

Math-Net.Ru

Общероссийский математический портал

Э. Э. Шпильрайн, К. А. Якимович, Экспериментальная установка для исследования плотности жидких металлов, *ТВТ*, 1963, том 1, выпуск 2, 173–176

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: 44.210.149.218

9 ноября 2024 г., 19:30:52



ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ УСТАНОВКА ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ПЛОТНОСТИ ЖИДКИХ МЕТАЛЛОВ

Э. Э. Шпильрайн, К. А. Якимович

Рассматривается новая методика исследования плотности жидких металлов при высоких температурах на основе метода пикнометра и дается описание экспериментальной установки. Пикнометр изготавливается в виде ампулы с длинным капилляром. Исследуемый металл из ампулы, размещенной в высокотемпературной печи и подвешиваемой на длинной нити к аналитическим весам, в процессе нагрева вытекает вниз через капилляр, температура которого поддерживается несколько выше температуры плавления исследуемого металла. Метод свободен от недостатков, присущих методу дилатометрическому и методу гидростатического взвешивания, — влияния капиллярных сил и конденсации паров исследуемого металла на нитях подвеса. Установка позволяет получить экспериментальные данные до температуры 1500° С с погрешностью $\pm 0,2\%$.

Определение плотности жидких металлов при высоких температурах представляет значительные методические трудности. Как правило, эти исследования проводятся методом гидростатического взвешивания [1]. Этим методом, например, определены плотности таких расплавленных металлов, как медь, натрий, калий, индий, рублидий и др. [2—8]. Температуры опыта в некоторых из этих исследований достигали величины 2500°К. Однако при исследовании металлов, обладающих значительным давлением паров, метод гидростатического взвешивания обнаруживает существенный недостаток: с открытой поверхности металл испаряется и конденсируется на подвесе, что может исказить результаты измерений. Кроме того, большая величина поверхностного натяжения металлов может приводить к ошибкам из-за действия капиллярных сил на границе между подвесом и поверхностью металла.

Дилатометрический метод, использованный, например, при определении коэффициента расширения жидкого натрия и других щелочных металлов, описанный в работе [5], также не свободен от недостатков, связанных с испарением металла и с капиллярными явлениями.

Из прямых методов определения плотности жидких металлов большой интерес представляет метод пикнометра. Однако оформление этого метода для высоких температур требует принятия ряда мер, которые бы обеспечили надежное и полное заполнение пикнометра при одновременном исключении испарения.

В настоящей статье рассматривается новый вариант пикнометрического метода для определения плотности жидких металлов при высоких температурах и дается описание соответствующей экспериментальной установки.

Как известно, существо метода пикнометра состоит в том, что исследуемую жидкость помещают в сосуд с известным и точно фиксированным объемом. Взвешивание заполненного и пустого пикнометра позволяет найти вес жидкости и тем самым вычислить ее плотность.

В нашем методе собственно пикнометр изготовлен в виде ампулы с двумя крышками — одна из них глухая, а другая имеет длинный капилляр. Внутренний объем ампулы составляет величину порядка 20 см³. Ампулу заполняют исследуемым веществом, подвешивают на длин-

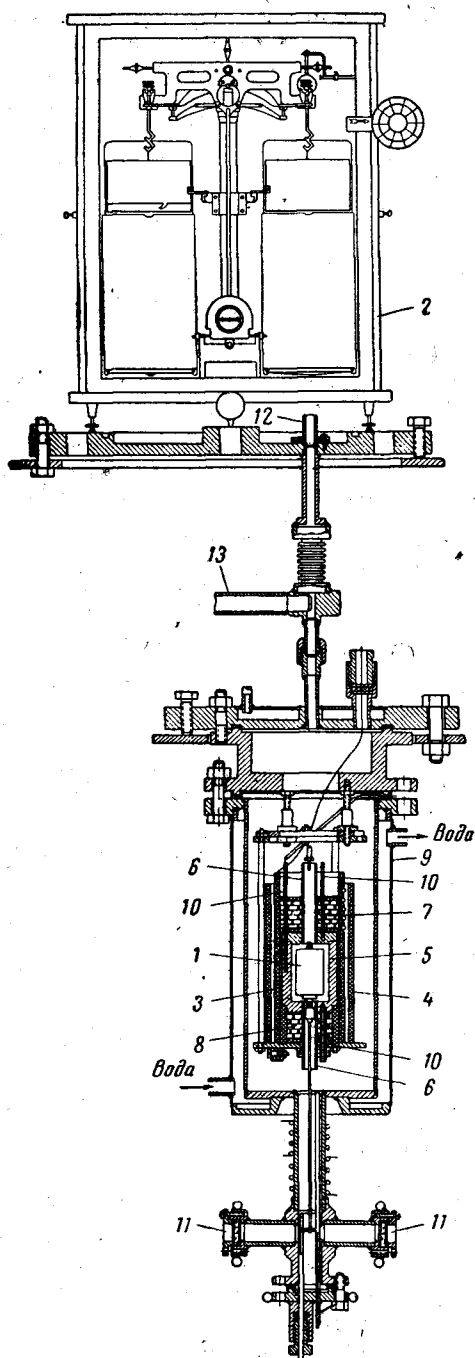


Рис. 1. Экспериментальная установка для исследования плотности жидких металлов

материала ампулы в интервале температур $(0 - t)^\circ\text{C}$.

