

Государственный эталон единицы ТКЛР и поверочная схема обеспечат единство измерений и повысят качество метрологического обслуживания в области дилатометрии в различных отраслях промышленности в широком диапазоне температуры.

Л и т е р а т у р а

1. Аматуни А. Н., Малютина Т. И., Шевченко Е. Б., Компан Т. А., Коренев А. С. Государственные первичный эталон и поверочная схема для средств измерений ТКЛР твердых тел в диапазоне температур 90—1800 // Измерительная техника. 1986. № 9. С. 34—35.
2. Компан Т. А., Коренев А. С., Лукин А. С. Автоматизированная система дилатометрических измерений с многопараметрической обработкой интерференционной картины // Измерительная техника. 2001. № 6. С. 31—35.
3. Компан Т. А., Коренев А. С., Лукин А. С. Контроль погрешности и обеспечение достоверности результатов измерения фазового сдвига в интерференционном дилатометре // Измерительная техника. 2007. № 4. С. 18—22.
4. Походун А. И., Компан Т. А., Соколов Н. А., Герасимов С. Ф., Матвеев М. С., Никоненко В. А., Коренев А. С., Чурилина Н. В. Модернизированные государственные первичные эталоны единиц теплофизических величин // Измерительная техника. 2009. № 8. С. 55—59.

5. ГОСТ 8.018—2007. ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений температурного коэффициента линейного расширения твердых тел в диапазоне температуры от 90 до 1800 К.

6. Аматуни А. Н. Методы и приборы для определения температурных коэффициентов линейного расширения материалов. М.: Издательство стандартов, 1972.

7. Rothrock B. D., Kirby R. K. An Apparatus for Measuring thermal Expansion at Elevated Temperatures // J. Res. NBS, Engin. Instr., 1967. V. 71. P. 85—91.

8. Otto J., Thomas W. Die thermische Ausdehnung von Quarzglas im Temperaturbereich von 0 bis 1060 °C // Z. Phys. 1963. B. 175. S. 337—344.

9. Oishi I., Kimura T. Thermal Expansion of Fused Quartz // Metrologia. 1969. N 5. P. 50—55.

10. Компан Т. А., Кондратьев С. В., Коренев А. С., Пухов Н. Ф., Иночкин Ф. М., Круглов С. К., Бронштейн И. Г. Оптико-электронная измерительная система высокотемпературного дилатометра // Измерительная техника. 2015. № 12. С. 38—42.

11. Hahn T. A. Thermal expansion of single crystal sapphire from 293 to 2000 K. Standard reference material 732 // Thermal Expansion — 6: AIP. Conf. Proc. N. Y., London 1978. P. 191—201.

Дата принятия 29.06.2015 г.

681.2.08

Оптико-электронная измерительная система высокотемпературного дилатометра

И. Г. БРОНШТЕЙН¹, Ф. М. ИНОЧКИН², С. К. КРУГЛОВ², Т. А. КОМПА³,
С. В. КОНДРАТЬЕВ³, А. С. КОРЕНЕВ³, Н. Ф. ПУХОВ³

¹Санкт-Петербургский научно-исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики, С.-Петербург, Россия, e-mail: kb@jupiter.spb.ru

²Санкт-Петербургский политехнический университет, С.-Петербург, Россия

³Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева, С.-Петербург, Россия, e-mail: t.a.kompan@vniim.ru

Описана новая оптико-электронная измерительная система высокотемпературного дилатометра, позволяющая измерять тепловое расширение твердых образцов материалов в широком диапазоне температур 1000—3000 К. Предложена методика измерений удлинения образца с учетом коррекции параметров системы в процессе измерений. Получены экспериментальные результаты.

Ключевые слова: высокотемпературный дилатометр, оптико-электронная система, метод парной телемикрокопии, температурный коэффициент линейного расширения.

The new optoelectronic measuring system for high-temperature dilatometer to measure the thermal expansion of solid samples of materials within the wide temperature range 1000—3000 K is described. The new procedure of sample elongation measurement has been proposed with taking into account the system parameters correction during the measurement. The experimental results have been obtained.

