

ИЗМЕРЕНИЕ ПЕРЕМЕННОЙ МАССЫ ТВЕРДОГО ТЕЛА В НЕДОСТУПНОМ ОБЪЕМЕ

С.Н. Абдрафиков, В.Л. Мурзин, К.В. Постаутов, О.К. Слива, П.А. Тараненко

Предложен способ определения переменной массы твердого тела в недоступном объеме. Изложен принцип работы измерительного комплекса и его составляющих. Приведены результаты экспериментального определения массы двух кристаллов кварца в процессе их выращивания в автоклаве.

Проблема экспериментального определения переменной массы твердого тела в недоступном объеме вытекает из необходимости контроля и управления технологическим процессом выращивания искусственных кристаллов. Например, кристаллы кварца выращиваются в автоклаве при

температуре порядка $340\text{ }^{\circ}\text{C}$ и давлении 60 МПа . Автоклав представляет собой герметичный стальной сосуд со стенками толщиной около 250 мм , доступ в который в течение всего технологического цикла ($80\text{--}300$ суток) исключен, поэтому достаточно точное экспериментальное определение массы растущих кристаллов представляет собой нелегкую задачу. До настоящего времени и момент переключения режима работы автоклава с травления затравок на рост кристаллов, и регулирование скорости их роста, и момент остановки автоклава определяются расчетным путем, что не исключает ошибок в технологическом процессе и затрудняет его оптимизацию.

Схема измерительного комплекса, разработанного на кафедре «Прикладная механика, динамика и прочность машин» Южно-Уральского государственного университета совместно с заводом «Кристалл» (г. Южноуральск Челябинской обл.) [1], представлена на рис. 1.

Его основными частями являются:

1) рычажно-маятниковый динамометр $2, 7, 9, 10, 11$, преобразующий изменение веса кристаллов-«свидетелей» 8 в вертикальное поступательное перемещение траверсы 7 ;

2) неподвижная система постоянных магнитов 12 , жестко связанная с корпусом автоклава и образующая реперную точку, относительно которой определяется положение подвижной системы магнитов 6 , жестко связанной с подвижной частью динамометра – траверсой 7 ;

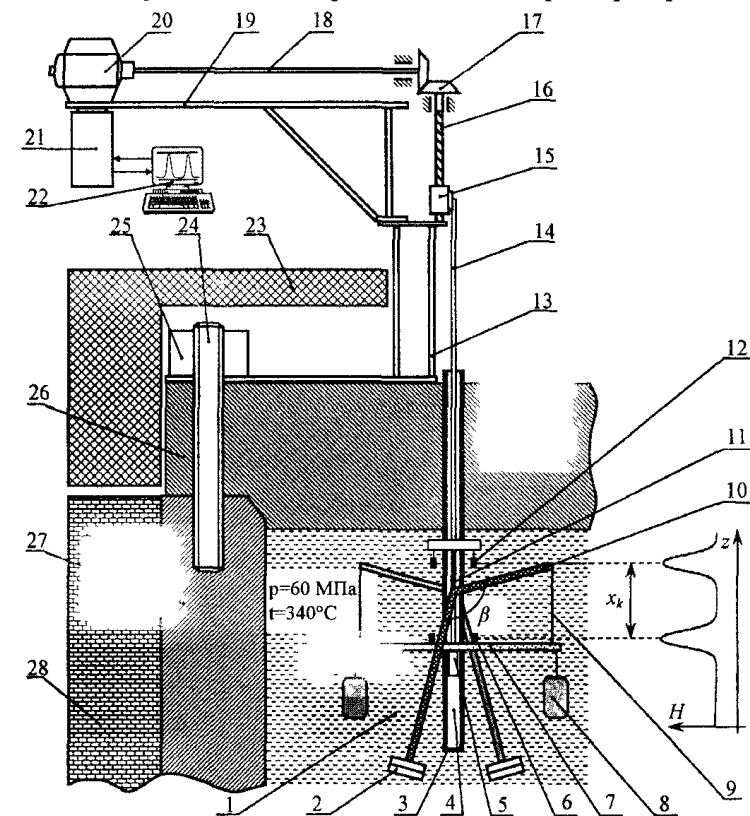


Рис. 1 Схема измерительного комплекса, установленного на автоклаве: 1 – герметичная полость автоклава; 2 – маятники; 3 – герметичный стакан; 4 – измерительная полость; 5 – датчик напряженности магнитного поля; 6 – подвижная система магнитов; 7 – траверса динамометра; 8 – кристалл-«свидетель»; 9, 11 – гибкие элементы; 10 – рычаг динамометра; 12 – неподвижная система магнитов; 13 – основание кронштейна; 14 – соединительная штанга; 15 – каретка с гайкой; 16 – винт; 17 – конический редуктор; 18 – вал; 19 – кронштейн; 20 – электродвигатель; 21 – электронный блок; 22 – ПЭВМ; 23 – кожух автоклава; 24 – шпилька; 25 – гайка; 26 – крышка автоклава; 27 – корпус автоклава; 28 – теплоизоляция

