

## Rozdział 9

### POMIAR ROZSZERZALNOŚCI LINIOWEJ CIAŁ STAŁYCH

#### 9.1. Oznaczenia

$\bar{C}_V$  - molowe ciepło właściwe przy stałej objętości,  
 $G$  - swobodna entalpia,  
 $k_B$  - stała Boltzmana,  
 $l$  - wymiar liniowy (długość),  
 $p$  - ciśnienie  
 $S$  - entropia,  
 $T$  - temperatura bezwzględna,  
 $V$  - objętość,  
 $\alpha$  - rozszerzalność liniowa (współczynnik rozszerzalności liniowej),  
 $\alpha^*$  - rozszerzalność liniowa w odniesieniu do długości początkowej w warunkach ustalonych,  
 $\beta$  - rozszerzalność objętościowa (współczynnik r.o.);  
 $\chi_T$  - ściśliwość izotermiczna,  
 $\varepsilon$  - wydłużenie względne,  
 $\gamma$  - stała Grüneisena,  
 $\lambda$  - długość fali promieniowania,  
 $\Theta$  - temperatura Debye'a,  
 $\tau$  - czas.

#### 9.1. Rozszerzalność cieplna ciał stałych

Rozszerzalność cieplna (objętościowa, liniowa) jest jednym z podstawowych makroskopowych parametrów termofizycznych charakteryzujących własności ciała stałego. Dokładna jej znajomość jest ważna zarówno z punktu widzenia praktyki inżynierskiej, jak i teorii samego zjawiska. Pierwsza z wymienionych dziedzin nie wymaga szczegółowego komentarza. Jeżeli chodzi o drugą, to można stwierdzić, że wartość i charakter zmian rozszerzalności dla określonego materiału, w określonych warunkach, są bezpośrednio zależne od zjawisk zachodzących w skali mikroskopowej. Rozszerzalność cieplna, sama będąca parametrem makroskopowym,

odzwierciedla dokładnie oddziaływania mikrocząsteczkowe. Jej badania stanowią bogate źródło informacji o strukturze i budowie ciała stałego. Źródło to jest stosunkowo łatwo dostępne, szczególnie w zestawieniu z innymi metodami doświadczalnymi współczesnej termofizyki.

Wspomnieć należy również o ścisłych zależnościach łączących rozszerzalność z innymi parametrami, takimi jak ciepło właściwe, ściśliwość, przewodność cieplna i elektryczna, własności mechaniczne itd. Wynikają one z tego samego genetycznie charakteru zjawisk fizycznych i umożliwiają prowadzenie badań porównawczych oraz uzupełniających.

Rozszerzalność cieplną-objętościową  $\beta$  przy stałym ciśnieniu  $p$  definiuje się jako

$$\beta(T) \equiv \frac{1}{V(T)} \left[ \frac{dV(T)}{dT} \right]_p = \frac{1}{V(T)} \left[ \frac{d \ln V(T)}{dT} \right]_p, \quad (9.1)$$

gdzie  $V$  jest objętością (niekoniecznie ciała stałego),  $T$  - temperaturą bezwzględną. Przy opisie ciała stałego wygodniejsze jest, przede wszystkim ze względu na możliwość wystąpienia anizotropii, posługiwanie się rozszerzalnością liniową  $\alpha$

$$\alpha(T) \equiv \frac{1}{l(T)} \left[ \frac{dl(T)}{dT} \right]_p = \left[ \frac{d \ln l(T)}{dT} \right]_p, \quad (9.2)$$

gdzie  $l$  - jest wymiarem liniowym (długością). Jak widać rozszerzalność liniowa jest stosunkiem infinitezimalnego przyrostu długości  $dl$  do przyrostu temperatury  $dT$ , odniesionym do długości  $l$  w danej temperaturze  $T$  (Rys. 9.1). Parametr ten pozwala zatem określić przyrost długości spowodowany zmianą temperatury na podstawie zależności

$$dl = \alpha(T)l(T)dT; \Delta l = \int_{T_0}^T \alpha(T)l(T)dT. \quad (9.4)$$

Pomiędzy rozszerzalnością cieplną, a rozszerzalnościami liniowymi  $\alpha_x$ ,  $\alpha_y$ ,  $\alpha_z$ , wyznaczonymi wzdłuż trzech wzajemnie prostopadłych osi, zachodzi

$$\beta = \alpha_x + \alpha_y + \alpha_z, \quad (9.5)$$

sprowadzający się do zależności

$$\beta = 3\alpha, \quad (9.6)$$

dla ośrodka izotropowego.

Istotę zjawiska rozszerzalności cieplnej łatwo można zrozumieć rozpatrując prosty, dwucząsteczkowy model oddziaływań w postaci oscylatora klasycznego. Energię potencjalną dwóch atomów w pobliżu stanu równowagi (Rys. 9.2)

przedstawia się zależnością

$$U(r) = c(r-r_0)^2 + g(r-r_0)^3 + f(r-r_0)^4, \quad (9.7)$$

w której  $r$  oznacza odległość pomiędzy atomami,  $r_0$  - odległość w stanie energetycznym  $U_0$ , tzn. dla  $T = 0$ , natomiast  $c, f, g$  są stałymi. Pierwszy człon w (9.7) to przybliżenie harmoniczne potencjału oddziaływania - na *rysunku 9.2* odpowiada mu parabola zaznaczona linią przerywaną, podczas gdy sam potencjał zaznaczony jest linią ciągłą grubą. Ostatnie dwa człony w (9.7) opisują wpływ wyrazów nieharmonicznych, czyli, krótko mówiąc, poprawki wniesione do przybliżenia parabolicznego w celu wierniejszego oddania kształtu potencjału w pobliżu położenia  $r = r_0$ . Z założenia

$$c, f, g > 0, \quad g \ll c. \quad (9.8)$$

Stosując funkcję rozkładu Boltzmannowskiego oblicza się średnie przesunięcie  $\langle r-r_0 \rangle$ , które dla małych, w porównaniu z iloczynem stałej Boltzmanna  $k_B$  i temperatury  $T$ , wartości wyrazów nieharmonicznych przybiera postać

$$\langle r-r_0 \rangle \cong \frac{3g}{4c^2} k_B T. \quad (9.9)$$

Nietrudno sprawdzić, iż powyższy model daje, wobec  $dl = d\langle r-r_0 \rangle$  i wobec założeń (9.8), prawie stałą wartość  $\alpha$ . Ponieważ w rzeczywistości rozszerzalność liniowa zależy od temperatury, w niektórych obszarach zmieniając się dość istotnie, więc model ten nie jest wystarczający.

Przy budowie bardziej złożonych modeli rozszerzalności cieplnej możliwe są dwa podejścia:

- mikroskopowe - odnoszące się bezpośrednio do sił działających pomiędzy poszczególnymi atomami;
- makroskopowe, czyli fenomenologiczne, typowe dla rozważań termodynamicznych.

Przykładem podejścia mikroskopowego jest model przedstawiony powyżej. Modele mikroskopowe doskonale ilustrują związek rozszerzalności liniowej z anharmonizmem drgań sieci krystalicznej. Przy wykorzystaniu dokładniejszych zależności opisujących potencjał oddziaływania atomów oraz innych modeli ciała stałego (nie tylko dla dwóch atomów) można otrzymać wyrażenia na  $\alpha$  bliższe rzeczywistości. Podejście mikroskopowe wiąże się jednak z silnymi założeniami dotyczącymi budowy ciała stałego - z reguły dotyczy doskonałych (bezdefektowych) kryształów izolatorów - i tym samym ogranicza się do opisu jednej tylko składowej sieciowej  $\alpha_L$ .

