

# Math-Net.Ru

Общероссийский математический портал

В. Я. Чеховской, В. А. Петухов, Дилатометр для измерений в интервале температур  $100\text{--}1000^\circ\text{C}$  при различных давлениях газовой среды, *ТВТ*, 1968, том 6, выпуск 2, 293–297

Использование Общероссийского математического портала Math-Net.Ru подразумевает, что вы прочитали и согласны с пользовательским соглашением

<http://www.mathnet.ru/rus/agreement>

Параметры загрузки:

IP: 100.28.231.85

8 ноября 2024 г., 18:48:42



УДК 536.413

**ДИЛАТОМЕТР ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЙ  
В ИНТЕРВАЛЕ ТЕМПЕРАТУР 100—1000° С ПРИ РАЗЛИЧНЫХ  
ДАВЛЕНИЯХ ГАЗОВОЙ СРЕДЫ**

*В. Я. Чеховской, В. А. Петухов*

Разработана методика измерения и конструкция установки для экспериментального исследования теплового расширения твердых тел при температурах 100—1000° С. Исследование можно проводить в различных газовых средах, давление которых может изменяться или поддерживаться постоянным в пределах от  $10^{-5}$  мм рт. ст. до 3 ата. Приводятся результаты измерения теплового расширения молибдена.

Исследование теплового расширения твердых тел при температурах до 1000° С в основном осуществляется с помощью кварцевых дилатометров. Среди них наиболее распространены приборы, работающие по методу Хеннинга [1]. Эти приборы отличаются несложной конструкцией, простотой обслуживания, а при точном отсчетном устройстве и рациональной конструкции кварцевой системы обеспечивают достаточно высокую точность измерения. Большинство конструкций дилатометров предназначено для исследования образцов в воздухе; в этом случае метод Хеннинга наиболее легко и просто осуществляется с помощью вертикального оптиметра ИКВ-1 или вертикального длиномера ИЗВ-1. Создание защитной атмосферы вокруг образца обычно сводилось к обдуванию его потоком инертного газа [2] или применению сильфонных передающих устройств [3], отделяющих герметичный объем с образцом от воздуха. С применением сильфонных передающих устройств давление защитной среды должно быть близким к атмосферному, ибо в зависимости от соотношения между атмосферным давлением и давлением в установке образец либо будет находиться под значительными нагрузками, либо может нарушиться контакт между длиномером и образцом.

В последнее время появилась необходимость исследовать теплофизические свойства некоторых твердых веществ (гидриды металлов и др.) в определенной газовой среде с переменным давлением. Причем давление среды по мере возрастания температуры от комнатной до 800—1000° С может меняться от вакуума до нескольких атмосфер. Очевидно, указанные выше способы защиты образца от воздуха в данном случае неприменимы. Также затруднено для измерения перемещения применение емкостных датчиков [4], которые требуют постоянства давления в измерительном блоке. В указанных условиях возможно применение индукционных датчиков измерения перемещения [5], которые имеют небольшую точность, в связи с чем приходится применять длинные образцы. Кроме того, эти датчики необходимо градуировать. Также возможно применение различных оптических отсчетных устройств (измерительные микроскопы, отсчетные устройства типа дилатометра Стрелкова и т. п.) для измерения перемещения кварцевого толкателя через герметично уплотненное оптическое смотровое стекло. Однако тогда при достижении высокой точности теряется основное преимущество кварцевых дилатометров — простота конструкции,

к тому же во многих случаях приходится градуировать измерительное устройство.

Учитывая все изложенное, авторы разработали конструкцию прибора и методику измерения теплового расширения твердых веществ на основе метода Хеннинга с использованием дилатометра ИЗВ-1 для условий, когда давление газовой среды над исследуемым образцом может меняться от