сум автоклава и образующая реперную точку, относительно которой определяется положение подвижной системы магнитов 6 , жестко связанной с подвижной частью динамометра – траверсой 7 ;

3) датчик 5 напряженности магнитного поля, перемещаемый с помощью привода 14, 15, 16, 17, 18, 20 в полости 4 герметичного стакана 3, изготовленного из немагнитной высокохромистой стали;

4) система управления, обработки и хранения информации – 21, 22.

Измерительный комплекс работает следующим образом. В ждущем режиме датчик 5 напряженности магнитного поля находится в крайнем верхнем положении – несколько выше неподвижной системы магнитов 12. По заданной программе ПЭВМ 22 включает привод, осуществляющий сначала холостой ход – перемещение датчика 5 в крайнее нижнее положение – несколько

ниже подвижной системы магнитов 6 – и сразу же рабочий ход – перемещение датчика 5 в крайнее верхнее положение. При таком рабочем ходе против сил веса обеспечивается выбор возможных люфтов в системе привода. Во время рабочего хода ПЭВМ 22 одновременно записывает перемещение z_i датчика 5, отсчитываемое от крайнего нижнего положения, и соответствующую ему величину напряженности H_{ki}^z магнитного поля. Один из результатов таких измерений в автоклаве при давлении $p = 60$ МПа и температуре $t = 340^\circ\text{C}$ представлен точками на рис. 2.

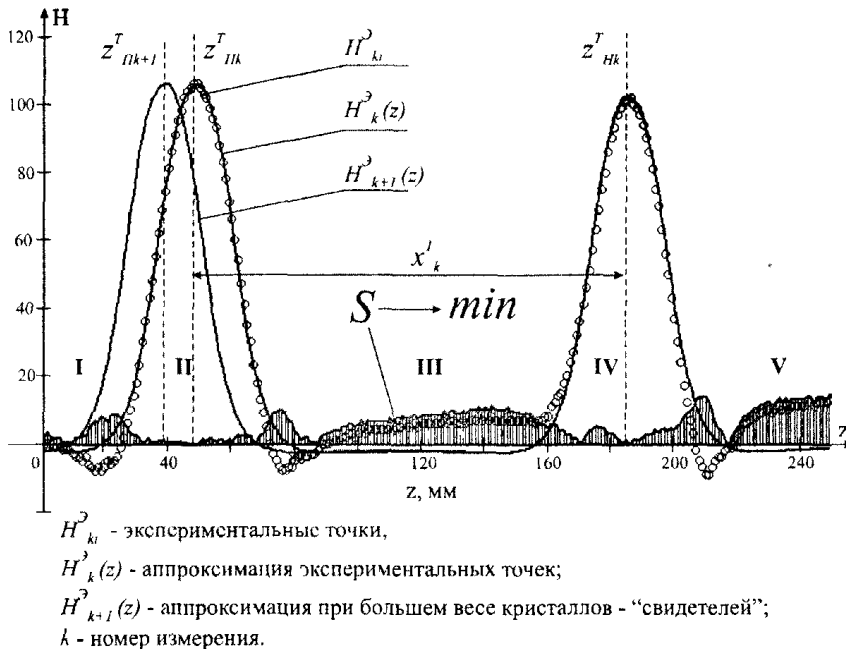


Рис. 2. Результаты измерений и их аппроксимация

С увеличением массы кристаллов-«свидетелей» 8 traversa 7, на которой они подвешены, опускается вместе с подвижной системой магнитов 6. При этом изменяется взаимное положение x магнитных полей неподвижной и подвижной магнитных систем, отслеживаемое датчиком напряженности магнитного поля. Математическая обработка экспериментальных точек H_{ki}^z позволяет определить перемещение подвижной части динамометра, а по нему – массу m кристаллов-«свидетелей».

Рассмотрим особенности важнейших элементов измерительного комплекса.

Динамометр. Опыт показал, что в агрессивной среде при температуре 340°C любые пружины со временем теряют свои свойства, что исключает возможность их использования в измерительной системе в качестве упругих элементов. Нежелательно также использование шарнирных соединений вследствие подверженности их закварцовыванию. Поэтому в примененной конструкции динамометра в качестве восстанавливающей силы используется только сила веса маятников 2, а взаимный поворот жестких деталей обеспечивается изгибом многожильных тонких тросов или длинных лент.

