

- Alloys. – L.: Northway House, 1982. – 83 p. 10. Яцишин С.П., Стадник Б.І., Курітник І.П., Скоропад П.І. Залежність термометричних властивостей металічних аморфних сплавів від їх складу та технологічних факторів виробництва // Вісник ЛПІ. Технічні засоби автоматизації вимірів та керування науковими дослідженнями. – 1991. – №257. – С. 88 – 92. 11. Скоропад П.І., Стадник Б.І. Аналіз динаміки нагріву гартувальної поверхні в технологічному процесі виготовлення металевих аморфних сплавів // Вимірювальна та обчислювальна техніка в технологічних процесах. – 1999. – №3. – С. 19 – 24. 12. Скоропад П., Гамула П., Гамула Р. Технологічні аспекти формування оптимальних властивостей металічних аморфних сплавів для вимірювальної техніки // Технічні вісники. – 2000. – №1(10), 2(11). – С. 60 – 62. 13. *Metallic Glasses: Science and Technology* / J.L. Finney, B.J. Gellatly, J. Wallace / Ed. C. Hargitai, I. Bakonyi, T. Kemeny. – Budapest: Central Res. Inst. Phys., 1980. – v. 1. – P. 55. 14. Стадник Б.І., Скоропад П.І. Проблеми сертифікації та стандартизації технологічних, термодинамічних і структурних параметрів металічних стекол // Український метрологічний журнал. – 2000. – №3. – С. 25 – 29. 15. *Металлические стекла: Пер. с**
- англ. / Под ред. Дж. Дж. Гилмана, Х. Дж. Лими. – М.: Металлургия, 1987. – 264 с. 16. Дисмюкс Дж. Р., Семерс Г. Дж. Быстрозакаленные металлы. – М.: Металлургия, 1983. – С. 343 – 349. 17. Бете Г., Акин Ю. Экспериментальная ядерная физика / Под ред. Э. Сегре: Пер. с англ. М.: Изд-во иностр. лит. 1955. Т. 1. 18. Руссел Х., Руге И. Ионная имплантация: Пер. с нем. / Под ред. М.И. Гусевой. М.: Наука, 1983. 19. Пранчявичюс Л., Дудонис Ю. Модификация свойств твердых тел ионными пучками. – Вильнюс: Моклас, 1980. – 196 с. 20. Диденко А.Н., Асаинов О.Х., Кривобоков В.П. и др. // *Поверхность: физика, химия, механика*. 1985. №1. С. 150 – 154. 21. Кумахов М.А., Комаров Ф.Ф. Энергетические потери и пробег ионов в твердых телах. – Минск: Изд-во БГУ, 1979. 22. Ali A., Grant W.A., Grundy P.J. // *Philos. Mag.* 1978. Vol. B37. P. 353 – 357. 23. Grundy P.J., Ali A., Christodoulides C.E. // *Thin Solid Films*. 1979. Vol. 58. P. 253 – 259. 24. Pavlov P.V., Zorin E.J., Tetelbaum D.I., e.a. // *Phys. status solidi (a)*. 1973. Vol. 19. P. 373 – 379. 25. Grant W.A., Whitton J.L., Williams J.S. // *Radiat. Effects*. 1980. Vol. 49. P. 65 – 73. 26. Tsaour B.Y., Lan S.S., Lian L., Mayer J.W. // *Thin Solid Films*. 1979. Vol. 63. P. 31 – 39. 27. Raushenbach B., Hohmuth K. // *Phys. status solidi (a)*. 1982. Vol. 72. P. 667 – 678.*

УДК 536.532

ОСОБЛИВОСТІ МЕТРОЛОГІЧНОЇ ПЕРЕВІРКИ ВИСОКОТЕМПЕРАТУРНИХ ТЕРМОПЕРЕТВОРЮВАЧІВ ЗА ДОПОМОГОЮ РЕПЕРНИХ ТОЧОК

© Фединець Василь, 2007

Національний університет “Львівська політехніка”, кафедра автоматизації теплових та хімічних процесів,
вул. С. Бандери, 12, 79013, Львів, Україна

Розглянуто особливості метрологічної перевірки високотемпературних термоперетворювачів за допомогою системи постійних точок – фазових переходів речовин. Запропоновано спрощену методику обчислення тривалості фазового переходу корунду.

Рассмотрено особенности проверки высокотемпературных термопреобразователей с помощью системы постоянных точек – фазовых переходов веществ. Предложено упрощенную методику расчета длительности фазового перехода корунда.

It is considered features of checking of high-temperature converters of temperature with the help of system of constant points – phase transitions of substances. It is offered the simplified design procedure of duration of phase transition of corundum.