Możliwość rozbicia  $\alpha$  na poszczególne składowe to wynik rozważań natury fenomenologicznej. Otóż z termodynamicznych zależności Maxwella [6]

wynikają związki łączące rozszerzalność cieplną np. ze swobodną entalpią  $G$ , entropią  $S$ , bądź molowym ciepłem właściwym przy stałej objętości  $\bar{C}_V$

$$\begin{aligned}\beta &= \frac{1}{V} \left( \frac{\partial^2 G}{\partial p \partial T} \right) = \chi_T \left( \frac{\partial S}{\partial V} \right)_T = \\ &= - \left( \frac{\partial \ln T}{\partial \ln V} \right)_S \frac{\bar{C}_V \chi_T}{V} = \gamma \frac{\bar{C}_V \chi_T}{V}.\end{aligned}\quad (9.10)$$

Entalpia swobodna jest funkcją addytywną. Jeżeli wykluczy się istnienie sprzężeń, to można  $G$ , a co za tym idzie i  $\beta$  ( $\alpha$ ) przedstawić w postaci następujących sum [2]

$$\begin{aligned}G &= G_L + G_e + G_m + G_d + \dots, \\ \beta &= \beta_L + \beta_e + \beta_m + \beta_d + \dots, \\ \alpha &= \alpha_L + \alpha_e + \alpha_m + \alpha_d + \dots.\end{aligned}\quad (9.11)$$

Wyróżnione w powyższych zależnościach składowe odpowiadają: L - udziałowi drgań sieci krystalicznej (tzw. składowa fononowa - jej dotyczył model przedstawiony na Rys. 9.2), e - elektronów swobodnych (elektronowa), m - magnonów, czyli oddziaływań magnetycznych (magnetyczna), d - defektów sieci krystalicznej. Są to efekty najbardziej istotne. Bardziej złożone modele rozszerzalności cieplnej czy liniowej ciała stałego buduje się właśnie w oparciu o możliwość wyróżnienia poszczególnych składowych.

W zależnościach (9.11) nieprzypadkowo pojawiło się molowe ciepło właściwe. Na gruncie fenomenologicznym rozszerzalność cieplną i ciepło właściwe traktuje się łącznie. Istnieje bowiem pomiędzy tymi właściwościami ściśle podobieństwo, potwierdzone doświadczeniem. Dla ciał stałych parametr Grüneisena  $\gamma$  z (9.10) jest na ogół słabo zmienny z temperaturą i charakterystyki termiczne rozszerzalności mają przebiegi podobne do charakterystyk termicznych ciepła właściwego (zarówno przy stałej objętości jak i przy stałym ciśnieniu).

Przykładowe charakterystyki termiczne rozszerzalności liniowej  $\alpha^*(T)$  ( $\alpha^*$  - por. punkt 9.2) dla wybranych materiałów zostały przedstawione na Rys. 9.3. W celu omówienia zmienności  $\alpha(T)$  warto jednak posłużyć się modelowym ciałem stałym o rozszerzalności jak na Rys. 9.4. Na rysunku tym temperaturę odniesiono do temperatury Debye'a  $\Theta$ . Z punktu widzenia niniejszego opracowania wystarczy wiedzieć, że temperatura Debye'a jest jednym z istotnych parametrów charakteryzującym właściwości kryształu ciała stałego i wynosi od kilkudziesięciu (39.5 dla cezu) do kilkuset (343 dla miedzi) kelwinów, rzadko przekraczając temperaturę pokojową. Z analizy Rys. 9.4 wynika, że największy udział ma składowa sieciowa  $\alpha_L$ . Ona też decyduje w

głównej mierze o największej zmienności rozszerzalności liniowej, którą można zaobserwować w obszarze niskich temperatur, tzn. od zera bezwzględnego do temperatury  $T = \Theta$  (czyli, praktycznie rzecz biorąc, do temperatur pokojowych). W pobliżu zera bezwzględnego  $\alpha_L \sim T^3$  i rozszerzalność liniowa  $\alpha$ , podobnie jak ciepło właściwe oraz inne właściwości termofizyczne, dąży do zera. Jest to zgodne z III zasadą termodynamiki (por. [7]), przewidującej zanik wszelkich procesów fizycznych przy 0 K. W miarę wzrostu temperatury siatka sieciowa rośnie, by ustabilizować się ostatecznie po przekroczeniu temperatury Debye'a.

Powyżej temperatury Debye'a, dla materiałów przewodzących, zaznacza się dodatkowo obecność składowej elektronowej  $\alpha_e$ , która "odchyla" charakterystykę od poziomu, nie zmieniając jej liniowego charakteru (por. Rys. 9.3 dla Cu powyżej ok. 270 K). W magnetykach, w pobliżu punktu przejścia fazowego II-go rodzaju ze stanu ferromagnetycznego w paramagnetyczny, wystąpią zaburzenia rozszerzalności o kształcie greckiej litery 'λ', skierowane do góry (jak dla Ni), lub do dołu (Fe). Za zaburzenia te odpowiada składowa magnetyczna  $\alpha_m$ . Defekty sieci krystalicznej objawiają się wygięciem prostoliniowego przebiegu charakterystyki powyżej  $T = \Theta$ , przy czym krzywizna wygięcia narasta w miarę zbliżania się do temperatury topnienia (Rys. 9.2 - Al).

Rozszerzalność liniowa różnych materiałów zmienia się o cztery rzędy wielkości. W temperaturze pokojowej może osiągać wartości:

- bardzo małe, poniżej  $2 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  - przykładem służyć może kwarc topiony (bezpostaciowy) lub inwar czyli stop FeNi36;
- małe, od 2 do ok.  $8 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  - np. wolfram, molibden, szkło;
- średnie, od 8 do  $20 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  - żelazo, nikiel, miedź;
- duże, od 20 do  $40 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  - aluminium, duraluminium;
- bardzo duże, powyżej  $40 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  - np. utwardzone żywice epoksydowe oraz takie tworzywa sztuczne takie jak poliamidy, poliuretany itp.

W szczególnych przypadkach, nie tylko w pobliżu zera bezwzględnego, rozszerzalność może być ujemna, co oznacza, że badany materiał kurczy się podczas jego ogrzewania. Najbardziej trywialnym przykładem jest lód w pobliżu temperatury topnienia. Duże anomalie można także zaobserwować w zachowaniu się materiałów anizotropowych. Dokładniejsze omówienia tych problemów nie jest jednak możliwe w ramach niniejszego opracowania.

## 9.2. Badania doświadczalne rozszerzalności liniowej

Wzór (9.2) definiujący rozszerzalność liniową  $\alpha$  w zasadzie nie jest wykorzystywany w praktyce eksperymentalnej. Wyniki pomiarów  $\alpha$  zwykło się przedstawiać w odniesieniu do długości  $l_0=l(T_0)$  mierzonej w temperaturze pokojowej  $=293\text{ K}$

$$\alpha^*(T) = \frac{1}{l(T_0)} \left[ \frac{dl(T)}{dT} \right]_p = \frac{1}{l_0} \left[ \frac{dl(T)}{dT} \right]_p. \quad (9.12)$$

Ponieważ bezwzględne wartości rozszerzalności liniowej są z reguły niewielkie, więc i różnice pomiędzy  $\alpha^*$  i  $\alpha$  też nie są duże - dla miedzi przy temperaturze 1273 K  $\alpha^*$  jest większa od  $\alpha$  o około 2%.

