

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ФАЗОЧУВСТВИТЕЛЬНОГО ДЕТЕКТОРА ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЙ ТЕПЛООВОГО РАСШИРЕНИЯ ТВЕРДЫХ ТЕЛ*

В работе описывается простая электрическая схема для dilatометрических исследований. Использование фазочувствительного вольтметра переменного тока SR830 и цифрового вольтметра постоянного тока Solartron 7061 позволяет полностью обеспечить сбор необходимых измеряемых данных.

Ключевые слова: dilatометр, тепловое расширение.

Интерес к dilatометрическим исследованиям вещества обусловлен тем, что любые фазовые превращения в веществе зачастую связаны с изменениями структуры, которые в свою очередь практически всегда связаны с изменением параметров решетки. При этом чувствительность к изменениям параметров в dilatометрических установках оказывается гораздо выше, чем чувствительность прямых методов, таких как рентгеновские или нейтронографические. Не удивительно, что время от времени появляются работы, описывающие новые dilatометрические установки [1–3].

Появление большого количества новых функциональных материалов, таких как высокотемпературные сверхпроводники, углеродные нанотрубки и нанолуковицы, вещества с гигантским магнетосопротивлением и др., ставит задачу создания простых и доступных методов исследования их физических или технических свойств. Существующие промышленные приборы для исследования дороги и во многих случаях не в состоянии обеспечить измерения с привлечением дополнительных внешних параметров, таких как постоянное магнитное поле, высокочастотное электромагнитное излучение и др.

Наиболее просто тепловое расширение может быть измерено емкостным методом.

Обычно измерительная ячейка устроена таким образом, что за счет теплового расширения изменяется зазор плоского конденсатора. Как правило, величина зазора конденсатора зависит от разности теплового расширения исследуемого образца и материала dilatометра. Устройство измерительной ячейки схематически представлено на рис. 1. Подробное описание ячейки приведено в работе [1].

Измерения коэффициента теплового расширения сводятся к измерению емкости конденсатора в зависимости от температуры. В данной работе измерения малых изменений емкости осуществляются при помощи трансформаторного моста переменного тока [4]. В качестве индикатора разбаланса моста можно использовать любой усилитель переменного тока. В данной работе индикатором служит фазочувствительный детектор с цифровым процессором сигналов SR830 DSP Lock-in Amplifier.

Принципиальная блок-схема измерений представлена на рис. 2. Синусоидальный сигнал встроенного в SR830 генератора (Sine Output) подается на первичную обмотку трансформаторного моста. В плечи моста включены эталонная C_0 (2) и измеряемая C_X (3) емкости. Для компенсации сопротивления утечки измеряемой емкости в цепи трансформатора предусмотрено построеч-

* Работа выполнена при финансовой поддержке Междисциплинарного интеграционного проекта СО РАН № 81 и Минобрнауки (проект РПН 2.1.1.1604).

ное сопротивление R . Сигнал разбаланса моста U_{out} (выходное напряжение) подается на вход детектора SR830 (Signal Inputs). При одинаковых плечах моста измеряемая емкость C_X равна компенсирующей эталонной емкости C_0 .

Вблизи равновесия разбаланс моста пропорционален разности емкостей $C_X - C_0$. При помощи детектора SR830 происходит фиксация не только амплитуды выходного сигнала, но и его сдвиг (фазы) относительно сигнала генератора. Изменение емкости измеряемого конденсатора приводит к изменению не всей амплитуды выходного сигнала, а только той ее части, которая сдвинута по фазе на $\pi/2$. Именно эту часть сигнала следует регистрировать для определения емкости. Фазная же составляющая выходного сигнала связана с потерями энергии в конденсаторе и не несет информации о емкости конденсатора.

Очевидно, что коэффициент теплового расширения $\alpha = \frac{1}{L} \frac{dL}{dT}$ связан с производной

электроемкости по температуре $\frac{1}{C_X} \frac{dC_X}{dT}$.

Можно было бы измерять емкость при каждой температуре и затем вычислять производную разностным методом. Однако точность такого дифференцирования определяется дискретностью отчета емкости – чем больше шаг дискретности, тем выше разброс экспериментальных данных. Альтернативный способ состоит в измерении не самой емкости, а сигнала, пропорционального отклонению емкости от эталонной. Аналоговый сигнал разбаланса моста может быть усилен и измерен с высокой точностью, что важно для численного дифференцирования разностным методом.

На рис. 3 показано выходное напряжение моста U_{out} как функция измеряемой емкости. Во всем диапазоне градуировки выходное напряжение является линейной функцией емкости. Сигнал равен нулю в точке баланса моста. Изменение знака амплитуды U_{out} соответствует изменению фазы сигнала на 180° и может быть зарегистрировано при помощи фазового детектора SR830.

Обычный вольтметр переменного тока может регистрировать только амплитуду сигнала. Вблизи равновесия моста любое изменение емкости (увеличение или уменьшение) приводит к увеличению амплитуды

сигнала разбаланса. Чтобы правильно определить направление изменения емкости конденсатора необходимы дополнительные измерения.