1. Вступ. Метрологічна перевірка термоперетворювачів, чутливих елементів термоперетворювачів та визначення термо-ЕРС термопар залежно від необхідної точності може здійснюватись або абсолютним

методом за допомогою системи постійних точок – фазових переходів різних речовин, яким приписані певні числові значення температури, або порівнянням зі зразковими приладами. Враховуючи все вищі

вимоги до точності, до відтворення і збіжності показів термоперетворювачів при температурах вище за 1800 °С, вибір методики перевірки зводиться лише до застосування методу постійних (реперних) точок.

Високотемпературні вольфрамєній/ вольфрамєнієві термоперетворювачі (типу ТВР), що серійно випускаються в Україні на температурний діапазон вище за 1800 °С [1], мають межу основної допустимої похибки $\pm 0,005 t$, де t – значення вимірюваної температури.

Згідно зі схемою перевірки для засобів вимірювання температури у діапазоні від 273,15 до 6300 К високотемпературні термоперетворювачі типу ТВР працюють як зразкові засоби вимірювання другого розряду. Довірча похибка зразкових засобів вимірювання другого розряду при довірчій імовірності 0,95 становить від 0,8 до 11 К у температурному діапазоні від 1200 до 2800 К.

Враховуючи вищенаведене, єдиним матеріалом для визначення температури фазового переходу в діапазоні температур вище за 1800 К є корунд, який випускається промисловістю плавленням в електричних дугових печах технічного глинозему. Вміст Al_2O_3 в корунді становить 98 % і більше. Цей матеріал слугує державним стандартним зразком складу і властивостей матеріалів та речовин, температура фазового переходу якого встановлюється під час атестації. Залежно від хімічного складу температура фазового переходу становить (2054 ± 4) °С. Для відтворення одиниці температури із вказаною точністю повинні бути витримані правила збереження і застосування стандартного зразка, затверджені у встановленому порядку.

2. Основні передумови метрологічної перевірки термоперетворювачів у реперній точці. Метод оснований на тому, що при переході чистого матеріалу з одного стану в інший (наприклад, з твердого в рідкий або навпаки) температура від початку і до кінця переходу залишається постійною, характерною для цього матеріалу. Якщо у цьому матеріалі є домішки інших елементів, то температурний режим переходу такої системи з одного стану в інший змінюється і ця зміна визначається характером взаємодії обох матеріалів. Припустимо, що обидва матеріали характеризуються різними хімічними властивостями або різними кристалічними структурами. Їхнє процентне співвідношення таке, що вони утворюють певну

хімічну сполуку або евтектичну суміш. Тоді під час, наприклад, охолодження розплаву кристалізація суміші відбувається при одночасному випаданні кристалів обох компонентів і температура всієї суміші також залишається постійною протягом всього переходу. Проте числові значення температури переходу хімічної сполуки або евтектичної суміші відрізняються від значення температури фазового переходу чистого матеріалу.

Наближена оцінка зміни температури фазового переходу Δt основного матеріалу за наявності в ньому домішок, що утворюють з основним матеріалом хімічну сполуку або евтектичну суміш, може бути зроблена за допомогою формули Рауля ван Гоффа [2]:

$$\Delta t = \frac{RT^2}{Lm} N, \quad (1)$$

де $R = 8,314$ Дж/(моль·К) – універсальна газова стала; T – номінальне значення абсолютної температури плавлення основного матеріалу, К; L – питома теплота плавлення, Дж/кг; m – маса основного матеріалу, кг; N – кількість молів домішки.

З (1) випливає, що найбільші значення Δt будуть спостерігатися у матеріалів з високою температурою плавлення, малим значенням питомої теплоти плавлення при малій атомній вазі домішки. Якщо домішками є елементи, температура плавлення яких не дуже відрізняється від температури плавлення основного матеріалу, то при утворенні твердого розчину затвердіння втрачає ізотермічність і його крива у координатах “температура – час” не має явно вираженої горизонтальної площадки. Отже, наявність домішок, які утворюють тверді розчини з основним матеріалом, погіршує чіткість площадки затвердіння. У разі значної забрудненості площадка затвердіння взагалі втрачається і такий матеріал не може бути використаний для перевірки термоперетворювачів.

