

顶杆法膨胀仪的研制及不确定度分析

杨 阳 徐 辉 邓建兵

(航天材料及工艺研究所,北京 100076)

文 摘 研制了一套顶杆法膨胀仪,用于测试室温~500℃固体材料的平均线胀系数。利用该套膨胀仪对SRM732进行测试,并与美国国家标准与技术研究院提供的标准数据比较,相对误差小于2%。以SRM732测试结果为基础,进行不确定度分析,该套膨胀仪的测试不确定度小于3.2%。

关键词 顶杆法膨胀仪,蓝宝石标样,不确定度

中图分类号:TB302.1

DOI:10.3969/j.issn.1007-2330.2014.06.016

Development and Uncertainty Analysis of Push-Rod Dilatometer

YANG Yang XU Hui DENG Jianbing

(Aerospace Research Institute of Materials & Processing Technology, Beijing 100076)

Abstract Push-rod dilatometer has been developed for measuring linear thermal expansion coefficients of solid materials for thermal expansion from the room temperature to 500℃. The linear thermal expansion coefficients of single-crystal sapphire have been determined using the Push-rod dilatometer. The present data are compared with the data recommended by the National Institute of Standards and Technology (NIST), which are in good agreement. The relative uncertainty in the measurement was estimated to be less than 4% in the temperature range, based upon the data of single-crystal sapphire.

Key words Push-rod dilatometer, Single-crystal sapphire, Uncertainty

0 引言

顶杆法作为线膨胀系数的测试手段,由于其适用的材料种类多,温度范围广,操作方便,已发展为标准测试方法^[1-3]。航天材料服役环境温度变化复杂,发射前需进行大量热物性检测。为保证检测工作高效进行,为各种固体材料试样提供准确可靠的线胀系数数据,本文依据GJB332A—2004标准研制一套顶杆法膨胀仪,用于测试室温~500℃刚性固体航天材料的平均线胀系数,并进行不确定度分析。

1 顶杆法测试原理

1.1 平均线胀系数的定义

物体的温度由 T_1 变化到 T_2 ,其长度相应的由 L_1 变化到 L_2 ,物体在该温区的平均线胀系数定义如下:

$$\bar{\alpha} = \frac{L_2 - L_1}{L_1(T_2 - T_1)} = \frac{\Delta L}{L_1 \Delta T} \quad (1)$$

1.2 测试原理

顶杆法是将试样的膨胀量通过一根与载管的材质相同且线胀系数很小的顶杆传递出来进行测量的方法。顶杆和载管是膨胀计的核心,要求其尺寸稳定性好,组织结构和物理化学性质稳定。1 000℃以下

一般采用熔融石英。将试样装入膨胀计示差组件内,测温热电偶的接点嵌入或紧贴试样中点。将该组件放入升降温装置,随温度升高或降低,试样长度发生变化,其膨胀量由顶杆传递出来。已知试样的初始长度 L_1 ,由测温热偶获得温差 ΔT ,膨胀组件传递出试样的膨胀量 ΔL ,按式(1)即可计算该材料在该温度区间内的平均线胀系数。

2 设备性能指标、总体方案及构造

2.1 设备性能指标

根据实施标准及检测对象的特性,设备要求:测试温度为RT~500℃;试样为柱形,长度50~65 mm,直径或对角线长度不大于10 mm;用已知标准试样对整个测试系统进行测试,最大相对误差不大于4%;可同时测试四组试样。

2.2 总体方案设计

膨胀仪的总体方案如图1所示。将试样放入加热炉内,计算机程序控制温度控制器,使加热炉按一定速率升温,试样长度及温度发生变化,通过采集程序记录并保存于计算机。

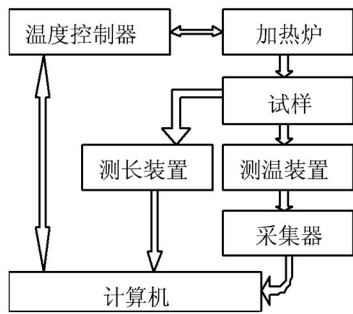


图1 顶杆法膨胀仪总体方案设计

Fig.1 Overall design of push-rod dilatometer

2.3 设备构造

2.3.1 加热装置

加热装置为立式双管电阻炉。该电阻炉采用三区控温方式,每个炉管分上中下三区,中间主控温,两端跟踪加热。最高温度达 500℃,升温速率在 0.5 ~ 10℃/min 可控,均温区长度不小于 70 mm,均温区内最大温差小于 5℃。

以 200℃ 保温条件为例,绘制炉管温场曲线,并与单区控温方式相比,如图 2 所示。可见,单区控温的情况下,温场曲线呈下抛物线形,中间的高温区较之炉管上下两端的温区相差几十度;而两端跟踪的三区控温温场曲线,两端明显被“抬起来”,与高温区相差不多,整个温度曲线趋势平缓。