Измерение температуры в ячейке производится при помощи платинового термометра сопротивления. Сопротивление термометра определяется многоканальным системным вольтметром постоянного тока Solartron 7061 System Voltmeter. Использовать Solartron 7061 в режиме измерения сопротивления (температуры) оказывается трудно. Это связано с тем, что подключение системного вольтметра в режиме измерения сопротивления создает наводки в цепи трансформаторного моста. Наводки не приводят к появлению видимой паразитной емкости, но уменьшают реальную чувствительность дилатометра.

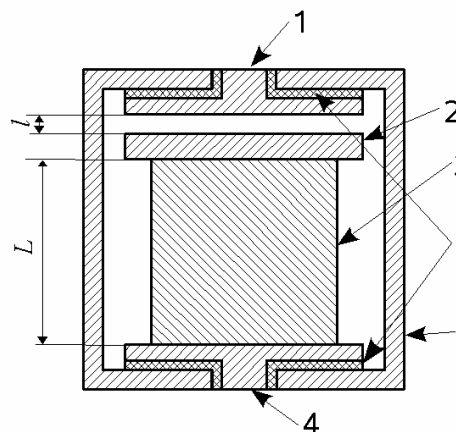


Рис. 1. Измерительная ячейка: 1 – неподвижная пластина конденсатора; 2 – подвижная пластина конденсатора; 3 – образец; 4 – электрод подвижной пластины конденсатора; 5 – изоляторы; 6 – корпус ячейки

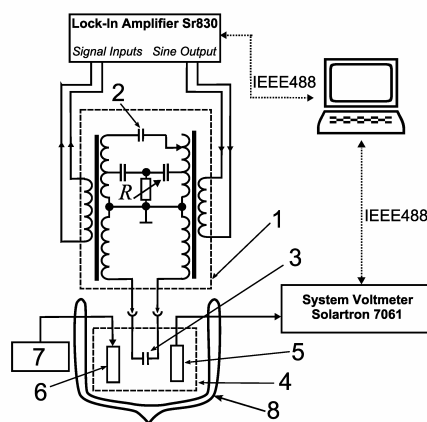


Рис. 2. Принципиальная блок-схема дилатометра: 1 – трансформаторный мост; 2 – эталонная емкость; 3 – измеряемая емкость; 4 – измерительная ячейка; 5 – платиновый термометр сопротивления; 6 – нагреватель; 7 – источник питания нагревателя; 8 – криостат с криогенной жидкостью

