

### VYSOKOTEPLOTNÍ DILATOMETR

ZDENĚK POSPÍŠIL

Výzkumný ústav elektrotechnické keramiky, 500 64 Hradec Králové, Pospíšilova ul.

Došlo 21. 2. 1974

*Nová metoda měření koeficientu teplotní roztažnosti nebo i nevratných délkových změn při teplotách do 2000, popř. do 2500 °C, je založena na bezdotykovém kompenzačním způsobu měření s jedním telemikroskopem, který pracuje jako nulový indikátor. Kompenzačním členem je planparalelní skleněná deska, která rovnoběžným posunem svazku paprsků v závislosti na úhlu naklonění kompenzuje vliv délkové změny vzorku.*

*Jsou diskutovány různé varianty provedení vzorků a je popsána píčka s molybdenovým nebo wolframovým topným článkem, sloužící k ohřívání vzorku. Jako příklad je uvedena křivka teplotní roztažnosti  $UO_2$  do 2400 °C.*

#### ÚVOD

Je popsán přístroj vyvinutý původně pro měření koeficientu teplotní roztažnosti kyslíčnickových jaderných paliv, který je použitelný i pro měření teplotní roztažnosti řady jiných zárovných hmot, pokud snesou redukční nebo neutrální atmosféru.

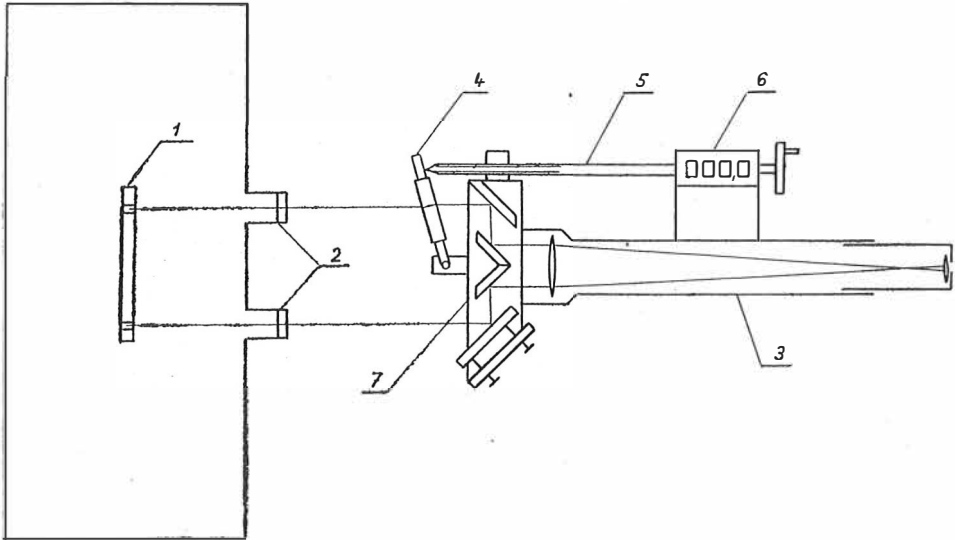
Vyvinutá metoda patří ke skupině tzv. bezdotykových metod, kterým se při měření v oblasti velmi vysokých teplot dává přednost před metodami s mechanickým přenosem délkových změn, a to pro jejich spolehlivost, i když nebývají tak citlivé [1], [2].

#### POPIS METODY

Nový způsob měření dilatací je odvozen z metody katetometrické, avšak pracuje na kompenzačním principu. Kompenzačním členem je planparalelní skleněná deska, na které se využívá rovnoběžného posunu svazku paprsků v závislosti na jejím naklonění. Mikroskop je jen jeden a slouží pouze jako nulový indikátor.

Vzorek umístěný svisle v ose válcové píčky s wolframovým nebo molybdenovým topným článkem má poblíž konců dvě značky, vzdálené od sebe 50 mm. Na tyto značky se zaměřuje průzory v plášti pece optický přístroj, složený z telemikroskopu a předřazené soustavy zrcadel, která svede obrazy obou značek do jednoho bodu v zorném poli okuláru. Do cesty svazku paprsků od jedné ze značek vzorku je kromě toho vestavěna otočná planparalelní deska, jejíž sklon se dá nastavit tangenciálním šroubem spráženým s otáčkoměrem, z jehož údajů lze odečíst polohu desky. Schematické znázornění měřicí optické soustavy je na obr. 1.

