

УДК 53.082.22

ПРЕЦИЗИОННЫЙ МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ ТЕПЛООВОГО РАСШИРЕНИЯ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

Чернов А.И. Рощупкин В.В., Покрасин М.А.

PRECISION METHOD OF INVESTIGATION THERMAL EXPANSION METALS AND ALLOYS

Chernov A. I., Roschupkin V.V., Pokrasin M.A.

Приведено описание оригинального метода дифференциального гидростатического взвешивания для измерения термического расширения жидких металлов и сплавов в широком диапазоне температур. Проведена тарировка созданной на основе этого метода опытной установки на примере калий-цезиевых сплавов в расплавленном состоянии при высоких температурах.

Ключевые слова: жидкие металлы, плотность, коэффициент объемного термического расширения, гидростатическое взвешивание.

Жидкие металлы и сплавы на их основе нашли широкое применение в различных областях современной науки и новой техники, в частности в качестве теплоносителей и рабочих тел в атомной и термоядерной энергетике. Поэтому экспериментальное исследование их физико-химических свойств имеет большое практическое значение. Среди этих свойств наибольший интерес представляют плотность и термическое расширение в расплавленном состоянии.

Плотность жидкометаллических теплоносителей и рабочих тел исследовалась хорошо известными в литературе методами [1–4]. Основными среди них являются методы дилатометра, пикнометра, гидростатического взвешивания и проникающего гамма-излучения. Однако при исследовании металлов и сплавов с высоким давлением насыщенных паров, таких как щелочные металлы и их системы, эти методики обнаруживают значительные недостатки, приводящие к существенному и неконтролируемому увеличению погрешности измерений.

Целью работы является разработка нового метода измерения коэффициента объемного термического расширения (КОТР) в жидкой фазе. Предложенный метод был разработан в Институте металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН [5, 6]. На метод было получено авторское свидетельство, а также он был аттестован в ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» [7].

Принципиальная схема разработанного метода представлена на рис. 1. К плечам аналитических весов на тонких нитях подвешивают поплавки из материала, которые имеют одинаковую массу и объем. Стаканы заполняют исследуемой жидкостью до одного и того же уровня, чтобы поплавки были полностью погружены в нее. Предварительно весы тщательно уравнивают, а затем на правую чашку весов устанавливают дополнительный груз массой Δm . Восстановить равновесие весов без использования дополнительных грузов можно путем создания различных температур исследуемой жидкости в правом и левом стаканах. При этом плотность жидкости в них будет иметь различное значение, а, следовательно, будет различной выталкивающая сила, действующая на поплавки в стаканах.

Считая, что температура исследуемой жидкости в левом стакане равна T_1 , плотность – ρ_1 , а объем поплавка – V_1 , то при наступлении равновесия весов температура в правом стакане должна быть – T_2 , плотность – ρ_2 , а объем – V_2 .

Тогда уравнение равновесия можно записать в следующем виде:

$$gm - g\rho_1 V_1 = g\Delta m + gm - g\rho_2 V_2, \quad (1)$$

где g – ускорение свободного падения;

m – масса левого и правого поплавков.

Это уравнение приводится к следующему виду:

$$\Delta m = \rho_2 V_2 - \rho_1 V_1. \quad (2)$$

При этом восстановление равновесия наступает из-за различия плотности исследуемой жидкости в стаканах и, соответственно,

выталкивающих сил, действующих на чашки весов при условии $T_1 > T_2$, $V_1 > V_2$ и $\rho_1 < \rho_2$.

