



УДК 536.5:006.91

НАПРЯМКИ ВДОСКОНАЛЕННЯ ДЕРЖАВНОГО ПЕРВИННОГО ЕТАЛОНА В ГАЛУЗІ БЕЗКОНТАКТНОЇ ТЕРМОМЕТРІЇ ДЕТУ 06-03-96

Р.П. Сергієнко, кандидат технічних наук, старший науковий співробітник ННЦ "Інститут метрології", м Харків



Узагальнено результати дослідницьких та регламентних робіт, проведених за час експлуатації державного первинного еталона в галузі безконтактної термометрії ДЕТУ 06-03-96, з метою визначення напрямків його вдосконалення.

The results of research and routine work carried out during the operation of the state primary standard in the field of non-contact thermometry DETU 06-03-96 are generalized to determine the directions of its perfection.

Перспектива впровадження нового визначення одиниці температури окреслює для ННЦ "Інститут метрології" коло завдань зі створення еталонних засобів і розвитку методів первинної (абсолютної) радіометрії. Варто відзначити, що документ [1] не обмежує дослідника в пошуку оптимальної версії технічної реалізації первинних методів, оскільки в самому документі [1] розглядаються три альтернативних варіанти такої реалізації. При цьому уявляється логічним, що кінцевий продукт – створений комплекс апаратури і проведений об'єм досліджень – повинен не руйнувати існуючу інфраструктуру метрологічного забезпечення безконтактних засобів вимірювання температури в країні, а раціональним чином доповнювати її. Навряд чи варто очікувати в найближчому майбутньому поліпшення на порядок точності робочих засобів ви-

мірювань, пов'язаного з перевизначенням одиниці температури. Таким чином, забезпечення належного функціонування і підвищення метрологічних характеристик державного первинного еталона одиниці температури в галузі безконтактної термометрії ДЕТУ 06-03-96, реалізація якого спочатку базувалася на принципах МТШ-90 [2], залишається актуальним завданням, тим більше, що комплекс апаратури еталона необхідно буде задіяти і в дослідженнях, пов'язаних із розвитком у ННЦ "Інститут метрології" методів первинної радіометрії.

Метою цієї роботи є узагальнення результатів досліджень, виконаних на державному первинному еталоні одиниці температури за випроміненням ДЕТУ 06-03-96 за час експлуатації, і розгляд напрямів його вдосконалення, яке дозволить поліпшити технічні і метрологічні характеристики еталона.

Державний первинний еталон одиниці температури за випроміненням почав функціонувати в ННЦ "Інститут метрології" з 1995 р. [3]. З введенням у дію первинного еталона було прийнято першу національну повірочну схему в галузі безконтактної термометрії, актуалізацію якої було проведено в 2005 р. [4]. Основні особливості названих нормативних документів відзначено на рис. 1.

Від державного еталона ДЕТУ 06-03-96 одиниця температури передається вторинним еталонам, а також засобам вимірювань, що входять до складу державного первинного еталона одиниці питомої теплоємності твердих тіл ДЕТУ 06-02-96 (рис. 2).