Key words: high-temperature dilatometer, optoelectronic system, paired telemicroscopy method, thermal coefficient of linear expansion.

Оптические методы измерений теплового расширения твердых объектов применяют с середины XX в. Существуют прецизионные интерференционные дилатометры, постро-

енные по схеме Физо [1], Майкельсона [2], Фабри—Перо [3], поляризационные лазерные интерферометры [4], компарторные дилатометры для измерения теплового расширения

образцов больших размеров при высоких температурах [5–6]. В России созданы прецизионные автоматизированные дилатометры интерференционного типа, работающие в диапазоне температур 90–1800 К [7–9].

Расширение температурного диапазона измерений для интерференционного метода связано с трудностями, вызываемыми значительным повышением яркости свечения нагреваемого образца и снижением контраста интерференционной картины. Относительно недавно в мировой практике начали появляться новые решения для дилатометрических измерений, основанные на оптическом методе [10–12], однако они предполагают специальную обработку образцов и смену светофильтров во время измерений. Кроме того, максимальная температура, описываемая в указанных работах ограничена 1700, 1500 и 2900 К (соответственно номеру ссылки), а размер образца — полем зрения одной видеокамеры.

В настоящей статье описана новая оптико-электронная измерительная система для высокотемпературного дилатометра, созданного в 2010–2014 гг. во ВНИИМ им. Д. И. Менделеева в рамках программы по совершенствованию эталонной базы России и включенного в состав Государственного первичного эталона единицы температурного коэффициента линейного расширения ГЭТ 24–2014 [13]. Система служит для измерений теплового расширения твердых объектов (образцов) длиной до 100 мм методом парной телемикроскопии [6] в диапазоне температур 1000–3000 К. Измеряемый образец помещают в высокотемпературную печь дилатометра, а изменение его длины (удлинение) оценивается измерительной системой по смещению изображений краев или специально сформированных маркеров на образце. Маркеры или края образца должны располагаться на стандартизированных расстояниях 40 или 80 мм. В качестве маркера может быть сформировано сквозное отверстие, что позволяет измерять широкую гамму материалов (карбид тантала, двуокись циркония, вольфрам, молибден, углерод-углеродный композиционный материал, различные марки графитов и другие), не требуя сложной механической обработки.

Структурная схема рассматриваемой оптико-электронной измерительной системы состоит из двух параллельно направленных оптических каналов наблюдений, каждый из которых содержит объектив и устройство считывания изображений. Расстояние между оптическими каналами (база) подстраивается с помощью регулировочного механизма в соответствии с длиной образца (40 или 80 мм). Измерительная система располагается в непосредственной близости от печи дилатометра, поэтому под действием теплового излучения в процессе измерений могут быть деформированы элементы системы. Чтобы отслеживать такую деформацию, внутри системы помещен репер — пластина с маркерами, за которыми расположен отключаемый светодиодный источник подсветки. Изображение репера вводится в оптический канал с помощью зеркала и светоделителя (рис. 1). На изображениях каждого оптического канала находится пара маркеров репера для отслеживания изменения масштаба оптической системы канала и базы между каналами. Конструкцией предусмотрено расположение репера на максимальном удалении от источника тепла.

Изображения формируются специально спроектированным для измерительных целей объективом [14]. Оптическая система построена по принципу телеобъектива (коэф-

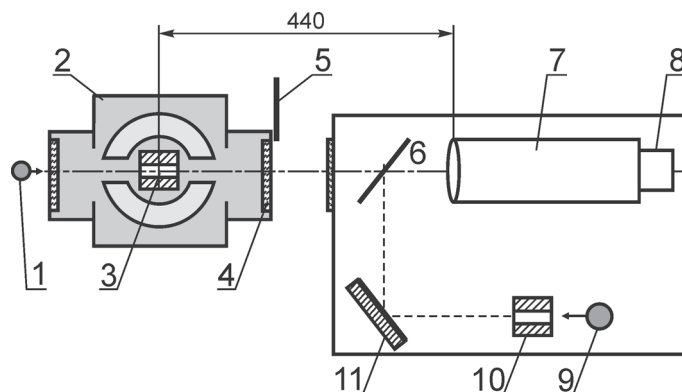


Рис. 1. Структура измерительной системы:

