

Методы заполнения ампул высокотемпературных реперных точек на основе эвтектических сплавов

Ю. А. Сильд

Всероссийский научно-исследовательский институт им. Д. И. Менделеева С.-Петербург, Россия, e-mail: Y.A.Sild@vniim.ru

Приведены результаты исследований характеристик фазовых переходов эвтектических сплавов металл—углерод, которые, в частности, зависят от качества заполнения ампулы. Выделены три основных метода заполнения: традиционный, капельный и финишной заплавки. Во ВНИИМ реализованы все три метода заполнения. Испытания показали, что ампулы, заполненные по методу финишной заплавки, имеют лучшие характеристики по сравнению с ранее разработанными.

Ключевые слова: температурная шкала, температурные реперные точки, эвтектические сплавы.

The results of studies of characteristics of phase transitions of «metal-carbon» eutectic alloys depending, in particular, on quality of cell filling are presented. The three basic methods of cells filling are sorted out: traditional method, drop method and finishing seal method. In VNIIM all three filling methods were realized. The tests have shown that cells filled by finishing seal method have better characteristics comparing with previously developed.

Key words: temperature scale, temperature fixed points, eutectic alloys.

Создание высокотемпературных реперных точек на основе эвтектических сплавов — весьма перспективное направление развития эталонных средств измерений в области неконтактной термометрии. Имеются существенные предпосылки, что в дальнейшем реперные точки типа металл — углерод смогут играть важную роль эталонных источников излучения для передачи единицы температуры. При этом ожидается, что температурная шкала, использующая такие реперные точки и интерполяцию между ними, будет реализована с меньшей неопределенностью.

В последнее десятилетие по рекомендации Консультативного комитета по термометрии Международного комитета мер и весов (ККТ МКМВ) национальные метрологические институты проводили исследования фазовых переходов высокотемпературных эвтектических сплавов металл — углерод с целью оценки возможности их использования в качестве реперных точек температурной шкалы [1]. В ходе этих исследований разработаны и изучены девять реперных точек на основе эвтектических сплавов металл — углерод и пять на основе перитектических сплавов карбид металла — углерод [2].

К настоящему времени наиболее интенсивно такие работы проводились в рамках программы iMERA [3] региональной метрологической организации EURAMET с участием национальных метрологических институтов, других региональных организаций, в том числе ВНИИМ.

Проведенные исследования показали, что значение температуры и другие характеристики фазовых переходов эвтектических сплавов металл — углерод, определяющие точность и удобство воспроизведения температуры, в значительной мере зависят как от характеристик применяемых печей и конструкции используемых ампул высокотемпера-

турных реперных точек, так и от методики их реализации. За прошедшее время конструкции ампул, служащих для осуществления фазовых переходов эвтектических сплавов, претерпевали серьезные изменения.

Первоначально во ВНИИМ применяли ампулы, конструкция которых была немного усовершенствована по сравнению с ампулами, применяемыми для чистых металлов, а именно: немного утолщены стенки корпуса тигля и крепления пальца [4]. В дальнейшем по мере накопления информации и опыта, а также в ходе двусторонних сличений с национальным метрологическим институтом Франции LNE-INM/CNAM и выполнения требований, предъявляемых к этим ампулам, конструкция ампул изменилась [5]. Для защиты от преждевременного разрушения внешней графитовой стенки ампулы был использован защитный цилиндр и исключено резьбовое соединение пальца с корпусом тигля, что устранило протекание ампулы в ее передней части.

В 2011 г. конструкцию ампул привели в соответствие с требованиями, предъявляемыми к ампулам при международных сличениях, которые проводятся согласно Плану исследований высокотемпературных реперных точек Рабочей группы 5 ККТ МКМВ (CCT-WG5 WP2 HTFP Research Plan) [6]. В этой связи в конструкции были уменьшены внешний диаметр тигля и геометрические размеры его полости. Кроме того, для снижения риска преждевременного разрушения внутри тигля помещены чехол из графитовой ткани («C/C-sheet») и защитный цилиндр. Таким образом, слиток металл — углерод не контактирует со стенками тигля. Для защиты крышки ампулы и дна тигля также может использоваться подобная прослойка из графитовой ткани. На рис. 1 схематично представлена конструкция ампулы, применяемой при международных сличениях.