В принятой схеме динамометра нагружение traversы силами веса кристаллов-«свидетелей» приводит к ее вертикальному поступательному перемещению, параллельному оси измерительного стакана 3. Это обеспечивает неизменность формы магнитного поля подвижной системы магнитов 6 (рис. 2), измеряемого датчиком 5.

Неизменность же формы магнитного поля является необходимым условием высокой точности измерения положений traversы, а следовательно, массы m кристаллов – «свидетелей».

Ползучесть упругих элементов 9, 11, работающих на растяжение при низких напряжениях, оказывается пренебрежимо малой. Поперечные размеры этих элементов выбраны так, что их изгибная жесткость оказывает малое влияние на восстанавливающий момент маятниковой системы, так что их ползучестью при изгибе также можно пренебречь. По заданным весогабаритным параметрам динамометра получено аналитическое выражение его характеристики жесткости. Более надежный результат, однако, даёт тарировочная кривая, приведенная на рис. 3. Координата y на тарировочном графике отсчитывается от точки, соответствующей горизонтальному положе-

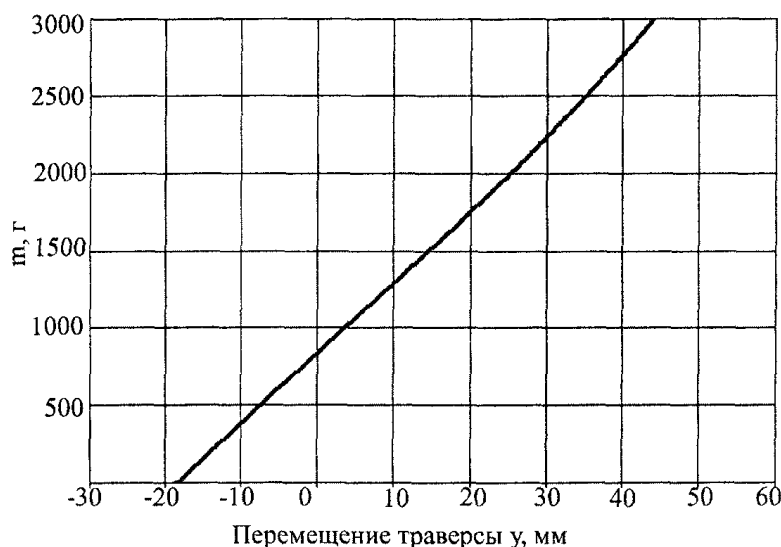


Рис. 3. Тарировочная кривая динамометра $y(m)$

положенных вблизи измерительного стакана и создающих в нем магнитное поле. В качестве магнитов используются цилиндрические элементы диаметром $d=4$ мм и высотой $h=3$ мм из сплава КС25Ду. Для увеличения напряженности магнитного поля в пространстве между магнитами используется кольцевой магнитопровод из ферромагнитной стали (рис. 5).

Введенная в устройство неподвижная система постоянных магнитов, закрепленная в корпусе камеры вблизи герметичного измерительного стакана, играет роль реперной точки, относительно которой определяется положение подвижной системы магнитов, жестко связанной с изменяющейся массой кристаллов-«свидетелей». Введение такой точки отсчета устраняет влияние на точность определения положения подвижной системы магнитов таких факторов, как изменение длины штанги 14 вследствие ее температурных деформаций, ее возможная замена, замена датчика напряженности магнитного поля.

Действительно, разность $x = z^H - z^П$ дает текущее расстояние между магнитными системами при проведенном k -м измерении. Температурная деформация или замена соединительной штанги 14 смещают на оси z координату z^H реперной точки и координату $z^П$ подвижной магнитной системы на одну и ту же величину, не влияя на разность x , по которой вычисляется приращение массы кристаллов-«свидетелей».

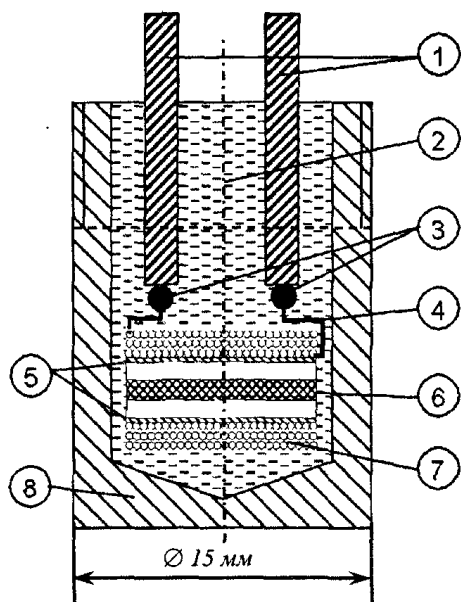


Рис. 4. Датчик напряженности магнитного поля: 1 – латунные выводы; 2 – термостойкий цемент; 3 – места сварки; 4 – обмоточный провод; 5 – керамическая катушка; 6 – сердечник из пермаллоя; 7 – межслойная изоляция; 8 – патрон из немагнитного металла