Rozszerzalność liniową ciała stałego można również opisać poprzez podanie jego wydłużenia względnego  $\varepsilon$  w funkcji temperatury  $T$

$$\varepsilon(T) = \frac{l(T) - l(T_0)}{l(T_0)} = \frac{l(T) - l_0}{l_0}, \quad (9.13)$$

bądź też całkowitego współczynnika rozszerzalności liniowej, czyli średniej rozszerzalności liniowej w zakresie temperatur od  $T_0$  do  $T$

$$\alpha^* \Big|_{T_0}^T = \frac{1}{l(T_0)} \frac{l(T) - l(T_0)}{T - T_0} = \frac{1}{T - T_0} \int_{T_0}^T \alpha^*(T) dT. \quad (9.14)$$

Z trzech powyższych wielkości zjawisko rozszerzalności najlepiej charakteryzuje pierwsza, zdefiniowana wzorem (9.12). Rozszerzalność liniowa, zwana czasem współczynnikiem (różniczkowym) rozszerzalności liniowej, jest także najtrudniejsza do wyznaczenia doświadczalnego. Ze względu bowiem na skończoną wartość czułości przyrządów służących do pomiaru przyrostu długości  $dl$  i przyrostu temperatury  $dT$ , pomiary wykonywane są w określonym, skończonym, przedziale temperatury  $\Delta T = T_2 - T_1$ . Występuje w związku z tym, niezależnie od metody pomiarowej, konieczność zastąpienia pochodnej  $dl/dT$  z zależności (9.12) jej przybliżeniem różnicowym  $\Delta l/\Delta T$ , gdzie  $\Delta l = l(T_2) - l(T_1)$ . Wyznaczona doświadczalnie rozszerzalność liniowa jest w istocie średnią rozszerzalnością liniową w zakresie od  $T_1$  do  $T_2$ , przy temperaturze odniesienia  $T_0$  (por. 9.14)

$$\bar{\alpha}^*(T_{sr}) = \alpha^* \Big|_{T_1}^{T_2} = \frac{1}{l(T_0)} \frac{l(T_2) - l(T_1)}{T_2 - T_1} = \frac{1}{l(T_0)} \frac{\Delta l}{\Delta T}, \quad T_{sr} = \frac{T_2 + T_1}{2}. \quad (9.15)$$

Różnica pomiędzy uśrednioną wartością wyznaczoną w eksperymencie  $\bar{\alpha}^*$ , a wartością rzeczywistą  $\alpha^*$ , zależy zarówno od przebiegu funkcji  $\alpha^*(T)$ , jak i wartości  $\Delta T$ . W przypadku gdy istotne jest wierne odtworzenie

charakterystyki termicznej  $\alpha^*(T)$ , np. przy badaniu natury procesów fizycznych, celowym staje się zmniejszenie przedziału uśredniania  $\Delta T$ , czyli zwiększanie tzw. temperaturowej "zdolności rozdzielczej", nawet kosztem zwiększenia bezpośredniego błędu pomiaru  $\alpha^*$  (zwiększenie błędu uwarunkowane jest zbliżaniem się do granicy czułości przyrządów pomiarowych).

Przy badaniach doświadczalnych rozszerzalności liniowej ważne jest zagadnienie doboru materiałów wzorcowych stosowanych do testowania lub skalowania urządzeń pomiarowych. Muszą to być substancje charakteryzujące się stabilnością właściwości termofizycznych. Najczęściej stosowanymi materiałami są: kwarc topiony, jako wzorec materiału o bardzo małej rozszerzalności liniowej (symbol SRM 731; zakres  $80 \div 1000$  K), miedź ( $80 \div 800$  K), wolfram ( $80 \div 1800$  K), platyna, molibden, krzem, szkło borokrzemianowe, stal nierdzewna (SRM 738), a przy bardzo wysokich temperaturach (powyżej 2000 K) niob.

### 9.3. Metody pomiaru rozszerzalności liniowej

U podstaw większości problemów technicznych związanych z pomiarami rozszerzalności  $\alpha^*(T)$  tkwią przede wszystkim stosunkowo małe wartości rozszerzalności liniowej ciał stałych, duży ich rozrzut oraz szeroki zakres temperaturowy badań. W praktyce można się spotkać z potrzebą wyznaczenia rozszerzalności liniowej z przedziału od  $5 \cdot 10^{-8}$  K<sup>-1</sup> do  $4 \cdot 10^{-4}$  K<sup>-1</sup> i z zakresu temperatury od 4.2 do 2000 K, chociaż prowadzone są badania w temperaturach niższych (1 K), bądź wyższych ( $3000 \div 4000$  K). Przy określaniu charakterystyk termicznych rozszerzalności liniowej, ze względu na konieczność zmniejszania błędu przybliżenia różnicowego (por. punkt. 9.3), występuje konieczność używania małych próbek oraz stosowania małych przyrostów temperatury  $\Delta T$ . Zwiększa to jeszcze bardziej wymagania dotyczące dokładności pomiaru przyrostów długości  $\Delta l$  i temperatury  $\Delta T$ . Skalę trudności może zobrazować następujący przykład: przy długości początkowej  $l_0 = 20$  mm, dla  $\Delta T = 1$  K, przyrost długości próbki miedzianej wynosi około  $3 \cdot 10^{-7}$  m = 0.0003 mm.

Pomiar przyrostów długości (ewentualnie przemieszczeń), w połączeniu z jednoczesnym pomiarem temperatury, stanowi sedno przeważającej większości metod badania  $\alpha$ . W chwili obecnej stosuje się wiele różnych sposobów określania rozszerzalności liniowej. Można je klasyfikować według rozmaitych kryteriów. Wprowadzanie podziałów jest o tyle istotne, że wiąże się ściśle ze zróżnicowaniem charakteru otrzymywanych wyników, zróżnicowaniem warunków fizycznych pomiarów oraz zróżnicowaniem

możliwości i potrzeb prowadzącego badania. Najbardziej istotny podział, to podział na:

- metody **absolutne**, w których wyznaczane są przyrosty długości, ewentualnie zmiany parametru sieci krystalicznej (odległości międzypłaszczyznowych) badanej próbki;
- metody **względne**, odnoszące wydłużenie badanej próbki do wydłużenia wzorca o znanej rozszerzalności.

W przypadku tych drugich należy wcześniej określić rozszerzalność próbki wzorcowej metodą absolutną. Błąd pomiaru cechującego wzorzec nakładać się będzie na błąd określania rozszerzalności metodą względną. Pozostałe, mniej istotne z punktu widzenia niniejszego opracowania klasyfikacje, zostały szczegółowo omówione np. w publikacji [5]. Dodać jeszcze należy, że rozszerzalność liniowa, oprócz **bezpośredniego** pomiaru, może być wyznaczona na drodze **pośredniej**. Wykorzystując związki pomiędzy poszczególnymi parametrami można dokonać stosownych przeliczeń, jednak dla rozszerzalności jest to rzadziej stosowany sposób obliczenia lub oszacowania jej wartości.

