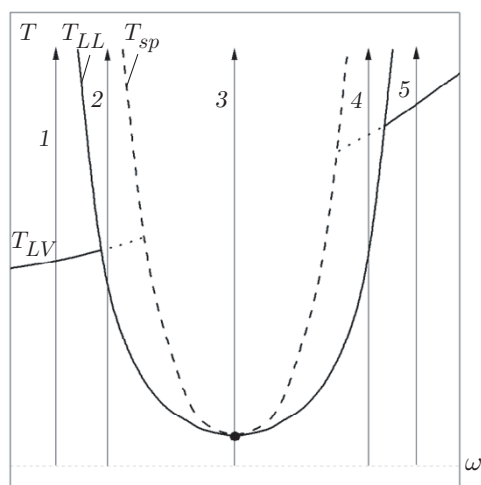


Рис. 6

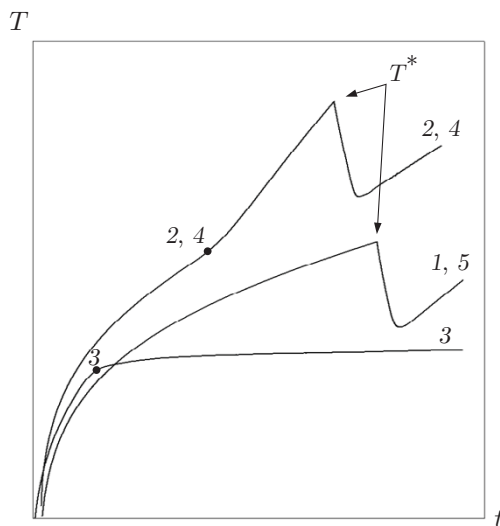


Рис. 7

Рис. 6. Фазовая диаграмма для бинарного раствора с НКТР:

$T_{LV}$  — бинадаль жидкость — пар,  $T_{LL}$  — бинадаль жидкость — жидкость,  $T_{sp}$  — спинодаль жидкость — жидкость; 1–5 — траектории нагрева раствора с различной концентрацией

Рис. 7. Характерные кривые (1–5) отклика раствора:

$T^*$  — температура спонтанного вскипания; точка 2, 4 — признак фазового перехода жидкость — жидкость, точка 3 — признак спинодального распада

представляет отклик раствора с окологкритической концентрацией, поэтому большинство экспериментов были проведены с таким раствором (рис. 8–14). Давление изменялось в диапазоне 1 ÷ 40 МПа (см. рис. 8).

Анализ полученных результатов позволяет сделать следующие выводы:

1) температура зонда выходит на насыщение (на рис. 9 показан участок  $t = 1 \div 4$  мс, предшествующий этому выходу), несмотря на большую плотность теплового потока через его поверхность  $q = 9,2$  МВт/м<sup>2</sup>;

2) продвижение в область, ограниченную диффузионной спинодалью, сопровождается изменением порядка расположения кривых нагрева с увеличением давления: бóльшим значениям давления соответствуют меньшие значения интенсивности теплоотдачи.

В качестве характеристики, определяющей интенсивность теплообмена, принята величина относительного теплового сопротивления  $R_i/R_1$  ( $R_1 = \Delta T_1/q_1$  — тепловое сопротивление раствора при  $p = 1$  МПа;  $R_i = \Delta T_i/q_i$  — тепловое сопротивление раствора при  $p \neq 1$  МПа). Поскольку плотность теплового потока в разных экспериментах остается постоянной ( $q_1 = q_i$ ), величина относительного теплового сопротивления равна отношению соответствующих приращений температуры зонда  $\Delta T_i/\Delta T_1$  (см. рис. 10). Высокочастотное возмущение кривых на рис. 10 обусловлено аппаратными шумами, которые увеличиваются при операции деления.