нию рычага 10 динамометра. Подбор массы противовесов и угла β (см. рис. 1) между плечами двухплечего рычага позволил при заданных конструктивных ограничениях получить малую нелинейность характеристики $y(m)$ и, соответственно, равномерную чувствительность динамометра во всем диапазоне измерения.

Магнитные системы. В измерительном комплексе используются две магнитные системы – подвижная, закрепленная на траверсе динамометра, и неподвижная, жестко соединенная с корпусом камеры. Каждая из магнитных систем содержит две группы постоянных магнитов, рас-

Датчик напряженности магнитного поля. Принцип его работы основан на изменении магнитной проницаемости ферромагнитного сердечника, находящегося в катушке индуктивности, помещаемой в магнитное поле. Изменение магнитной проницаемости сердечника приводит к изменению индуктивности катушки и, следовательно, частоты колебаний электрического контура, в который она включена. Современные технические средства позволяют с высокой точностью измерять частоту электрических колебаний, что обеспечивает регистрацию довольно малых изменений напряженности магнитного поля.

Конструктивно датчик (рис. 4) представляет собой катушку из медного провода диаметром 0.1-0.15 мм в высоко-температурной изоляции (ПМС, ПЭСК, ПНЭТ, ПЭТВ, ПЭЖБ), намотанного на керамическую трубку диаметром 3–5 мм и длиной 10–12 мм.

Внутри катушки помещается сердечник из пермаллоя с высокой магнитной проницаемостью, например, марки 34НКМП. Сечение сердечника составляет, примерно, $0,04 \text{ мм}^2$. К обмотке катушки привариваются выводы из ла-

тунной проволоки диаметром 0,5–0,7 мм, а сама катушка помещается в стакан из латуни или нержавеющей стали и заливается термостойким цементом. Состав термостойкого цемента по весу: портландцемент – 1 часть, микрокремнезём – 0,1 части, обожжённый шамот – 1–3 части, вода – до получения пасты желаемой консистенции (ориентировочно 0,3–0,4 части от веса порошковой массы). Для лучшего уплотнения влажной цементной массы патрон с датчиком устанавливался на вибростенд и подвергался воздействию вибрации при амплитуде виброускорения порядка 2g. При такой герметизации датчик без сбоев проработал весь цикл измерений (3 месяца).

Математическая обработка результатов измерения. Блок математической обработки предназначен для определения расстояния между подвижной 6 и неподвижной 12 магнитными системами по экспериментально полученной дискретной зависимости параметра $H_{ki}^{\mathcal{E}}$, пропорционального напряжённости H магнитного поля.

Будем аппроксимировать экспериментально полученное магнитное поле $H_{ki}^{\mathcal{E}}$ суммой полей двух магнитных систем, расположенных при k -том измерении в точках $z_{\Pi k}^T$ и z_{Hk}^T (рис. 2), которые до обработки неизвестны.

$$H_k^T(z, z_{\Pi k}^T, z_{Hk}^T) = M_1 \cdot T(z, z_{\Pi k}^T) + M_2 \cdot T(z, z_{Hk}^T), \quad (1)$$

где M_1 и M_2 – намагниченности постоянных магнитов, T – форма магнитного поля (рис. 6) пары призматических магнитов [2],

$$T(z, z_c) = \begin{bmatrix} \operatorname{arctg} \frac{[z - (z_c - a)] \cdot L}{h1 \sqrt{[z - (z_c - a)]^2 + L^2 + h1^2}} - \operatorname{arctg} \frac{[z - (z_c - a)] \cdot L}{h1 \sqrt{[z - (z_c - a)]^2 + L^2 + h1^2}} - \\ - \operatorname{arctg} \frac{[z - (z_c + a)] \cdot L}{h2 \sqrt{[z - (z_c + a)]^2 + L^2 + h2^2}} + \operatorname{arctg} \frac{[z - (z_c + a)] \cdot L}{h2 \sqrt{[z - (z_c + a)]^2 + L^2 + h2^2}} \end{bmatrix}, \quad (2)$$

где $a, L, h1, h2$ – параметры магнитной системы, представленной на рис. 6, z_c – координата точки расположения магнитной системы на оси z .