Na začátku měření se nastaví planparalelní deska do krajní plochy, odpovídající studenému vzorku. Nastavováním jednoho ze zrcadel soustavy (otočného podle dvou os na sebe kolmých) se obrazy obou značek překryjí. Změnou délky vzorku při ohřátí se obrazy značek navzájem posunou. Natáčením planparalelní desky se obnoví jejich původní shodná plocha a na počítadle



Obr. 1. Schematický obrázek měřicího zařízení.

1 — vzorek, 2 — průřez pece, 3 — telemikroskop, 4 — planparalelní skleněná deska, 5 — nastavovací šroub, 6 — počítadlo otáček šroubu, 7 — soustava zrcadel.

otáček se odečte při každé teplotě příslušný rozdíl sklonu desky. Násobením známou konstantou s případnou korekcí nelinearity se z něho vypočítává délková změna vzorku.

#### Způsob výpočtu dilatace vzorku z experimentálních dat

Závislost sklonu planparalelní desky s rovnoběžného posunu svazku paprsků je dána známým vzorcem [3], který můžeme po malé úpravě napsat ve tvaru

$$a = d \operatorname{tg} \alpha \left( \cos \alpha - \frac{\cos^2 \alpha}{n^2 - \sin^2 \alpha} \right) = d \operatorname{tg} \alpha \cdot A$$

$a$  — posun svazku (rovná se změně délky vzorku),  
 $\alpha$  — úhel odklonu planparalelní desky od polohy kolmé na směr svazku,  
 $n$  — index lomu skla,  
 $d$  — tloušťka desky.

Výraz  $v$  závorce takto upraveného vzorce ( $A$ ) velmi málo závisí na úhlu odklonu desky od kolmice, jak ukazuje tabulka I (počítaná pro index lomu  $n = 1,62$ ).

Platí tedy přibližně lineární závislost mezi posunem paprsku a tangentou úhlu nakloněné desky, a tím také mezi změnou délky dilatujícího vzorku a počtem otáček šroubu nastavujícího sklon desky. Odchyłky od linearit

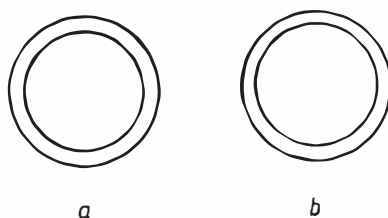
Tabulka I

$\alpha$ [°]	$A$	$100 (A_0 - A) / A_0$
0	0,61896	0, %
5	0,61709	0,3
10	0,61099	1,3
15	0,60110	2,9
20	0,58752	5,1
25	0,57046	7,8

nepřesahují 1 % až do 8° úhlové odchyłky od nulové polohy (kolmé na směr paprsků). Při tloušťce desky 6 mm a daném indexu lomu vystačíme tedy, za předpokladu využití oboustranné výchyłky desky, s jednoduchým lineárním vztahem až do změny délky asi 1 mm, aniž by se chyba z této aproximace výrazněji uplatnila proti běžnému rozptylu výsledků jednotlivých měření. Při větších změnách délky je třeba použít korekce, vyplývající z tabulky I.

### Tvar vzorků

Původní tvar vzorků, používaných při zkoušení metody, je hranolek o délce asi 65 mm, na kterém jsou ve vzdálenosti 50 mm umístěny zaměřovací značky. U horního konce hranolku je otvor na provléknutí wolframového drátu, na kterém je vzorek v žárovém prostoru pícky zavěšen. Zaměřovací značky mají tvar kruhových otvorů o nestejném průměru (rozdíl asi 20 %). Tento tvar značek byl zvolen hlavně proto, že se řada látek při teplotách kolem 2000 °C již znatelně vypařuje. Tato teplotní „eroze“ nejméně vadí u značek tohoto tvaru, neboť na vnitřní válcové ploše otvoru je jednak v důsledku negativního zakřivení povrchu snižená tenze par, jednak případný úbytek materiálu má vliv jen na velikost otvoru, nikoliv na jeho tvar a polohu středu.