3. Тепловий режим наважки реперної точки Al_2O_3 . Для визначення оптимального теплового режиму точки фазового переходу Al_2O_3 необхідно визначити конструктивні розміри тигля зі встановленим у ньому молібденовим чохлам. Для цього зробимо припущення, що по осі тигля, в якому встановлюється для перевірки термоперетворювач, можна нехтувати величинами теплових потоків, які досягають чутливого елемента з боку торців. Таке припущення цілком виправдане при діаметрі тигля не менше за 30 мм і висоті не менше ніж 50 мм, а також наявності деякої

теплової ізоляції на торці тигля. Конструкція тигля зображена на рис. 1.

Після попереднього заповнення тигля на 20 мм від дна подрібненим Al_2O_3 всередину чохла вводять молибденову тонкостінну трубку з привареною до дна кришкою, в яку встановлюється термоперетворювач і через вакуумні ущільнення виводиться назовні. Після заповнення простору тигля повністю гранулами Al_2O_3 він закривається кришкою з молибдену і в печі відкачується вакуум. Далі піднімається температура до отримання площадки плавлення – затвердіння для отримання температури фазового переходу.

Тигель необхідно встановлювати так, щоб середня частина його по висоті була розміщена в середній частині зони з рівномірною температурою і щоб фронт тверднення реперного матеріалу (у разі зменшення температури) змінювався лише в радіальному, але не в вертикальному напрямку вздовж чохла. В протилежному випадку навіть при використанні матеріалу високої чистоти тривалість площадки тверднення різко скоротиться.

Для підтвердження правомірності використання тигля запропонованої конструкції необхідно виконати розрахунки реперної точки. Схематичне зображення руху фронту затвердіння наважки реперного матеріалу зображено на рисунку.

Перевіріці за запропонованою методикою підлягають термоперетворювачі розбірних та нерозбірних конструкцій, а також чутливі елементи, якщо в умовах перевірки їхня похибка від тепловідведення не перевищує $0,3 \Delta_p$, де Δ_p – межа основної допустимої похибки, яка встановлюється у нормативно-технічній документації. Тому першим етапом у розрахунках є визначення похибки Δt_M від тепловідведення по чутливому елементу та захисній арматурі. Внаслідок теплопровідності відбувається безперервний вплив тепла і під час плавлення термоперетворювач фіксує нижчу температуру t_0 , ніж температура фазового переходу t_p . Необхідно звести до мінімуму $(t_p - t_0)$. Результати експериментальних досліджень, зокрема і виконаних автором, показують, що для термоперетворювачів, що серійно випускаються в Україні, на температурний діапазон вище за $1800^\circ C$ похибка від тепловідведення навіть для найгіршого варіанта не перевищує $0,3 \Delta_p$, що дає змогу повіряти вказані термоперетворювачі за запропонованою методикою.

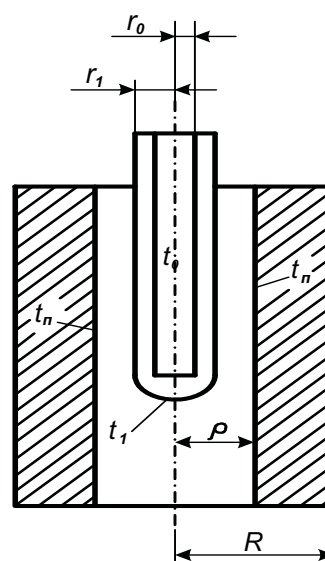


Схема фронту тверднення наважки реперного матеріалу

Наступним кроком для зменшення різниці $(t_p - t_0)$ є збільшення тривалості площадки фазового переходу. Для його визначення виконаємо розрахунок теплового балансу тигля з наважкою реперного матеріалу (див. рисунок). Питомий тепловий потік $Q(\rho)$, що надходить до поверхні фронту плавлення через циліндричний шар рідкого реперного матеріалу:

$$Q(\rho) = \frac{\lambda_1 (t_n - t_0)}{\rho \ln \frac{R}{\rho}} \quad (2)$$

Питомий тепловий потік $q(\rho)$, що відходить від поверхні фронту плавлення до поверхні з радіусом r_1 через шар твердого реперного матеріалу:

$$q(\rho) = \frac{\lambda_2 (t_n - t_1)}{\rho \ln \frac{\rho}{r_1}} \quad (3)$$

Питомий радіальний тепловий потік q (вздовж осі чохла):

$$q = \frac{\lambda (t_1 - t_0)}{r_0 \ln \frac{r_1}{r_0}} \quad (4)$$

У (2)–(4) λ , λ_1 і λ_2 – відповідно коефіцієнти теплопровідності захисного чохла, реперного матеріалу в рідкій і твердій фазах. Інші позначення – згідно з рисунком.