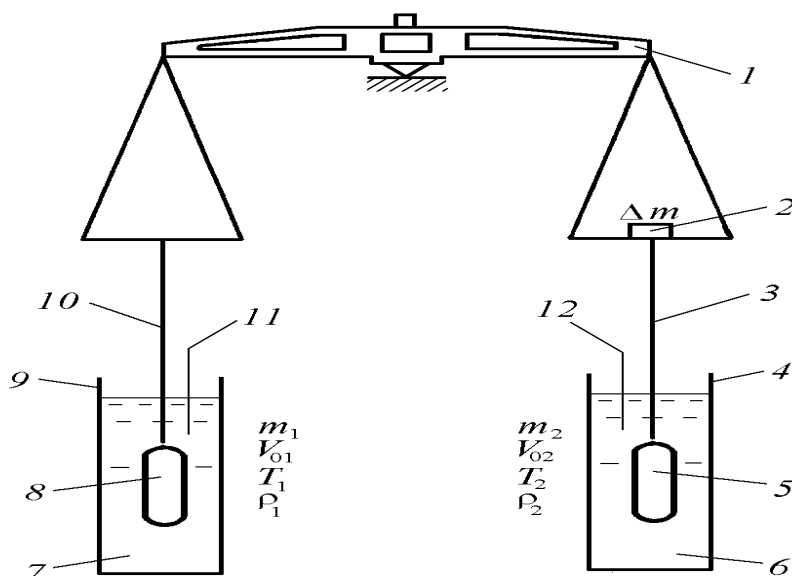


Рис. 1. Принципиальная схема метода дифференциального гидростатического взвешивания: 1 – аналитические весы; 2 – разбаланс весов; 3, 10 – правая и левая нити подвеса; 4, 9 – стаканы; 5, 8 – поплавки; 6, 7 – исследуемый расплав; 11, 12 – измерители температуры

Для плотности жидкости можно записать
 $\rho_1 = \rho_0[1 - \beta_1(T_1 - T_0)];$

$$\rho_2 = \rho_0[1 - \beta_2(T_2 - T_0)], \quad (3)$$

где ρ_0 – плотность расплава при некоторой опорной температуре T_0 (в общем случае за T_0 принимается температура плавления исследуемого вещества); β_1 , β_2 – средний температурный коэффициент объемного расширения расплава в интервале температур от T_0 до T_1 и T_2 соответственно.

Величина разбаланса Δm не превышает, как правило, 200 мг. При этом разница между температурами T_1 и T_2 такова, что можно принять $\beta_1 = \beta_2 = \beta$, где β – средний температурный коэффициент объемного расширения расплава в интервале температур от T_0 до $T_{\text{ср}} = (T_1 + T_2)/2$.

Тогда уравнение для плотности расплавов (3) можно записать в следующем виде:

$$\rho_1 = \rho_0[1 - \beta(T_1 - T_0)];$$

$$\rho_2 = \rho_0[1 - \beta(T_2 - T_0)]. \quad (4)$$

Подставляя уравнения (4) в (2) и решая его относительно β , получим следующее выражение:

$$\beta = [\rho_0(V_1 - V_2) + \Delta m] / [(T_1 - T_0)V_1 - (T_2 - T_0)V_2]. \quad (5)$$

Наружные объемы поплавков при рабочих температурах T_1 и T_2 рассчитываются по формулам

$$V_1 = V_{01}[1 + \alpha_1(T_1 - 293,2)]^3;$$

$$V_2 = V_{02}[1 + \alpha_2(T_2 - 293,2)]^3, \quad (6)$$

где V_{01} и V_{02} – наружный объем левого и правого поплавка при температуре калибровки 293,2 К; α_1 , α_2 – средний температурный коэффициент линейного расширения материала поплавков в диапазоне от комнатной температуры до T_1 и T_2 соответственно.

Наружные объемы поплавков V_{01} и V_{02} определяются перед началом основных измерений путем их взвешивания в воздухе и воде при комнатной температуре, а тепловое расширение материала поплавков в интервале от комнатной температуры до температуры жидкости в рабочих стаканах T_1 и T_2 и плотности исследуемого расплава ρ_0 при опорном значении температуры T_0 .

Таким образом, непосредственно в опытах следует определять лишь температуры расплава в левом и правом стаканах T_1 и T_2 соответственно, при которых устанавливалось равновесие весов.

Для реализации метода дифференциального гидростатического взвешивания была сконструирована и создана опытная установка, принципиальная схема которой представлена на рис. 2. Она состоит из двух камер высокого давления. В верхней камере располагаются лабораторные аналитические весы типа АДВ–200 I класса. В соответствии с условиями работы этих весов в экспериментах они были несколько

переделаны. В частности их стеклянное основание заменялось на стальное, а ручной привод арретира – на электрический. Кроме того, камера весов была оборудована двумя кварцевыми окнами, уплотняемыми в ней на прокладках из вакуумной резины. Одно окно предназначалось для подсветки измерительной шкалы весов, другое – для отсчета их показаний. Модернизированные таким образом аналитические весы поверялись в специализированной метрологической организации. При этом вышеприведенные характеристики весов остались без изменения.