1, 9 — источники подсветки образца и репера; 2 — печь дилатометра; 3 — образец; 4, 5 — прозрачное стекло и металлический экран окна печи; 6 — светоделитель; 7 — объективы оптических каналов (2 шт.); 8 — устройства считывания изображения (2 шт.); 10 — репер; 11 — зеркало

фициент телеукорочения 0,8), что дает возможность снизить ее габаритные размеры и положительно сказывается на вибрационной устойчивости.

Измерения в диапазоне температур, недостаточно высоких для интенсивного свечения образца, а также калибровка системы осуществляются с включенным светодиодным источником подсветки, расположенным за образцом. Этот источник сконструирован так, чтобы создавать равномерное распределение яркости по поверхности и не вносить искажения в изображение маркера. Конструкция печи дилатометра предусматривает сквозное прохождение света от источника подсветки в апертуру объектива оптического канала.

Ключевым элементом системы является устройство считывания изображения, разработанное ЗАО «КБ Юпитер». Устройство построено на базе пятимегапиксельного матричного фотоприемника МТ9Р031.

Для передачи изображений и управления устройством применен интерфейс USB2.0, позволяющий подключать систему к любому компьютеру, оборудованному USB-портом. Отличительная особенность устройства — возможность повышения кадровой частоты за счет уменьшенного поля зрения. Передача полноформатных изображений (5 Мпикс) осуществляется в непрерывном режиме на кадровой частоте до 8 Гц. При считывании части изображения в 1/4 поля зрения, что соответствует изображению отверстия диаметром 1 мм, кадровая частота повышается с 8 до 100 Гц. Это дает возможность наблюдать такие процессы как атмосферная рефракция или вибрация образца.

Помимо временного и пространственного разрешений, разработанное устройство имеет широкий межкадровый динамический диапазон для наблюдений в заданном диапазоне температур (1300–3000 К). При меньших температурах используют источник подсветки образца.

Управление режимом работы каждого оптического канала проводят в реальном времени с помощью разработанного специализированного программного обеспечения, которое визуализирует, регистрирует и обрабатывает изображения. Регистрация изображений необходима для их последующей обработки вычислительно-трудоемкими алгоритмами. Изображения регистрируют в несжатом и необра-

ботанном виде синхронно с текущими параметрами работы фотоприемника (усиление, время накопления, область считывания и др.). При обработке записанных изображений в отдельной программе выполняется коррекция темного поля и неравномерности чувствительности на основании наиболее актуальных данных калибровки фотоприемника и зарегистрированных значений параметров.

Методика измерений включает начальную калибровку системы и итерационную процедуру измерения удлинения образца. Начальную калибровку проводят однократно — после установки системы и фиксации ее положения в пространстве относительно печи дилатометра. Процедуру измерения удлинения выполняют для ряда значений температур образца.

Начальная калибровка состоит из двух этапов: определение фактических масштабов оптических каналов и базы между ними; привязка полученных значений параметров системы к реперу.

На первом этапе на место измеряемого образца устанавливают калибровочную меру с маркерами, расположенными на известном расстоянии. При включенном источнике подсветки регистрируют изображения маркеров и вычисляют значения параметров системы на основании результатов обработки изображений и расстояний между маркерами калибровочной меры. Вследствие нагрева отдельных элементов конструкции в процессе измерений параметры системы отклоняются от начальных, для коррекции этого необходимо иметь точку отсчета — значения внутренних параметров, измеренных по изображениям репера. Поэтому на втором этапе начальной калибровки подряд регистрируют изображения калибровочной меры и репера.

