

ПОПЕРЕДНІ РЕЗУЛЬТАТИ АПРОБАЦІЇ ТЕМПЕРАТУРНОГО РЕПЕРА НА БАЗІ IN-GA-SN ЕВТЕКТИКИ

© Прохоренко С.¹, Стадник Б.^{1,2}, Войтурський Я.², 2003

¹Національний університет “Львівська політехніка”, кафедра інформаційно-вимірювальних технологій,
вул. С. Бандери, 12, 79013, Львів, Україна

² Ряшівська політехніка, вул. В.Поля, 2, 35-959, Ряшів, Польща

Подано попередні результати дослідження температурного репера з використанням процесу плавлення сплаву евтектичної концентрації системи In-Ga-Sn. Показано можливість застосування цього розточку як робочої речовини репера. Продемонстровано доцільність застосування методики попередньої обробки розплаву перед кристалізацією зовнішніми імпульсними впливами для покращання температурно-часової стабільності полички плавлення.

Представлены предварительные результаты исследования температурного репера, использующего процесс плавления сплава эвтектической концентрации системы In-Ga-Sn. Показано возможность использования этого расплава в качестве рабочего вещества. Продемонстрировано целесообразность использования методики предварительной импульсной обработки расплава перед кристаллизацией для улучшения температурно-временной стабильности полочки кристаллизации.

The preliminary results of investigation of a low-temperature reference point are submitted. He will use melting process of an eutectic concentration alloy of In-Ga-Sn system. The possibility of using of this alloy for making a temperature reference point is demonstrated. The expediency of usage of a preliminary vibro-treatment procedure of a melt before crystallization for improving stability of a crystallization plateau is demonstrated.

Поставлене завдання

У межах представленого проекту (під загальним керівництвом проф. Б.І. Стадника) було поставлено дві мети {перевірка двох припущенъ}:

- можливість використання комірки зі сплавом евтектичної концентрації системи In-Ga-Sn як температурного репера, котрий забезпечував би можливість повірки стoomних термометрів опору класу “А”;
- вплив зовнішньої енергетичної обробки використовуваного сплаву перед його кристалізацією на стабілізацію температурно-часових характеристик полички плавлення (температура початку/температура закінчення процесу, стабільність температурних показів у межах полички).

Практична реалізація

Вибір робочої речовини репера

У межах виконаних дослідів як робочу речовину репера було вибрано біляевтектичний потрійний сплав In-Ga-Sn з апробованим у [1] складом: 66.960 мас%Ga; 20.497 мас%In; 12.543 мас%Sn. Чистота вихідних металів становила не менш ніж 99.999% (5N). Вибір цієї евтектики було зумовлено тривалим досвідом роботи з вибраним сплавом та близькістю

його температури плавлення до кімнатної, що дало змогу виконувати дослідження в умовах, наблизених до пропонованих для практичного використання. Сплав синтезувався в умовах евакуації пилу.

Використана вимірювальна апаратура

Для вимірювання температури у реперній комірці було використано платиновий термометр опору Pt100, тип OP2530, виготовлений на Краківській KFAP S.A., клас 1/3В (декларована толеранція вимірювання при температурі полички плавлення $\pm(0.10)^\circ\text{C}$ згідно з [2]), довжина $L = 32\text{мм}$, діаметр $\varnothing = 2.5\text{мм}$, встановлено у шахту реперної комірки (див. рис. 1). Для покращання теплового контакту проміжок термометр (стінка) шахти було заповнено силіконовою змазкою. Зміна опору (за дводротовою схемою) реєструвалася автоматичним реєстратором Keithley 2700 — встановлений діапазон вимірювання 90÷120 Ом, інтервал опитування термометра 1.5 с, усереднення за 200 мс, реєстрація у внутрішню пам'ять із записом на комп'ютер після закінчення досліду). Апарат було встановлено у приміщенні Ряшівської політехніки (відповідальний за вимірювання – асп. Я. Войтурський).

Конструкція репера, стабілізуючої оболонки, блока кристалізації та системи віброобробки

Реперна комірка (РК). Конструкція (зображення на рис. 1) була виконана зі сталі X18H9T з високою якістю обробки внутрішньої поверхні (полірування). Щоб гарантувати відсутність контакту з киснем атмосфери, після заповнення тестованим розплавом РК було продуто та заповнено чистимargonом, розігріто до 150°C та герметично запресовано. Використаний об'єм РР становив 12,9241 см³.