В экспериментах обнаружена устойчивость процесса теплообмена к изменению параметров нагрева. Так, при использовании ступенчатого нагрева с повышенной мощностью на втором этапе происходит сдвиг температурного “плато” на небольшую величину, непропорциональную приросту мощности (см. рис. 11, 12). Повторный выход на “плато” и последующее разрушение зонда, по-видимому, обусловлены гидродинамическими эффектами, возникающими в процессе спинодального распада раствора. Также эти эффекты

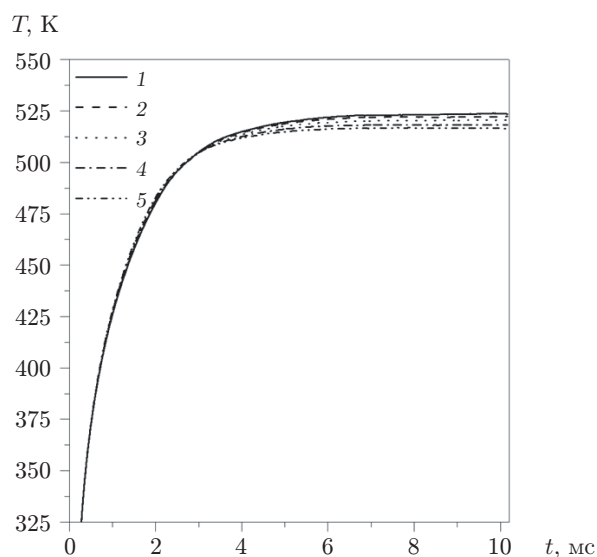


Рис. 8

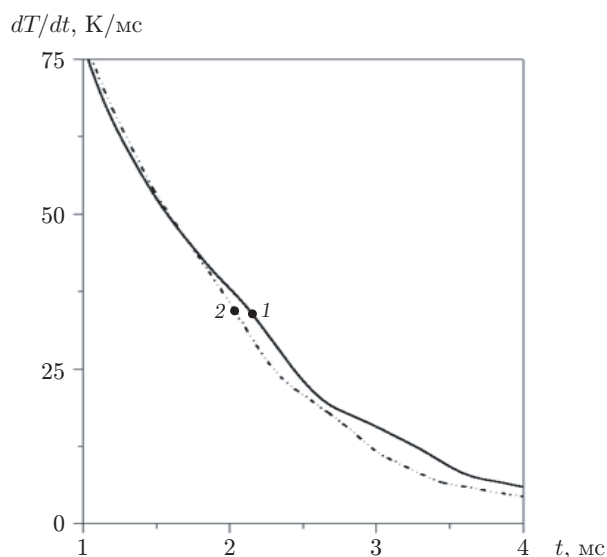


Рис. 9

Рис. 8. Изменение температуры зонда в растворе с массовой долей ППГ-425 30 % в режиме  $P(t) = \text{const}$  при различных значениях давления:

1 —  $p = 40$  МПа, 2 —  $p = 30$  МПа, 3 —  $p = 20$  МПа, 4 —  $p = 10$  МПа, 5 —  $p = 1$  МПа

Рис. 9. Производная температуры зонда по времени:

1 —  $p = 40$  МПа, 2 —  $p = 1$  МПа; точки — характерный момент релаксации неустойчивой системы