Процедура измерения удлинения образца состоит из регистраций изображений образца, репера, их обработки и вычисления удлинения. Регистрацию изображений выполняют после стабилизации температуры образца. В процессе нагрева и стабилизации смотровое окно печи закрывают непрозрачным металлическим экраном, что предотвращает нагрев измерительной системы. Во время измерений экран открывают и регистрируют серию из 10—100 изображений образца. Вследствие длительной регистрации получают более точную оценку методами статистической обработки, но при этом происходит нагрев оптической системы. Отклонение ее параметров в результате нагрева ком-

пенсироваться внутренним репером, однако при чрезмерном нагреве системы эффективность его использования снижается. Для решения проблемы в программное обеспечение встроено средство контроля случайной погрешности: в процессе измерений координат маркеров проводят непрерывное усреднение полученных результатов и по выборке рассчитывают стандартную ошибку среднего значения. Оператор, контролируя эту величину, принимает решение о достаточности статистики и переходе к следующей точке измерений.

Обработку изображений и вычисление удлинения образца можно выполнять как в реальном времени (в процессе эксперимента), так и по зарегистрированным изображениям. Фактически, результат эксперимента — набор изображений, по которым с помощью методов цифровой обработки определяют координаты маркеров, выраженные в пикселях сетки фотоприемника (пиксельные координаты).

Введем обозначения для пиксельных координат маркеров репера в процессе измерений q_{ij} , где i — номер оптического канала (1 — левый, 2 — правый), j — номер маркера (1 — расположенный ближе к центру и 2 — ближе к краю репера). Аналогично обозначим пиксельные координаты маркеров, определяемые в процессе начальной калибровки: для калибровочной меры — c_{ij} , для репера — r_{ij} ; пиксельные координаты маркеров во время измерений для образца — m_i . Для удобства расчетов считаем, что начало отсчета пиксельных координат в каждом оптическом канале ведется от края изображения, находящегося ближе к центру образца. На рис. 2 показаны обозначения пиксельных координат маркеров совместно с реальными изображениями, полученными на оптико-электронной измерительной системе при температуре 3000 К. Обозначим также фактические расстояния между маркерами калибровочной меры — L_{k1} , L_{k2} , L_{k12} и репера — L_{p1} , L_{p2} , L_{p12} (см. рис. 2). Эти величины требуется измерить альтернативным способом.

Для выполнения расчета реальной длины образца по измеренным пиксельным координатам, введем систему координат. Начало отсчета расположим в середине участка калибровочной меры между внутренними краями изображений. Тогда координаты маркеров измеряемого образца выразим следующим образом:

$$x_1 = -(B_1 + m_1 S_1); \quad x_2 = B_2 + m_2 S_2, \quad (1)$$

где B_1 , B_2 — базы изображений соответственно для левого и правого оптических каналов; S_1 , S_2 — масштабы изображений. Физический смысл базы изображения — координата точки на измеряемом образце, соответствующей внутреннему краю изображения, т. е. началу отсчета пиксельных координат для данного оптического канала.

В процессе начальной калибровки программное обеспечение системы вычисляет начальные масштабы изображений для калибровочной меры (S_{ki}) и репера (S_{pi}), где i — номер оптического канала:

$$S_{ki} = L_{ki} / |c_{i1} - c_{i2}|; \quad S_{pi} = L_{pi} / |r_{i1} - r_{i2}|.$$

Положение и ориентацию системы регулируют при калибровке в пределах долей миллиметра таким образом, чтобы масштабы по реперу и образцу были приблизительно равны: $S_{ki} \approx S_{pi}$. Выполнение этого условия позволяет в процессе дальнейших измерений вносить поправки на отклонение параметров оптической системы от начальных.