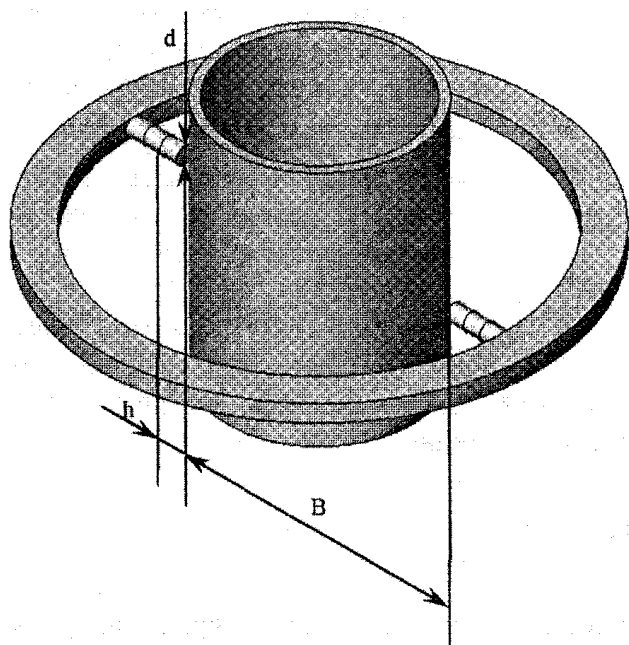


Рис. 5. Магнитная система с магнитопроводом

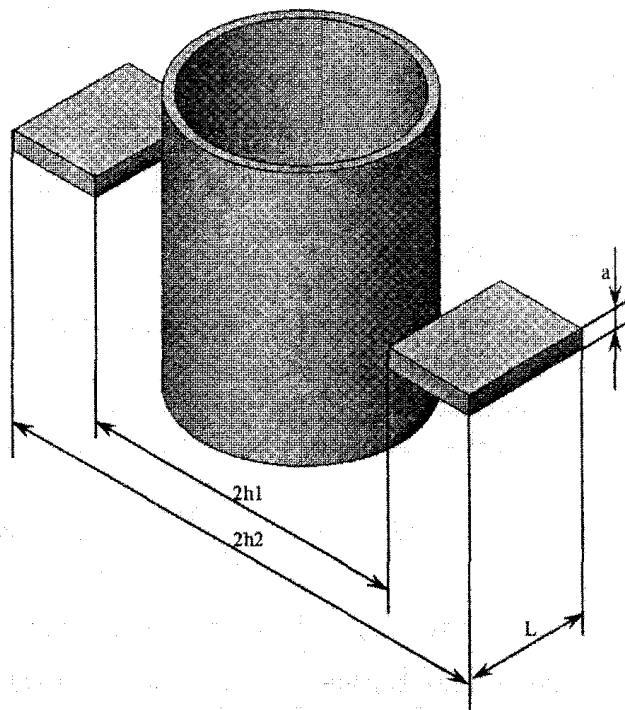


Рис. 6. Расчетная схема аппроксимирующей магнитной системы

Очевидно, что реальная и аппроксимирующая магнитные системы заметно отличаются. Однако подбором параметров $a, L, h1, h2$ удастся, как это видно из рис. 2, добиться хорошего совпадения формы магнитных полей на оси измерительного стакана.

В общем случае экспериментальные значения максимумов $H_{\Pi \max}^{\mathcal{E}}$ и $H_{H \max}^{\mathcal{E}}$ не совпадают и

их соотношение влияет, хотя и слабо, на положение вершин $z_{\Pi k}^T$ и z_{Hk}^T . Будем считать, что это несовпадение обусловлено разной намагниченностью постоянных магнитов, то есть величинами M_1 и M_2 в (1). Тогда первым шагом в аппроксимации экспериментальной кривой $H_{ki}^{\mathcal{E}}$ аналитической зависимостью (1) является приближенное определение множителей M_1 и M_2 , которые можно найти из решения системы двух линейных уравнений

$$\begin{cases} M_1 \cdot T(z_{\Pi k}^T, z_{\Pi k}^T) + M_2 \cdot T(z_{\Pi k}^T, z_{Hk}^T) = H_k^T(z_{\Pi k}^T, z_{\Pi k}^T, z_{Hk}^T), \\ M_1 \cdot T(z_{Hk}^T, z_{\Pi k}^T) + M_2 \cdot T(z_{Hk}^T, z_{Hk}^T) = H_k^T(z_{Hk}^T, z_{\Pi k}^T, z_{Hk}^T). \end{cases} \quad (3)$$

Достаточно густое расположение экспериментальных точек позволяет взять в качестве $H_k^T(z_{\Pi k}^T, z_{\Pi k}^T, z_{Hk}^T)$ и $H_k^T(z_{Hk}^T, z_{\Pi k}^T, z_{Hk}^T)$ максимальные экспериментальные значения $H_{\Pi \max}^{\mathcal{E}}$ и $H_{H \max}^{\mathcal{E}}$.