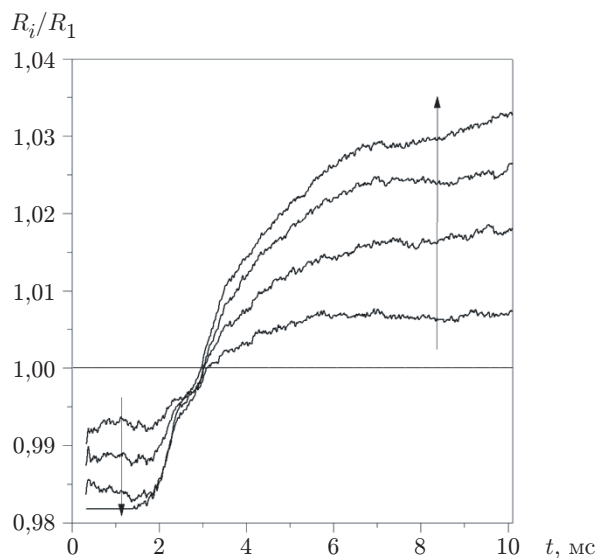


Рис. 10

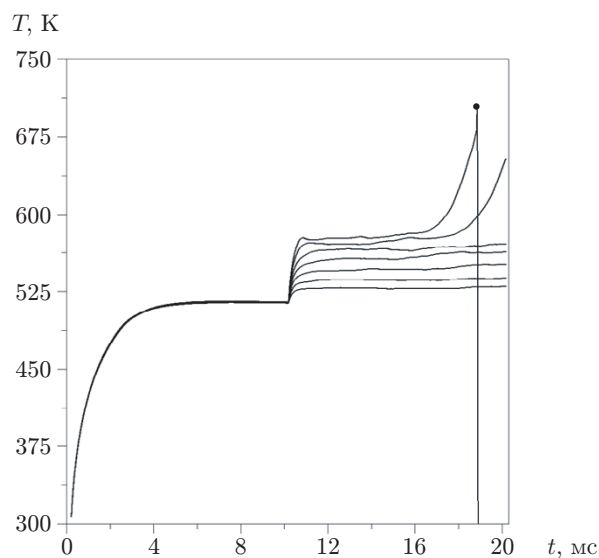


Рис. 11

Рис. 10. Зависимость относительного теплового сопротивления раствора от времени (стрелки — направление увеличения давления)

Рис. 11. Зависимость температуры от времени при нагреве раствора с массовой долей ППГ-425 30 % в режиме ступенчатого увеличения мощности, рассеиваемой с поверхности нагревателя, при  $p = 5$  МПа (точка — разрушение зонда)

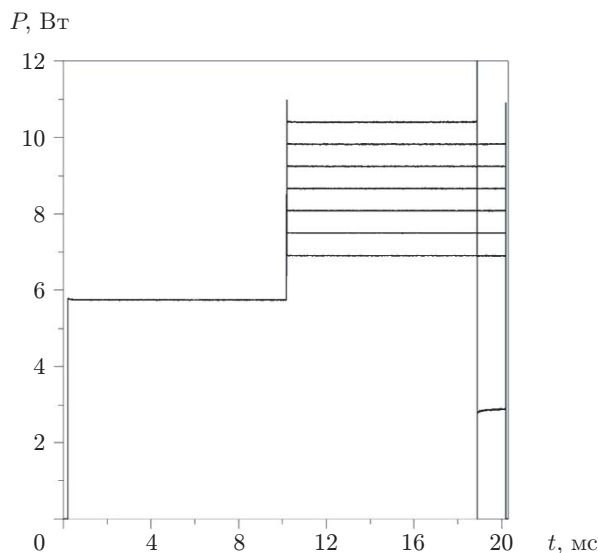


Рис. 12

Рис. 12. Зависимость подводимой к зонду мощности электрического тока от времени

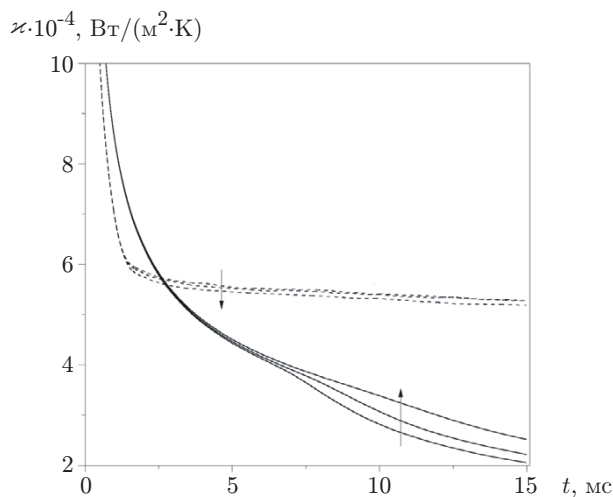


Рис. 13

Рис. 13. Зависимость коэффициента теплоотдачи от времени при нагреве раствора ППГ-425 с массовой долей 30 % и воды при одних и тех же условиях тепловыделения:

сплошные линии — вода, штриховые — водный раствор ППГ-425; стрелки — направление увеличения давления

обуславливают немонотонность температурных кривых. Причина возникновения гидродинамических эффектов состоит в том, что распад системы в поле градиента температуры приводит к турбулизации жидкости и, как следствие, к пороговой интенсификации теплообмена. Для более подробного исследования этого эффекта необходимо проведение высокоскоростной видеосъемки.