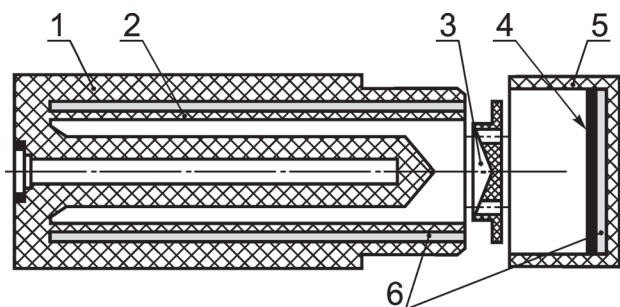


Рис. 1. Конструкция ампулы, применяемой при международных сличениях в соответствии с CCT-WG5 WP2 HTFP Research Plan:

1 — корпус тигля с пальцем; 2 — защитный цилиндр; 3 — поршень; 4 — предохранительный диск; 5 — крышка ампулы; 6 — графитовая ткань

Как показали результаты исследований ампул с различными эвтектическими сплавами, характеристики реализации температуры фазового перехода зависят от качества заполнения ампулы. В частности, сличения высокотемпературных реперных точек на основе эвтектик между ВНИИМ и LNE-INM/CNAM отличались очень хорошей согласованностью средних значений температуры плавления (разброс для эвтектик Co—C и Pt—C в пределах 0,03 — 0,2 °C) [7, 8]. Несколько большие расхождения, получившиеся для эвтектики Re—C (около 0,7 °C) при высокой температуре (температура плавления 2474 °C), можно объяснить, в частности, наличием каверн в рабочем пространстве ампулы, что, в свою очередь, обусловлено не совсем удачным заполнением тигля и обнаружилось при просвечивании ампул рентгеновским излучением [8].

Методы заполнения ампул высокотемпературных реперных точек на основе эвтектических сплавов можно условно разделить на традиционный, капельный и финишной заправки. Последний из перечисленных методов не является в полной мере независимым, он применим как дополнение к двум другим указанным методам на заключительной стадии заполнения, однако из-за сложности реализации он вынесен отдельно и рассматривается как независимый.

Традиционно тигли заполняют исходной смесью высокочистого металла с графитом в среде аргона. После заполнения тигель нагревают в печи до расплавления смеси; затем, когда печь остынет, в тигель досыпают исходную смесь и повторяют эти процедуры до тех пор, пока тигель не заполнится доверху [5, 9, 10]. Для полного заполнения тигля обычно требуется от 14 до 21 цикла заправки. Иногда для уменьшения количества циклов исходную смесь предварительно спекают. Небольшую вариацию в этот метод вносит применение удлиняющей насадки на тигель — расширительного цилиндра.

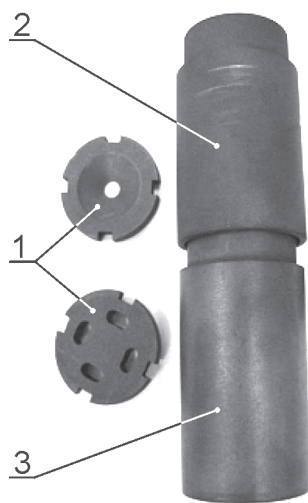


Рис. 2. Капельное устройство, применяемое во ВНИИМ:

1 — форсунки; 2 — расширительный цилиндр; 3 — тигель

Это позволяет значительно снизить количество циклов заправки.

Основной недостаток традиционного метода связан с образованием каверн в эвтектическом слитке вследствие сплавления металла с графитовыми стенками, а не только с графитовым порошком. Это вызывает прилипание металла к стенкам защитного цилиндра или канала, что, в свою очередь, может приводить к их преждевременному истончению. Кроме того, каверны могут возникать из-за оседания избыточного графитового порошка, который не сплавился с металлом. Еще один недостаток метода — возможное образование пустого пространства у крышки тигля.

Для устранения паразитного прилипания и более равномерного заполнения тигля смесью металл — углерод во ВНИИМ и во ВНИИОФИ применяют капельный метод [11]. Сущность его состоит в том, что исходную смесь помещают в расширительный цилиндр, имеющий на одном из торцов одно или несколько отверстий (форсунок). Отверстия расположены так, чтобы в вертикальном положении тигля расплавленная эвтектика капала через них и равномерно заполняла полость между пальцем тигля и защитным цилиндром. Таким образом, снижается вероятность возникновения каверн в рабочем объеме ампулы. На рис. 2 приведена фотография устройства для реализации капельного метода, применяемого во ВНИИМ.