2.3.2 石英示差组件

熔融石英物理化学性能稳定,线胀系数小,1 000℃ 以下线胀系数测试常采用该材料作为示差组件。本文研制的顶杆法膨胀仪示差组件主要由高纯度的熔融石英载管和顶杆组成,采用推荐的立式结构。

2.3.3 测温装置

采用 K 型热电偶,可测试室温至 1 000℃。根据计量检定结果,在 RT ~ 500℃,该装置所用热电偶测温精度高于 1℃。

2.3.4 膨胀量测试装置

膨胀量的测量是线膨胀系数测试的关键,精度影响着测试精度。较之千分表、差动变压器等测长装置,光栅式位移传感器具有检测精度高,响应速度快等特点,而得以应用。本文采用的光栅位移传感器,量程为 0 ~ 10 mm,分辨率为 0.1 μm,精度可达到 0.5 μm,能够实现对试样长度变化的准确测试。

2.3.5 数据采集系统

利用 LabVIEW 软件编制程序,能够对多个通道的测试实现全过程自动采集,实时显示升温曲线和膨胀量—温度曲线,并具有安全温度、报警等功能。自动采集软件的界面如图 3 所示。

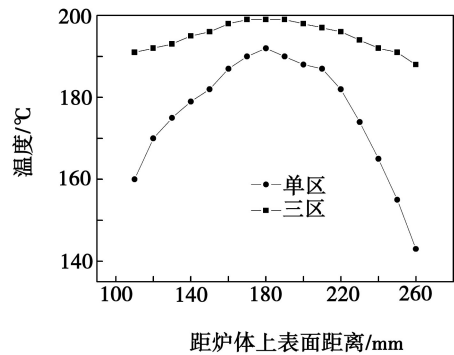


图2 单区和三区控温方式的温场比较

Fig.2 Comparison of temperature fields of temperature controlling methods of single section and three sections

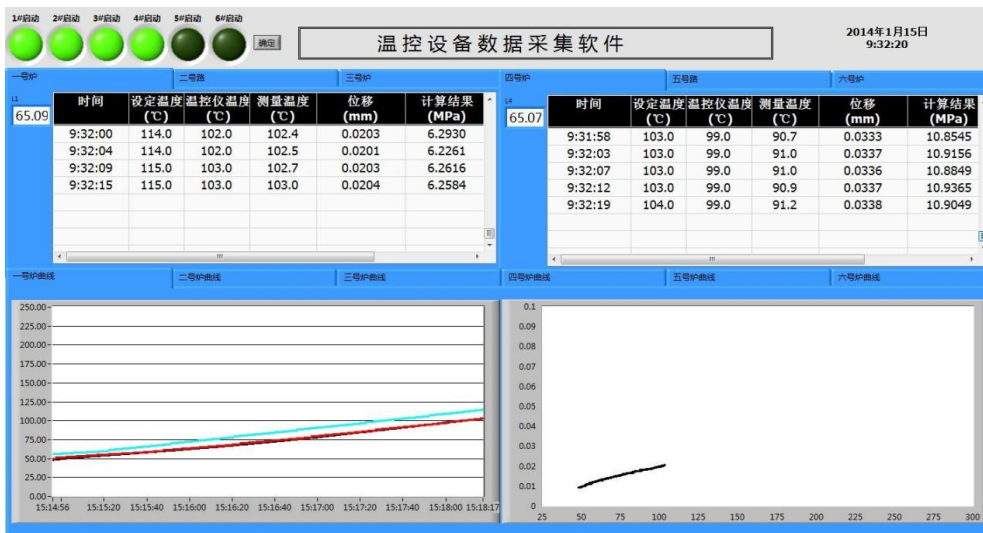


图3 数据自动采集软件界面

Fig.3 Interface of automatic data record

3 测试结果及不确定度分析

3.1 测试结果

利用该热膨胀仪对 NIST 提供的蓝宝石试样 (SRM732) 进行测试,通过数据采集系统获得膨胀量—温度曲线,转换为 $\Delta L/L_0 - T$ 曲线,如图 4 所示。随温度升高,膨胀量线性增加,与 NIST 提供的真值相比,两曲线非常吻合。测试结果与真值数据进行比较,结果见表 1。

量—温度曲线,转换为 $\Delta L/L_0 - T$ 曲线,如图 4 所示。随温度升高,膨胀量线性增加,与 NIST 提供的真值相比,两曲线非常吻合。测试结果与真值数据进行比较,结果见表 1。

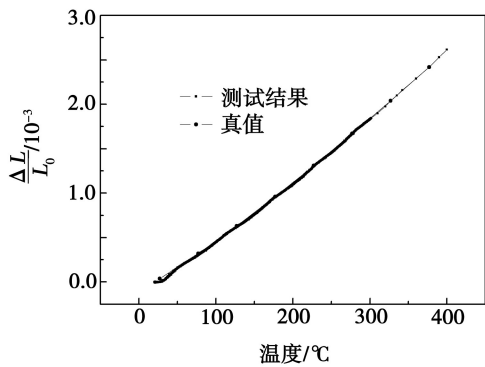


图4 SRM732 标样的 $\Delta L/L_0$ —温度曲线
Fig.4 $\Delta L/L_0$ —temperature curves of SRM732

