ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР

ВСЕСОЮЗНЫЙ ОРДЕНА ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ
НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИИ им. Д. И. МЕНДЕЛЕЕВА

(ВНИИМ)

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ ДИЛАТОМЕТРОВ ТИПА ДКС-900 и ДКВ-1

МИ 2—74

МОСКВА — 1980

gost.e-ecolog.ru

УДК 620.171.3.53.081

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ ДИЛАТОМЕТРОВ ТИПА ДКС-900 и ДКВ-1 МИ 2—74

Методика распространяется на дилатометры, предназначенные для относительного измерения температурных коэффициентов линейного расширения (ТКЛР) в области температур 20—900°С и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

Методика не распространяется на дилатометры, предназначенные для определения температурного коэффициента объемного расширения твердых и жидких тел.

1. НАЗНАЧЕНИЕ И УСТРОЙСТВО

1.1. Дилатометры применяются для определения температурных коэффициентов линейного расширения твердых тел. Средний температурный коэффициент линейного расширения $\alpha_{ср_{t_1-t_2}}$ в интервале температур от t_1 до t_2 определяется как отношение двух величин: относительного удлинения тела

$$\varepsilon = \frac{l_2-l_1}{l_0}, \qquad (1)$$

и соответствующего интервала температур, т. е.

$$\alpha_{ср_{t_1-t_2}} = \frac{l_2-l_1}{l_0(t_2-t_1)}, \qquad (2)$$

где l_0, l_1, l_2 — длина тела соответственно при температурах t_0, t_1, t_2.

1.2. В настоящей методике кратко рассмотрен принцип действия дилатометров с заводскими обозначениями ДКС-900 и ДКВ-1 *. Общим для этих дилатометров является то, что устройства, в которые устанавливается испытуемый образец, а также толкатели, передающие его удлинение, изготовлены из кварцевого стекла.

---

* Перечень находящихся в применении дилатометров отечественного производства, которые могут быть поверены в соответствии с данной методикой, приведен в приложении 1.

Переиздание. Октябрь 1977 г.

©Издательство стандартов, 1980

1.3. Дилатометр ВНИИФТРИ ДКС-900 (дилатометр кварцевый системы Стрелкова П. Г.). Принцип действия прибора основан на измерении удлинения исследуемого образца по отношению к удлинению устройства, изготовленного из кварцевого стекла. Длина образца может быть от 2 до 20 мм, диаметр (диагональ при квадратном сечении) до 12 мм, непараллельность рабочих торцов до ±0,02 мм. Усилие измерительного устройства на образец составляет 0,1 Н.

1.4. Температура в зоне образца измеряется платинородий-платиновой термопарой с помощью низкоомного потенциометра класса 0,015. Исследуемый образец помещается в вертикальный муфельный электрический термостат, температура которого автоматически поддерживается постоянной на требуемом уровне в пределах ±0,1°С. Температурные коэффициенты линейного расширения измеряются в стационарном режиме.

1.5. Удлинение образца измеряется визуально с помощью автоколлимационной трубы и винтового окулярного микрометра. При этом измеряемое удлинение может колебаться в пределах от 0 до 0,2 мм.

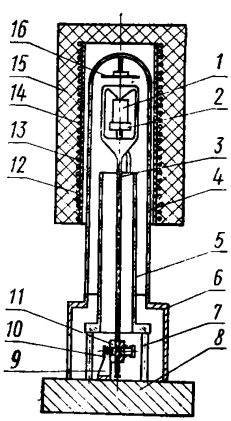


Рис. 1. Схема дилатометра системы Стрелкова П. Г.

1.6. Схема устройства дилатометра приведена на рис. 1. Исследуемый образец *1* находится на кварцевом столике *2*, укрепленном на кварцевой трубке *5*. Сверху на образец ставится кварцевый толкатель *3*, к нижнему концу которого прикреплен магнит *11* с полированными поверхностями. По этим поверхностям может кататься стальной ролик *10* с укрепленным на нем зеркальцем. Торцы ролика *10* заострены и закреплены в подпятниках инварной стойки *9*. Кварцевая трубка *5*, впаянная в круглый кварцевый стол, стоит на трех инварных шпильках *7*. Шпильки *7* и стойка *9* прикрепляются к инварному основанию *8*. Все измерительное устройство закрывается кварцевым колпаком *4* и инварным корпусом *6*.

