

Измерения температурного коэффициента линейного расширения монокристаллического оксида алюминия

А. В. КОСТАНОВСКИЙ¹, Т. А. КОМПА², М. Е. КОСТАНОВСКАЯ¹,
В. М. КРЫМОВ³, М. Г. ЗЕОДИНОВ¹, А. А. ПРОНКИН¹

¹ Объединенный институт высоких температур РАН, Москва, Россия,
e-mail: Kostanovskiy@gmail.com

² Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии
им. Д. И. Менделеева, С.-Петербург, Россия

³ Физико-технический институт им. А. Ф. Иоффе РАН, С.-Петербург, Россия

Представлены результаты экспериментального исследования относительного удлинения образцов из монокристаллического оксида алюминия при циклических термических нагрузках в области температур 1200—1860 К.

Ключевые слова: относительное удлинение, температура отнесения, действительная температура.

The results of experimental study of aluminium oxide relative lengthening at cyclic thermal loadings in the range of temperatures 1200—1860 K are presented.

Key words: relative lengthening, temperature classification, true temperature.

В качестве эталонных мер температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР) используют образцы определенных размеров и формы, изготовленные из химически инертных, чистых, однородных материалов, которые не имеют фазовых переходов в исследуемом температурном диапазоне и не меняют необратимо своих свойств с течением времени или при изменении температуры. В процессе работы над созданием Государственного первичного эталона единицы температурного коэффициента линейного расширения твердых тел ГЭТ 24—2007 для диапазона $T = 1500 \dots 3000$ К стала актуальной задача поиска новых методов измерений относительного удлинения (ОУ) образцов и температуры материала. Рассмотрение методов и техники эксперимента, применяемых для измерения ТКЛР в области $T > 1500$ К, показало, что основными характеристиками, обеспечивающими точность и надежность получаемых

данных, являются ОУ и температура отнесения $T_{\max}$. Определение ОУ и действительной температуры образца из полупрозрачного материала — нетривиальная задача. Монокристаллический оксид алюминия Al_2O_3 — один из полупрозрачных материалов, отвечающих требованиям, предъявляемым к эталонным мерам ТКЛР, — используется на протяжении более 40 лет ведущими метрологическими институтами мира: ВНИИМ (Россия) в диапазоне температур 90—1800 К [1, 2], NIST (США) в диапазоне 90—2000 К [3]. Определение температуры образца Al_2O_3 проводили термпарой, термометром сопротивления (при отсутствии контакта с образцом), яркостным оптическим пирометром, который измерял температуру поверхности или среднюю по объему (часть образца) температуру при использовании конструкции, имитирующей модель абсолютно черного тела (АЧТ) [3—5]. При высоких температурах температурные градиенты на концах экспериментального образца могут приводить к методической погрешности при определении ОУ по перемещению торцов [6]. Кроме того, ранее не исследовалась зависимость стабильности ОУ от числа проведенных циклов нагрева. Это имеет большое значение для установления срока использования мер ТКЛР при многократных нагревах.

Задача данного исследования — экспериментальное определение ОУ образца из Al_2O_3 с использованием сквозных цилиндрических отверстий в нем в качестве меток и измерение локального значения действительной температуры с помощью модели АЧТ, расположенной внутри образца. Область значений температуры отнесения 1200—1800 К выбрана для сравнения с литературными данными с целью применения в дальнейшем предложенных методов определения T и ОУ при более высоких температурах. Дополнительно предложено изучить термическую стабильность ОУ от количества циклов нагрева.

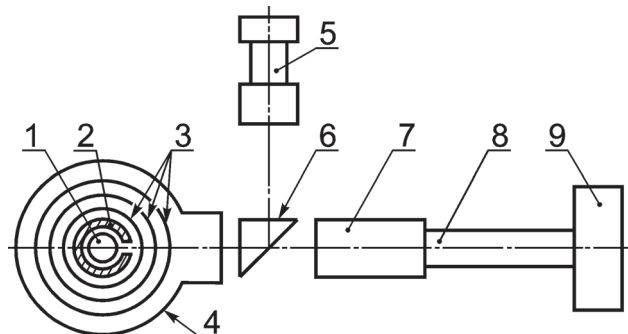


Рис. 1. Принципиальная схема измерения относительного удлинения и температуры образца:

1 — образец; 2 — нагреватель; 3 — экраны; 4 — камера установки;
5 — пирометр; 6 — призма; 7 — объектив; 8 — оптический тубус;
9 — фотокамера Sony NEX 5N

Экспериментальная техника и исследуемые образцы.