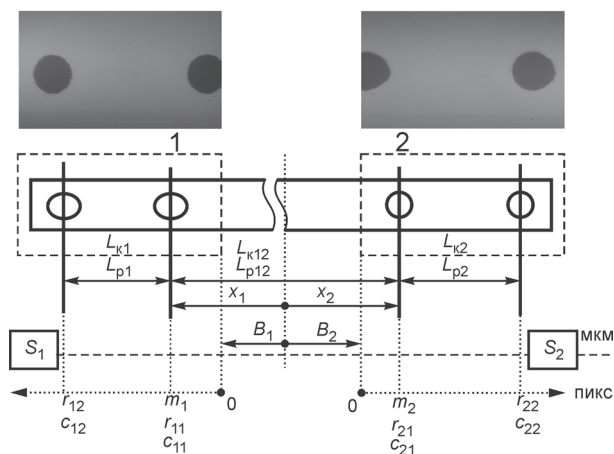


Рис. 2. Схема вычисления удлинения образца

Также в процессе начальной калибровки вычисляют значения начальной базы изображений для калибровочной меры (B_{ki}) и репера (B_{pi}):

$$B_{ki} = L_{k12}/2 - c_{i1}S_{ki}, \quad B_{pi} = L_{p12}/2 - r_{i1}S_{pi}$$

Поправка на изменение масштаба изображения во время измерений заключается в умножении его начального значения на корректирующий множитель

$$S_i = S_{ki} |q_{i1} - q_{i2}| / |r_{i1} - r_{i2}|,$$

а поправка на изменение базы — в добавлении к начальному значению корректирующего слагаемого

$$B_i = B_{ki} + (r_{i1}S_{pi} - q_{i1}L_{pi} / |q_{i1} - q_{i2}|).$$

Подставив в (1) полученные выражения для базы и масштаба, получим координаты маркеров в выбранной системе отсчета с учетом отклонения параметров оптической системы в процессе измерений.

Удлинение образца определяют по разности длин в данной паре измерений при температурах T_1, T_2 :

$$\Delta L = (x_2^{T_2} - x_2^{T_1}) + (x_1^{T_2} - x_1^{T_1}),$$

где $x_i^{T_i}$ — значение координат маркера x_i при температуре T_i , вычисленное по описанной выше методике.

Погрешность измерений удлинения. Результаты измерений искажаются из-за влияния ряда внешних и внутренних факторов: искажений изображений, вносимых объективом оптической системы и элементами печи дилатометра; погрешностей метода цифровой обработки изображений и калибровки; случайной погрешности выходного отсчета измерений. В таблице приведены значения погрешностей измерений удлинения в расчете на 100-градусный интервал температур (некоторые из них — в зависимости от температурного коэффициента линейного расширения α , выраженного в K^{-1}).

Погрешности измерений удлинения

Источник погрешности	Тип погрешности	Значение, мкм
Погрешность выходного отсчета	СКО	0,1
Метод обработки изображения	СКО	0,4
Изменение спектрального состава излучения	НСП	400α
Погрешность калибровки	НСП	1600α
Изменение показателя преломления атмосферы	НСП	0,03
Изменение кривизны поверхности смотрового окна	НСП	0,4
Суммарная погрешность измерения	СКО	0,4
	НСП	менее 0,5

СКО — среднее квадратическое отклонение, НСП — неисключенная систематическая погрешность.

К существенным искажениям, вносимым объективом оптической системы, относятся несимметричные aberrации (дисторсия, кома). Кроме того, поскольку нагретый до высоких температур образец излучает в широком диапазоне длин волн, существенным фактором являются хроматические aberrации. Для снижения погрешностей, вызванных несимметричными aberrациями, было проведено моделирование функции рассеяния точки объектива в зависимости от координат на поле зрения и вычислена соответствующая поправка измеряемых по изображению координат. Максимальное значение поправки составило 1,1 мкм (на краю поля зрения).

Для снижения хроматических aberrаций был спроектирован и изготовлен светофильтр, сужающий спектральный диапазон изображения до полосы в 50 нм с центральной длиной волны $\lambda_c = 625$ нм. Источник подсветки образца был изготовлен с учетом спектрального диапазона светофильтра на базе светодиодов с этой λ_c . Остаточное влияние хроматических aberrаций было промоделировано с учетом спектрального состава излучения для всего диапазона температур, соответствующее значение погрешности приведено в таблице.