Przyrządy do pomiaru rozszerzalności liniowej nazywane są **dylatometrami**. W odniesieniu do konkretnych metod pomiaru rozszerzalności liniowej, ze względu na rozwiązanie konstrukcyjne układu pomiaru przyrostu długości próbki, wśród dylatometrów można wyróżnić:

- dylatometry interferencyjne, w których przyrosty długości przekształcane są na zmiany różnicy faz pomiędzy dwoma interferującymi ze sobą monochromatycznymi wiązkami światła spójnego - przykładem takiego przyrządu jest urządzenie wykorzystywane w ramach opisywanego ćwiczenia laboratoryjnego;
- dylatometry budowane w oparciu o zasady optyki geometrycznej i korzystające z możliwości badania powiększonych optycznie przemieszczeń - np. przyrządy w których bada się przyrosty długości cienia rzucanego przez próbkę, lub przyrządy w których mierzy się przesunięcia plamki świetlnej odbitej od związanego z próbką zwierciadła, zmieniającego kąt pochylenia pod wpływem zmiany jej długości;
- dylatometry pojemnościowe - do detekcji przemieszczeń wykorzystuje się kondensator. Próbka jest związana z jedną jego okładką i zmiana długości powoduje zmiany pojemności. Są to przyrządy bardzo czułe, o czułościach przemieszczeniowych rzędu  $10^{-12}$  m = 0.01 Å (dla porównania promień atomu wodoru wynosi ok. 0.5 Å). Niestety, charakter pomiaru jest względny.
- dylatometry indukcyjne - w stosunku do poprzednich zmiana polega na zastosowaniu zamiast kondensatora cewek indukcyjnych, których uzwojenia przemieszczają się względem siebie;



- dylatometry dyfrakcyjne - do badania ciał o strukturze krystalicznej. Wykorzystuje się w tym przypadku metody rentgenograficzne, za pomocą których wyznaczane są zmiany odległości międzypłaszczyznowych pod wpływem zmian temperatury;
- dylatometry prętowe (Push Rod; z "popychaczem") - popularne przyrządy, których komora termiczna jest wyraźnie oddzielona od układu detekcji przemieszczeń, a zmiany długości badanej próbki przekazywane są za pomocą popychacza, wykonywanego najczęściej z topionego kwarcu (ze względu na jego małą rozszerzalność liniową).

Powyżej wyszczególnione przyrządy to przyrządy najczęściej stosowane. Oprócz nich można się spotkać z wieloma mniej typowymi. W zasadzie do określenia rozszerzalności liniowej nadaje się każda inna metoda pomiaru przemieszczeń (np. tensometryczna, holograficzna, ultradźwiękowa, interferometrii płamkowej). Problemem pozostaje jednak uzyskanie zadowalającej dokładności.

Przy badaniach rozszerzalności liniowej pomiary temperatury mogą być wykonywane dowolnym sposobem, o ile zapewniona zostanie odpowiednia dokładność. W praktyce wykorzystuje się: w niskich temperaturach termometry gazowe i rezystancyjne czujniki platynowe, germanowe oraz grafitowe; w temperaturach wyższych rezystory platynowe i termoelementy, a przy badaniach powyżej 1500 K pirometry. Sam problem określania temperatury przez długi czas był niedoceniany. Tymczasem szybki rozwój metod pomiaru długości przesunął ciężar zagadnienia, szczególnie przy badaniach od 200 K wzwyż, właśnie w kierunku dokładnego wyznaczenia rzeczywistej temperatury próbki. Uzyskanie wyników pomiaru rozszerzalności z dużą "rozdzielczością termiczną", czyli dla małych przyrostów  $\Delta T$ , nie jest w zasadzie możliwe bez bezpośredniego związania czujnika z badaną próbką oraz bez wykorzystania mikrokomputerów do gromadzenia i opracowywania danych pomiarowych.

#### 9.4. Zmodyfikowana interferencyjna metoda pomiaru rozszerzalności liniowej

Klasyczne interferencyjne dylatometry typu Fizeau działają w oparciu o zjawisko interferencji monochromatycznych (o jednej długości promieniowania) fal płaskich. Interferometryczny układ pomiarowy, złożony z dwóch zwierciadeł płaskich przedzielonych badaną próbką, oświetlany jest wiązką równoległą. Wiązki odbijane przez górne i dolne zwierciadło interferują ze sobą, wytwarzając na ekranie układ prążków równoległych.

W zmodyfikowanej metodzie interferencyjnej jeden element lub oba płaskie elementy optyczne interferometru pomiarowego zastępuje się

sferycznymi. Przykładowe zestawienie układu interferometrycznego z górnym elementem sferycznym przedstawia Rys. 9.5. Zwierciadło górne jest zwierciadłem częściowoprzepuszczalnym, zwierciadło dolne powinno mieć współczynnik odbicia jak najbliższy jedności. Układ taki oświetlany jest równoległą wiązką promieniowania, np. bezpośrednio wiązką promieniowania laserowego. Niewielka część światła ulega odbiciu już od górnej, sferycznej w przypadku jak na Rys. 9.5, powierzchni lustra. Pozostałość przechodzi dalej, by znowu ulec podziałowi natężeniowemu na dolnej powierzchni górnego zwierciadła (A-A). Światło przedostające się do wnętrza interferometru jest odbijane przez zwierciadło dolne (B-B) i po przejściu przez górny element optyczny powraca razem z wiązką odbitą od powierzchni A-A. Ponieważ górny element optyczny stanowi dla przechodzącego przezeń światła soczewkę rozpraszającą obie powracające wiązki mają już charakter fal sferycznych - o kulistym, a nie płaskim jak fala wyjściowa, froncie falowym. Wiązki te interferują ze sobą wytwarzając na ekranie układ koncentrycznych prążków interferencyjnych (Rys. 9.6). Możliwość zaobserwowania obrazu interferencyjnego uwarunkowana jest monochromatycznością i spójnością promieniowania. Najlepsze źródło światła stanowi laser gazowy.

Istota pomiaru w zaprezentowanym układzie zwierciadło-próbka-zwierciadło polega na przekształceniu zmian długości próbki na zmiany obrazu interferencyjnego i na obserwacji tych ostatnich. Otóż interferujące ze sobą wiązki charakteryzują się różnicą dróg optycznych: wiązka przechodząca do wnętrza pokonuje dodatkowo dwukrotnie drogę pomiędzy powierzchniami A-A i B-B. Jest to dystans równy dwukrotnej długości próbki w danej temperaturze -  $2l(T)$ . Jeżeli długość próbki będzie ulegać zmianom, to ulegnie zmianom różnica dróg optycznych, a zatem i wytworzony na ekranie obraz interferencyjny - prążki zaczną schodzić się do środka, lub rozchodzić na zewnątrz na podobieństwo fal na powierzchni wody. Obserwując jeden wybrany punkt ekranu można będzie zarejestrować quasisinusoidalne zmiany natężenia światła jako wynik przechodzenia przezeń kolejnych prążków. To co najbardziej istotne, to fakt, iż przejściu jednego prążka, a więc zmianie natężenia światła od jednego maksimum, poprzez minimum, do następnego maksimum, towarzyszy zmiana długości próbki (przy założeniu, że interferometr znajduje się w próżni)

$$\delta l = \frac{\lambda}{2}, \quad (9.16)$$

gdzie  $\lambda$  jest długością fali promieniowania laserowego. Ogólnie zmiany długości próbki da się opisać zależnością

$$\Delta l = n(T) \frac{\lambda}{2}, \quad (9.17)$$

w której  $n(T)$  jest ilością "zliczonych" prążków interferencyjnych. Jeżeli równocześnie z "obserwacją" zmian obrazu interferencyjnego będą prowadzone pomiary temperatury próbki, to rozszerzalność liniową wyznaczyć będzie można ze wzoru

$$\alpha^*(T_{sr}) = \alpha^* \Big|_{T_1}^{T_2} = \frac{\lambda}{2l(T_0)} \frac{n(T_2) - n(T_1)}{T_2 - T_1}. \quad (9.18)$$

Jak już wcześniej wspomniano wartość powyższego przybliżenia różnicowego jest tym bliższa wartości rzeczywistej  $\alpha^*$  im mniejszy jest przedział uśredniania  $\Delta T = T_2 - T_1$ .