На рис. 1 приведена принципиальная схема установки для измерений ОУ и T , основными элементами которой являются: газовакуумная камера 4, нагреватель 2, держатель с образцом 1, экраны 3, диагностическая система 5—9.

Нагреватель представляет полый цилиндр, изготовленный из графита марки МПГ-7, общей длиной 150 мм, внутренним $d = 12,0$ мм и внешним $D = 16,0$ мм диаметрами на рабочей длине $l = 90$ мм. В центральной части нагревателя на передней образующей выполнены два прямоугольных отверстия длиной 6,5 мм и высотой 3 мм, через которые измеряют температуру и удлинение. На противоположной образующей нагревателя изготовлены два отверстия, используемые при определении удлинения. Отношение рабочей длины нагревателя к его внутреннему диаметру l/d позволяет получить на экспериментальном образце изотермическое поле длиной 10—15 мм. Источник постоянного тока обеспечивает заданные скорости нагрева и охлаждения исследуемого образца, а также необходимое время выдержки при максимальной температуре. Потребляемая мощность нагревателя не превышает 18 кВт. Система диагностики включает: фотокамеру Sony NEX 5N; оптический тубус; объектив Гранит 11Н. В фотокамере используется матрица CMOS APS-C размером 23,5×15,6 мм, общее число пикселей 16,7·10⁶. Шкала чувствительности (при эквиваленте ISO 100 с использованием объектива F 2,8) EV:0-20.

Экспериментальные образцы Al_2O_3 — стержни диаметрами 5,65; 6,4 мм и длиной 30 мм. Анизотропный кристалл Al_2O_3 выращен в ФТИ им. А. Ф. Иоффе РАН способом Степанова [7]. Кристалл относится к тригональной сингонии, пространственной группе $3\bar{m}$. Содержание примесей в выращенных монокристаллах порядка 10⁻⁵ мас. %. Угол между осью образцов и кристаллографической осью C монокристалла Al_2O_3 составляет 90°. Для проведения измерений в образце перпендикулярно оси просверлены четыре сквозных отверстия диаметром 1,8 мм на расстояниях приблизительно 5 и 9 мм от центра. Внутреннюю пару отверстий использовали в качестве меток для измерения удлинения, а внешнюю — для определения температуры. Во внешние отверстия вставлены заглушки, изготовленные из графита марки DE-24. В заглушках просверлены отверстия диаметром 0,7 мм и глубиной 4 мм, которые имитировали модель АЧТ. Две модели АЧТ позволяют измерять действительную температуру внутри образца. Введены поправки на поглощение в стекле окна камеры и призмы, также учтена степень совершенства геометрических размеров модели АЧТ. Температуру измеряли через окно камеры автоматическим оптическим микропирометром (длина волны 0,65 мкм) с диаметром пятна визирования 0,4 мм. Калибровка пирометра проведена во ВНИИМ на государственном первичном эталоне — модели АЧТ, который имеет неопределенность 1,4 К. Неопределенность измерения температуры пирометром не выше 3 К. Пропускание стекла окна камеры и призмы определяли экспериментально: излучение от модели АЧТ пропускали через указанные оптические элементы и эталон (воздух) и по отношению интенсивностей двух проходящих пучков находили коэффициент пирометрического ослабления. Относительную расширенную неопределенность измерения температуры 2000 К можно приблизительно оценить как 0,3 %.

Образец укладывали горизонтально на держателе из изостатического изотропного графита марки ГИП-4. Держатель

(полый цилиндр, верхняя часть которого удалена) был установлен на изотермическом участке нагревателя на точечной опоре с резьбовым соединением, предназначенной для исключения прохождения электрического тока по образцу. Предложенная конструкция держателя позволяет фиксировать образец и нагревать его радиационным тепловым потоком.

Эксперимент. Эксперименты проводили в среде аргона или гелия при избыточном давлении 0,15 МПа. Перед исследованием для каждого образца выполняли следующие операции: измеряли диаметр в центральной части и на концах микрометром с ценой деления 10 мкм; определяли расстояние между внутренними и наружными точками двух меток на одной образующей стержня микроскопом (ценой деления 5 мкм); взвешивали на весах с погрешностью 0,01 г. Затем образец помещали в камеру, юстировали его местоположение, фотографировали в холодном состоянии и находили расстояние l_0 между центрами двух меток. При заданной скорости изменения температуры dT/dt образец нагревали до температуры T_{max} . Измеряли действительную температуру в моделях АЧТ, что позволяло контролировать выполнение условия $T = const$ по длине образца. Затем многократно (не менее 5 раз) фотографировали образец с периодом 5 мин. Предварительные эксперименты позволили определить время выдержки образца из исследуемого материала, при котором стабилизировалось расстояние между метками: $t_{1в} \geq 50$ мин. Фотографии, сделанные при $t > t_{1в}$ ($n = 5$), служили основой для определения расстояния между метками l_{Tmax} . Далее образец охлаждали с той же скоростью изменения температуры, выдерживали при $T = 300$ К в течение $t_{2в} \geq 50$ мин и фотографировали. Циклы нагрев—охлаждение повторяли. После окончания серии из десяти циклов при температуре $T = 300$ К вновь определяли расстояние между метками и измеряли диаметр и массу образца. Определение геометрических размеров и массы позволяло контролировать отсутствие уноса материала в процессе многократного нагрева, что и было подтверждено экспериментально.