Следует заметить, что данный метод не снимает проблемы свободного пространства под крышкой тигля, а заранее определить точное количество смеси, требуемое для полного заполнения тигля, весьма сложно. Удаление излишка эвтектики механическим путем создает риск загрязнения или поломки ампулы.

Для решения задачи полного заполнения тигля в [12, 13] описано устройство для реализации метода финишной заправки, которое позволяет полностью заполнить рабочее пространство эвтектикой и удалить появившиеся каверны по всей полости тигля. Устройство, применяемое в LNE-INM/CNAM, усовершенствовано во ВНИИОФИ. Разработанная конструкция состоит из поршня, направляющего цилиндра и штока [14]. В собранном виде устройство располагают на верхней части тигля, предварительно доверху заполненного расплавленной смесью с небольшим избытком в центральной части, и помещают в печь. При надавливании на шток поршень формирует плотное однородное заполнение внутреннего пространства. Избыток сплава выделяется через отверстие в поршне. В дальнейшем хвостовик поршня с избыточным материалом отрезается. В зависимости от конструкции тигля на обрезанный поршень может накладываться кружок из графитового войлока (или графитовой ткани). Заполненный тигель затем закрывается крышкой, и процедура заправки ампулы, таким образом, завершается.

Описанный метод с несущественными вариациями успешно использовался в ряде национальных институтов [15].

Во ВНИИМ подобный метод реализован при помощи схожего устройства, схема и фотография которого изображены на рис. 3. В данном случае дополнительно к поршню применен еще один элемент — картридж. Процедура финишной заправки проводится аналогично предыдущей: под давлением на плунжер, жестко соединенный со штоком, поршень при расплаве слитка погружается в тигель на заданную глубину и формирует необходимый объем. В картридж, навинченный на торец штока, выдавливается избыток расплава.

Кроме того, в завершающей стадии заправки картридж выполняет роль клапана, перекрывающего отверстия пистона. Для этого потребовалось внести изменение в конструкцию ампул: чтобы пистон не поворачивался вокруг оси, на корпусе тигля предусмотрены технологические выступы, которые удаляются после проведения всех процедур. Затем на вплавленный пистон накладываются предохранительные диски из графита и графитовой ткани, а на тигель надевается крышка ампулы. В результате ампула оказывается полностью заполненной требуемым составом для получения искомой эвтектики металл — углерод.

Метод был проверен при заполнении двух ампул реперных точек на основе эвтектик Co—C и Re—C . Предварительные испытания этих ампул показали лучшие результаты по сравнению с результатами испытаний предыдущих ампул ВНИИМ.

Разработанные и заполненные подобным образом ампулы в соответствии с протоколом [6] были направлены координаторам работ по международным сличениям эвтектических реперных точек температуры. По полученным данным о результатах исследований реперных точек на основе эвтектических сплавов, выполненных в рамках международных сличений [6], можно судить, что метрологические характеристики заполненных ампул новой конструкции, созданных во ВНИИМ, превосходят характеристики ранее разработанных ампул и не уступают характеристикам аналогичных изделий ведущих национальных метрологических институтов мира.

Л и т е р а т у р а

1. **Recommendation T2** (2005) to the CIPM. [Официальный сайт BIPM, CCT]. http://www.bipm.org/cc/CCT/Allowed/23/CCT_05_31.pdf.
2. **Woolliams E. R. e.a.** Metal (carbide)-carbon eutectics for thermometry and radiometry: a review of the first seven years // *Metrologia*. 2006. V. 43. R11—R25.
3. **IMERA** Description of Work (Dec. 2007 v5.0). [Официальный сайт EURAMET]. <http://www.euramet.org/index.php?id=documents>.
4. **Сильд Ю. А. и др.** Исследование нового излучателя ВНИИМ для метрологического обеспечения радиационной термометрии // *Приборы*. 2008. № 10. С. 46—52.
5. **Сильд Ю. А., Матвеев М. С., Походун А. И.** Реализация высокотемпературной реперной точки на основе эвтектического сплава Pt—C // *Приборы*. 2007. № 7. С. 53—59.
6. **Machin G., Yamada Y., Bloembergen P.** M(C)-C eutectic research plan — the next steps. [Официальный сайт BIPM, CCT]. <http://www.bipm.org/wg/CCT/CCTWG5/Allowed/Miscellaneous/CCT-WG5-docs-01.pdf>.
7. **Matveyev M. S. e.a.** Experience of Construction and Study of Pt-C Eutectic in VNIIM and Cooperation with LNE-INM // *Int. J. Thermophys.* 2009. V. 30. P. 47—58.
8. **Sadli M. e.a.** Comparison of Pyrometric Co-C and Re-C Eutectic-Point Cells between LNE-Cnam and VNIIM // *Int. J. Thermophys.* 2011. V. 32. P. 1—14.