При исследовании теплоотдачи в раствор с НКТР следует провести сравнение полученных результатов с известными данными для однокомпонентных теплоносителей при аналогичных условиях тепловыделения. Выполнена серия экспериментов по импульсному нагреву исследуемого раствора и воды. Длительность нагрева и плотность теплового потока через поверхность нагревателя во всех экспериментах были одинаковыми и составляли 15 мс и 13,7 МВт/м<sup>2</sup> соответственно. Начальная температура равна  $T_0 = 298$  К. Измерения выполнены для трех значений сверхкритического давления  $p^* = 25, 30, 40$  МПа. Результаты экспериментов представлены на рис. 13.

Характеристикой интенсивности теплообмена служит коэффициент теплоотдачи  $\kappa(t)$ , определяемый как отношение плотности теплового потока  $q(t)$  к температурному напору  $\Delta T(t) = T(t) - T_0$ . Из анализа полученных данных следует, что начиная с момента времени  $t \approx 2,6$  мс значение коэффициента теплоотдачи в раствор  $\kappa_{mix}(t)$  превышает соответствующее значение для воды  $\kappa_w$ . В конце импульса разность этих значений становится существенной. Следует отметить, что в случае нагрева раствора наблюдается незначительное уменьшение  $\kappa_{mix}(t)$  с ростом  $p$ , а в случае нагрева перегретой воды рост давления  $p$  сопровождается увеличением значения  $\kappa_w(t)$ , которое на завершающей стадии нагрева достигает 23 %. На основе полученных данных найдено отношение тепловых сопротивлений сопоставляемых систем при различных значениях давления (см. рис. 14).

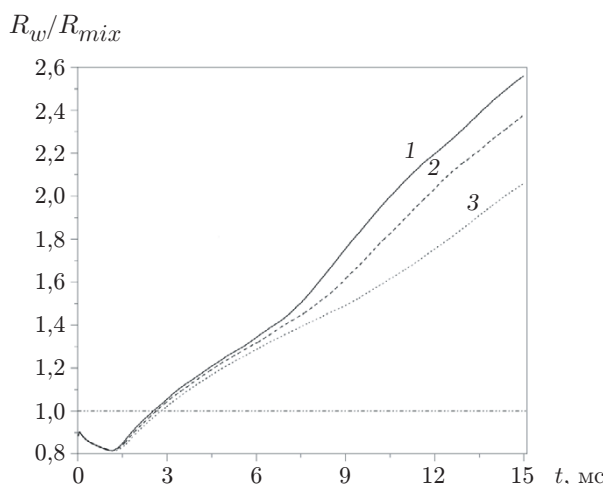


Рис. 14. Зависимость отношения теплового сопротивления воды к теплому сопротивлению раствора с массовой долей ППГ-425 30 % от времени при одних и тех же условиях тепловыделения и различных значениях давления:  
 1 —  $p = 25$  МПа, 2 —  $p = 30$  МПа, 3 —  $p = 40$  МПа

Величина теплового сопротивления обратно пропорциональна коэффициенту теплоотдачи. На начальной стадии нагрева отношение  $R_w/R_{mix}$  меньше единицы. Это обусловлено тем, что тепловая активность воды  $b = (\lambda \rho c_p)^{1/2}$  ( $\lambda$  — теплопроводность, Вт/(м·К);  $\rho$  — плотность, кг/м<sup>3</sup>;  $c_p$  — теплоемкость при постоянном давлении, Дж/(кг·К)) в данной области превышает тепловую активность однофазного двухкомпонентного раствора. Поэтому на этапе, предшествующем фазовому разделению раствора, его нагрев происходит быстрее. Минимум функции соответствует моменту, в который преимущественно кондуктивный механизм теплоотдачи в раствор изменяется на конвективный. Таким образом, использование растворов с НКТР, в частности водного раствора ППГ-425, приводит к существенному замедлению роста температуры нагреваемой поверхности в режиме кратковременного теплового воздействия. Это замедление обусловлено увеличением коэффициента теплоотдачи в несколько раз вследствие спинодального распада.