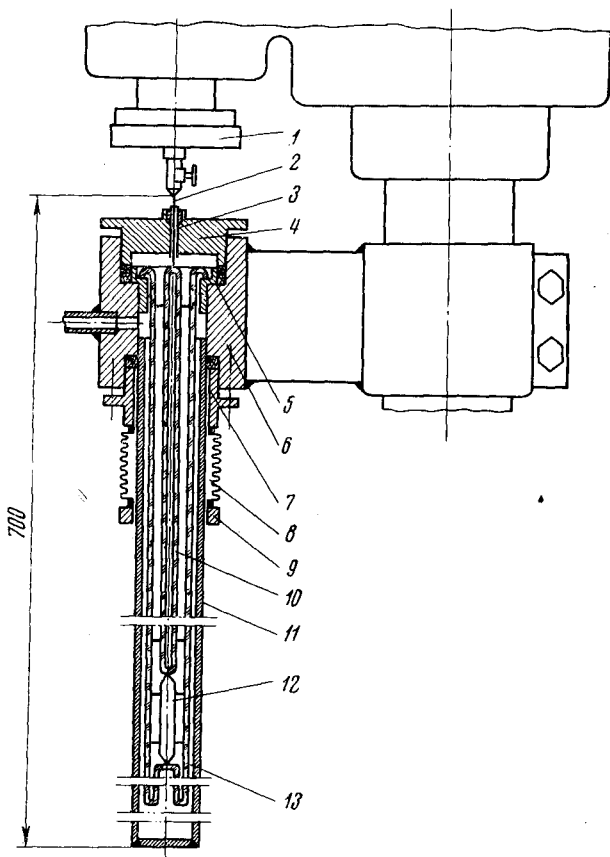


Рис. 1. Общий вид дилатометра. Обозначения см. в тексте

вакуума  $10^{-5}$  мм рт. ст. до 3 атм. С этой целью было создано простое подвижное вакуумное уплотнение, имеющее незначительное трение и не чувствительное к перепаду давления в несколько атмосфер.

Общий вид установки представлен на рис. 1. Она состоит из следующих основных частей: системы кварцевых трубок с подвижным вакуумным уплотнением, дилатометра ИЗВ-1 и печи. Кварцевая трубка 13 с образцом 12 и толкателем 10 расположены в герметичном объеме, образуемом трубкой 11 из нержавеющей стали 1Х18Н9Т. Нижний конец трубки 11 заварен, а верхний соединен со штангой 6 при помощи резинового уплотнения 7. Штанга 6 одевается на колонку дилатометра ИЗВ-1, и к ней жестко крепится кварцевая трубка 13 при помощи втулки 5. Исследуемый образец 12 изготавливается в виде цилиндра длиной 40 мм и диаметром 5—6 мм. Концы образца затачиваются под конус, а вершины округляются. На образец плотно надеваются два молибденовых колечка, вырезанные из листа толщиной 0,3—0,5 мм. Диаметры этих колечек меньше внутреннего диаметра трубки 13 на 0,1—0,15 мм, поэтому образец может свободно перемещаться по ее оси. В нижней конец трубки 13 вварена кварцевая ножка с плоской опорной поверхностью, которая перпендикулярна оси трубки, на эту по-

верхность ставится образец. На верхний конец образца опирается толкатель 10, сделанный из запаянной с двух концов кварцевой трубки с внутренним диаметром 3 мм и наружным 4 мм. Толкатель также центрируется двумя молибденовыми колечками. Плоские торцевые поверхности кварцевого толкателя перпендикулярны оси трубки.

Конструкция кварцевой трубки и толкателя и их сочленение с образцом во многом определяют точность прибора. Основным показателем, характеризующим совершенство этой части прибора, является смещение нуля, т. е. разность показаний длиномера при данной температуре до и после нагрева. Когда исследовались образцы, не претерпевающие необратимых изменений при нагревании, то обычно наблюдалось хорошее (в пределах 0—0,5 мк) возвращение прибора к началу отсчета. Надо отметить, что примененный вид сочленения образца с кварцевыми деталями дает возможность полностью избежать ошибки за счет изменения положения образца во время опыта, если опорные кварцевые поверхности будут плоскими и строго перпендикулярными оси трубки, а концы образца будут иметь радиус кривизны, равный половине длины образца.

Передача перемещения толкателя из герметичного объема к длиномеру происходит при помощи стальной иглы малого диаметра 2, которая может перемещаться внутри стальной трубки 3, герметично укрепленной в крышке 4. Зазор между иглой и стенками трубки заполнен вакуумной смазкой Рамзая. При диаметре иглы, равном 0,5 мм, перепад давления в 1 атм создает усилие на игле всего около 2 г. С другой стороны, сила трения при перемещении иглы равна 5 г, поэтому при избыточном давлении в установке до 2 атм выталкивания иглы не происходит. При опущенном штоке измерительного прибора ИЗВ-1 устройство может работать при более высоком давлении. Полное давление на образец складывается из давления измерительного штока длиномера, веса толкателя и давления иглы. Давление штока длиномера ИЗВ-1 регулируется в пределах 30—300 г. Обычно во время измерения это давление поддерживалось равным 60 г. Вес толкателя равен 8 г, а усилие со стороны иглы не превышает 7 г. Следовательно, давление на образец в основном определяется давлением штока 1 длиномера ИЗВ-1.