表1 测试结果与真值的比较

Tab.1 Comparison between test values and true values

温度 / $^{\circ}\text{C}$	真值 $\Delta L/L_0$	测试结果 $\Delta L/L_0$	相对误差 /%
100	0.4446	0.4528	1.8
200	1.1228	1.1042	-1.7
300	1.8675	1.8362	-1.7
400	2.6584	2.6157	-1.6

注:测试初始温度为 20 $^{\circ}\text{C}$, 试样长度为 56.66 mm。

表2 顶杆法膨胀仪的测试不确定度分析

Tab.2 Uncertainty analysis of push-rod dilatometer

温度 / $^{\circ}\text{C}$	$\bar{\alpha}^{(1)}$ / 10^{-6}K^{-1}	与 l_0 相关的项		与 Δl 相关的项		与 ΔT 相关的项				合成不确定度 / 10^{-7}C^{-1}	相对不确定度 /%
		游标卡尺精度/mm	不确定度分量/ 10^{-9}C^{-1}	位移计精度 / μm	不确定度分量/ 10^{-7}C^{-1}	热电偶精度/ $^{\circ}\text{C}$	不确定度分量/ 10^{-8}C^{-1}	试样温度均匀性/ $^{\circ}\text{C}$	不确定度分量/ 10^{-7}C^{-1}		
100	5.56	0.02	1.96	0.5	1.10	0.5	3.48	1.5	1.04	1.79	3.2
200	6.24	0.02	2.20	0.5	0.49	0.9	3.12	3.0	1.01	1.31	2.1
300	6.67	0.02	2.35	0.5	0.32	0.9	2.14	5.0	1.19	1.30	2.0
400	7.00	0.02	2.47	0.5	0.23	0.9	1.66	6.0	0.10	1.18	1.7

注:1) $\bar{\alpha}$ 根据 NIST 提供的 $\Delta L/L_0$ 真值除以相应 ΔT 计算而得。

4 结论

该套顶杆法膨胀仪改进了加热装置,采用三区控温的方式控温,提供稳定均匀的温场,并实现多通道全过程自动数据采集。对 NIST 提供的 SRM732 试样进行测试,与真值比较,相对误差不超过 2%。以标准材料测试数据为基础,进行不确定度分析,该套顶杆法膨胀仪测试不确定度小于 3.2%。

参考文献

[1] 国防科学技术工业委员会. 固体材料线膨胀系数测试方法[S]. GJB332A—2004, 2004

100 $^{\circ}\text{C}$ 时测试结果为正偏差 1.8%, 温度升高, 误差逐渐为负偏差, 总体相对误差不超过 $\pm 2\%$ 。

3.2 不确定度分析

以 SRM732 试样的测试数据为基础, 分别在 100、200、300、400 $^{\circ}\text{C}$ 下分析该膨胀仪的测试不确定度。 L_0 , ΔL , ΔT 测量产生的不确定度构成线膨胀仪的测试不确定度, 计算公式^[4]如下:

$$\Delta\alpha_L = \frac{\alpha \cdot \delta(\Delta L)}{\Delta L} = \frac{\delta(\Delta L)}{\Delta T \cdot L_0} \quad (2)$$

$$\Delta\alpha_T = \frac{\alpha \cdot \delta(\Delta T)}{\Delta T} \quad (3)$$

$$\Delta\alpha_{L_0} = \frac{\alpha \cdot \delta(L_0)}{L_0} \quad (4)$$

$$\Delta\alpha_C = \sqrt{(\Delta\alpha_L)^2 + (\Delta\alpha_T)^2 + (\Delta\alpha_{L_0})^2} \quad (5)$$

式中, 蓝宝石标样长度 $L_0 = 56.66$ mm, ΔT 为试样温度变化, ΔL 为试样的膨胀量。计算结果列于表 2。根据不确定度分析结果, 温度较低时, 试样膨胀量小, 则位移计精度对测试结果的影响很大; 高温时, 试样内部的温差增大, 成为影响测试精度的主要因素。

[2] 中国国家标准化管理委员会. 金属材料热膨胀特征参数的测定[S]. GB/T 4339—2008, 2008

[3] ASTM. Standard test method for linear thermal expansion of solid materials with a vitreous silica dilatometer[S]. ASTM E228-06, 2006

[4] Watanabe H, Yamada N, Okaji M. Laser interferometric dilatometer applicable to temperature range from 1 300 to 2 000 K[J]. International Journal of Thermophysics, 2001, 22 (4): 1185-1200

(编辑 任涛)