Zmodyfikowana metoda interferencyjna zachowuje wszystkie zalety klasycznej. Najważniejszą z nich jest bezwzględny charakter pomiaru - przyrosty długości wyznacza się bezpośrednio dla badanej próbki, a nie w odniesieniu do wzorca o znanej rozszerzalności. Dopełniając charakterystyki stwierdzić należy, iż jest to metoda badań którą można stosować zarówno w niskich (od kilku kelwinów), średnich jak i wysokich temperaturach (ponad 3000 K - pomiar dynamiczny).

## 9.5. Opis dylatometrycznego stanowiska pomiarowego

Wykorzystywane w niniejszym ćwiczeniu dylatometryczne stanowisko badawcze, którego schemat blokowy przedstawia Rys. 9.7, zaprojektowano w oparciu o zmodyfikowaną metodę interferencyjną. W jego skład wchodzi następujące podukłady:

- podukład rejestracji zmian długości próbki z laserem gazowym He-Ne, emitującym wiązkę promieniowania spójnego o długości fali  $\lambda = 632.8$  nm, zespołem zwierciadeł "prowadzących" wiązkę, interferometrem z badaną próbką, fotodiodą "obserwującą" zmiany obrazu interferencyjnego, wzmacniaczem sygnału fotoelektrycznego i woltomierzem cyfrowym;
- podukład pomiaru temperatury z termoelementem Fe-CuNi (typu J) bezpośrednio przytwierdzonym do próbki, termostatem elektronicznym (temperatura termostatowania 50 °C) i mikrowoltomierzem cyfrowym;
- podukład wymuszenia zmian temperatury próbki w skład którego wchodzi grzałka pieca próżniowego, półautomatyczny regulator temperatury oraz rezystancyjny czujnik platynowy. Grzałka wraz z układem interferometrycznym umieszczona jest w komorze próżniowej.
- podukład gromadzenia i opracowywania danych pomiarowych, którego głównym elementem jest mikrokomputer, wyposażony w interfejs

umożliwiający współpracę z woltomierzami cyfrowymi. Sygnały pomiarowe, tzn. quasisinusoidalne przebiegi napięcia fotoelektrycznego oraz przebiegi napięcia termoelementu pomiaru temperatury próbki są dodatkowo rejestrowane na taśmie papierowej za pomocą analogowego rejestratora dwukanałowego X,Y -  $\tau$ .

Jak już wspomiano wcześniej badana próbka stanowi integralną część interferometru pomiarowego. W omawianym urządzeniu rozdziela ona wklęsł wypukły element optyczny górny i płaski dolny. Próbkę do badań (Rys. 9.8) wykonywane są bądź to w postaci walcowej tulejki o średnicy ok. 20 mm i wysokości od 5 do 70 mm, bądź w postaci trzech prętów o średnicy ok. 4 mm i wysokości od 15 do 30 mm. Ostatni przypadek wymaga zastosowania specjalnego uchwytu prętów. Możliwe jest również przeprowadzenie badań próbek o innych, nietypowych kształtach. Najbardziej istotną rzeczą jest konieczność takiego wykonania próbek, by zapewnić idealną wręcz, z dokładnością do długości fali promieniowania (ok. 0.001 mm), równoległość powierzchni *A-A* zwierciadła górnego i *B-B* dolnego. Stanowi to nieodłączny warunek uzyskania obrazu interferencyjnego. Najłatwiej równoległość uzyskać przy zastosowaniu trójpunktowego sposobu podparcia zwierciadeł interferometru - końcowa obróbka jest wtedy najmniej pracochłonna.

W trakcie badań sygnały pomiarowe rejestrowane są dwutorowo: za pomocą rejestratora analogowego (zapis ten służy głównie do celów kontrolnych) i za pomocą komputera. Rejestracja komputerowa dokonywana jest oczywiście sposobem cyfrowym. Program zbierania i składowania danych na dysk magnetyczny *pomiar9.exe* został napisany przy wykorzystaniu pakietu programów obsługi interfejsów laboratoryjnych przyrządów pomiarowych *LabWindows*. Obsługa całego systemu jest możliwa poprzez operacje na utworzonym na ekranie panelu przyrządu pomiarowego (Rys. 9.9) bądź to z klawiatury, bądź też za pośrednictwem myszki. Prowadzący pomiar ma możliwość:

- obserwacji aktualizowanego na bieżąco fragmentu przebiegu quasisinusoidalnego napięcia fotodiody, czyli po prostu zmian długości próbki (pole **1**);
- odczytu wartości napięcia fotoelektrycznego (pole **2**);
- obserwacji zmian napięcia termoelektrycznego, czyli zmian temperatury próbki, na wykresie słupkowym (pole **3**);
- odczytu wartości napięcia termoelektrycznego (pole **4**);
- odczytu nazwy i bieżącego numeru zbioru składowania danych pomiarowych (pola **5** i **6**);

- uruchomienia programu obsługi przyrządów pomiarowych (pole **7**) i jego zatrzymania (pole **8**);
- zmiany czasu próbkowania sygnałów pomiarowych w zakresie od 350 ms do 2 min. (suwakowy przełącznik **9**).

Zgromadzone na dysku dane opracowywane są za pomocą programu *oprac9.exe*. Program wyznacza:

- rozszerzalność liniową w funkcji temperatury  $\alpha^*(T)$  z maksymalną dla danego sygnału "rozdzielczością termiczną";
- wydłużenie względne próbki w funkcji temperatury  $\varepsilon(T)$ ;
- wartości średnie rozszerzalności w przedziałach o zadanej długości.

Wyniki wyprowadzane mogą być w postaci graficznej, na wykresach, lub w postaci liczbowej (Rys. 9.10).

W omawianym przypadku w układzie zastosowano grzałkę pieca pozwalającą na przeprowadzenie badań rozszerzalności liniowej w zakresie od ok. 300 do 800 K (ogólnie maksymalny zakres pracy wynosi od 210 do 1300 K).

## 9.6. Przebieg ćwiczenia laboratoryjnego

**Cel:** pomiar rozszerzalności liniowej w funkcji temperatury  $\alpha^*(T)$ .

### **Przebieg pomiarów:**

1. Odczytać zadaną przez prowadzącego ćwiczenie prędkość zmian temperatury urządzenia grzejnego (regulator temperatury Unipan 655).
2. Uruchomić rejestrator analogowy.
3. Uruchomić program *dylat9.exe*.
4. Ustawić za pomocą myszki w polu przełącznika suwakowego **9** z (Rys. 9.9) odpowiedni czas próbkowania sygnałów pomiarowych. Czas ten powinien być dobrany w taki sposób, by jeden "okres" quasisinusoidy sygnału fotoelektrycznego był próbkowany co najmniej 20 razy.
5. Uruchomić "przyciskiem" **7** *START* funkcję gromadzenia danych pomiarowych.
6. Po zapisaniu na dysk co najmniej jednego zbioru zatrzymać program obsługi przyrządów poprzez wciśnięcie "przycisku" **8** i potwierdzenie decyzji w ukazującym się okienku dialogowym.