При нагревании образец *1* расширяется и приподнимает толкатель *3*, в результате чего ролик *10* поворачивается на некоторый угол. Луч света, освещающий зеркальце ролика, смещается. По смещению светового луча судят об удлинении образца.

Муфельный термостат с помощью специального механического устройства надвигается сверху на кварцевый колпак *4*. Муфель *12* термостата изготовлен из алундовой трубы с толщиной стенок 6 мм. На наружной поверхности стенок сделаны трехза-

ходные винтовые канавки. В одну из канавок уложена обмотка преобразователя терморегулятора *13* (платиновая проволока диаметром 0,1 мм), в две другие — бифилярная обмотка нагревателя *14*. Эти три обмотки окружены слоем изоляции *15*. Для улучшения равномерности температурного поля вокруг образца применен металлический экран *16*.

1.7. Удлинение образца Δl в миллиметрах подсчитывается по формуле

$$\Delta l = A \cdot \Delta n, \qquad (3)$$

где $A \frac{md}{4F}$ — постоянная прибора, мм; m — цена деления окулярного микрометра; d — диаметр измерительного ролика, мм; F — фокусное расстояние оптической трубы, мм; Δn — удлинение образца в делениях шкалы окулярного микрометра.

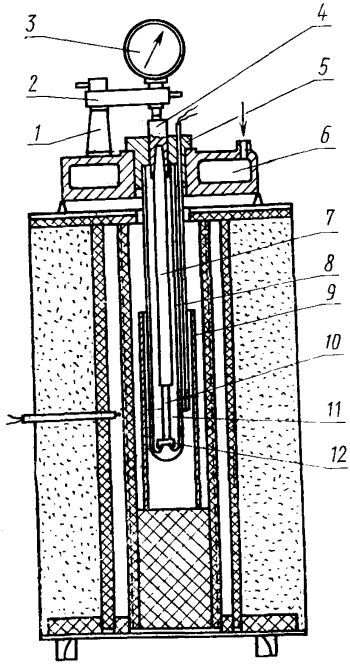


Рис. 2. Схема дилатометра ДКВ

1.8. Дилатометр ГИС типа ДКВ-1 (дилатометр кварцевый вертикальный системы Соркина Е. С.). Принцип действия прибора основан на измерении удлинения исследуемого образца по отношению к удлинению устройства, изготовленного из кварцевого стекла. Длина образца равна 50 мм, диаметр образца около 4 мм. Усилие измерительного устройства на образец составляет около 2 Н.

При измерении образец помещается в вертикальный электрический муфельный термостат. Удлинение образца измеряется в нестационарном режиме непосредственно по рычажно-зубчатому многооборотному индикатору с ценой деления 0,001 мм.

1.9. Схема устройства дилатометра приведена на рис. 2. Исследуемый образец *10* находится между толкателем *7* и кварцевой пластиной *12*, находящейся на сферическом выступе опорной кварцевой трубки *8*. Кварцевый толкатель *7* передает удлинение образца измерительной головке *3* с помощью стальной втулки *4*, которая может двигаться внутри стальной втулки *5*, неподвижно

установленной в цилиндрическом отверстии водяного холодильника *6*. Образец *10* и толкатель *7* расположены внутри кварцевой трубки *8*, окруженной металлическим экраном *9*. Измерительная головка укреплена в пластине *2*, которая может поворачиваться вокруг оси стойки. Стойка *1* приварена к холодильнику *6*.

1.10. Температура образца измеряется хромель-алюмелевой термопарой *11*, подключенной к низкоомному потенциометру класса 0,015.

1.11. Удлинение образца Δl, мм, подсчитывается по формуле

$$\Delta l = m \cdot \Delta n, \qquad (4)$$

где $m = 0{,}001$ — цена деления измерительной головки, мм; Δn — удлинение образца в делениях шкалы измерительной головки.