Истинные координаты $z_{\Pi k}^T$ и z_{Hk}^T положения максимумов теоретической кривой (1) определяются из условия минимума функции

$$S(z_{\Pi k}^T, z_{Hk}^T) = \sum_{i=1}^N \left(H_{ki}^{\mathcal{E}} - H_k^T(z_i, z_{\Pi k}^T, z_{Hk}^T) \right)^2 \rightarrow \min, \quad (4)$$

представляющей собой сумму квадратов отклонений экспериментальных точек $H_{ki}^{\mathcal{E}}$ от аппроксимирующей их кривой (1) и равной заштрихованной площади (см. рис. 2).

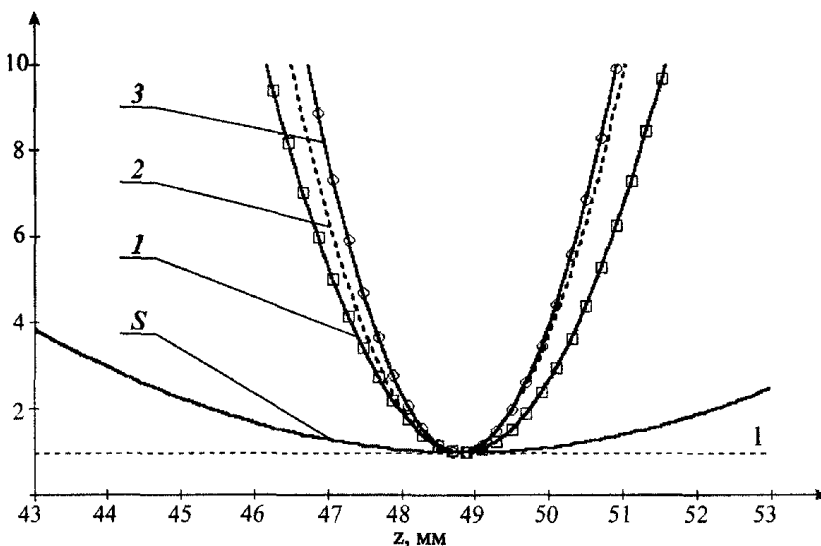


Рис. 7. Результат введения весовых функций

Зависимость суммы квадратов $S(z_{\Pi k}^T, z_{Hk}^T)$ от искомой координаты положения $z_{\Pi k}^T$ подвижной магнитной системы при $z_{Hk}^T = const$ в одном из приближений показана на рис. 7 (кривая S). Медленное изменение функции S в окрестности минимума обусловлено значительным вкладом в S не зависящих от $z_{\Pi k}^T$ различий экспериментальных и теоретических значений напряженностей магнитных полей на участках I, III, V (см. рис. 2).

Уменьшить маскирующее влияние постоянной составляющей на участках I, III, V позволяет введение в правую часть (4) весовой функции, «вырезающей» эти участки. В качестве таковых использовались следующие функции:

$$G_1 = \left(\frac{dH^T(z, z_{\Pi k}^T, z_{Hk}^T)}{dz} \right)^2; \quad G_2 = \left[H^T(z, z_{\Pi k}^T, z_{Hk}^T) \right]^2; \quad G_3 = G_1 \cdot G_2.$$

Зависимости $S(z, z_{Hk}^T)$ при введении весовых функций G_j показаны на рис. 7 кривыми 1, 2 и 3 соответственно. В расчетах далее использовалась функция G_3 .

Значительное число N экспериментальных точек (в реализованной системе их 250) позволяет добиться высокой точности определения координат $z_{\Pi k}^T$ и z_{Hk}^T осей подвижной и неподвижной магнитных систем.

Результаты испытаний измерительного комплекса. Испытание измерительного комплекса проводилось на автоклаве №144 с 08.11.2001 г. по 18.01.2002 года. К траверсе динамометра было подвешено 2 затравки кристаллов-«свидетелей» массой 60 грамм каждая. Кривые изменения массы двух кристаллов во времени представлены на рис. 8 и рис. 10.

Запись началась при температуре в автоклаве, равной 282 °С и велась в начальный период с интервалом в 6–10 минут. В течение примерно шести часов прибор показывает быстрое изменение массы кристаллов – участок *ABC* кривой на рис. 8. Однако в действительности оно обусловлено затоплением динамометра в процессе подъема уровня нагревающегося содового раствора.