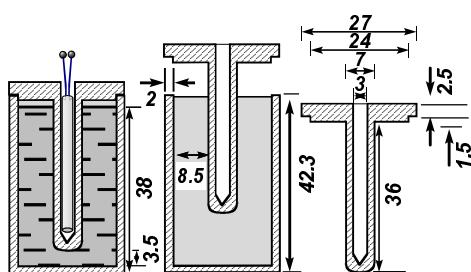


Рис. 1. Реперна комірка

Стабілізуюча оболонка (СО). Щоб забезпечити наближення плавлення тестованого розплаву до рівноважних умов, її (разом з термометром опору) було розміщено у СО (див. рис. 2).

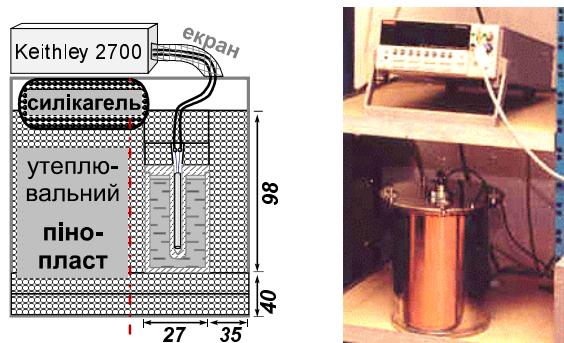


Рис. 2. Стабілізуюча оболонка

Сконструйована СО повинна виконувати три основні стабілізуючі функції:

– температурну: 1A – послаблення потужності теплового потоку, що підводиться до РК; 1B – згладження випадкових короткочасових коливань зовнішньої температури (зокрема — відкривання/закривання дверей лабораторії);

– стабілізація рівня вологості атмосфери у об'ємі температурного репера;

– пониження рівня електромагнітних завад (від іншої вимірювальної апаратури та морозильної камери).

Реалізація цих функцій: 1A & 1B – РК було розміщено у роз'ємному товстостінному блоці з щільного пінопласти (використання металевого дьюара зумовлювало занадто тривалу полічку); 2 – корпус СО виготовлено герметичним з встановленою усередині місткістю з висушувачем – силікагелем (просушуваним за час кристалізації РР); 3 – корпус СО (суцільнometалевий) з'єднано з вимірювачем спільним кабелем заземлення, подовжувальні дроти термометра заведено у додатковий екран.

Блок кристалізації (БК). Для охолодження робочої речовини до температур, що забезпечували би кристалізацію, використовувалася стаціонарна морозильна камера, которую було відрегульовано на -19°C. Для рівномірного тепловідведення від дна та стінок РК останню встановлювали у щільно пріпасоване заглиблення у мідному блоці (паралелепіпеді) з покришкою (див. рис. 3). Для забезпечення плавної зміни теплового потоку, що відбирається з БК, його було ізольовано від металевих полиць морозильної камери шпичною пластиковою підпорою. Ці умови створювались, щоб зменшити розкид розмірів кристалічних зародків, що утворювались у пристінковому шарі РР, – а, отже, забезпечити і рівномірніше поглинання ними тепла під час плавлення.

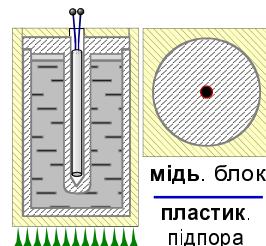


Рис. 3. Блок кристалізації (БК)

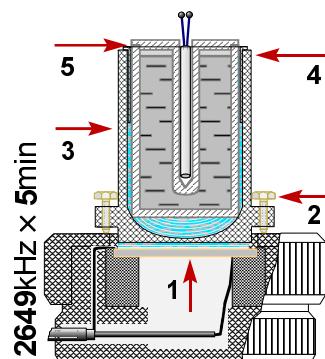


Рис. 4. Система віброобробки

Система віброобробки (СВ), наведена на рис. 4, складалася з генератора ультразвукових (УЗ) коливань частотою 2,65 МГц; встановленого в оправку п'єзоелемента (1) фокусувального тигля (3) (пластиковий циліндр з лінзоподібним дном) та центрувальної оправки (4). Перед віброобробкою регулювальними болтами (2) виставлялось денце фокусувального тигля (а, відповідно, і денця РК) паралельно до робочої поверхні п'єзоелемента. Як контактна рідина (для проведення УЗ-хвиль) використовувалася знегазоване вода (оброблена ультразвуком, дистильована).