Расстояние между метками при комнатной температуре перед началом и после эксперимента $l_0 = l_{T=300}$, ОУ $\Delta l/l_0$ в нагретом состоянии определяли при обработке фотографий. Отсчет $\Delta l = l_{Tmax} - l_0$ и l_0 проводили в пикселах. Фотографии обрабатывали в среде MathCad и Photoshop. Использовали вариант вычисления Δl и l_0 по центрам меток, определяемым по трем точкам вписанной в метку окружности. Для повышения точности определения центра каждой окружности обработку проводили не менее пяти раз. Геометрические размеры образца и основные параметры эксперимента приведены в таблице.

Основные геометрические размеры экспериментальных образцов Al_2O_3 и параметры эксперимента

Номер образца	Внешний диаметр, мм	Длина образца, мм	Расстояние между центрами меток, мм	Скорость изменения температуры, К/мин
1	5,63—5,67	30,2	9,928	10—40
2	5,62—5,7	30,5	9,993	10—40
3	6,30—6,5	30,2	10,0328	1,5—3,0

Примечание к таблице: образцы 1, 2 находились в газовой среде Ar при давлении 0,1—0,15 МПа, образец 3 — в газовой среде He при том же давлении. Максимальная разница температур между моделями АЧТ 5 К.

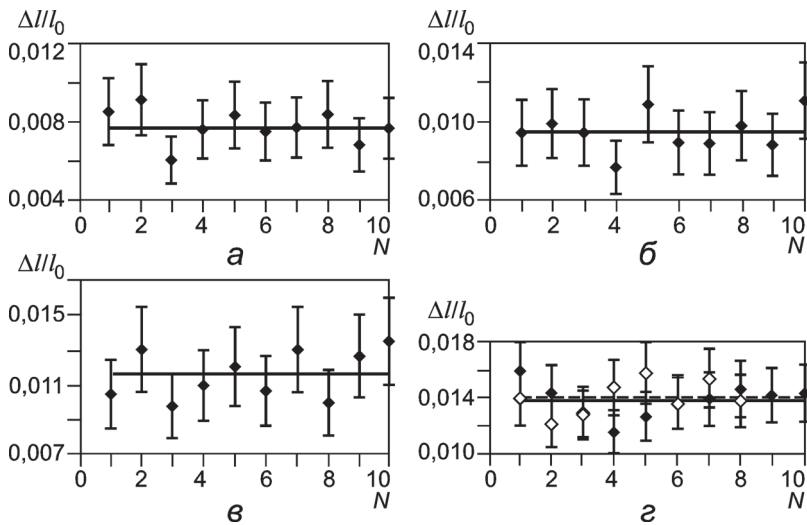


Рис. 2. Зависимость относительного удлинения (ОУ) от числа циклов нагрева Al_2O_3 (◆ — образец 1, ◇ — образец 2):

- а — образец 1 при $T_{\max} = 1246$ К; среднее ОУ $\overline{\Delta l/l_0} = 0,0077$; $U_{0,95}(\Delta l/l_0) = 21$ % (равномерный закон распределения, коэффициент охвата $k = 1,65$);
 б — образец 1 при $T_{\max} = 1442$ К; $\overline{\Delta l/l_0} = 0,0095$; $U(\Delta l/l_0) = 18$ % ($k = 1,65$);
 в — образец 1 при $T_{\max} = 1640$ К; $\overline{\Delta l/l_0} = 0,01137$; $U(\Delta l/l_0) = 20$ % ($k = 1,65$);
 г — образец 1 при $T_{\max} = 1859$ К; $\overline{\Delta l/l_0} = 0,0138$; $U(\Delta l/l_0) = 12$ % ($k = 1,65$);
 образец 2 при $T_{\max} = 1846$ К; $\overline{\Delta l/l_0} = 0,0140$; $U(\Delta l/l_0) = 14$ % ($k = 1,65$)

Обсуждение результатов. Результаты определения ОУ представлены в зависимости от порядкового номера цикла нагрева N (рис. 2) в соответствии с формулой

$$\Delta l/l_0 = (l_{T_{\max}} - l_0)/l_0.$$

Диапазон исследуемых температур 1200—1860 К.