Помимо объектива оптической системы в формировании изображения участвуют прозрачное окно и аргонная атмосфера внутри печи дилатометра. Для оценки погрешности измерений удлинения проведены расчеты изменения положения изображения, вызванного деформацией стекла окна печи из-за разницы температур его внутренней и внешней сторон. Также оценена зависимость погрешности от изменения показателя преломления атмосферы печи при нагреве.

Погрешность метода обработки изображений при использовании реализованных в программном обеспечении алгоритмов определяли в ходе специального эксперимента по многократному измерению длины образца при постоянной температуре и различных значениях базы между оптическими каналами.

Погрешность калибровки системы обусловлена погрешностью определения расстояний между маркерами калибровочной меры альтернативным методом. Приведенное в таблице значение 1600α рассчитано для погрешности 1 мкм, что вполне достижимо для метода оптической микроскопии.

Случайная погрешность выходного отсчета измерительной системы определяется конечным интервалом времени интегрирования отсчетов измерений по последовательности кадров. Каждое измерение подвержено случайным флуктуациям вследствие рефракции в конвекционных потоках атмосферы печи, дрожания образца, шумов устройства считывания. Так как при каждом измерении обрабатывается не одиночный кадр, а последовательность из 10—1000 кадров, оператор может оценить случайную погрешность усредненного выходного отсчета. Программное обеспечение выдает такую оценку в виде стандартной ошибки среднего значения по выборке координат маркеров.

Экспериментальные результаты были получены с помощью разработанной измерительной системы на образце графита марки ГИП-4. Измерения выполняли инфракрасным пирометром IS-12 MB35L (диапазон измерений 1000—3800 К) в соответствии с методикой, описанной в настоящей статье. Для выполнения измерений в объеме образца была сформирована модель абсолютно черного тела.

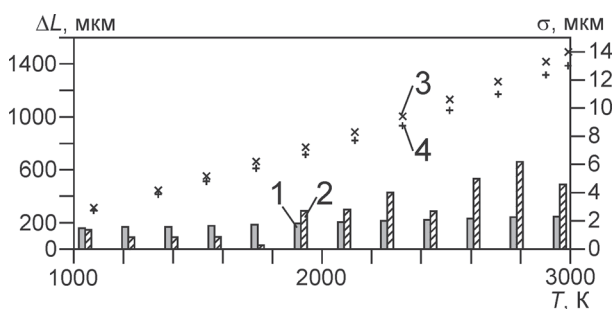


Рис. 3. Зависимость удлинения ΔL и погрешностей измерения образца графита ГИП-4 от температуры:

1, 2 относятся к НСП и СКО; 3, 4 — измерения ΔL , выполненные по внешним и внутренним маркерам, соответственно

Пиксельные координаты определяли методами и алгоритмами, реализованными в программном обеспечении системы: начальное значение пиксельных координат маркеров образца (отверстия, см. рис. 2) — методом центра тяжести, маркеров репера и калибровочной меры — методом максимума градиента, так как этими маркерами служат края образца. Корреляционным методом находили пиксельные координаты маркеров образца и репера для ряда температур по их смещению от начальных. Результаты измерений удлинения в зависимости от температуры образца (для внутренней и внешней пар маркеров) представлены на рис. 3. Также построена расчетная зависимость систематической погрешности (НСП) и случайной (СКО), последнюю оценивали по серии из четырех экспериментов. При повышении температуры случайная погрешность преобладает над систематической и даже превосходит расчетную. Вероятно, это связано с усилением влияния атмосферной рефракции при высоких температурах, что влечет необходимость дальнейшего увеличения времени накопления статистики для снижения случайной погрешности (с нескольких секунд до минут). В дальнейшем планируются длительные эксперименты по определению минимального значения случайной погрешности.