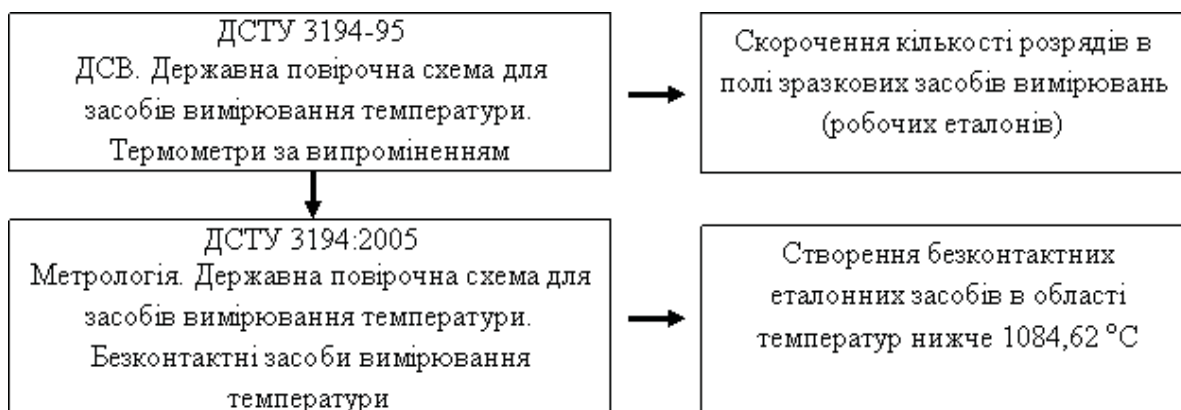


Рис. 1

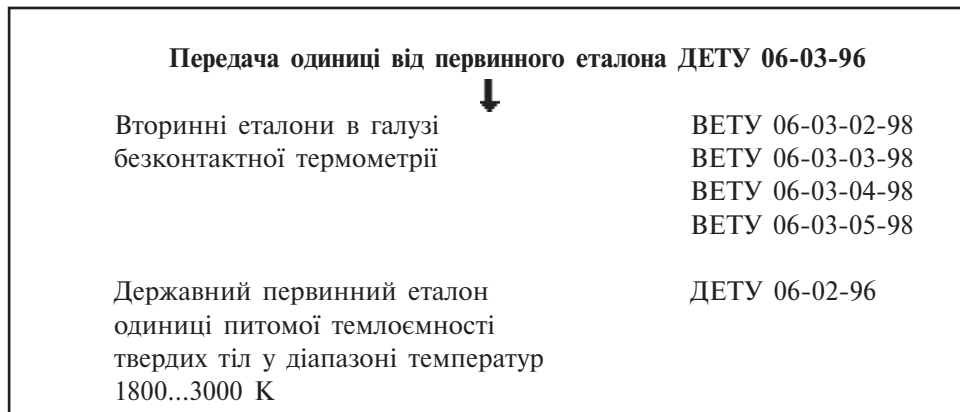


Рис. 2

Державний первинний еталон одиниці температури в галузі безконтактної термометрії було створено на основі фазового переходу затвердіння чистої міді [5]. Графітовий тигель, конструкція якого реалізує модель абсолютно чорного тіла (рис. 3), містить 510 г міді чистотою 99,996 %.

Підбір режимів нагрівання та охолодження тигля дозволяє отримати плато затвердіння тривалістю до 10 хв. Ресурс функціонування еталона визначається, зокрема, станом ампули з реперним металом. Незважаючи на аргоновий захист, найбільшій деформації за час експлуатації піддаються графітові елементи конструкції. Рис. 4 демонструє наслідки такої деформації: для тигля (рис. 4а, б) було здійснено більше 37 циклів “плавлення – затвердіння”, змінні графітові діафрагми (рис. 4в) знаходилися в конструкції упродовж 9 реалізацій плато затвердіння.

Можна відзначити, що уздовж корпусу графітового стакана дефекти практично відсутні. Графітова

гайка (вигляд зверху, рис. 4б), що служить для запобігання вигоранню внутрішньої поверхні ампули, також практично не деформована завдяки розміщенню перед нею захисної графітової діафрагми (рис. 4в), яка при періодичному демонтажі випромінювача підлягає заміні. Періодичність розбирання конструкції випромінювача, яка визначається, головним чином, тривалістю служби термоелектричних перетворювачів (типу К), робочі спаї яких розташовано під відповідними обмотками нагрівачів, становить від 5 до 9 циклів “плавлення – затвердіння”.

Подовження ресурсу печі, яка використовується при реалізації плато затвердіння чистого металу, можливо шляхом укомплектування еталона ампулою з реперною точкою срібла, температура затвердіння якого на 120 °С нижча за температуру затвердіння міді. Як можна бачити з табл. 1 [6], лабораторії національних метрологічних інститутів, як правило, мають у своєму арсеналі ампули з декількома реперними металами.