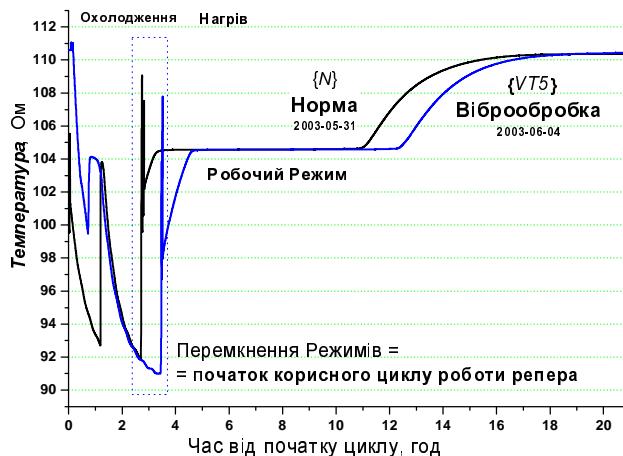


Рис. 5. Загальний вигляд термограми досліду

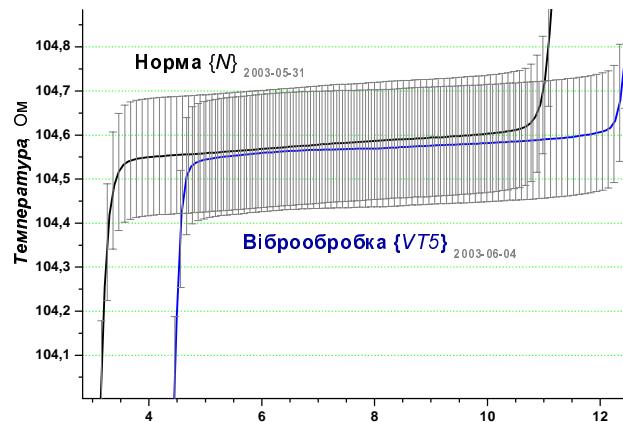


Рис. 6. Зміна вигляду полички плавлення залежно від енергетичної обробки розплаву

Отримані результати

Підготовчі роботи дали змогу одержати температурну залежність, зображену на рис. 5. **Норма {N}** — тут нормальній режим кристалізації РР, у морозильній камері від кімнатної температури з подальшим встановленням у СО (виокремлено стрібок на графіку, що відповідає початку корисної частини роботи репера — власне виходу на полічку плавлення). **Віброобробка {VT5}** — температурний режим відповідає “нормі”, але безпосередньо перед кристалізацією здійснено обробку РР ультразвуком упродовж 5 хв.

Можна зауважити, що РР має помітне переохолодження перед кристалізацією, величина якого внаслідок VT5 помітно зменшується. Це дає істотну економію часу при поновному приведенні репера у робочий режим, а також (і це особливо важливо) дає змогу використовувати менш потужну систему охолодження, що, відповідно, збільшує мобільність усього репера.

Збільшивши масштаб зображення та доповнивши криві температурної залежності похибою, отримаємо рис. 6. (Для більшої зручності аналізу зменшено кількість крапок до 100 на графік. Аproxимація кривої не здійснювалась).

Підсумок. Описаний апаратний комплекс дає змогу виконувати попередній аналіз стабільності роботи низькотемпературних температурних реперів з евтектичною РР. Доведено можливість використати сплав евтектичної концентрації системи In-Ga-Sn як РР температурний репер. Доведено практичну доцільність подальших прецизійних досліджень для уdosконалення методики попередньої обробки розплаву перед кристалізацією зовнішнім імпульсним впливом для покращання температурно-часової стабільності полічки плавлення.

1. Прохоренко В.Я., Ратушняк Е.А., Стадник Б.И., Лах В.И., Коваль А.М. Физические свойства термометрического расплава In-Ga-Sn // Термофизика высоких температур. 1970. – С.374-378. 2. Polska Norma PN-EN 60751+A2. Czujniki platynowe przemysłowych termometrów rezystancyjnych. Polski Komitet Normalizacyjny 1997.