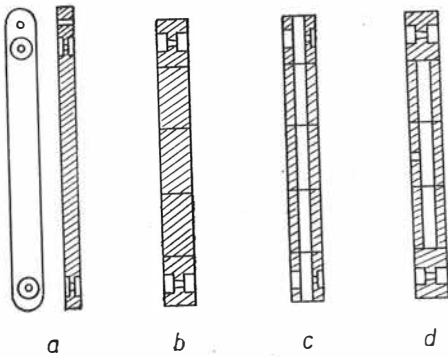
Obr. 2. Nastavení obrazů značek v zorném poli telemikroskopu.  
a — přesně koncentrické kruhy,  
b — kruhy s excentricitou 1 % průměru.

Ukázalo se, že značky tohoto tvaru mají i další výhody. Jsou velmi kontrastní, a to jak při nízkých teplotách, kdy se prosvěćují pomocným světelným zdrojem, tak i při teplotách, kdy vzorek září a značky jsou zřetelně viditelné proti tmavému pozadí.

Při měření se značky nastavují tak, že se v okuláru telemikroskopu jeví jako dvojice soustředných kruhů. Výchyłku lze bezpečně postřehnout asi při excentricitě odpovídající jedné setině průměru kruhů (obr. 2). Při průměru značkových otvorů kolem 1 mm to tedy znamená citlivost 0,01 mm. Tato citlivost

by byla sice sotva dostatečná při měření v malém teplotním intervalu, ale v rozsahu teplot 0—2000 °C, kdy se délková změna vzorku u většiny materiálů blíží 1 mm, vychází konečný výsledek jednotlivého měření s chybou asi 1 %.

Vedle kompaktních hranolků lze jako vzorku použít i sloupce složeného z jednotlivých článků, např. lisovaných válečků. K tomu cílí je spodek pece opatřen molybdenovým zvedacím stolem, posuvným po dvou vodicích tyčích. Sloupec se sestaví na plošině stolku pod pecí a jako celek se zasune zvednutím stolku do žárového pásma pece, jejíž dolní otvor se tím zároveň těsně uzavře.



Obr. 3. Různé varianty provedení vzorku. a — zavěšený hranolový vzorek, b — sloupec z plných válečků, c — sloupec z dutých válečků, d — sloupec s uzavřenou dutinou pro měření teploty optickým pyrometrem.

Na obr. 3 jsou vedle trámečkového vzorku uvedeny různé varianty sloupce sestaveného z válcových článků. Poslední dvě varianty používají dutých válečků, které kromě snadnějšího prohřívání umožňují přesnější měření teploty buď bezdotykovým pyrometrem (d), kde využívá dutiny jako zdroje černého záření, nebo termočlánkem (c) zasunutým do dutiny sloupce víkem pece. Tímto způsobem lze také snadno změřit teplotní spád po délce vzorku.

Výsledek měření teplotní roztažnosti takto sestaveného sloupce z 5 až 6 člán-

ků byl v dobré shodě s hodnotou naměřenou na celistvém hranolku. Je ovšem třeba dbát na to, aby dosedací plochy jednotlivých článků byly přesně zabroušeny.

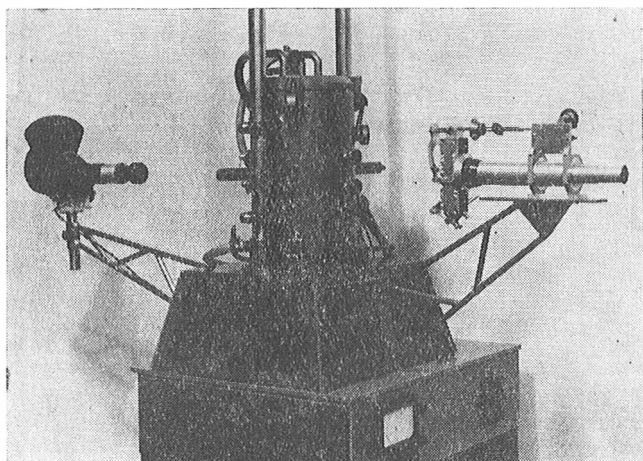
Tento způsob měření dilatace na sestavovaném sloupci má několik výhod. Lze zpravidla použít vzorků připravovaných pro jiné zkoušky. Je možno na téže sérii zkušebních tělísek proměřit koeficient teplotní roztažnosti ve dvou různých směrech (např. rovnoběžné a kolmo na směr lisovacího tlaku nebo na směr tažení). Značná úspora práce s přípravou zkušebních tělísek vzniká při opakovaném měření na různých vzorcích téže hmoty. Protože koncové články s vytvořenými značkovými otvory přispívají jen málo (a nadto známým podílem) k délkové změně sloupce, je možno vyměňovat pouze střední jednoduché články.