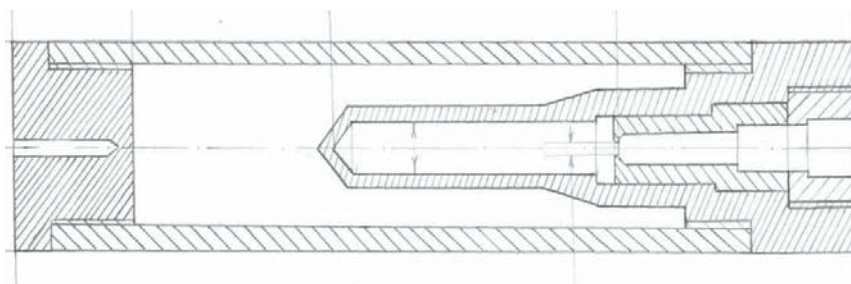


Рис. 3



Рис. 4

Таблиця 1

Країна	НМІ	Розширена невизначеність градування еталона порівняння в реперній точці, $k = 2$, °C		
		Точка Ag	Точка Au	Точка Cu
Нідерланди	NMI-VSL	0,19	0,21	
Велика Британія	NPL	0,27	0,29	
Австралія	CSIRO	0,026	0,027	
Південна Корея	KRISS	0,17	0,19	0,14
Сінгапур	NMC	0,30	0,32	0,33
Японія	NRLM	0,233	0,244	0,251
Росія	ВНИИМ	0,32	0,32	0,32
США	NIST		0,54	
Мексика	CENAM	0,42	0,49	0,51
Франція	INM	0,26	0,32	0,32
Італія	IMGC	0,144	0,162	0,170
Німеччина	PTB	0,30	0,34	0,34
Канада	NRC	0,24	0,26	0,28

Використання ампули з реперною точкою срібла дозволить підвищити надійність функціонування еталона завдяки таким факторам:

- чистоті срібла вище 99,996 %;
- зменшенню інтенсивності дифузії домішок;
- поліпшенню контролю неізотермічності робочої області нагрівача і, як наслідок, ефективності термостабілізації графітового тигля з реперним металом;
- отриманню плато більшої тривалості;
- відсутності прискореного вигорання графітового тигля і захисної арматури;
- стабільності роботи термоелектричних перетворювачів.

Варто також відзначити, що наявність двох ампул із реперними металами у складі еталона дає додаткові можливості для контролю таких характеристик, як лінійність вихідної характеристики і довгочасна нестабільність еталонного фотоелектричного пірометра, що, зрештою, сприяє підвищенню

достовірності результатів при вимірюваннях, які виконуються на еталоні.

Другим важливим складовим елементом еталона є фотоелектричний пірометр, за допомогою якого реєструється плато затвердіння і реалізується температурна шкала в діапазоні вище 1084,62 °C. Еталонний фотоелектричний пірометр розроблявся на базі пірометра ЕОП-93 [7], в якому як приймальний елемент спочатку використовували кремнієвий фотодіод ФД-288. Надалі фотоприймач було замінено кремнієвим фотодіодом Hamamatsu S1337-1010BQ, у зв'язку з чим було змінено оптичну схему, з якої було видалено модулятор світлового потоку, і, відповідно, електричну схему приймальної головки пірометра (рис. 5).

Реалізацію температурної шкали в ННЦ "Інститут метрології" згідно з класифікацією, наведеною у [8], виконано за схемою 1, відповідно до якої еталонний пірометр застосовують як компаратор, що зрівнює спектральну яскравість потоку