Нижняя часть металлической трубки 11 находится в печи. Нами использовалась вакуумная электропечь с графитовым трубчатым нагревателем длиной 550 мм и внутренним диаметром 20 мм. В изотермическом участке нагревателя был расположен образец. Для получения более равномерного температурного поля по длине образца на кварцевую трубку в месте расположения образца надевался медный выравнивающий температуру цилиндр длиной 140 мм. Как показали измерения, изменение температуры вдоль образца не превышало 0,1—0,2° С во всей области температур 100—1000° С. Чтобы сохранить герметичность соединения трубки 11 с печью и избежать передачи нежелательных усилий от печи 9 на штангу 6, они соединены сильфоном 8.

Исследование теплового расширения веществ проводилось в стационарном режиме. Температура образца измерялась образцовой платина-платинородиевой термопарой второго разряда. Королек термопары крепился на исследуемом образце на расстоянии  $\frac{1}{3}$  от верхнего конца. Измерение э.д.с. термопары производилось потенциометром ПМС-48.

Начальная длина образца  $l_0$  при комнатной температуре измерялась микрометром с ценой деления 0,01 мм. В измеренное удлинение исследуемых образцов  $\Delta l$  вводилась поправка  $\Delta l_{\text{кв}}$  на расширение участка кварцевой трубки, равного по длине образцу. Для этого использовался средний коэффициент термического расширения плавленого кварца  $\alpha_{\text{кв}}$ , полученный осреднением результатов ряда исследований [6—11]. Отклонение результатов отдельных авторов относительно осредняющей кривой не превышает 6% во всем диапазоне температур от 100 до 1000° С. При анализе погрешностей эта цифра бралась как погрешность среднего коэффициента

термического расширения кварца. В случае исследования молибдена максимально возможная ошибка за счет незнания точного значения среднего коэффициента линейного расширения кварца составляет 25% от общей максимальной ошибки эксперимента при 300°С и 40% при 900°С.

В показания дилломера также вводилась поправка  $\Delta l_{\text{п}}$ , учитывавшая неидентичность температурного поля в кварцевой трубке, кварцевом толкателе и ножке. Эта поправка определялась опытным путем. С этой целью в установку вставлялся кварцевый образец и снимались показания прибора в зависимости от температуры. Эта кривая имела различный вид для раз-

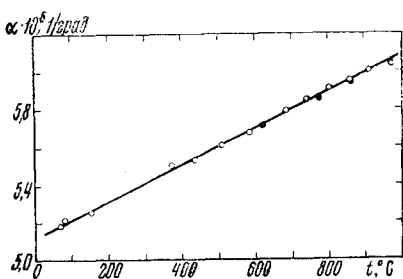


Рис. 2. Зависимость среднего коэффициента термического расширения молибдена от температуры

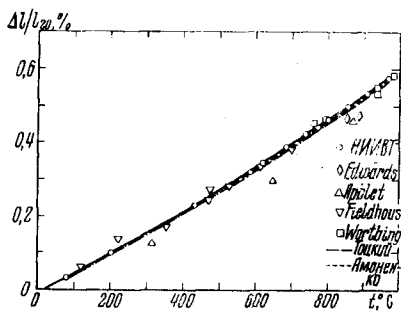


Рис. 3. Сравнение полученных результатов с данными других исследований

ных кварцевых трубок, поэтому необходима индивидуальная градуировка каждой трубки. Для одной и той же трубки эта кривая воспроизводилась с точностью  $\pm 0,4$  мк. Поправка на собственный ход дилатометра была невелика и не превышала 6 мк.

Следует заметить, что если температура иглы меняется на несколько градусов, то ее удлинение необходимо учитывать в измерениях в виде поправки  $\Delta l_{\text{п}}$ . Отличие начальной температуры образца от 20°С учитывалось поправкой  $\Delta l_3$ , которая находилась путем экстраполяции.

Расчет среднего коэффициента теплового расширения производился по формуле

$$\bar{\alpha} = \frac{\Delta l + \Delta l_{\text{п}} + \Delta l_{\text{к}} + \Delta l_3}{l_0(t - 20)} + \bar{\alpha}_{\text{кв}},$$

где  $t$ , °С — температура образца; остальные обозначения даны в тексте.