Как отмечалось ранее, разбаланс весов достигается путем наложения на правое плечо их коромысла груза, в качестве которого используются плоские стандартные разновесы массой 200–500 мг.

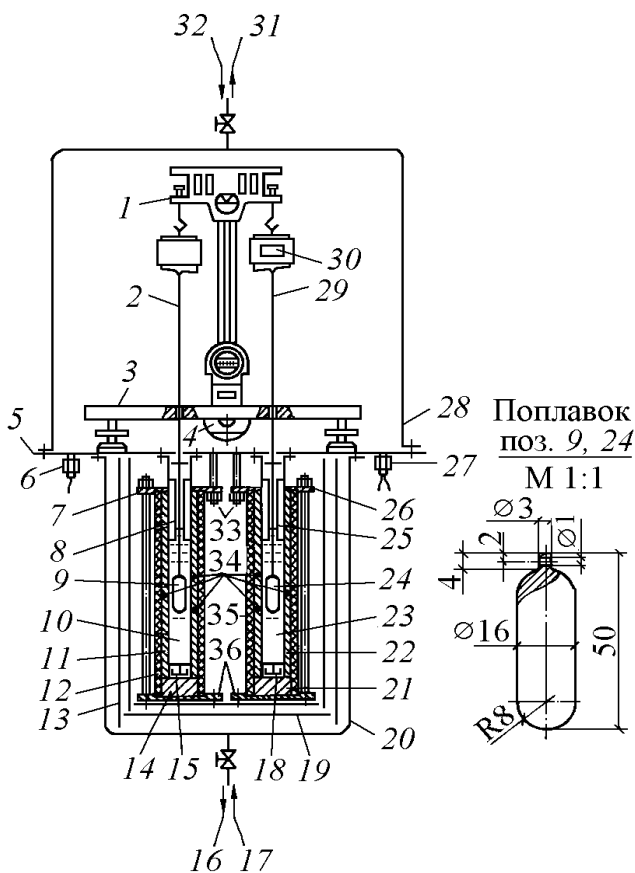


Рис. 2. Принципиальная схема опытной установки:
 1 – аналитические весы; 2, 29 – нити подвеса;
 3 – основание весов; 5 – опорная плита; 6 – токовый ввод; 7, 26 – верхние крышки печей; 8, 25 – вытеснители; 9, 24 – поплавки; 10, 23 – исследуемый расплав; 11, 22 – термостатирующие блоки; 12, 35 – нагревательные печи; 13 – система радиальных экранов; 14, 21 – подставки; 15, 18 – заглушки; 16, 31 – вакуум; 17, 32 – инертный газ; 19 – система торцевых экранов; 20 – камера печей; 27 – термопарный вывод; 28 – камера весов; 30 – разбаланс весов; 33 – подвесные шпильки; 34 – измерительные термопары; 36 – нижние крышки печей

К правому и левому плечам коромысла весов на молибденовых нитях диаметром 0,2 мм подвешиваются сплошные цилиндрические поплавки из молибдена вакуумной плавки марки МЧВП, которые размещаются в рабочих стаканах с исследуемым расплавом.

Температура расплава в них поддерживается при помощи нагревательных печей, представляющих собой цилиндрические толстостенные трубы из оксида алюминия, на наружной поверхности которых в специальных пазах укладывается молибденовая проволока диаметром 0,8 мм. Кроме основного нагревателя каждая из высокотемпературных печей имеет верхний и нижний охранные нагреватели, выполненные в виде спиралей из молибденовой проволоки диаметром 0,5 мм. Электрическая мощность основного и охранных нагревателей составляет 3 и 1 кВт соответственно. Такие печи позволяют достичь максимальной температуры около 1500 °С.