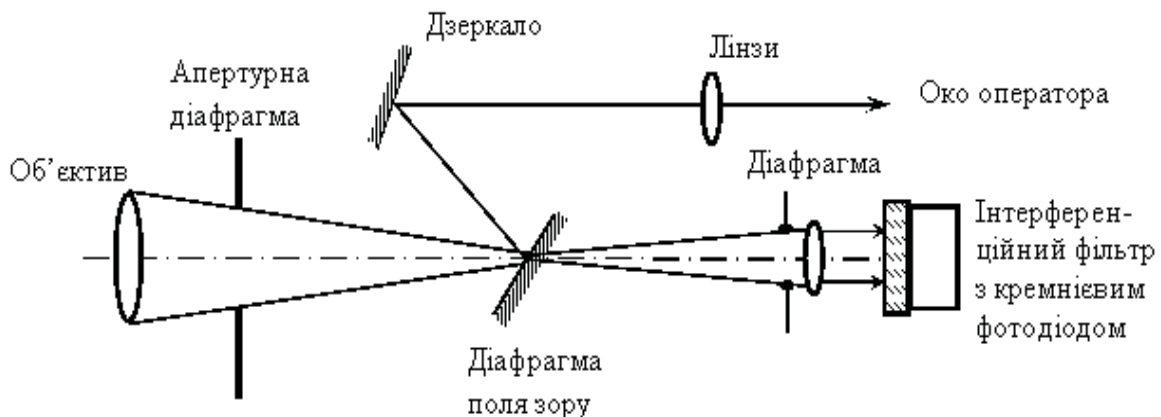


Рис. 5

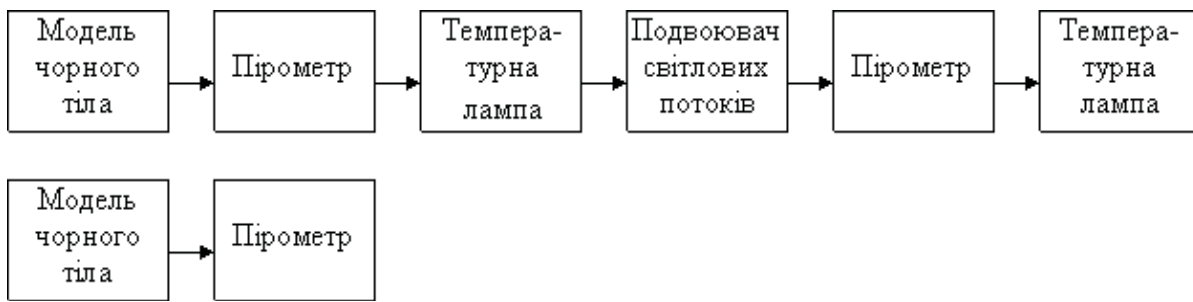


Рис. 6

випромінювання, що надходить з порожнини моделі чорного тіла за температури затвердіння міді, із спектральною яскравістю потоку випромінювання від зовнішнього джерела – стрічкової вольфрамової температурної лампи [9]. Таку методику обрано у зв'язку з тим, що показники за довготривалою нестабільністю пірометра і лінійністю його вихідної характеристики [10–12] не дозволяють скоротити шлях реалізації температурної шкали, повністю відмовившись від використання стрічкових вольфрамових температурних ламп. Порівняльні схеми реалізації температурної шкали наведено на рис. 6.

Схема реалізації шкали, показана на нижній ланці рис. 6, є можливою за умови лінійності і стабільності вихідної характеристики еталонного пірометра і певною мірою виключає необхідність застосування температурних ламп як довготривалих зберігачів температурної шкали. Наслідком цього є скорочення кількості складових бюджету невизначеності при реалізації температурної шкали і значень окремих складових.

Ефективна довжина хвилі еталонного пірометра розраховувалася на основі апаратної функції пірометра [13], яка визначається головним чином спектральними характеристиками інтерференційного фільтра і приймача випромінювання. У процесі експлуатації внаслідок деформації покриття фільтра проводилася відповідна заміна, останнім варіантом якої є фільтр із піковим пропусканням при 661,0 нм і напівшириною смуги пропускання 20,2 нм (рис. 7).

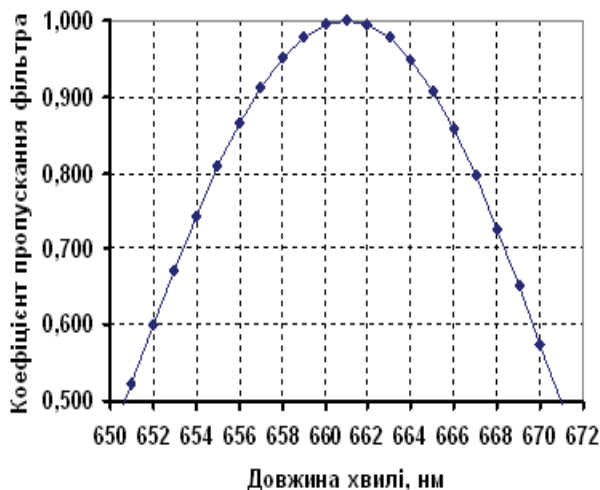


Рис. 7

Таке значення напівширини смуги пропускання було обумовлено пошуком оптимального балансу у співвідношенні “сигнал/шум”.

Збільшення напівширини смуги пропускання інтерференційного фільтра призводить до збільшення складової в бюджеті невизначеності при екстраполяції температурної шкали від температури затвердіння реперного металу $T_{90}(x)$ до температури T_{90} , пов'язаної з похибкою $\Delta\lambda_e$ визначення ефективної довжини хвилі λ_e еталонного пірометра, тобто з точністю знання, зрештою, спектральних характеристик пірометра [2]:

$$\Delta T = T_{90} \left(\frac{T_{90}}{T_{90}(x)} - 1 \right) \frac{\Delta\lambda_e}{\lambda_e}.$$

У [2] зазначається, що переважним значенням напівширини робочої смуги пропускання фільтра з піковим пропусканням в області червоної довжини хвилі є величина порядку 10 нм. Табл. 2 [6] демонструє прагнення метрологічних лабораторій до мінімізації смуги спектральної чутливості своїх еталонних пірометрів, так само як і до мінімізації діаметра діафрагми поля зору.