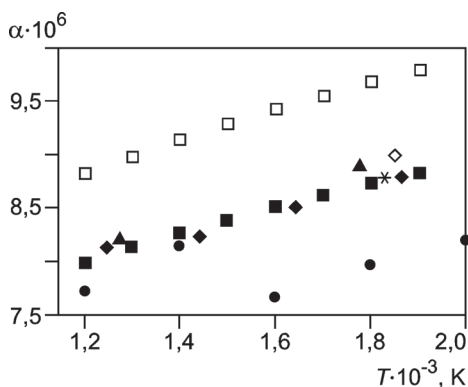


Рис. 3. Зависимости ТКЛР Al_2O_3 от температуры (эксперимент в сравнении с литературными данными):

- ▲ — для образца, ориентированного в направлении 59° к тригональной оси кристаллической решетки [4]; □ — для образца, ориентированного параллельно кристаллографической оси C [5]; ■ — для образца, ориентированного перпендикулярно оси C ; • — образец [9]; ◆ — экспериментальные значения для образца 1, ◇ — для образца 2, * — для образца 3

Анализ данных (см. рис. 2) приводит к следующему выводу: при изменении числа циклов $N = 1 \dots 10$ нагрева до температуры $T_{\max}$ в пределах указанной относительной расширенной суммарной неопределенности среднее значение $\overline{\Delta l/l_0}$ можно считать постоянным. Сравнение двух экспериментов, проведенных на образцах 1 и 2, показало, что $\overline{\Delta l/l_0}$ (при одинаковых скоростях нагрева — охлаждения не более 40 К/мин) воспроизводится (рис. 2, г). При этом образец 1 подвергали многочисленным термическим циклам нагрев—охлаждение при более низких температурах (рис. 2, а, б, в), а образец 2 был нагрет до температуры 1846 К без промежуточных тепловых циклов. Суммарная относительная расширенная неопределенность $U(\Delta l/l_0)$ не превышает 21 %. Отметим, что основной вклад в $U(\Delta l/l_0)$ дает стандартное отклонение от среднего за 10 циклов. Разброс значений $(\Delta l/l_0)_N$ от среднего может быть уменьшен повышением точности определения l_0 и $l_{T_{\max}}$. Это возможно при увеличении расстояния между метками и уменьшении размеров меток. Бюджет неопределенности измерения ОУ показал, что вклад l_0 в $U(\Delta l/l_0)$ составляет приблизительно 70 %, а вклад $l_{T_{\max}}$ около 30 %.

С целью выяснения влияния скорости изменения температуры на ОУ проведен эксперимент на образце 3, который нагревали со скоростью $dT/dt = 1,5 \dots 3,0$ К/мин до максимального значения 1822 К и затем охлаждали с той же скоростью (см. таблицу).

Для образца 3 значение ОУ составило $(\Delta l/l_0)_{N=1} = 0,01344$. Применение методов математической статистики [8] (сравнение двух средних нормальных генеральных совокупностей, дисперсии которых известны) показало, что для средних ОУ образцов 1 и 2 нулевая гипотеза справедлива, и, следовательно, $\overline{\Delta l/l_0}$ одинаковы. Аналогично можно показать, что $\overline{\Delta l/l_0} = (\Delta l/l_0)_{N=1}$ для образца 3. Таким образом, скорость изменения температуры $dT/dt = 1,5 \dots 40$ К/мин не оказывает влияния на ОУ.

Результаты, полученные с помощью предложенных методов измерения T и ОУ (рис. 3), сверены с литературными данными для среднего ТКЛР

$$\bar{\alpha} = \Delta l/l_0 / (T_{\max} - 293).$$

Из рис. 3 следует, что найденные значения ТКЛР совпадают с данными [4, 5] и по величине, и по функциональной зависимости ОУ от температуры. Следовательно, несмотря на малое расстояние между метками, предложенные методы измерения температуры и ОУ образцов показали свою работоспособность и могут быть рекомендованы к использованию в более высокой области температур. Отметим, что при $T > 1800$ К абсолютное значение удлинения возрастает, что должно приводить к снижению неопределенности $U(\Delta l/l_0)$.