### Pícka

K zahřívání zkušebních tělísek se používá odporová pícka s trubkovým topným článkem z molybdenového nebo wolframového plechu, plněná ochrannou atmosférou (nejčastěji bylo používáno směsi argonu s 10 % vodíku).

Pec má vodou chlazený plášť a k omezení tepelných ztrát slouží místo tepelné izolace soustava koncentrických plechových válců, které působí jako odrážecí záření. Pec má na přední straně dvojici průzorů se skleněným okénkem pro pozorování značek vzorku. Na zadní straně jsou symetricky umístěny další dva průzory pro prosvětlení zaměřovacích otvorů při nízkých teplotách

a další okénko mezi nimi pro pyrometrické měření teploty ve střední části vzorku. Plášť pece se soustavou odrazových plechů lze zvednout vysunutím po dvou vodících sloupech po stranách pece. Ve víku pece, které je rovněž chlazeno, je otvor pro zavedení termočlánku. Celkový pohled na zařízení je na obr. 4.



Obr. 4. Fotografie měřicího zařízení.



Obr. 5. Topný článek.

Vlastní topný článek je zhotoven z molybdenového nebo wolframového plechu tloušťky 0,15 až 0,2 mm a má tvar válce složeného ze dvou půlkruhových žlábků, nahoře spojených kruhovým prstencem ze silnějšího plechu. V úrovních zaměřovacích značek je mezer mezi oběma polovinami trubky rozšířena půlkruhovitými výřezy pro snazší pozorování značek (obr. 5). Molybdenovým topným článkem o průměru 20 mm lze dosáhnout teploty až 2100 °C při životnosti několika desítek pokusů. Wolframový topný článek byl zkoušen v provedení o průměru 12 mm a bez výřezů. Dosáhlo se s ním teploty přes 2400 °C; životnost je však menší než 10 pokusů, protože se silně odpařuje.

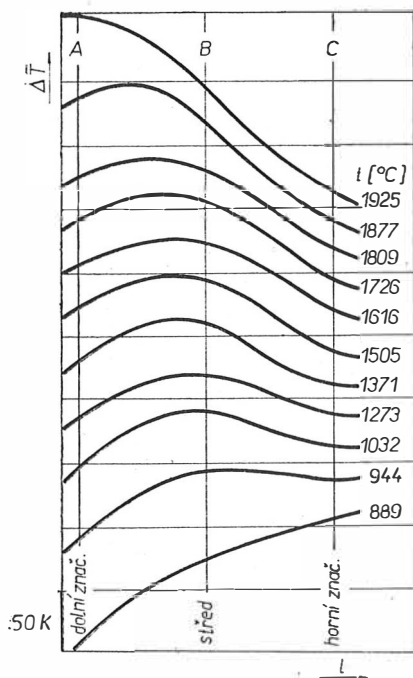
Proud se přivádí dvěma měděnými, vodou chlazenými bloky do dolních konců obou polovin topného článku.

Pec se napájí regulovaným napětím 0 až 20 V. K dosažení teploty 2000 °C je třeba výkonu asi 4000 W, což odpovídá proudu asi 200 A. Tento výkon dodává transformátor s pevným transformačním poměrem, jehož primární vinutí je napájeno z regulačního autotransformátoru.

Teplota podél délky topné trubky není ovšem zcela rovnoměrná. Způsobuje to zejména odvod tepla k chlazeným koncům. Ke kompenzaci těchto ztrát má trubka v dolní části výřezy, které zmenšují vodivý průřez, a tím vytvářejí pásmo zvýšeného výkonu.

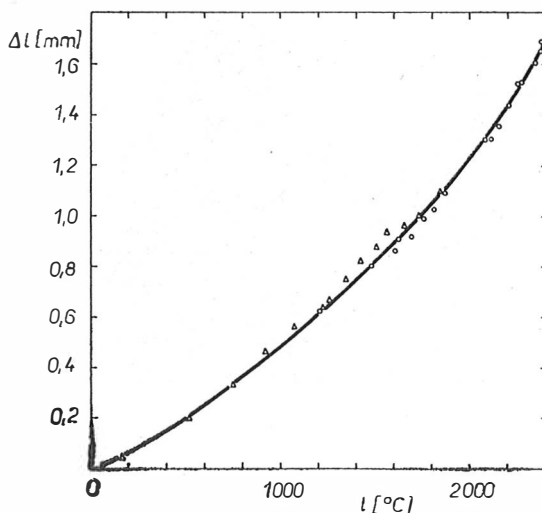
Na obr. 6 je soubor křivek rozložení teploty po délce takto upraveného topného článku. Z proměnného celkového sklonu křivek je patrné, že při nižší teplotě převažují ztráty vedením (kompenzace je nedostačující), kdežto