Оскільки питомий радіальний тепловий потік q є незначним і ним можна знехтувати, то питому кількість теплоти на плавлення наважки реперного матеріалу визначимо як

$$Q(\rho) - q(\rho) = -L \cdot \gamma \cdot \frac{d\rho}{d\tau} = \frac{\lambda_1(t_3 - t_n)}{\rho \ln \frac{R}{\rho}} - \frac{\lambda_2(t_n - t_1)}{\rho \ln \frac{\rho}{r_1}}, \quad (5)$$

де L – теплота плавлення реперного матеріалу; γ – його густина.

Інтегрування виразу (5) по ρ в межах від r_1 до R дасть змогу визначити тривалість τ площадки плавлення наважки:

$$\tau = L\gamma \int_{r_1}^R \frac{\rho \ln \frac{R}{\rho} \ln \frac{\rho}{r_1}}{\lambda_2(t_n - t_1) \ln \frac{R}{\rho} - \lambda_1(t_3 - t_n) \ln \frac{\rho}{r_1}} d\rho. \quad (6)$$

Обчислення тривалості площадки тверднення – складний і трудомісткий процес і в цій статті не наводиться. Метод розрахунку складається з вибору кроку інтегрування $\Delta\rho$, наближення його до нуля і застосування геометричної інтерпретації визначеного інтеграла.

Приймемо таку методику розрахунку проміжку часу $\Delta\tau = \tau - \tau_1$ (τ_1 – час початку тверднення), протягом якого робочий кінець термоперетворювача набуде температури, яка відрізняється від температури затвердіння на певну величину “недоходу” $\Delta t = t - t_n$ (t – температура чутливого елемента термоперетворювача у момент часу τ_1). На основі припущення, що починаючи з моменту часу τ_1 (нехтуючи тривалістю дорегулярної стадії процесу) зміна температури чутливого елемента буде відбуватися за експоненціальним законом, в спрощеному варіанті формулу для визначення тривалості площадки тверднення можна записати у такому вигляді

$$\Delta t = \varepsilon v e^{-\frac{\tau - \tau_1}{\varepsilon}}, \quad (7)$$

де ε – стала термічної інерції термоперетворювача, що перевіряється; v – швидкість зміни температури в пічці.

Логарифмуючи вираз (7) і розв’язуючи його відносно $\Delta\tau = \tau - \tau_1$, отримуємо:

$$\Delta\tau = \tau - \tau_1 = \varepsilon \ln \frac{\varepsilon v}{\Delta t}. \quad (8)$$

Розрахунки за (8) показують, що для вольфрамрениї/вольфрамрениєвого чутливого елемента з сталою термічної інерції $\varepsilon = 20$ с при швидкості зміни температури в пічці не більше за 5 °C/хв і допустимій величині “недоходу” $\Delta t = 0,5$ °C необхідний час тривалості площадки тверднення становить $\Delta\tau = 24,08$ с. Для $\varepsilon = 10$ с, $v = 3$ °C/хв і $\Delta t = 1$ °C $\Delta\tau = 6,9$ с. На основі наведених розрахунків можна зробити висновок, що чим більшою є величина термічної інерції термоперетворювача, тим більше скорочується тривалість стабільних його показів під час перевірки в реперній точці.

Очевидно також, що надмірне збільшення термічної інерції термоперетворювача без збільшення наважки реперного матеріалу може призвести до того, що він не зможе досягнути стабільних показів за час тривалості площадки тверднення у цій конструкції тигля.

На основі математичного прогнозування і експериментальних даних можна зробити такі **висновки**:

- конструкція запропонованої реперної точки з погляду теорії теплового режиму є оптимальним варіантом і може застосовуватись на практиці для перевірки високотемпературних термоперетворювачів;
- захисний чохол не повинен торкатися до стінки і дна тигля;
- для перевірки термоперетворювачів з сталою термічної інерції більше за 30 с варто збільшити розміри тигля (висота не менше за 120 мм, діаметр 50 мм);
- аналіз теплового режиму наважки реперного матеріалу показує, що як у разі плавлення, так і у разі тверднення температура порожнини чохла є нижчою від температури фазового переходу матеріалу, проте “недоходи” для обох процесів різні. Тому усереднення результатів перевірки при плавленні і твердненні матеріалів є неправомірним. Результати вимірювань необхідно фіксувати у кінці плавлення і на початку тверднення.

1. Геращенко О.А., Гордов А.Н., Лах В.И., Стадник Б.И., Ярышев Н.А. Температурные измерения: Справочник. – К., 1984. – 496 с. 2. Андрианов Е.И. Методы определения структурно-механических характеристик порошкообразных материалов. – М., 1982. – 255 с.