В этом эксперименте использовалась одна из первых конструкций динамометра (рис. 9). В такой конструкции вначале при затоплении маятников $m_{м2}$ и самих кристаллов происходит их

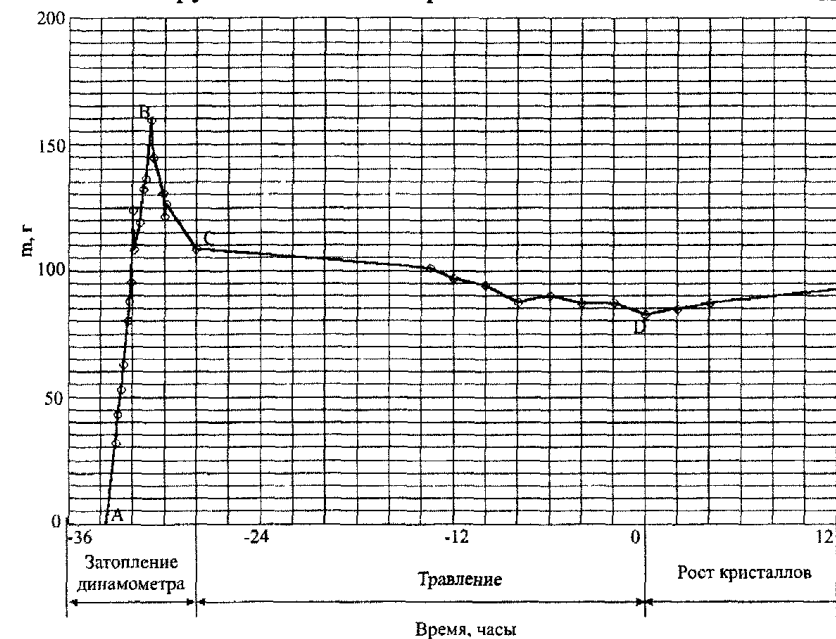


Рис. 8. Результаты измерений в течение первых двух суток

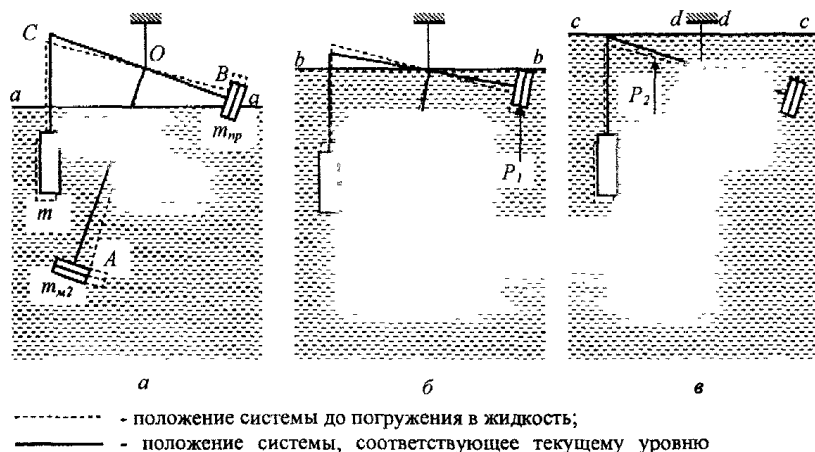


Рис. 9. Затопление динамометра

Точке *C* соответствует полное затопление динамометра, дальнейшее уменьшение массы кристаллов обусловлено их растворением (травлением поверхностей затравок).

Точка *D* соответствует переключению температурного поля автоклава на режим роста кристаллов, продолжающегося вплоть до точки *E* (см. рис. 10).

Анализ показал, что в первой половине периода роста, когда происходили довольно частые перерывы в замерах, наблюдались заметные различия результатов первого после выстоя замера и последующих, проведенных с минимальным шагом по времени (5 минут). Оказалось, что причиной этого является различная степень намагниченности пермаллового сердечника датчика при первом и последующих проходах. После длительного выстоя (десятки часов) в крайнем нижнем положении (вначале было принято именно такое расположение датчика в ждущем режиме) при температуре 340°С происходит полное размагничивание пермаллового сердечника. В таком состоянии датчик находится во время первого измерения после выстоя. Следующее измерение происходит уже при третьем проходе датчика через магнитные поля подвижной и неподвижной магнитных систем, когда пермаллоевый сердечник уже заметно намагничен. Это и обуславливает разность показаний при двух сделанных подряд измерениях. Поэтому при дальнейших испыта-

ниях в ждущем режиме датчик находился в крайнем верхнем положении. В этом случае перед замером он подвергается предварительному намагничиванию, когда осуществляется его холостой ход. Эта мера позволила заметно уменьшить разброс показаний прибора (см. рис. 10, вторая половина технологического цикла).

