

К МЕТОДИКЕ БЕСКОНТАКТНОГО ИЗМЕРЕНИЯ ПРОВОДИМОСТИ

Т. С. ЗОЛЯН, В. Е. КАРАПЕТЯН

Описывается установка для заполнения жидкими металлами и полупроводниками ампул, применяемых при бесконтактном измерении электропроводности и вязкости методом вращающегося магнитного поля, в условиях высокого вакуума или инертной среды.

В последнее время при исследовании физических свойств веществ в твердом и жидком состояниях часто применяются бесконтактные методы измерений. Так, измерение температурной зависимости электропроводности и вязкости металлов и полупроводников при высоких температурах, и особенно в жидком состоянии, удобно проводить бесконтактным методом вращающегося электромагнитного поля на образцах сферической формы [1].

Для получения такой формы образца расплавленное исследуемое вещество помещается в специальную ампулу в виде шара из стекла, кварца или керамики, защищающую образец как от загрязнения, так и для создания над ним высокого вакуума или нейтральной атмосферы. Для заданного объема образца с радиусом сферы R взаимодействие между этим образцом с электропроводностью σ и электромагнитным полем напряженностью H_0 , вращающимся с частотой ω , обладает максимальным моментом $M_{ш}$, равным $M_{ш} = \frac{\sigma \cdot \omega \cdot H_0^2 R^5}{c^2} \cdot \frac{2\pi}{15}$, π , c — постоянные.

Однако изготовление идентичных ампул сферической формы и особенно их заполнение исследуемым веществом под вакуумом или в нейтральной среде вызывает значительные трудности. Эти трудности еще более возрастают при применении толстостенных ампул, способных выдержать большие внутренние давления.

С целью облегчения изготовления ампул такого рода нами при проведении измерений электропроводности при постоянном объеме [2] применялись простые в изготовлении цилиндрические ампулы (умень-

шение момента $M_{ц} = \frac{\sigma \omega H_0^2 a^4 h \cdot \pi}{2c^2}$ легко компенсировать соответствующим удлинением образца) из обычных толстостенных кварцевых трубок диаметром 4—6 мм, заполняемых необходимым количеством исследуемого вещества в условиях вакуума или инертной атмосферы, с помощью следующего несложного устройства (см. рисунок).

Под обычным стеклянным колпаком 6, вакуумно-плотно устанавливаемым на массивном металлическом диске 14 при помощи резиновой прокладки (резиновые и изолирующие кольца и прокладки на рисунке не указаны), помещена печь 3. Она представляет собой квар-

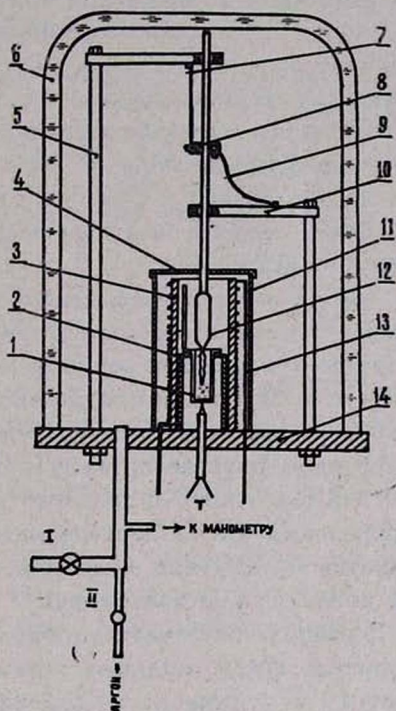
цевую трубку диаметром 30 мм, на которую наматывается нихромовая или вольфрамовая проволока диаметром 1 мм, концы которой через вводы 13 подсоединяются к силовому трансформатору. Намотка печки 3 производится таким образом, чтобы плотность витков возрастала к основанию.

Ампула 12 изготавливается из кварцевой трубки с внутренним диаметром 4–6 мм, один ее конец заваривается и к нему припаивается хвостовик — кварцевый стержень диаметром 3–4 мм и длиной порядка 20 см. Открытый конец вытягивается в виде отростка с оливками. Между отростком и широкой частью ампулы создается узкий переход для последующей отпайки.