při vyšších teplotách mají rozhodující vliv ztráty zářením (odvod tepla je překompenzován). Volbou velikosti výřezů lze ovlivnit teplotu, při které se optimálně vyrovná teplotní průběh po délce trubky.



Obr. 6. Rozložení teploty po délce vzorku pro různé teploty středu vzorku.

A — dolní značka, B — střed vzorku, C — horní značka.



Obr. 7. Naměřená závislost délkové změny vzorku slinutého  $\text{UO}_2$  na teplotě.

$\Delta$  — měřeno na sloupci z válcových článků (var. d),  
 $\circ$  — měřeno na zavěšeném hranolovém vzorku (var. a).

Přesto, že rozdíly teplot po délce vzorku jsou značné, nemusí mít na výsledek měření koeficientu roztažnosti znatelný vliv. Za předpokladu, že teplotní roztažnost je v intervalu teplot mezi nejnižší a nejvyšší teplotou na vzorku lineární funkcí teploty, můžeme zavést pojem tzv. efektivní teploty vzorku, pro kterou platí

$$\Delta l = \bar{\alpha}_{(0, t_e)} l_0 t_e \epsilon = \int_{t_2}^{t_1} \bar{\alpha}_{(0, t)} t \, dl,$$

kde  $l$  je délka vzorku,  $t$  je teplota jako funkce délky vzorku a  $\bar{\alpha}$  střední koeficient teplotní roztažnosti v teplotním intervalu vyznačeném v indexu. Z křivek na obr. 6 lze cestou grafické integrace vyhodnotit rozdíl efektivní teploty a skutečně měřené teploty středu vzorku a do výpočtu zavést hodnoty korigované. Ukázalo se však, že tato korekce ovlivní výsledek jen v rozsahu asi 1 % naměřené hodnoty.

Пříklady naměřených závislostí

Na obr. 7 je uveden příklad křivky teplotní roztažnosti vzorku slinutého  $UO_2$ , měřené jednak v molybdenové topné trubce od 20 do 2000 °C, jednak ve wolframové topné trubce v teplotním intervalu 1200 až 2400 °C.

Literatura

- [1] Wagner P.: *Equipment and techniques for measurement of thermal conductivity, thermal expansion and associated properties above 1000 °C*. Europ. konf. über thermophys. Eigenschaften, Baden-Baden 1968.
- [2] Kirby R. K., Rothrock B. D.: *Thermal expansion of Platinum to 1900 K and reference materials for thermophysical properties*. Europ. konf. über thermophys. Eigenschaften, Baden-Baden 1968.
- [3] Horák Z.: *Základy technické fyziky II. díl*, Praha 1955.

ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫЙ ДИЛАТОМЕТР

Зденек Поспишил

Научно-исследовательский институт электротехнической керамики, Градец Кралове

В приводимой статье описывается новый бесконтактный метод измерения теплового расширения и необратимых линейных изменений огнеупорных материалов при температурах до 2 000 °C (с молибденовым нагревательным элементом), или до 2 500 °C (с вольфрамовым нагревательным элементом).

Предлагаемый метод основан на методе компенсации. Проба в виде призмы или столбика, состоящего из отдельных элементов (рис. 3) имеет в расстоянии 50 мм две визирные марки в форме круговых отверстий разного диаметра. Изображение марок с помощью системы зеркал и телемикроскопа (рис. 1) сводятся в одну точку в поле зрения его окуляра таким образом, что они образуют пару концентрических кругов (рис. 2). Смещение марок, вызванное тепловым расширением пробы компенсируется изменением отклонения плоскопараллельной стеклянной плитки. На основании отклонения приведенной плитки рассчитывают линейное расширение пробы.

Зависимость между линейным изменением пробы и смещением при небольших изменениях приблизительно линейна, в случае больших отклонений необходимо пользоваться экзактным отношением или коррекцией.