2. ОПЕРАЦИИ, ПРОВОДИМЫЕ ПРИ ПОВЕРКЕ, И ПРИМЕНЯЕМЫЕ СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки должны выполняться операции и применяться средства поверки, указанные в таблице.

Операция	Номер пункта настоящей методики	Средства поверки, их метрологические параметры и технические характеристики
Проверка технической исправности прибора и принадлежностей комплектности	3.2	Осмотр
Оценка погрешности автоматического поддержания температуры на заданном уровне	3.3	—
Определение собственного расширения дилатометра	3.4	Специальный образец, изготовленный из такого же материала, что и детали передающей системы дилатометра
Определение погрешности измерения ТКЛР на дилатометре	3.5	Образцовые меры 3-го разряда (приложение 2)

3. ПОВЕРКА

3.1. Дилатометры должны поверяться органами государственной или ведомственной метрологических служб.

3.2. При проверке технической исправности дилатометра и принадлежностей необходимо проверить соответствие монтажа всех элементов конструкции дилатометра его чертежам, т. е. убедиться,

что термопара, служащая для измерения температуры образца, укреплена в зоне исследуемого образца; системы измерения и регулирования температуры, а также регистрации удлинения образца собраны правильно. Кроме того, следует убедиться в наличии свидетельств о поверке на все приборы, входящие в установку, которые подлежат самостоятельной поверке.

Комплектность дилатометра, выпущенного из производства, должна соответствовать техническим условиям завода-изготовителя.

3.3. Погрешность автоматического поддержания температуры на заданном уровне для дилатометров ДКС-900 должна оцениваться при трех различных значениях температуры, в начале, середине и конце температурного интервала. Каждую из температур с помощью терморегулятора необходимо поддерживать в термостате не менее 30 мин, измеряя при этом температуру в зоне образца по измерительной термопаре. Колебания температуры около заданного уровня не должны превышать $\pm 0{,}1$°С.

3.4. Собственное расширение дилатометра — это погрешность дилатометра, которая вызывается некомпенсацией расширения отдельных деталей держателя испытуемого образца и другими причинами, зависящими от конструкции дилатометра. Собственное расширение поверяемого дилатометра определяется при замене образцовой меры специальным образцом, изготовленным из того же материала, что и материал передающей системы дилатометра (в дилатометрах ДКС-900 и ДКВ-1 из кварцевого стекла). Размеры специального образца из кварцевого стекла должны совпадать с размерами, приведенными в приложении 2.

Собственное расширение дилатометра должно определяться при обеспечении такого же режима нагрева образца, как и при определении погрешности измерения ТКЛР на дилатометре, не менее чем тремя сериями измерений. За результат принимается среднее значение.

Если собственное расширение дилатометра имеет тот же знак, что и расширение образцовой меры, то поправку $\Delta n_{ср}$ (в делениях шкалы окулярного микрометра) на собственное расширение следует вычитать из удлинения образцовой меры; если кривые собственного расширения и удлинения меры лежат по разные стороны от оси абсцисс, поправку следует прибавлять.

3.5. Для определения погрешности измерения ТКЛР на рабочем дилатометре применяют образцовые меры 3-го разряда из монокристаллических окиси алюминия или кварца.

При поверке рабочего дилатометра нагревают образцовую меру 3-го разряда в принятом для данного дилатометра режиме.

Для дилатометра ДКС-900 удлинение образцовой меры измеряется в стационарном температурном режиме в интервале температур $20 \div 900$°С. Температурный шаг принимается равным $100 \pm 0{,}5$°С. Продолжительность установления стационарного режима при каждой из температур около 30 мин.

3.6. Для дилатометра ДКВ-1 ТКЛР измеряется в интервале температур 20÷900°С. Скорость нагрева устанавливается 0,5°С/мин в диапазоне температур 20—100°С и далее в течение 1 ч она плавно повышается до 3°С/мин. С целью снижения погрешности процесс измерения следует проводить таким образом, чтобы температура и соответствующая длина (удлинение) образцовой меры отсчитывались бы по шкале индикатора строго при тех значениях температуры, которые соответствуют выбранным температурным интервалам. Например, если выбран температурный интервал 20°С, то длину (удлинение) измеряют при 40, 60, 80, 100, 120°С и т. д.