Хвостовая часть ампулы 12 при помощи зажимного кольца 8 подвешивается с помощью танталовой проволоочки 7 к стойке 5. Отросток конца ампулы 12 помещается в верхнюю часть тигля 1, куда помещается необходимое для заполнения ампулы количество вещества в твердом или жидком состоянии. Для уменьшения потерь тепла печи 3 и испарений вещества из тигля 1 применен защитный цилиндр 11 с крышкой 4. Дно тигля 1, установленного на подставке 2, упирается в термопару Т, подсоединяемую к самопишущему температуро-указывающему потенциометру.

В зависимости от твердой или жидкой фазы заполняемого вещества порядок заполнения ампулы следующий.

В случае образца в жидкой фазе при комнатной температуре ампула 12 подвешивается при помощи танталовой проволоки 7 диаметром 40–80 мк над поверхностью жидкого образца. Поворотом крана I пространство под колпаком 6 подсоединяется к вакуумной системе и откачивается до достижения вакуума порядка 5.0×10^{-4} мм. рт. ст. Затем при помощи токопроводящих стоек 5 и 10 через медный канатик 9 проволочка 7 присоединяется к ЛАТР-у и доводится до быстрого расплавления. Нижняя часть ампулы 12 — отросток — погружается в тигель 1 с жидким образцом. Перекрывая вакуум-кран I и открывая кран II, под колпак 6, в зависимости от образца, впускается инертная, восстановительная или окислительная атмосфера до давления в 1 атм или несколько выше, контролируемое манометром. После окончания этой процедуры перекрывается кран II, снимается колпак 6 и извлекается ампула 12. На отросток ампулы 12 на-



девается вакуумная трубка с краном, подключаемая к откачному посту. После откачки до возможно более высокого вакуума кран на вакуумной трубке перекрывается, ампула отсоединяется от вакуумного поста, запаивается перешеек между отростком и широкой частью ампулы и ампула готова для измерений.

В случае твердого исследуемого вещества порядок заполнения ампулы несколько видоизменяется. Вещество раздробляется и заполняется в тигель 1 таким образом, чтобы сверху находились более крупные частицы вещества, в которые упираются края отростка ампулы 12.

Создается вакуум и включается печь 3. Рост температуры непрерывно фиксируется по термопаре Т, а по моменту остановки роста температуры и опускания ампулы 12 ориентировочно определяется температура плавления исследуемого вещества. Затем производится выдержка расплава при температуре выше точки плавления и в тигель 1 с расплавом опускается ампула 12. Далее перекрывается вакуумный кран I и через кран II впускается необходимая атмосфера. После заполнения ампулы 12 постепенным уменьшением накала печи 3 осуществляется охлаждение ампулы с образцом до комнатной температуры и ее последующее извлечение.

Установка в течение продолжительного времени используется для заполнения ампул жидкими металлами и полупроводниками и показала простоту и надежность в работе.

Институт радиифизики и электроники
АН АрмССР

Поступила 13.IV.1972

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. А. Р. Ретель. ЖЭТФ, 18, 1511 (1948); Steeb. Phys. a. Chem. Liq., 1, 221 (1970).
2. Т. С. Золян. Изв. АН АрмССР, 3, 395 (1968).

ՀԱՂՈՐԴԱԿԱՆՈՒԹՅԱՆ ՈՉ ԿՈՆՏԱԿՏԱՅԻՆ ԶԱՓՄԱՆ ՄԵԹՈԴԻԿԱՅԻ ՎԵՐԱԲԵՐՅԱԼ

Տ. Ս. ԶՈԼՅԱՆ, Վ. Ե. ԿԱՐԱՊԵՏՅԱՆ

Նկարագրվում է մի հարմարանք ամպուլաները հեղուկ մետաղներով և կիսահաղորդիչներով լցնելու համար, որոնք օգտագործվում են պտտվող մագնիսական դաշտի մեթոդով էլեկտրահաղորդականության և մածուցիկության ոչ կոնտակտային չափման համար, բարձր վակուումի կամ իներտ միջավայրի դեպքում:

ON THE NONCONTACT MEASUREMENT TECHNIQUE OF CONDUCTIVITY

T. S. ZOLIAN, V. E. KARAPETIAN

A device is described for filling the ampules, designed for noncontact measurements of conductivity of liquid metals and semiconductors in vacuum and inert medium.