Электропитание основных и охранных нагревателей осуществляется от регуляторов напряжения мощностью 5 и 2 кВт соответственно и пределами регулирования напряжения 0–250 В каждый. Для тонкой регулировки напряжения, подаваемого на основные нагреватели, в их цепи последовательно включаются балластные реостаты с 40 ступенями регулирования общим сопротивлением 0,8 Ом. В процессе работы контролируются напряжение и ток нагревателей.

Для обеспечения равномерного температурного поля в районе расположения поплавков стаканы с расплавом находились внутри массивных термостатирующих блоков из молибдена. Градиент температуры по высоте рабочих участков печей не превышал $\pm 0,4$ °С/см. Стаканы, термостатирующие цилиндры и нагревательные печи собирались в блочные конструкции при помощи верхних и нижних фланцев, стягиваемых длинными шпильками. В свою очередь они прикреплялись на коротких шпильках к опорной плите экспериментальной установки и закрывались нижней камерой высокого давления. Для защиты ее стенок от прямого воздействия тепловой радиации высокотемпературных печей последние окружались системами радиальных и торцевых экранов. Дополнительно стенки нижней камеры охлаждались проточной водой.

Температура исследуемого расплава в стаканах измерялась платинородий-платиновыми термопарами (градуировка ПП-1) II разряда, поверенным в специализированной метрологической организации методом сличения с аналогичной термопарой I разряда. Измерительные термопары, заключенные в двухканальную алундовую соломку, вставлялись в сверления в термостатирующих блоках. Местоположение их чувствительных элементов

(корольков) относительно поплавок указано на рис. 2.

Калий-цезиевые сплавы (с содержанием цезия – сплав № 1 – 12,4; № 2 – 29,8; №3 – 69,8 ат. %) приготавливались весовым методом на специальном стенде, а плотность опорного значения при комнатной температуре измерялась dilatометрическим методом. Результаты исследований приведены в таблице и на рис. 3.

Полученные опытные данные были обработаны методом наименьших квадратов аппроксимирующим уравнением вида

$$\beta \cdot 10^4 = a_0 + a_1 T + a_2 T^2 + \dots, \quad (8)$$

где β – КОТР исследованных сплавов, 1/К и T – абсолютная температура, К.

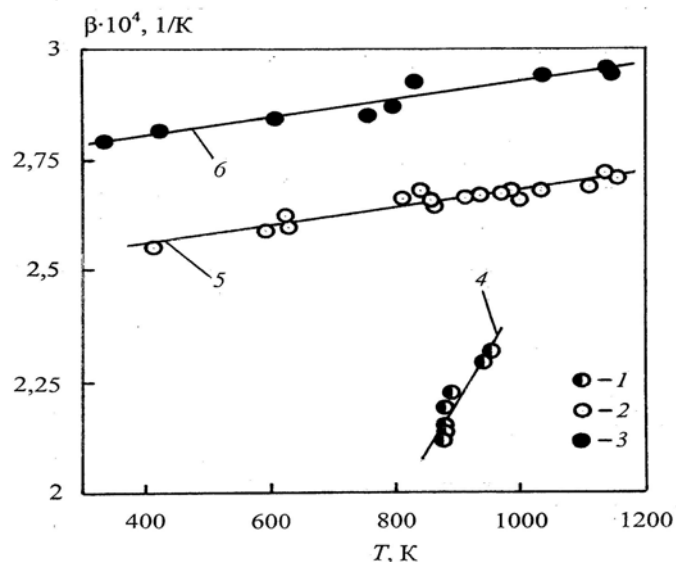


Рис. 3. Температурная зависимость теплового расширения калий-цезиевых сплавов: 1 – сплав № 1; 2 – сплав № 2; 3 – сплав № 3; 4, 5, 6 – аппроксимирующее уравнение (8)