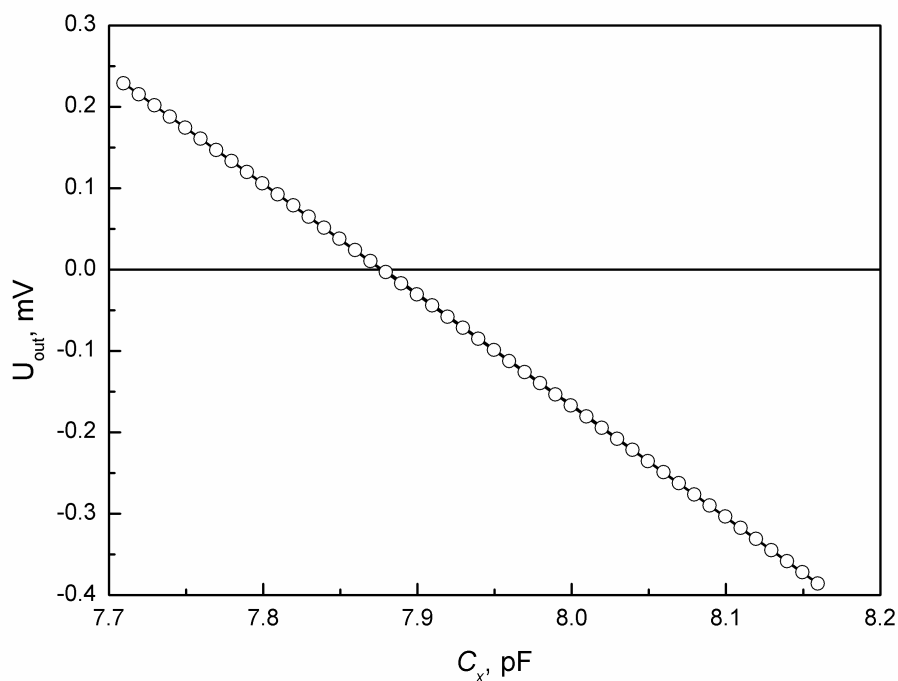


Рис. 3. Градуировочная кривая ячейки дилатометра

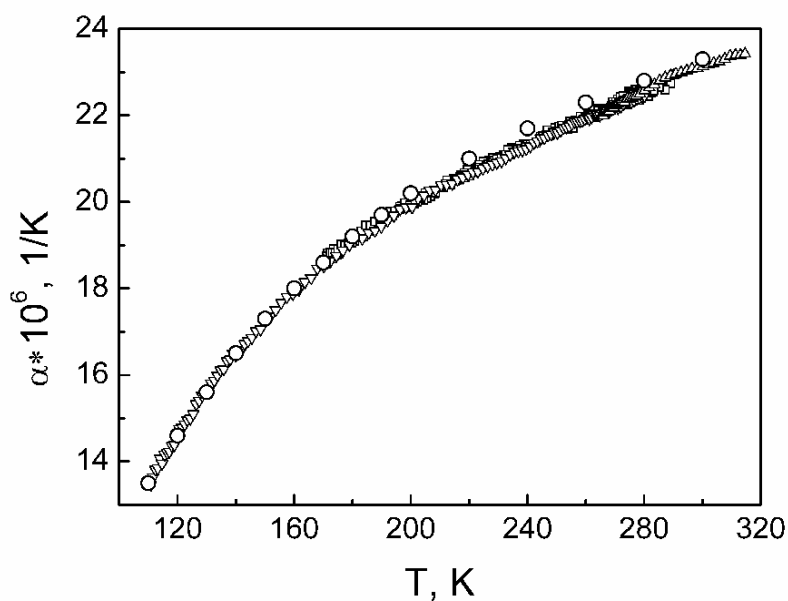


Рис. 4. Результаты измерений коэффициента линейного расширения алюминия (Δ , ∇ , \square) в различных сериях, \circ – усредненные данные [6]

Для измерения сопротивления термометра используется два канала системного вольтметра Solartron 7061. По первому каналу измеряется падение напряжения непосредственно на термометре сопротивления. Вторым каналом измеряется напряжение на образцовой катушке сопротивления, последовательно включенной в цепь сопротивления

термометра. В этом случае сопротивление термометра вычисляется как произведение сопротивления образцовой катушки на отношение напряжений на термометре и на образцовой катушке.

Результаты измерений разбаланса моста от фазочувствительного детектора SR830 и температуры от системного вольтметра So-

lartron 7061 передаются в персональный компьютер через интерфейс IEEE488. Сбор данных через интерфейс осуществляется специально написанной программой. Поступающие данные усредняются. Сигнал от SR830 при помощи компьютера пропускается через цифровые фильтры и дифференцируется [5] по температуре. Это обеспечивает пересчет получаемых данных непосредственно в коэффициент теплового расширения как функции температуры во время проведения измерений. Получаемые данные выводятся на экран монитора и записываются в файл.

Для проверки работы дилатометра был измерен линейный коэффициент теплового расширения алюминия высокой частоты А99 (содержание алюминия не менее 99,99 %). Измерения проводились динамически как во время нагрева, так и во время охлаждения ячейки с образцом. Скорость изменения температуры выбиралась таким образом, чтобы тепловой гистерезис не превышал экспериментального разброса данных. Обычно скорость выбиралась не более 0,1 градуса в минуту. Было проведено несколько серий измерений как при нагреве, так и при охлаждении. Результаты измерений представлены на рис. 4 (показаны не все экспериментальные данные, лишь каждая десятая точка). Наблюдается высокая воспроизводимость полученных результатов. Для сравнения на рисунке представлены критически проанализированные и усредненные литературные данные для алюминия из монографии [6]. Отметим, что измеренные в данной работе и справочные данные хорошо согласуются.

Использование фазочувствительного детектора SR830 DSP Lock-in Amplifier с цифровым процессором сигналов в качестве индикатора разбаланса трансформаторного моста обеспечивает регистрацию изменений длины образца с чувствительностью 10–50 нм. Автоматический сбор данных при помощи компьютера позволяет проводить их статистическую обработку непосредственно во время эксперимента.

Список литературы

1. Амитин Е. Б., Ковалевская Ю. А., Набутовская О. А. Высокочувствительный дилатометр с мостовой схемой измерения емкости // ПТЭ. 1981. № 4. С. 207–211.
2. Pott R., Schefzyk R. Apparatus for measuring the thermal expansion of solids between 1.5 and 380 K // J. Phys. E: Sci. Instrum. 1983. Vol. 16. P. 444–449.
3. Neumeier J. J., Bollinger R. K., Timmins G. E. et al. Capacity-based dilatometer cell constructed of fused quartz for measuring the thermal expansion of solids // Rev. Sci. Instrum. 2008. Vol. 79. P. 033903.
4. Гриневич Ф. Б., Грохольский А. Л., Соболевский К. М., Цапенко М. П. Трансформаторные измерительные мосты / Под ред. К. Б. Карандеева. М.: Энергия, 1970. 280 с.
5. Keiser J. F., Reed W. A. Data smoothing using low-pass digital filters // Rev. Sci. Instrum. 1977. Vol. 48, No. 11. P. 1447–1455.
6. Новикова С. И. Тепловое расширение твердых тел. М.: Изд-во «Наука», 1974. 294 с.

Материал поступил в редколлегию 25.07.2008

K. R. Zhdanov, E. B. Amitin, R. K. Zhdanov

Using of Lock-In Amplifier for Thermal Expansion Measurements of Solids

This paper describes simple electrical scheme for dilatometric researching. Using phase-sensitive AC voltmeter SR830 and digital DC voltmeter Solartron 7061 give full set of reqeud data.

Keywords: dilatometer, thermal expansion.