Затем вычисляются значения удлинения образцовой меры в требуемом температурном интервале (например, в интервалах температур 100—200, 500—600, 800—900°С). Для дилатометра ДКС-900 удлинение вычисляется по формуле (3), для дилатометра ДКВ-1— по формуле (4). В полученные по формуле (3) или (4) значения удлинения образцовой меры вводится поправка $\Delta n_{ср}$ на собственное расширение в соответствии с п. 3.4. Найденные значения удлинения следует разделить на длину соответствующей образцовой меры (при $t=20°С$), т. е. получить относительное удлинение меры.

В каждую серию измерений удлинения кроме поправки на собственное расширение дилатометра вводится поправка на расширение кварцевого стекла (приложение 3).

3.7. Для дилатометров, описанных в данной методике, значения относительного удлинения кварцевого стекла прибавляются к значениям относительного удлинения образцовой меры в соответствующем температурном интервале. Измерение ТКЛР выполняют не менее пяти раз. За результат среднего ТКЛР ($\alpha_{ср}$) в требуемом интервале температур 100—200, 500—600 и 800—900°С принимают среднее из пяти определений, которое подсчитывается по формуле

$$\alpha_{ср_0} = \frac{\sum_{1}^{n} \Delta t_i \varepsilon_i}{\sum_{1}^{n} \Delta t_i^2}, \qquad (5)$$

где ε_i — относительное удлинение образцовой меры при изменении ее температуры на Δt_i (с учетом поправок на собственное расширение кварцевого стекла); n — число определений среднего ТКЛР.

3.8. На основании данных свидетельства о поверке образцовой меры 3-го разряда, по которой поверяется дилатометр, вычисляется средний ТКЛР для интервалов температур 100—200, 500—600 и 800—900°С. Для этого значение относительного удлинения в требуемом стоградусном интервале температур необходимо разделить на 100°С.

3.9. Расхождения между значениями среднего ТКЛР $\alpha_{ср_0}$ образцовой меры, полученными в результате ее измерения на поверяемом дилатометре и подсчитанными по формуле (5), и значениями, полученными в результате расчетов по данным свидетельства о поверке, для соответствующих интервалов температур не должны превышать следующих значений:

для дилатометров ДКС-900

Температура, °С	Предел допускаемой погрешности измерения среднего ТКЛР, 10^6, $К^{-1}$
100—200	0,2
500—600	0,3
800—900	0,4

для дилатометров ДКВ-1

Температура, °С	Предел допускаемой погрешности измерения среднего ТКЛР, 10^6, $К^{-1}$
100—200	0,4
500—600	0,6
800—900	0,8

4. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

4.1. Результаты поверки оформляются в виде протокола, форма которого приведена в приложении 4.

4.2. Дилатометры, удовлетворяющие требованиям настоящей методики, признаются годными к применению. На них органами Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР выдается свидетельство установленной формы или производится отметка в документе ведомственного надзора на поверяемый прибор.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

ПЕРЕЧЕНЬ НАХОДЯЩИХСЯ В ПРИМЕНЕНИИ ДИЛАТОМЕТРОВ ОТЕЧЕСТВЕННОГО ПРОИЗВОДСТВА, ПОДЛЕЖАЩИХ ПОВЕРКЕ В СООТВЕТСТВИИ С НАСТОЯЩЕЙ МЕТОДИКОЙ

1. Дилатометр ВНИИФТРИ ДКС-900 (*описан в настоящей методике*).
2. Дилатометр ВНИИФТРИ ДВ (дилатометр высокотемпературный на диапазон температур 20—900°С). Лабораторная установка. Основные технические характеристики дилатометра такие же, как и у ДКС-900. Поверяется по образцовым мерам 1-го разряда.
3. Дилатометр ВНИИФТРИ ДКСД-900 системы Стрелкова П. Г. (Дилатометр кварцевый дифференциальный на диапазон температур 20—900°С). Основные технические характеристики такие же, как и у дилатометра ДКС-900. Поверяется по образцовым мерам 3-го разряда.