Выводы. Представлены экспериментальные результаты исследований относительного удлинения образцов из монокристаллического оксида алюминия в диапазоне изменения температуры 1200—1860 К. В пределах указанной

относительной расширенной неопределенности получены средние значения ОУ, которые показали стабильность при многократных нагревах. В исследованиях реализованы новые подходы для измерений ОУ по сквозным цилиндрическим меткам, расположенным на изотермическом участке образца, и определения действительной температуры с помощью моделей АЧТ, встроенных в образец.

Л и т е р а т у р а

1. **Аматуни А. Н., Компан Т. А., Родина Н. А.** Таблицы стандартных справочных данных. Материалы для образцовых мер ТКЛР. монокристаллический оксид алюминия. Температурный коэффициент линейного расширения. ГСССД № 176—96. М.: Изд-во стандартов, 1997.
2. **Компан Т. А., Коренев А. С., Родина Н. А.** Таблицы стандартных справочных данных. Материалы для образцовых мер ТКЛР. Монокристаллический оксид алюминия с ориентацией 59° относительно тригональной оси (С) кристаллографической решетки. ГСССД № 186—99. М.: Изд-во стандартов, 1999.
3. **Hahn T. A.** Thermal expansion of single crystal sapphire from 293 to 2000 K. Standard reference material 732 // AIP Conf. Proc. Thermal Expansion-6. N.Y., London, 1978. P. 191—201.

4. **Компан Т. А. и др.** Эталонные меры теплового расширения из монокристаллического оксида алюминия для широкого диапазона температур // Измерительная техника. 1999. № 8. С. 38—42; **Компан Т. А. е. а.** Standard measures of Thermal Expansion Made of Monocrystalline Aluminum Oxide for a Broad Range of Temperatures // Measurement Techniques. 1999. V. 42. N. 8. P. 776—781.
5. **Петухов В. А., Чеховской В. Я., Багдасаров Х. С.** Монокристаллическая окись алюминия — образцовое вещество в дилатометрии // Теплофизика высоких температур. 1973. Т. 11. № 5. С. 1083—1087.
6. **Petukhov V. A., Chekhovskoi V. Ya.** Investigation of the thermal expansion of molybdenum and tungsten at high temperatures // High Temperatures—High Pressures. 1972. V. 4. N. 6. P. 671—677.
7. **Антонов П. И. и др.** Получение профилированных монокристаллов и изделий способом Степанова. Л.: Наука, 1981.
8. **Гмурман В. Е.** Теория вероятностей и математическая статистика. М.: Высшая школа, 2001.
9. **Termophysical Properties of High Temperature Solid Materials** / Ed. Y. S. Touloukian. N.Y.: Macmillan Company, London: Collier-Macmillan Ltd., 1967. P. 22 (Klein D. E.).

Дата принятия 21.10.2014 г.

536.2.083

Погрешности определения теплофизических характеристик пористых конструкционных материалов методом лазерного импульса

М. Д. КАЦ, И. М. КАЦ

Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, Россия, e-mail: Katz@tpu.ru

Выполнен анализ погрешностей определения теплофизических характеристик типичного композитного гетерогенного материала — спеченного порошка алюминия. Погрешности обусловлены радиационным переносом энергии в прогретом слое материала в условиях реализации метода лазерного импульса при воздействии на поверхность композита коллимированного лазерного импульса конечной длительности. Установлено влияние пористости материала и процесса поглощения излучения на эти погрешности.

Ключевые слова: температуропроводность, спеченный алюминий, метод лазерного импульса, пористость, коэффициент поглощения излучения.

The analysis of errors of determination of thermal characteristics of a typical composite heterogeneous material — sintered aluminum powder — caused by radiation energy transfer in the heated layer of material in the conditions of laser pulse method realization at exposure of the collimated laser pulse of finite duration on the composite surface has been carried out. The influence of material porosity and radiation absorption process on this error value was determined.

Key words: thermal conductivity, sintered aluminum, laser pulse method, porosity, radiation absorption coefficient.

Развитие современной техники неразрывно связано с применением композиционных материалов в виде высокоэнергетических добавок, различного рода защитных покрытий, пористых изделий (фильтров, подшипников, поглощающих панелей) [1]. Анализ теплофизических процессов и определение с высокой точностью теплофизических свойств таких материалов особенно актуальны при разработке но-

вых изделий. Процесс теплопереноса при нагреве композиционных материалов осуществляется за счет теплопроводности, зависящей от состава смеси и пористости материала. Для исследования теплофизических свойств указанных материалов целесообразно использовать высокопроизводительные процедуры, например, метод лазерного импульса — лазерной вспышки, LFA [2]. Он основан на поглощении им-