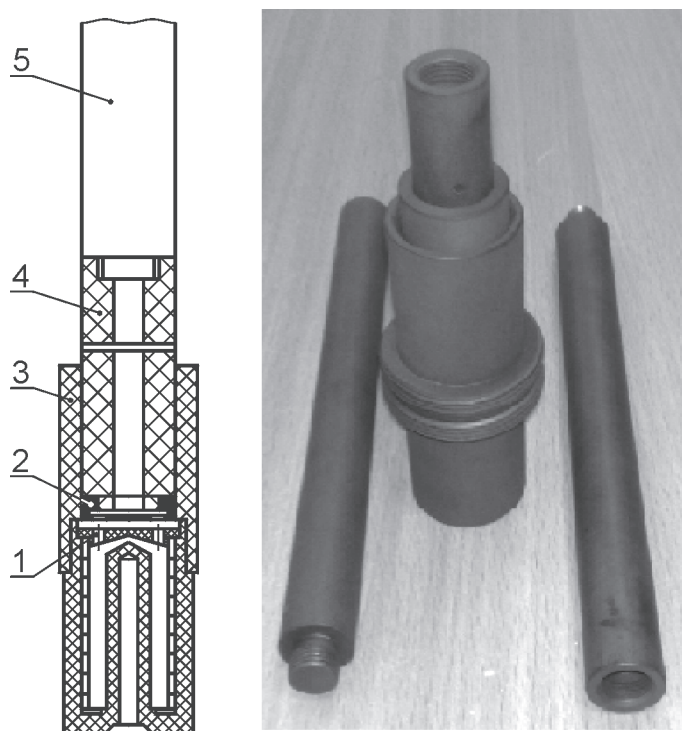


Рис. 3. Устройство для реализации метода финишной заправки:
1 — пистон; 2 — картридж; 3 — направляющий цилиндр; 4 — шток;
5 — плунжер

9. **Yamada Y., Bloembergen P.** On the properties of hyper-eutectic metal-carbon fixed points // *AIST BULLETIN of metrology*. 2006. V. 5. Pt. 3. P. 157—162.
10. **Sadli M., Fanjeaux M., Bonnier G.** Construction and implementation of a set of metal-carbon eutectic fixed points // *Temperature: its Measurement and Control in Science and Industry*. 2003. V. 7. P. 267—272.
11. **Khlevnoy B., Grigoryeva I., Ibragimov N.** New method of Filling of HTFP cells // *High Temperature Fixed Points Solutions for Research and Industry (HTFP 2008)*: Int. Workshop, KRISS. Daejeon: Korea. 2008. P. 16.
12. **Bourson F. e.a.** Development around the Co-C eutectic point at LNE-INM/Cnam // *Acta Metrologica Sinica*. 2008. V. 29. N 4A.
13. **Sadli M. e.a.** Collaboration Between UME and LNE-INM on Co-C Eutectic Fixed-Point Construction and Characterization // *Int. J. Thermophys.* 2009. V. 30. P. 36—46.
14. **Khlevnoy B. B., Grigoryeva I. A., Ibragimov N. A.** New Method of Filling of High-Temperature Fixed-Point Cells Based on Metal-Carbon Eutectics/Peritectics // *Int. J. Thermophys.* 2011. V. 32. P. 7—8.
15. **Yamada Y., Wang Y.** Long-Term Stability of Metal-Carbon Eutectic Fixed-Point Cells // *Acta Metrologica Sinica*. 2008. V. 29. N 5A. P. 46—51.

Дата принятия 25.05.2012 г.