Естественно, что при получении окончательного результата должны быть учтены все необходимые поправки (на выталкивающую силу газа, балластный объем капилляра и пр.).

Общий вид экспериментальной установки, созданной для работы до температуры $\approx 1500^\circ\text{C}$, представлен на рис. 1.

ной и тонкой нити за глухую крышку к аналитическим весам (так что открытый конец капилляра оказывается внизу) и помещают в печь, где ампула нагревается до необходимой температуры. При этом выходное отверстие капилляра выводится в зону сравнительно низких температур, лишь немногим превышающих температуру плавления исследуемого металла. Тем самым практически исключается испарение металла.

Объем пикнометра складывается из объема ампулы и капилляра и ограничен обрезом открытого конца капилляра. При нагревании жидкость вытекает из капилляра в виде капель того или иного размера. Перед взвешиванием, когда достигнута требуемая температура, каплю удаляют с конца капилляра специальным газовым отсекателем.

Таким образом, для определения при заданной температуре плотности исследуемого металла по принятой методике необходимо знать: 1) массу металла в ампуле в исходном состоянии, измеряемую обычным взвешиванием при заполнении; 2) массу вытекшего металла при нагреве, измеряемую взвешиванием в процессе эксперимента, и 3) внутренний объем ампулы, найденный предварительной тарировкой с учетом термического расширения.

Расчетная формула имеет вид:

$$\rho_t = \frac{m_a - \Delta m_t}{V_0(1 + \beta t)}$$

где t — температура опыта; ρ_t — плотность исследуемого металла при этой температуре; m_a — исходная масса металла в собственно ампуле; Δm_t — масса металла, вытекшего из ампулы при нагреве ампулы до температуры t ; V_0 — внутренний объем ампулы при температуре 0°C ; β — средний коэффициент объемного расширения ма-

Ампула 1 подвешивается на молибденовой проволоке диаметром 0,1 мм к аналитическим весам 2. Печь для нагрева ампулы изготовлена в виде полого алундового цилиндра 3, на котором бифилярно намотана спираль из молибденовой проволоки диаметром 0,5 мм. Снаружи печи размещается изолирующий цилиндр из алунда 4. Ампула подвешена внутри толстостенного молибденового блока 5, выполняющего функцию изотермической оболочки. В крышке и дне блока имеются трубки 6, через которые выводят нить подвеса и капилляр. Для создания изотермического поля температур предусмотрены торцевые нагреватели 7 и 8. На наружной поверхности нижнего патрубка корпуса установки размещается дополнительно двухсекционный нихромовый нагреватель, регулирующий температуру капилляра. Водяная рубашка 9 охлаждает корпус установки.

Температура ампулы определяется по показаниям трех платинородий-платиновых термопар 1-го разряда 10, которые закладываются в каналы, просверленные в торцах и в боковой стенке молибденового блока.

Для получения заданного температурного режима достаточно добиться равенства показаний трех термопар и темпа роста температур не выше 0,005 град/сек. Расчеты, проведенные по методике [9], показывают, что в этом случае температура ампулы может отставать от температуры изотермического блока не больше чем на 0,05 град.

Для контроля температуры вдоль капилляра внутри патрубка размещены три хромель-алюмелевые термопары.

В нижней части патрубка имеются два расположенных друг против друга охлаждаемых смотровых окна 11. Через одно окно осуществляется подсветка, через другое производится наблюдение за концом капилляра, из которого вытекает исследуемый металл.

Следует специально остановиться на вопросе удаления капли с конца капилляра. Дело в том, что, как показал опыт, момент самостоятельного отрыва капли от капилляра не всегда совпадает с моментом установления температурного режима ампулы, поэтому экспериментатор не может зафиксировать температуру опыта, соответствующую измеренной массе пикнометра. Этот эффект оказывается особенно существенно в случае недостаточной чистоты инертного газа, заполняющего установку (так как при этом может образоваться поверхностная пленка, затрудняющая отрыв капли от капилляра), и в случаях, когда исследуемый металл имеет малый удельный вес и сравнительно большую величину поверхностного натяжения.

Указанное обстоятельство заставило нас разработать специальное устройство, которое позволяет в любой необходимый момент удалять капли вытекшего из капилляра металла. Конструкция устройства — газового отсекателя (рис. 2) — достаточно проста: имеется кольцевой металлический коллектор с поперечным сечением в виде треугольника, обращенного вершиной к центру кольца. По оси кольца проходит капилляр. В нижней стенке треугольника по всей окружности просверлены отверстия. К кольцу по образующей подходит металлическая трубка, через которую в коллектор подводится инертный газ. Трубка при помощи сальникового затвора крепится в нижнем фланце патрубка. Коллектор укрепляется на такой высоте, чтобы струя газа, выходящего из отверстий, попадала на кромку выходного отверстия капилляра. В случае необходимости удалить каплю с капилляра в коллектор из баллона с избыточным давлением 2—2,5 кг/см² подается импульс газа. Вытекающая из коллектора струя надежно срывает каплю.