Таблица 1

Опытные данные о тепловом расширении жидких сплавов системы К–Сs

Сплав №1		Сплав №2		Сплав №3	
T, K	$\beta \cdot 10^4, 1/K$	T, K	$\beta \cdot 10^4, 1/K$	T, K	$\beta \cdot 10^4, 1/K$
876,9	2,117	415,1	2,549	330,3	2,791
878,4	2,136	590,5	2,589	420,9	2,814
878,9	2,153	621,7	2,624	606,6	2,843
879,0	2,192	624,6	2,600	753,0	2,849
886,9	2,225	812,6	2,661	797,3	2,871
970,2	2,289	839,1	2,682	828,4	2,927
947,6	2,319	858,7	2,660	1034,0	2,942
-	-	863,9	2,65	1138,5	2,958
-	-	913,6	2,665	1148,4	2,955
-	-	934,0	2,671	-	-
-	-	968,7	2,678	-	-
-	-	982,4	2,684	-	-
-	-	998,8	2,663	-	-
-	-	1030,6	2,682	-	-
-	-	1110,3	2,691	-	-
-	-	1132,5	2,726	-	-
-	-	-	-	-	-

Доверительная погрешность измерений КОТР исследованных калий-цезиевых сплавов рассчитывалась по методике [8] и не превышала 3 %. Ее значение хорошо согласуется с величиной погрешности определения КОТР чистых щелочных металлов в жидкой фазе в

сопоставимых диапазонах температур [3, 4], что свидетельствует о надежности и точности разработанного метода дифференциального гидростатического взвешивания и полученных с её помощью экспериментальных результатов.

Выводы. Разработан метод дифференциального гидростатического взвешивания, являющийся одним из основных инструментов для исследования температурной зависимости коэффициента объемного термического расширения металлических расплавов в широком интервале температур. Детально описана конструкция и процедура работы экспериментального стенда.

Проведена апробация разработанного метода измерения и созданной на его основе опытной установки путем экспериментального исследования термического расширения трех калий-цезиевых сплавов в диапазоне от комнатной температуры до ~1200 К. Показано, что полученные результаты являются достаточно надежными.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ № 12-08-00732а.

Література

1. Исследование металлов в жидком и твердом состоянии. Под ред. А.М. Самарина. М.: Наука, 1964. 280с.
2. Crawley A.F. Densities of Liquid Metals and Alloy // Intern. Metallurgical Rev. 1974. V. 19. No. 3. P. 32–48.
3. Шпильрайн Э.Э., Якимович К.А., Сквородько С.Н., Мозговой А.Г. Плотность и тепловое расширение жидких щелочных металлов // Обзоры по теплофизическим свойствам веществ. 1983. № 6. С. 1–92.
4. Shpilrain E.E., Yakimovich K.A., Fomin V.A. et al. Density and Thermal Expansion of Liquid Alkali Metals. In: Handbook of Thermodynamic and Transport Properties of Alkali Metals. Ed. R.W. Oshe. Oxford, UK: Blackwell Sci. Publ., 1985. P. 435–469.
5. Новиков И.И., Рошупкин В.В., Чернов А.И., Груздев В.А. Устройство для измерения температурного коэффициента объемного расширения жидкости. Авторское свидетельство № 1516923 // Бюллетень изобретений. 1989. № 39. С. 204.
6. Новиков И.И., Шпильрайн Э.Э., Рошупкин В.В. и др. Методика дифференциального

гидростатического взвешивания для исследования теплового расширения металлических расплавов // Перспективные материалы. 2002. № 5. С. 75–82.

5. Якимович К.А., Мозговой А.Г. Методика экспериментального исследования плотности жидких легкоплавких металлов в широких интервалах параметров состояния / Методика ГСССД МЭ № 140–08. М.: Стандартиформ, 2008. 35 с.

6. Груздев В.А. Экспериментальное исследование теплоемкости и плотности щелочных металлов натрия, калия и теплосодержания и теплоемкости гидрида лития до 1100 °С. Дисс. ... канд. техн. наук. М.: МИФИ, 1962. 144 с.

7. Рошупкин В.В., Чернов А.И., Мозговой А.Г., Груздев В.А. Методика дифференциального гидростатического взвешивания для экспериментального исследования термического расширения жидкостей в широком диапазоне температур / Методика ГСССД МЭ 156-2009. М.: Стандартиформ, 2009. 47 с.

8. ГОСТ 8.207–76. Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений. М.: Изд-во стандартов, 1991. 10 с.