### Opracowanie wyników:

1. Uruchomić program *oprac9.exe* i według wskazówek prowadzącego ćwiczenie dokonać obliczeń:
  - rozszerzalności liniowej  $\alpha^*(T)$ ;
  - wydłużenia względnego  $\varepsilon(T)$ .

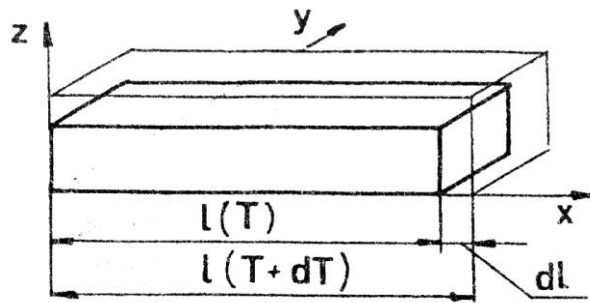
Wyniki obliczeń rozszerzalności wyprowadzić w formie graficznej i liczbowej, wyniki obliczeń wydłużenia - tylko graficznej.
2. Na podstawie analogowej rejestracji sygnałów pomiarowych obliczyć średnie wartości rozszerzalności liniowej badanej próbki. W tym celu należy:
  - co piątemu mniej więcej maksimum (minimum) przyporządkować z wykresu wartość odpowiadającego mu napięcia termoelektrycznego;
  - dokonać przeliczenia napięcia na temperaturę wykorzystując charakterystykę termoelementu zamieszczoną np. w [4];
  - wyznaczyć wartości średnie rozszerzalności liniowej w określonych przedziałach temperatury posługując się zależnością (9. 18).
3. Sporządzić wykres zależności wyznaczonych rozszerzalności średnich  $\alpha_{T_i}^{T_{i+1}}$  od temperatury średniej  $T_s = (T_{i+1} - T_i)/2$ .
4. Porównać wyniki "ręcznego" opracowania danych (punkty 2,3) z wynikami opracowania komputerowego (punkt 1).

### 9.7. Przykładowe pytania kontrolne

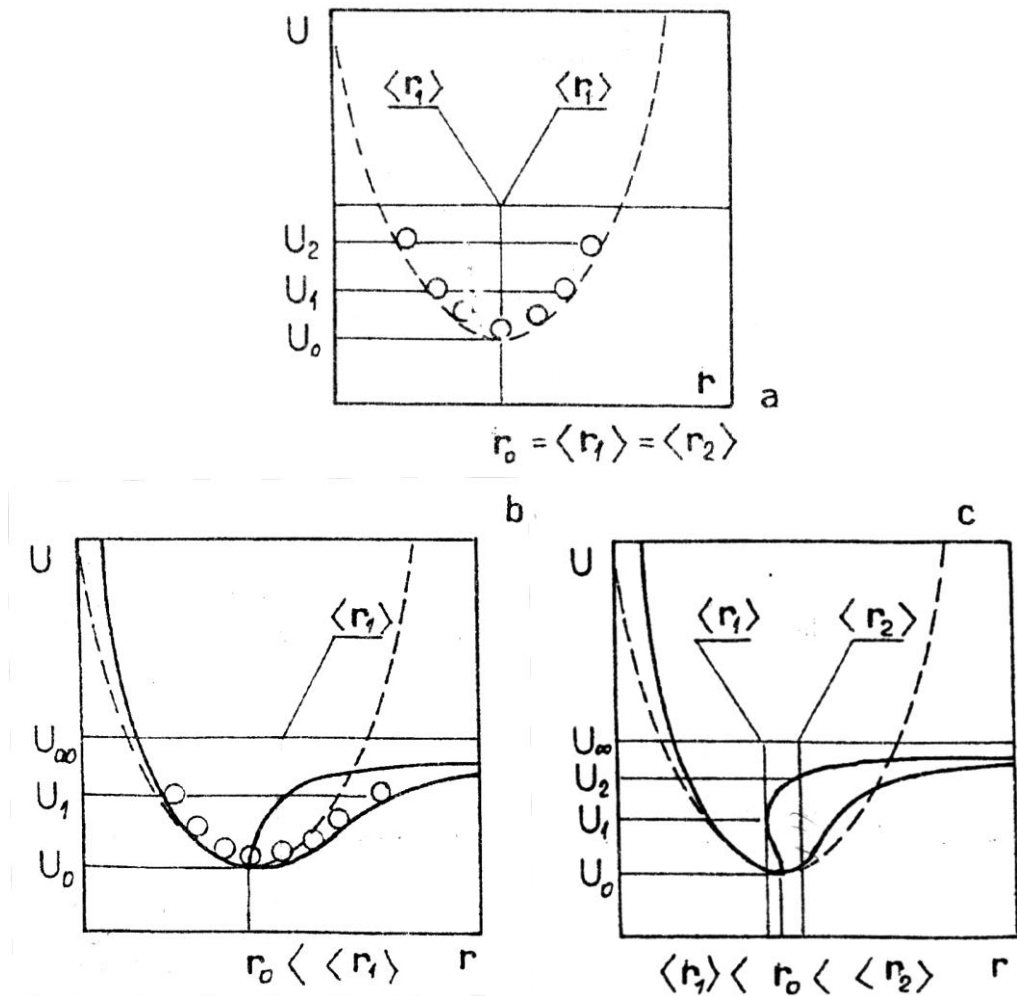
1. Podać definicję rozszerzalności objętościowej i liniowej.
2. Omówić istotę zjawiska rozszerzalności cieplnej ciała stałego.
3. Narysować i omówić przykładowe charakterystyki rozszerzalności liniowej.
4. Omówić parametry charakteryzujące rozszerzalność liniową ciała stałego.
5. Wymienić i scharakteryzować metody pomiaru rozszerzalności liniowej.
6. Omówić metodę interferencyjną pomiaru rozszerzalności.
7. Jak działa dylatometr interferencyjny?
8. Podać sposób określenia średnich wartości rozszerzalności liniowej na podstawie zapisu analogowego sygnałów dokonywanego przez rejestrator dwukanałowy.

## Literatura

- [1] Wiesław Bobak, Andrzej Panas *Pomiar współczynnika rozszerzalności liniowej ciał stałych metodą interferencyjną*. Biuletyn WAT, 10, 1986.
- [2] Goran Grimvall *Thermophysical Properties of Materials*. North-Holland, Amsterdam, 1986.
- [3] C. Kittel *Wstęp do fizyki ciała stałego*. PWN, Warszawa, 1976.
- [4] Ludwik Michalski, Krystyna Eckersdorf *Pomiary temperatury*. WNT, Warszawa, 1986.
- [5] Andrzej Panas *Pomiary rozszerzalności cieplnej ciał stałych*. Zeszyty Naukowe Pol. Łódzkiej, 606, Łódź, 1991.
- [6] Stefan Wiśniewski *Termodynamika techniczna*. WNT, Warszawa, 1987.
- [7] B. Yates *Thermal Expansion*. Plenum Press, New York 1972.