Результаты экспериментов для раствора с окологкритической концентрацией и результаты ранее проведенных опытов [35, 41] свидетельствуют о сложном характере отклика обсуждаемой системы на мощное локальное тепловыделение. Его анализ требует увеличения области изменения параметров экспериментов, в первую очередь скорости, длительности нагрева и, как следствие, толщины нагретого слоя. Очевидно, что вследствие такого увеличения изменение произведения  $Vt^*$  будет оказывать влияние на степень микрофазового разделения раствора (жидкость — жидкость), предшествующего его спонтанному вскипанию (закритический переход при  $p > p_c$ ) или спинодальному распаду (по мере продвижения в область неустойчивых состояний). Однозначные выводы о параметрах нагрева, определяющих данный процесс, в настоящее время сделать невозможно. Однако представленные на рис. 13, 14 результаты свидетельствуют о перспективности использования подобных растворов в качестве теплоносителя в процессах с мощным локальным тепловыделением.

**Заключение.** В работе проведено исследование частично смешиваемого раствора с НКТР в условиях локального теплового воздействия. Для системы вода — ППГ-425 представлены экспериментальные данные о мгновенной теплоотдаче от микроразмерного нагревателя в импульсно нагреваемый раствор.

Для системы с окологкритической массовой долей ППГ-425 30 % установлено, что, несмотря на большую плотность теплового потока ( $9,2 \div 13,7$  МВт/м<sup>2</sup>), его температура стабилизируется при некотором значении, превышающем температуру  $T_{LL}$  более чем на 150 К. Данный результат свидетельствует о скачкообразном увеличении теплоотдачи в раствор вследствие его спинодального распада. Следует отметить, что процесс теплообмена устойчив к изменению параметров нагрева: добавление второго этапа нагрева с повышенной мощностью не привело к изменению характера переноса теплоты раствором. Это обусловлено релаксацией существенно неустойчивой системы к двухфазному стабильному состоянию, вызванному сосредоточенным (во времени и пространстве) тепловым воздействием. Для исследования взаимосвязи релаксации системы с наблюдаемыми возмущениями теплообмена необходимо провести анализ гидродинамических эффектов при различных параметрах эксперимента.

Для решения данной задачи использовался адаптированный метод управляемого импульсного нагрева проволочного зонда. Высокая чувствительность метода к изменению состояния исследуемой системы при изменении параметров эксперимента, малое время релаксации нагревателя (порядка 1 мкс) и модифицированная система регулирования мощности тепловыделения позволяют отделить возмущения теплоотдачи в раствор, соответствующие его релаксации к устойчивому состоянию. Таким образом, метод позволяет отслеживать отклик системы на мощное тепловыделение и анализировать релаксационные процессы, сопровождающие нагрев.

## ЛИТЕРАТУРА

1. **Кедринский В. К.** Гидродинамика взрыва: эксперимент и модели. Новосибирск: Изд-во СО РАН, 2000.
2. **Вершинин Ю. Н.** Электронно-тепловые и детонационные процессы при электрическом пробое твердых диэлектриков. Екатеринбург: Изд-во УрО РАН, 2000.
3. **Шленский О. Ф.** Терморазрушение материалов / О. Ф. Шленский, Н. В. Афанасьев, А. Г. Шашков. М.: Энергоатомиздат, 1996.
4. **Высокоморная О. В.** Коагуляция, дробление и фрагментация капель жидкости в многофазных и многокомпонентных газопарокапельных средах / О. В. Высокоморная, С. С. Кропотова, Г. В. Кузнецов, П. А. Стрижак. Новосибирск: Изд-во СО РАН, 2021.
5. **Губанова Т. А., Забиров А. Р., Молотова И. А. и др.** Влияние расстояния от сопла до поверхности на теплообмен при кипении в условиях вынужденного течения жидкости // ПМТФ. 2023. Т. 64, № 4. С. 46–54.
6. **Surtaev A. S., Serdyukov V. S., Zhou J., et al.** An experimental study of vapor bubbles dynamics at water and ethanol pool boiling at low and high heat fluxes // Intern. J. Heat Mass Transfer. 2018. V. 126. P. 297–311.
7. **Nikitin E. D., Pavlov P. A., Skutin M. G.** Acoustic method of measuring critical properties of thermally unstable substances // Fluid Phase Equilibria. 1999. V. 161. P. 119–134.
8. **Pavlov P. A., Skripov P. V.** Bubble nucleation in polymeric liquids under shock processes // Intern. J. Thermophys. 1999. V. 20, N 6. P. 1779–1790.
9. **Рудяк В. Я.** Современные проблемы микро- и нанофлюидики / В. Я. Рудяк, А. В. Минаков. Новосибирск: Наука. Сиб. издат. фирма, 2016.
10. **Скрипов П. В., Демин В. А., Шангин В. В., Старостин А. А.** Обнаружение летучих примесей в маслосистеме турбоагрегата методом импульсного теплового тестирования // Теплоэнергетика. 2016. № 7. С. 68–73.