References

1. Issledovanie metallov v zhidkom i tverdom sostojanii. Pod red. A.M. Samarina. M.: Nauka, 1964. 280s.
2. Crawley A.F. Densities of Liquid Metals and Alloy // Intern. Metallurgical Rev. 1974. V. 19. No. 3. P. 32–48.
3. Shpil'rajn Je.Je., Jakimovich K.A., Skovorod'ko S.N., Mozgovoj A.G. Plotnost' i teplovoe rasshirenie zhidkih shhelochnyh metallov // Obzory po teplofizicheskim svojstvam veshhestv. 1983. № 6. S. 1–92.
4. Shpilrain E.E., Yakimovich K.A., Fomin V.A. et al. Density and Thermal Expansion of Liquid Alkali Metals. In: Handbook of Thermodynamic and Transport Properties of Alkali Metals. Ed. R.W. Oshe. Oxford, UK: Blackwell Sci. Publ., 1985. P. 435–469.
5. Novikov I.I., Roshhupkin V.V., Chernov A.I., Gruzdev V.A. Ustrojstvo dlja izmerenija temperaturnogo koeficienta ob#emnogo rasshirenija zhidkosti. Avtorskoje svidetel'stvo № 1516923 // Bjulleten' izobretenij. 1989. № 39. S. 204.
6. Novikov I.I., Shpil'rajn Je.Je., Roshhupkin V.V. i dr. Metodika differencial'nogo gidrostatičeskogo vzvешivanija dlja issledovanija teplovogo rasshirenija metallicheskih rasplavov // Perspektivnye materialy. 2002. № 5. S. 75–82.
5. Jakimovich K.A., Mozgovoj A.G. Metodika jeksperimental'nogo issledovanija plotnosti zhidkih legkoplavkih metallov v shirokih intervalah parametrov sostojanija / Metodika GSSSD MJe № 140–08. М.: Standartinform, 2008. 35 s.
6. Gruzdev V.A. Jeksperimental'noe issledovanie teploemkosti i plotnosti shhelochnyh metallov natrija, kalija i teplosoderzhanija i teploemkosti gidrida litija do 1100 OS. Diss. ... kand. tehn. nauk. М.: MIFI, 1962. 144 s.
7. Roshhupkin V.V., Chernov A.I., Mozgovoj A.G., Gruzdev V.A. Metodika differencial'nogo gidrostatičeskogo vzvешivanija dlja jeksperimental'nogo

issledovanija termicheskogo rasshirenija zhidkosteј v shirokom diapazone temperatur / Metodika GSSSD MJe 156-2009. M.: Standartinform, 2009. 47 s.

8. GOST 8.207–76. Prjamyе izmerenija s mnogokratnymi nabljudenijami. Metody obrabotki rezul'tatov nabljudenij. M.: Izd-vo standartov, 1991. 10 s.

**Чернов А.І. Рошупкін В.В., Покрасін М.А.
Прецизійний метод дослідження термічного
розширення металів та сплавів**

Наведено опис оригінального методу диференціального гідростатичного зважування для вимірювання термічного розширення рідких металів і сплавів в широкому діапазоні температур. Проведене таріювання створеної на основі цього методу дослідної установки на прикладі калій-цезієвих сплавів у розплавленому стані при високих температурах.

Ключові слова: рідкі метали, щільність, коефіцієнт об'ємного термічного розширення, гідростатичне зважування.

**Chernov A. I., Roschupkin V.V., Pokrasin
M.A. Precision method for studying the thermal
expansion of metals and alloys**

The description of the original differential hydrostatic weighing method for measuring the thermal expansion of liquid metals and alloys in a wide temperature range. Conducted calibration created on the basis of this method to the pilot plant example cesium potassium alloy in a molten state at high temperatures.

Keywords: liquid metals, density, thermal coefficient of volumetric expansion, hydrostatic weighing

Чернов А.І. - ст.н.с., Інститут металургії и матеріалознавства ім. А.А. Байкова РАН, г. Москва, Росія

Рошупкін В.В. - проф., д.т.н., Інститут металургії и матеріалознавства ім. А.А. Байкова РАН, г. Москва, Росія

Покрасін М.А. - к.ф.-м.н., Інститут металургії и матеріалознавства ім. А.А. Байкова РАН, г. Москва, Росія

Стаття подана 14.07.2013