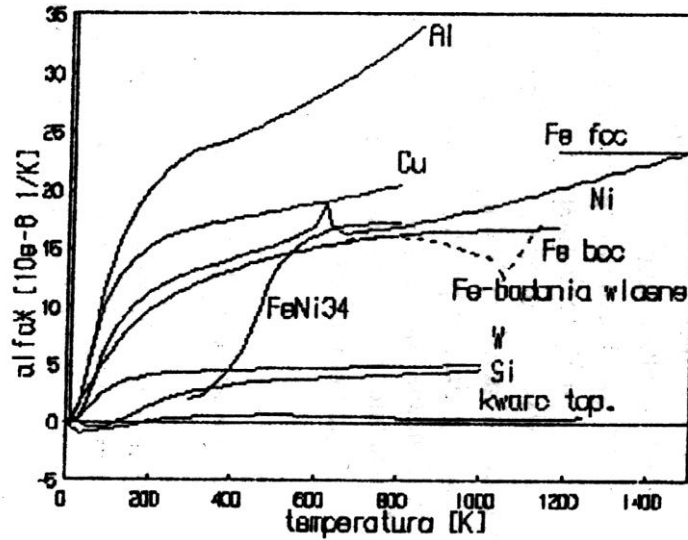


Rysunek 9.1. Ilustracja zjawiska rozszerzalności cieplnej: w danym przypadku  $dl=dx$ , natomiast  $dV=dx \cdot dy \cdot dz$ . Względne przyrosty długości (wyrażone np. w % długości początkowej) w trzech wzajemnie prostopadłych kierunkach nie są sobie równe, co świadczy o anizotropii materiału

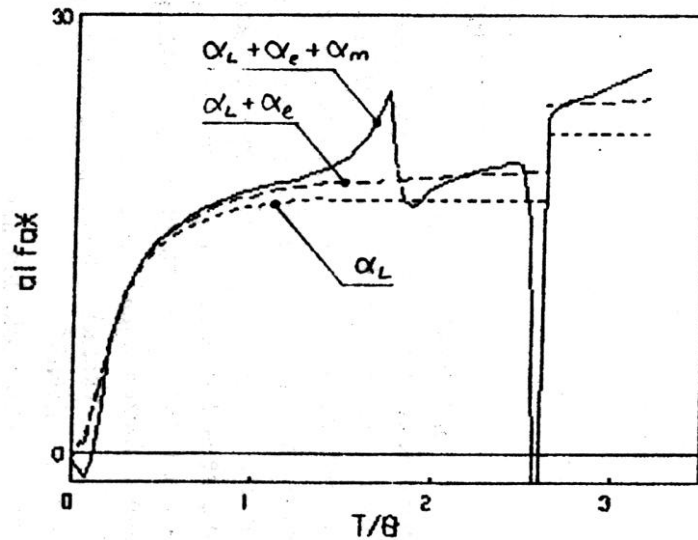


Rysunek 9.2. Istota zjawiska rozszerzalności cieplnej: **a)** w przybliżeniu harmonicznym (linia przerywana) zwiększenie energii (temperatury) powoduje wzrost amplitudy drgań bez zmiany względnego położenia średniego; **b)** w polu potencjału rzeczywistego (linia ciągła) zmiana temperatury wiąże się ze zmianą położenia średniego, przedstawionego grubą linią ciągłą; **c)** przypadek rzeczywisty dla ujemnej rozszerzalności w zakresie temperatury odpowiadającej energiom od  $U_0$  do  $U_1$

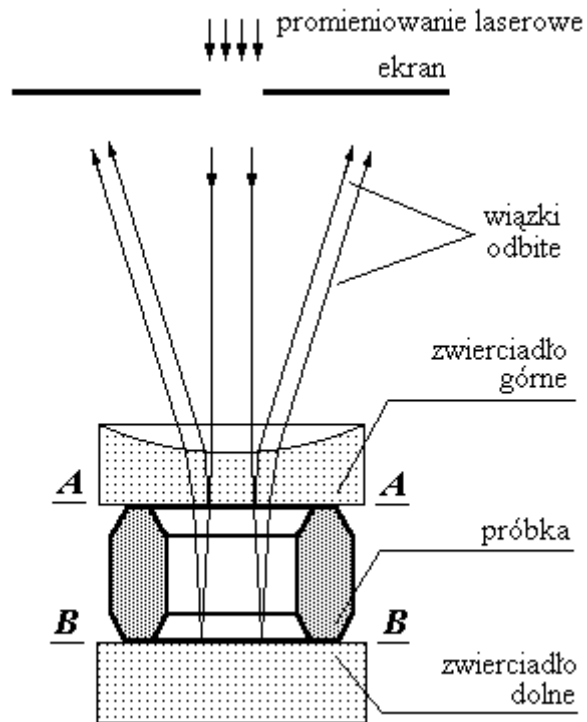




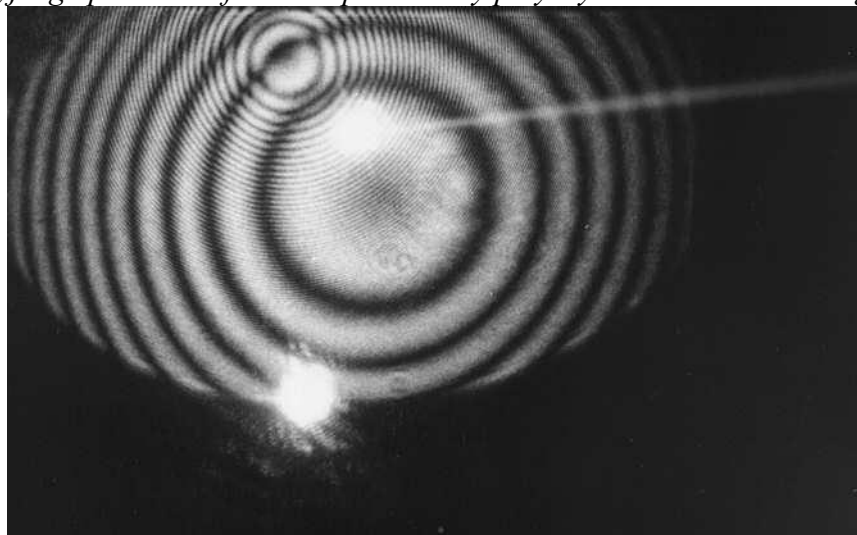
Rysunek 9.3. Przykładowe zależności rozszerzalności liniowej  $\alpha^*$  od temperatury (charakterystyki termiczne) dla glinu, miedzi, niklu (temperatura przejścia fazowego II-go rodzaju 627 K - tzw. punkt Curie), żelaza (temperatura Curie 1041 K), stopu FeNi34 (temperatura Curie około 450 K), wolframu, molibdenu i kwarcu topionego (bezpostaciowego)