Основные погрешности измерения определяются следующими величинами: погрешность измерения температуры  $\pm 0,4$  град при 300°С и  $\pm 1$  град при 900°С; погрешность измерения удлинений дилломером ИЗВ-1  $\pm 0,2$  мк; погрешность за счет неточного знания  $\alpha$  кварца; погрешность определения поправок  $(\Delta l_{\text{п}} + \Delta l_{\text{к}} + \Delta l_3) \pm 0,5$  мк; погрешность измерения начальной длины образца  $\pm 0,01$  мм; погрешность за счет неустойчивости контактов  $\pm 0,3$  мк; погрешность за счет неравномерности температурного поля по длине образца  $\pm 0,1$  мк.

Проверка методики измерения и работы созданной экспериментальной установки была осуществлена путем измерения термического расширения достаточно хорошо изученных веществ — молибдена и нержавеющей стали 1Х18Н9Т. Исследования проводились как в вакууме, так и в атмосфере инертного газа в интервале температур 100—1000°С. На рис. 2 нанесены значения среднего коэффициента термического расширения молибдена, отсчитанные от 20°С (светлые кружки — точки, полученные при повышении температуры, черные — при снижении). Опытные данные получены на образце, изготовленном из литого молибдена, имеющего следующий химический состав: С — 0,003 вес.%; Zr — 0,005; Сг — 0,002; Мо — 99,99%. Экспериментальные точки хорошо ложатся на прямую, описываемую

уравнением

$$\alpha \cdot 10^6 = 5,145 + 0,9625 \cdot 10^{-3}(t - 20),$$

где

$$\bar{\alpha} = (l_t - l_{20}) / l_{20}(t - 20).$$

Разброс опытных точек по отношению к сглаживающей прямой не превышает 0,3%. Точность эксперимента меняется в зависимости от температуры. Для молибдена и веществ, имеющих близкий к нему коэффициент термического расширения, при температуре 300°С расчетная предельная случайная ошибка измерения оценивается в 2%, а при температуре 900°С — в 1%.

На рис. 3 приводится сравнение полученных результатов с имеющимися литературными данными по термическому расширению молибдена [12—16], где светлые кружки — наши опытные точки, через которые проведена сглаживающая кривая (сплошная линия). Полученные результаты согласуются с большинством из приведенных опытных данных в пределах 1—2%.

Авторы выражают благодарность Е. Е. Тоцкому за весьма полезные советы при выполнении этой работы.

Институт высоких температур  
Академии наук СССР

Поступила в редакцию  
27 XII 1966

#### ЛИТЕРАТУРА

1. F. Henning. Ann. Physik, **22**, 631, 1907.
2. Е. Е. Тоцкий. Теплофизика высоких температур, **2**, № 2, 205, 1964.
3. М. М. Кантор. Методы изучения превращения в сталях. Машгиз, 1950.
4. Б. Е. Неймарк. Теплоэнергетика, **3**, № 3, 1955.
5. И. Н. Кидин. Заводск. лаборатория, **23**, № 1, 48, 1957.
6. А. Н. Королева. Тр. ин-тов госкомитета стандартов, вып. 78 (138), **90**, 1965.
7. H. Moser. Temperature, its measurement and control in science and industry, v. 3, part 1, 167, 1963.
8. Y. B. Soudners. J. Res. Nat. Bur. Standards, **21**, 1, 1926.
9. W. Soudner, P. Hidnert. Sci. papers. Nat. Bur. Standards, **21**, 4, 1926.
10. Y. A. Beattie. Prov. Amer. trad. Arts. Sci., **74**, 371, 1941.
11. Y. Otto. Wissenschaftliche Abhandlungen der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt, **15**, Teil 2. 1963. Braunschweig, 1964.
12. J. W. Edwards. J. Appl. Phys., **22**, № 4, 424, 1951.
13. W. R. Applett. Trans. Amer. Soc. Metals, **46**, 200, 1952.
14. A. Goldsmith. Handbook of thermophysical properties of solid materials, 1. Pergamon Press, 1962.
15. В. М. Амоненко. Теплофизика высоких температур, **2**, № 1, 29, 1964.
16. A. G. Worthing. Phys. Rev., **28**, 198, 1926.