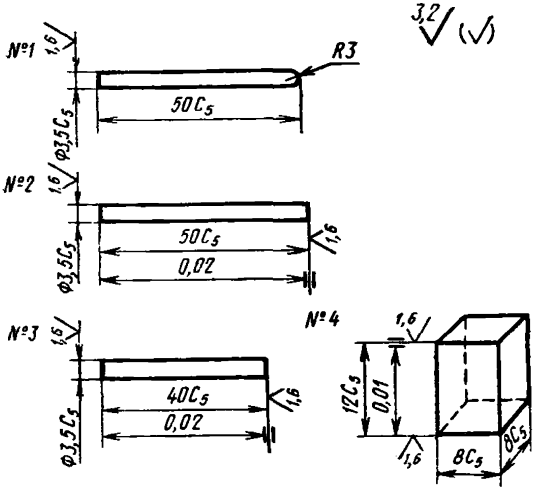
4. Дилатометр ГИС ДКВ-1 системы Е. И. Соркина (описан в настоящей методике).

5. Дилатометр ГИС ДКВ-2 системы Е. И. Соркина Поверяется по образцовым мерам 3-го разряда.

6. Дилатометр ГИС ДКВ-4 и ДКВ-4А системы Е. С. Соркина. Поверяется по образцовым мерам 3-го разряда.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

ОБРАЗЦОВЫЕ МЕРЫ 3-го РАЗРЯДА ДЛЯ ПОВЕРКИ ДИЛАТОМЕТРОВ



Примечания:

1. Меры изготавливаются из отожженной монокристаллической окиси алюминия.

2. Меры № 1—3 применяются для поверки дилатометров типа ДКВ-1 и ДКВ-2, мера № 4 — для поверки дилатометра ДКС-900.

3. Для мер № 1—3 геометрическая ось меры перпендикулярна ее главной кристаллографической оси. Для меры № 4 ее ребро строго ориентировано или параллельно главной кристаллографической оси или перпендикулярно к ней.

ПРИЛОЖЕНИЕ 3

ЗАВИСИМОСТЬ ОТНОСИТЕЛЬНОГО УДЛИНЕНИЯ ОТ ТЕМПЕРАТУРЫ ДЛЯ КВАРЦЕВОГО СТЕКЛА

Температура, °С	Относительное удлинение в интервале температур $20 \div t_1$ °С, 10^6	Температура, °С	Относительное удлинение в интервале температур $20 \div t_1$ °С, 10^6
50	15	500	272
100	43	550	295
150	75	600	317
200	106	650	337
250	136	700	357
300	167	750	375
350	193	800	390
400	221	850	404
450	247	900	422

ПРИЛОЖЕНИЕ 4

Рекомендуемая форма записи результатов поверки выпущенного из производства (отремонтированного или находящегося в применении) дилатометра

типа _____ **№** _____

принадлежащего организации _____

Результаты поверки

1. Техническая исправность прибора и принадлежностей _____
2. Комплектность _____
3. Собственное расширение дилатометра _____
4. Погрешность дилатометра _____

Погрешность измерения среднего ТКЛР определяется по образцовой мере 3-го разряда, изготовленной из монокристаллической окиси алюминия, имеющей свидетельство № _____ о государственной поверке. Результаты определения погрешности записываются в таблицу. В первой графе таблицы должны быть указаны значения ТКЛР, вычисленные из экспериментальных данных по формуле (5); во второй — значения ТКЛР, вычисленные по данным свидетельства о государственной поверке образцовой меры в интервалах температур 100—200, 500—600 и 800—900°С; в третьей — расхождения обоих ТКЛР.

К протоколу следует приложить в виде таблиц результаты всех серий измерений относительного удлинения образцовой меры на поверяемом дилатометре.

МЕТОДИКА

поверки дилатометров типа ДКС-900 и ДКВ-1

МИ 2—74

Редактор *В. С. Бабкина*
Технический редактор *В. Ю. Смирнова*
Корректор *А. П. Якуничкина*

Сдано в наб. 10.08.77 Подп. в печ. 18.01.78 0,75 п. л. 0,55 уч.-изд. л. Тир. 2000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1328

gost.e-ecolog.ru