11. **Чудновский В. М., Юсупов В. И., Жуков С. А. и др.** Лазероиндуцированный режим сверхинтенсивного пузырькового кипения // Докл. АН. 2017. Т. 473, № 5. С. 533–535.
12. **Kotov A. N., Gurashkin A. L., Starostin A. A., et al.** Nucleation of a vapor phase and vapor front dynamics due to boiling-up on a solid surface // *Energies*. 2023. V. 16. 6966.
13. **Скрипов В. П.** Метастабильная жидкость. М.: Наука, 1972.
14. **Скрипов В. П.** Теплофизические свойства жидкостей в метастабильном состоянии / В. П. Скрипов, Е. Н. Сеницын, П. А. Павлов, Г. В. Ермаков, Т. Н. Муратов, Н. В. Буланов, В. Г. Байдаков. М.: Атомиздат, 1980.
15. **Буланов Н. В.** Взрывное вскипание диспергированных жидкостей. Екатеринбург: Урал. гос. ун-т путей сообщ., 2011.
16. **Бусов К. А., Мажейко Н. А.** Формообразование свободной струи перегретой воды на различных расстояниях от цилиндрического канала // ПМТФ. 2022. Т. 63, № 2. С. 3–11.
17. **Антонов Д. В., Вершинина К. Ю., Федоренко Р. М.** Микровзрывная фрагментация двухжидкостных капель на основе талового масла // Письма в ЖТФ. 2023. Т. 49, № 14. С. 3–7.
18. **Antonov D. V., Fedorenko R. M., Yanovskiy L. S., Strizhak P. A.** Physical and mathematical models of micro-explosions: Achievements and directions of improvement // *Energies*. 2023. V. 16. 6034.
19. **Скрипов В. П., Скрипов А. В.** Спинодальный распад (фазовый переход с участием неустойчивых состояний) // Успехи физ. наук. 1979. Т. 126. С. 193–231.
20. **Sohel Murshed S. M., Nieto de Castro C. A.** A critical review of traditional and emerging techniques and fluids for electronics cooling // *Renew. Sustain. Energy Rev.* 2017. V. 78. P. 821–833.
21. **Mousavi Ajarostaghi S. S., Zaboli M., Javadi H., et al.** A review of recent passive heat transfer enhancement methods // *Energies*. 2022. V. 15, N 3. 986.
22. **Volodin O. A., Pavlenko A. N., Pecherkin N. I.** Heat transfer enhancement on multilayer wire mesh coatings and wire mesh coatings combined with other surface modifications — A review // *J. Engng Thermophys.* 2021. V. 30. P. 563–596.
23. **Люлин Ю. В., Спесивцев С. Е., Марчук И. В., Кабов О. А.** Исследование динамики разрыва горизонтального слоя жидкости с точечным нагревом со стороны подложки // Письма в ЖТФ. 2015. Т. 41, № 21. С. 22–29.
24. **Pecherkin N. I., Pavlenko A. N., Volodin O. A.** Heat transfer in a falling liquid film of freon R21 on an array of horizontal tubes with modified MAO coatings // *J. Engng Thermophys.* 2023. V. 32. P. 196–207.
25. **Sazhin S.** Droplets and sprays: Simple models of complex processes. Cham: Springer, 2022.
26. **Khandekar S., Sahu G., Muralidhar K., et al.** Cooling of high-power LEDs by liquid sprays: Challenges and prospects // *Appl. Thermal Engng.* 2021. V. 184. 115640.
27. **Дедов А. В.** Обзор современных методов интенсификации теплообмена при пузырьковом кипении // Теплоэнергетика. 2019. № 12. С. 18–54.
28. **Шицман М. Е.** Ухудшенные режимы теплоотдачи при закритических давлениях // Теплофизика высоких температур. 1963. Т. 1, № 2. С. 267–275.
29. **Рютин С. Б., Скрипов П. В.** Теплоперенос в сверхкритических флюидах: согласование результатов импульсных и стационарных опытов // Теплофизика высоких температур. 2021. Т. 59, № 2. С. 203–211.
30. **Абдулагатов И. М., Скрипов П. В.** Термодинамические и транспортные свойства сверхкритических флюидов. Ч. 2. Транспортные свойства // Сверхкритич. флюиды: Теория и практика. 2020. Т. 15, № 4. С. 3–28.