Пробу нагревают в печи с нагревательными элементами из молибденовых или вольфрамовых жестей. Элементы имеют вид трубки, состоящей из двух полукруглых желобков, связанных в верхней части кольцом и вставленных в нижней части в охлаждаемые медные блоки с подводкой тока (рис. 5). Печь имеет охлаждаемый водой кожух и систему концентричных листовых роликов, отражающих тепловое излучение, которые служат для термической изоляции.

Печь наполнена защитной средой, состоящей из смеси водорода с аргоном или из чистого инертного газа.

В качестве примера приводится зависимость расширения от температуры для пробы  $UO_2$  (рис. 7).

Рис. 1. Схема измерительной установки.

1 — проба, 2 — смотровые отверстия печи, 3 — телемикроскоп, 4 — плоскопараллельная стеклянная плитка, 5 — установочный бинт, 6 — счетчик поворотов бинта, 7 — система зеркал.

Рис. 2. Установка изображений визирных марок в поле зрения телемикроскопа.

a — полно концентрические круги, b — круги с эксцентricностью 1 % диаметра.

Рис. 3. Разные варианты упорядочения пробы.

*a* — подвешенная призматическая проба, *b* — столбец из полных роликов, *c* — столбец из полных роликов, *d* — столбец с закрытой полостью для измерения температуры с помощью оптического пирометра.

Рис. 4. Фотосъемка измерительной установки.

Рис. 5. Нагревательный элемент.

Рис. 6. Кривые расположения температуры пробы для разных температур середины пробы.

*A* — нижняя марка, *B* — середина пробы, *C* — верхняя марка.

Рис. 7. Установленная зависимость линейного изменения пробы спекаемой  $UO_2$  от температуры.

$\Delta$  — измерение на столбике из роликовых элементов (вариант *d*),  $\circ$  — измерение на подвешенной призматической пробе (вариант *a*).

## HIGH-TEMPERATURE DILATOMETER

Zdeněk Pospíšil

*Research Institute of Electrotechnical Ceramics, Hradec Králové*

The article describes a new contactless method for measuring thermal expansion and irreversible changes in volume of refractories at up to 2 000 °C (with a molybdenum heating element) or up to 2500 °C (with a tungsten one).

The method is based on a compensating principle. The test specimen has the shape of a prism or column composed of individual cells (Fig. 3) and is provided with two scanning holes or different diameters at a pitch of 50 mm. Images of these holes are transmitted by a system of mirrors to a single point in the viewing field of a telemicroscope (Fig. 1) where they form a couple of concentric rings (Fig. 2). The shift of the holes due to thermal expansion is compensated by a change in the tilt of a planparallel glass plate and the change in specimen length is calculated from the plate deviation.

For small changes the relationship between specimen length and shift is approximately linear; with larger deviations one must employ an exact relationship or correcting factors.

The specimen is heated in a furnace provided with molybdenum or tungsten sheet heating elements. These have the shape of a tube composed of two semicircular troughs joined by a ring on top and fitted in cooled copper blocks supplying power at the bottom (Fig. 5). The furnace has a water-cooled jacket and a system of concentric sheet cylinders reflecting thermal radiation as insulation.

The furnace is filled with a protective atmosphere of hydrogen-argon mixture, or with a pure inert gas.

An expansion-temperature curve for a sample of  $UO_2$  is shown as an example (Fig. 7).

Fig. 1. Schematic diagram of the measuring device.

1 — specimen, 2 — furnace sight openings, 3 — telemicroscope, 4 — planparallel glass plate, 5 — adjusting screw, 6 — screw revolution counter, 7 — system of mirrors.

Fig. 2. Adjustment of images in telemicroscope viewing field.

*a* — precisely concentric rings, *b* — rings with an eccentricity of 1 percent in diameter.

Fig. 3. Various possible shapes of test specimens.

*a* — suspended prismatic specimen, *b* — column composed of full cylinders, *c* — column composed of hollow cylinders, *d* — column with a sealed hollow for temperature measurements using optical pyrometer.

Fig. 4. A view of the measuring device.

Fig. 5. Heating element.

Fig. 6. Temperature distribution along the specimen for various specimen center temperatures.

*A* — bottom mark, *B* — specimen center, *C* — top mark.

Fig. 7. Change in specimen length vs. temperature for sintered  $UO_2$ .

$\Delta$  — measured on a column of cylindrical samples (var. *d*),

$\circ$  — measured on a suspended prismatic specimen (var. *a*).