Интересен последний этап цикла – участок *EFG* (см. рис. 10) – это конденсация раствора, когда после «всплытия» динамометра произошло «увеличение» веса кристаллов на 596 грамм. Оно обусловлено исчезновением архимедовой силы, приложенной к системе, содержащей элементы различной плотности.

Отметим, что если процесс затопления динамометра, связанный с расширением раствора и его последующей гомогенизацией, продолжался в течение нескольких часов, то конденсация раствора произошла в течение не более 30 минут. В 14:50 16.01.2002 зафиксирована масса в 2693 грамма, а при замере в 15:20 уже 3274 грамма, то есть конденсация раствора завершилась. Обнаружить образование поверхностей раздела фаз и ее перемещение не удалось.

Усредненная скорость роста кристаллов (см. рис. 10, кривая 2) получена аппроксимацией результатов измерения полиномом четвертой степени и его последующим дифференцированием.

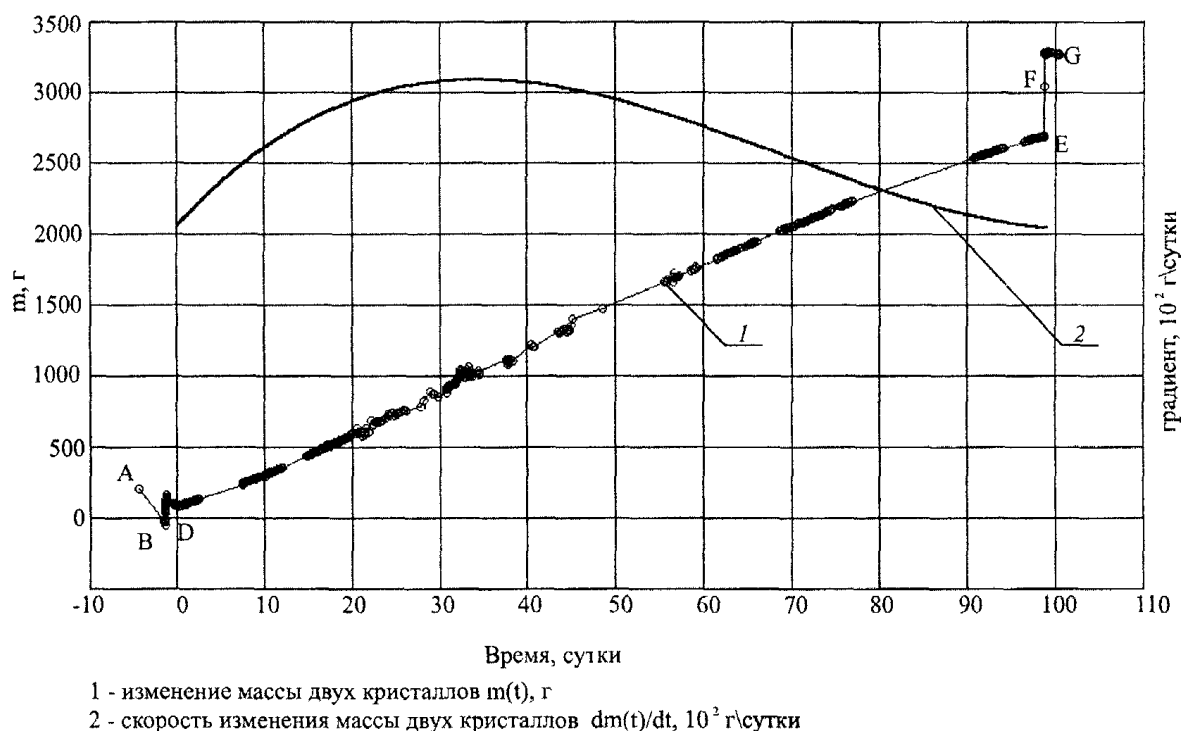


Рис. 10. Экспериментальная кривая изменения массы 2 кристаллов и усредненная скорость их роста

Заключение

Разработаны и созданы элементы измерительной системы и методика математической обработки результатов измерения, обеспечивающие возможность определения находящейся в недоступном объеме переменной массы твердого тела в диапазоне 0–3 кг с погрешностью не более 5 грамм. Работоспособность измерительного комплекса доказана его испытанием в натуральных условиях.

Литература

1. Свидетельство RU № 36141, G01G 7/00. Устройство для измерения переменной массы твердого тела в герметичном объеме.
2. Саркисян Л.А. Аналитические методы расчета стационарных магнитных полей. Справочное пособие. – М.: Энергоатомиздат, 1993. – 288 с.

Поступила в редакцию 14 сентября 2004 г.