31. **Xing W., Vutha A. K., Yu X., et al.** Liquid/liquid phase separation heat transfer at the microscale // Intern. J. Heat Mass Transfer. 2017. V. 107. P. 53–65.
32. **Xing W., Plawsky J., Woodcock C., et al.** Liquid — liquid phase separation heat transfer in advanced micro structure // Intern. J. Heat Mass Transfer. 2018. V. 127. P. 989–1000.
33. **Скрипов В. П.** Фазовые переходы кристалл — жидкость — пар и термодинамическое подобие / В. П. Скрипов, М. З. Файзуллин. М.: Физматлит, 2003.
34. **Тагер А. А.** Физикохимия полимеров. М.: Науч. мир, 2007.
35. **Igolnikov A., Rutin S., Skripov P.** Short-term measurements in thermally-induced unstable states of mixtures with LCST // Thermochim. Acta. 2021. V. 695. 178815.
36. **Вшивков С. А.** Термодинамика полимерных систем: Учеб. пособие / С. А. Вшивков, Л. В. Адамова, А. П. Сафронов. Екатеринбург: Изд-во АМБ, 2011.
37. **Taniguchi Y., Suzuki K., Enomoto T.** The effect of pressure on the cloud point of aqueous polymer solutions // J. Colloid Interface Sci. 1974. V. 46, N 3. P. 511–517.
38. **Скрипов В. П.** Не вполне равновесные системы — термодинамический аспект // Расплавы. 1994. № 3. С. 3–16.
39. **Rutin S. B., Igolnikov A. A., Skripov P. V.** On determination of temperature of attainable water superheat: Issues of experiment procedure // J. Engng Thermophys. 2022. V. 31, N 4. P. 664–667.
40. **Оконишников Г. Б., Новиков Н. В., Пшеничников В. А.** Расслаивающиеся жидкости в процессах с импульсным тепловыделением // Тепловые процессы и метастабильные состояния. Свердловск: Изд-во УрО АН СССР, 1990. С. 42–47.
41. **Igolnikov A., Rutin S., Skripov P.** Investigation of binary liquids in unstable states — An experimental approach // Liquids. 2021. V. 1, N 1. P. 36–46.
42. **Skripov P. V., Rutin S. B.** Features of supercritical heat transfer at short times and small sizes // Intern. J. Thermophys. 2021. V. 42, N 7. 110.
43. **Рютин С. Б.** Установка для исследования нестационарного теплообмена в жидких средах // Приборы и техника эксперимента. 2021. № 5. С. 152–155.
44. **Rutin S. B.** Voltage-controlled precision electronic power regulator // Rev. Sci. Instrum. 2021. V. 92, N 12. 124708.
45. **Volosnikov D., Povolotskiy I., Skripov P.** Heat transfer by transiently superheated fluids: Decay of unstable water-based mixtures // Appl. Thermal Engng. 2024. V. 236 (A). 121532.
46. **Сапожников С. З.** Метрология теплофизического эксперимента: Учеб. пособие. СПб.: Изд-во Политехн. ун-та, 2017.

*Поступила в редакцию 27/IX 2023 г.,  
после доработки — 22/XI 2023 г.  
Принята к публикации 27/XI 2023 г.*