Порядок проведения эксперимента следующий. Ампула подвешивается

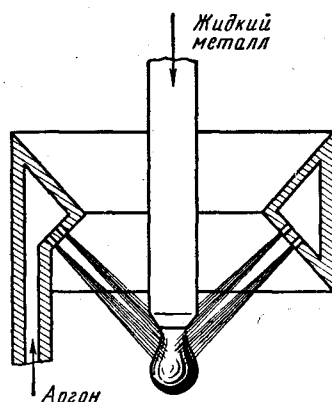


Рис. 2. Газовый отсекатель

к весам и центрируется в блоке. Отверстие, через которое выходит к весам нить подвеса (рис. 1), снабженное коротким резиновым патрубком 12, перекрывается, зажимая патрубок струбциной. Установка вакуумируется и промывается несколько раз аргоном. После этого установку окончательно заполняют аргоном, струбцину снимают и оставляют небольшой проток газа через установку.

Газ подается через боковой патрубок 13 в верхней части установки и выходит через верхнее отверстие, предотвращая попадание атмосферного воздуха в установку. Таким образом, основная часть установки вместе с печью и ампулой находится в зоне застойного инертного газа. Давление газа в установке всегда должно быть выше давления насыщенных паров исследуемого металла при температуре опыта. Расход газа контролируется по водяному дифманометру, на котором поддерживается постоянный перепад 2–4 мм вод. ст.

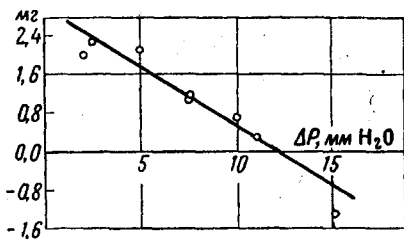


Рис. 3. Влияние расхода газа на показания весов

На рис. 3 графически представлена зависимость показаний весов G (с подвешенной к весам ампулой) от перепада на дифманометре Δp . Угловой коэффициент равен $0,25 \text{ мг/мм вод. ст.}$ Отсюда можно заключить, что в пределах указанной выше величины перепада расход газа не оказывает ощутимого влияния на точность взвешивания.

Заполнение ампулы можно производить по-разному, в зависимости от рода исследуемого металла; однако обязательно предварительное вакуумирование ампулы. Конструкция одной из крышек должна предусматривать возможность подсоединения ампулы к заполнительному устройству. После заполнения ампулы отверстие в крышке заваривают или закрывают специальной заглушкой.

Оценка точности наших измерений показала, что относительная погрешность результатов, получаемых на данной установке, составляет примерно $\pm 0,2\%$. Основной вклад ($\approx 0,12\%$) в эту величину вносит погрешность, связанная с неточностью используемых при расчетах коэффициентов термического расширения материала ампулы. Эта погрешность для материалов типа нержавеющей стали или молибдена составляет, по литературным данным [10, 11], в среднем 1,2 — 2%.

Результаты исследования плотности одного из щелочных металлов подтвердили сделанные оценки.

Научно-исследовательский институт
высоких температур

Поступила в редакцию
28 VI 1963

ЛИТЕРАТУРА

1. В. А. Киррилдин, А. Е. Шейндлин, Исследования термодинамических свойств веществ. ГЭИ, 1963.
2. J. A. Cahill, A. D. Kirshenbaum, J. Phys. Chem., 66, № 6, 1080, 1962.
3. M. E. Ripsk, Compt. rend. Acad. sci., 189, 39, 1929.
4. И. И. Новиков, В. А. Груздев и др., Атомная энергия, № 4, 92, 1956.
5. Н. А. Никольский и др., Теплоэнергетика, № 2, 1959.
6. P. J. Gonigal, J. A. Cahill, A. D. Kirshenbaum, J. Inorg. and Nucl. Chem., 24, dec., 1012, 1962.
7. S. Cohen, Nucl. Sci. and Engineer, 2, № 4, 530, 1957.
8. P. J. Gonigal, A. D. Kirshenbaum, A. V. Grosse, J. Phys. Chem., 66, № 4, 737, 1962.
9. Г. Н. Кондратьев, Тепловые измерения. Машгиз, 1957.
10. Д. Л. Тимрот, Е. Е. Тоцкий, Экспериментальное исследование термического расширения металлов и сплавов. Отчет МЭИ, декабрь 1960 г. Регистр. № 23380 от 19. V. 1961 г. в Комитете по делам изобретений и открытий при Совете Министров СССР.
11. Теплофизические свойства веществ. Справочник под ред. Н. Б. Варгафтика, ГЭИ, 1956.