Заключение. Разработанная оптико-электронная измерительная система для высокотемпературного dilatометра позволяет измерять удлинения образцов твердых материалов в диапазоне температур 1000—3000 К. Для коррекции отклонения параметров системы под действием излучения конструкцией предусмотрен репер. Разработаны методика измерений и устройство ввода изображений на основе пятимегапиксельного фотоприемника, обеспечивающие высокую точность пространственных измерений и временное разрешение до 10 мс. Суммарная случайная погрешность в 100-градусном интервале температур составляет 0,4 мкм, некомпенсированная систематическая погрешность не превышает 0,5 мкм. В результате проведения эксперимента получают цифровые изображения, дополненные данными о режимах и параметрах устройства считывания, что позволяет обрабатывать эти изображения различными алгоритмами, реализованными в разработанном программном обеспечении системы.

Литература

1. **Аматуни А. Н.** Методы и приборы для определения температурных коэффициентов линейного расширения материалов. М.: Издательство стандартов, 1972.
2. **Droting W. R.** Development of a Laser Interferometric Dilatometer. [Электрон. ресурс] http://link.springer.com/chapter/10.1007/978-1-4684-8267-6_6 (дата обращения 01.03.2015 г.)
3. **Blankinship E. A., Guenther A. H.** An automated optical dilatometer for inhomogeneously expanding material // Proc. Conf. «Thermal Expansion — 1973». AIP. N. Y., 1974. N. 17. P. 167—176.
4. **Roberts R. B.** Absolute dilatometry using a polarization interferometer // J. Phys. E: Sci. Instrum. 1981. V. 14. N. 12. P. 1386—1388.
5. **James J. D., Spittle J. A., Brown S. G. R., Evans R. W.** A review of measurement techniques for the thermal expansion coefficient of metals and alloys at elevated temperatures // Meas. Sci. Technol. 2001. N. 12 P. 1—15.
6. **Cho Yen Ho, Taylor R. E.** Thermal expansion of solids. ASM International, 1998.
7. **Аматуни А. Н., Компан Т. А., Коренев А. С., Малютин Т. И., Ильин Г. Л.** Автоматические интерференционные dilatометры для диапазона температур 90—1500 К // Электронная техника. 1991. Сер. 8. Вып. 5(147). С. 16—18.
8. **Аматуни А. Н., Компан Т. А., Малютин Т. И., Романов В. Н., Шевченко Е. Б.** Создание комплекса эталонных средств измерений ТКЛР на основе применения ОКГ, автоматики и вычислительной техники // Метрология и точные измерения. 1981. № 12. С. 10—13.
9. **Компан Т. А., Коренев А. С., Лукин А. С.** Автоматизированная система dilatометрических измерений с многопараметрической обработкой интерференционной картины // Измерительная техника. 2001. № 6. С. 31—35.
10. **Grant B. M. B., Stone H. J., Withers P. J., Preuss M.** High-temperature strain field measurement using digital image correlation // J. Strain Anal. Eng. Des. 2009. V. 44. N. 4. P. 263—271.
11. **Bing Pan, Dafang Wu, Zhaoyang Wang, Yong Xia.** High-temperature digital image correlation method for full-field deformation measurement at 1200 °C // Meas. Sci. Technol. 2001. N. 22. P. 1—11.
12. **Xiang Guo, Jin Liang, Zhengzong Tang, Binggang Cao, Miao Yu.** High-temperature digital image correlation method for full-field deformation measurement captured with filters at 2600 °C using spraying to form speckle patterns // Opt. Eng. 2014. V. 53 N. 6. P. 063101.
13. **Компан Т. А., Кондратьев С. В., Коренев А. С., Пухов Н. Ф., Бронштейн И. Г., Иночкин Ф. М., Круглов С. К.** Расширение температурного диапазона Государственного первичного эталона единицы температурного коэффициента линейного расширения твердых тел // Измерительная техника. 2015. № 12. С. 34—38.
14. **Пат. 2263336 РФ.** Телеобъектив с вынесенным входным зрачком / И. Л. Анитропова-Лившиц, И. Г. Бронштейн // Изобретения. Полезные модели. 2005. № 30.

Дата принятия 19.06.2015 г.