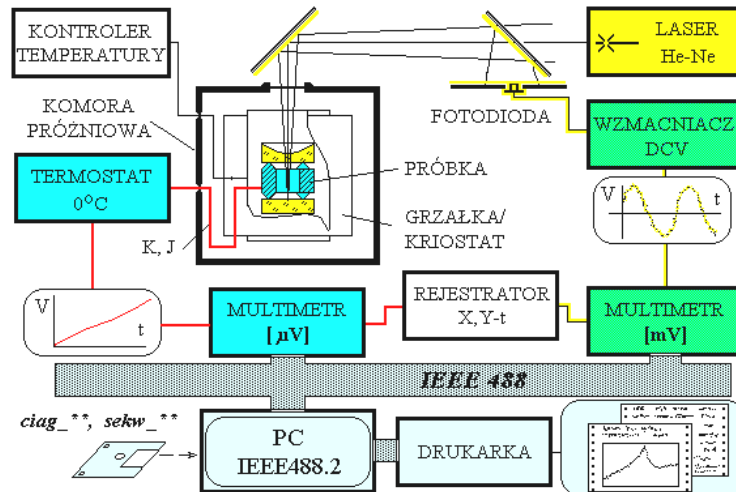
Rysunek 9.4. Charakterystyka termiczna rozszerzalności liniowej hipotetycznego magnetyka - materiału o niezerowych składowych  $\alpha_L$ ,  $\alpha_e$ ,  $\alpha_m$  i  $\alpha_d$ . O rozszerzalności powyżej temperatury Debye'a  $\theta$  decyduje w głównej mierze składowa sieciowa (fononowa)  $\alpha_L$ . Skok rozszerzalności poprzedzony obszarem ujemnych jej wartości spowodowany jest przemianą fazową I-go rodzaju



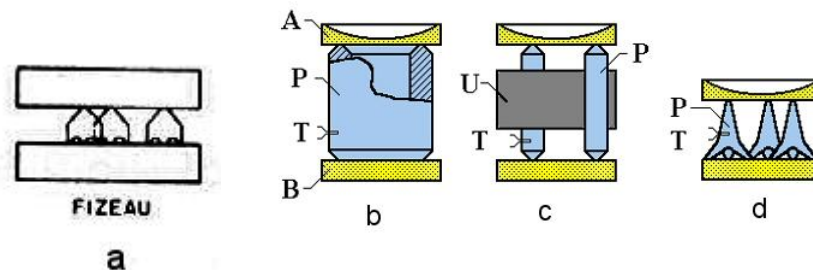
Rysunek 9.5. Zmodyfikowana metoda interferencyjna - zasada tworzenia obrazu interferencyjnego przez interferometr pomiarowy przy wyznaczaniu zmian długości próbki



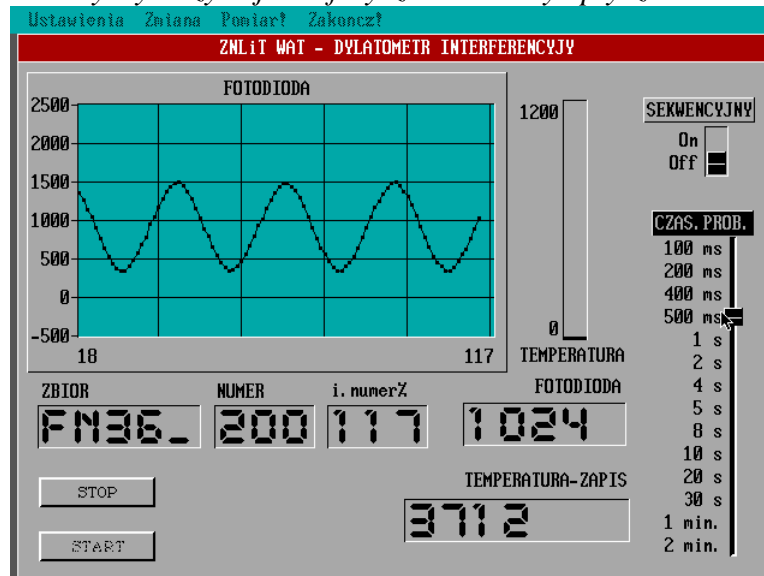
Rysunek 9.6. Obraz interferencyjny tworzony na ekranie przy zestawieniu interferometru jak na rysunku powyżej: koncentryczne prążki o dużej średnicy to sygnał pomiarowy - w centrum umieszczana jest fotodioda lub zwierciadło kierujące światło na fotodiode; prążki o małej średnicy stanowią uboczny efekt interferencji z falą pierwotnie odbitą od sferycznej powierzchni górnego



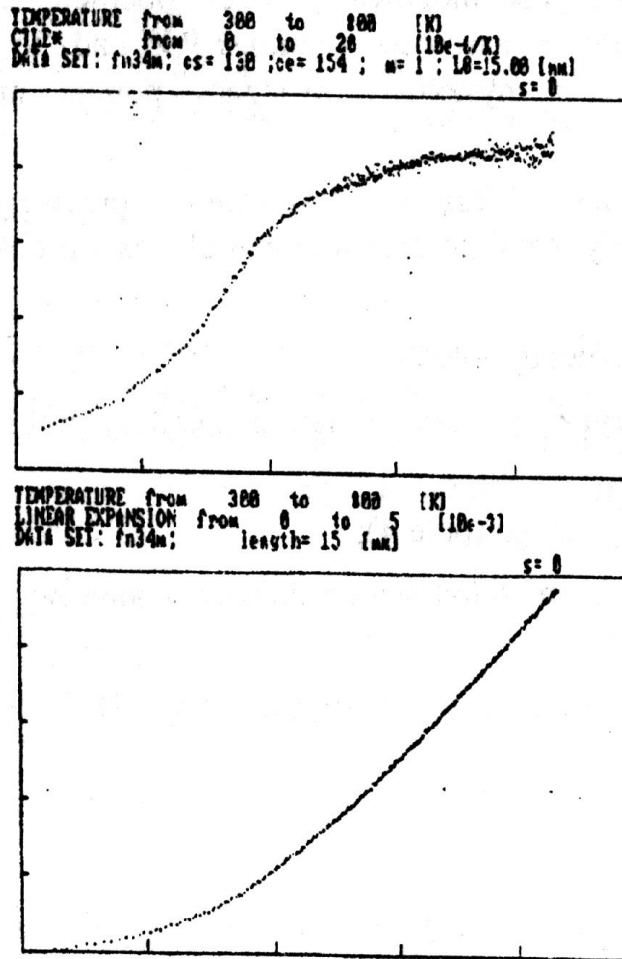
Rysunek 9.7. Schemat dylatometrycznego interferencyjnego stanowiska badawczego do badań rozszerzalności liniowej ciał stałych



Rysunek 9.8. Przykładowe wykonania próbek do badań rozszerzalności liniowej i przykładowe zestawienia układów interferometrycznych: a - klasyczny interferometr Fizeau; b, c, d - interferometry wykorzystujące sferyczne elementy optyczne



Rysunek 9.10. Panel wirtualnego przyrządu pomiarowego tworzonego na ekranie komputera. Pola przełączników 7, 8, 9 obsługuje się bądź za pomocą myszki, bądź klawisza Tab i klawiszy kursorów. W polu 4 wyświetlana jest wartość napięcia termoelektrycznego w postaci składowanej na dysku, tzn. jako liczba całkowita (formatu "integer")



Rysunek 9.11. Przykładowe bezpośrednie wyniki badań rozszerzalności liniowej wyprowadzone w postaci wykresów zależności rozszerzalności liniowej  $\alpha^*$  (wykres górny - CTLE\*) i wydłużenia względnego  $\varepsilon$  (wykres dolny - LINEAR EXPANSION) od temperatury w zakresie od 300 do 800 K. Próbką wykonana była ze stopu FeNi34 (stop "około inwarowy" - inwar zawiera 36 % wagowych niklu w żelazie). Raptowny wzrost rozszerzalności od ok. kilku do ponad  $16 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  jest związany z utratą własności ferromagnetycznych po przejściu fazowym II-go rodzaju