Розмір діафрагми поля зору еталонного пірометра (рис. 5) істотно обумовлює вплив “ефекту розміру джерела” [14, 15]. Останнім варіантом для пірометра ДЕТУ 06-03-96 була діафрагма з діаметром 1,0 мм. При цьому розмір вихідного отвору порожнини чорного тіла (рис. 3) був збільшений з 3,0 до 4,5 мм, а ширина вольфрамової стрічки еталонних температурних вакуумних і газонаповнених ламп, за допомогою яких шкала будується в область високих температур, становить від 2,8 до 3,0 мм. Слід зазначити, що в ключових звіреннях ССТ-К5 [6] як переносні еталони порівняння використовувалися високостабільні вакуумні температурні лампи типу ГЕС. Ширина вольфрамової стрічки цих ламп становить 1,5 мм, що априорі виключає можливість участі еталона ДЕТУ 06-03-96 у звіреннях такого рангу.

До теперішнього часу передавання одиниці температури від ДЕТУ 06-03-96 відбувається у видимій області спектра, у світлі червоної довжини хвилі. Це є певним недоліком первинного еталона, оскільки, відповідно до [4], одиниця передається

Таблиця 2

Країна	НМІ	Ефективна довжина хвилі, нм	Напівширина смуги спектральної чутливості, нм	Діаметр діафрагми поля зору, мм
Нідерланди	NMi-VSL	661	10	0,75
Австралія	CSIRO	650	10	0,6
Південна Корея	KRISS	650	10	0,8
Китай	NIM	660	11,8	0,75
Сінгапур	NMC	649	10	0,85
Росія	ВНИИМ	656,3	5	0,7 × 0,7
США	NIST	655,3	5	0,6 × 0,8
Мексика	CENAM	650	10	0,7
Франція	INM	650	3,2	0,5
Німеччина	PTB	655	11	0,5
Канада	NRC	650	10	0,6

засобом з різними спектральними характеристиками: монохроматичним пірометром, випромінювачам типу “чорне тіло”, пірометрам часткового і повного випромінювання, пірометрам спектрального відношення. Зменшення похибки передавання одиниці температури можливе при забезпеченні реалізації температурної шкали в декількох спектральних діапазонах. Повертаючись до методології проведення звірень ССТ-К5 [6], можна відзначити, що градування еталонів порівняння проводилося учасниками звірень при двох довжинах хвиль – у видимій та інфрачервоній областях спектра.

Нарешті, третім важливим елементом еталона ДЕТУ 06-03-96, про що вже говорилося вище, є набір температурних вольфрамових стрічкових ламп типу ЛТ-1, СИ 10-300 і ТРУ 1100-2350, дослідження деяких характеристик яких також виконувалося в рамках робіт із первинним еталонном [16].

Лампа моделі СИ 10-300 (була надана ВНИИМ) застосовувалася як еталон порівняння при звірнях ДЕТУ 06-03-96 за проектом СООМЕТТ-К5 [17]. Випереджаючи відкриту публікацію звіту “В” звірень, можна відзначити, що дослідження, виконані в рамках названої теми, виявили джерела збільшення значень складових бюджету невизначеності градування еталона порівняння в реперній точці міді як типу А, так і типу В. До цих джерел відносяться тимчасова нестабільність еталонного пірометра і вплив ефекту розміру джерела, який виявився на порядок вище у порівнянні з результатами досліджень, виконаними в [14, 15, 18], що пояснюється зміною якості оптичних і електронних елементів пірометра. Динаміка змін метрологічних характеристик еталона, які перевірялися під час його періодичних метрологічних атестацій та проведення міжнародних звірень, буде темою додаткового розгляду в окремій публікації після завершення формальних процедур щодо звіту “В”.

Окремо варто сказати про відсутність у складі еталона обладнання для реалізації температурних реперних точок, у тому числі й високотемпературних, на основі евтектик “метал-вуглець” (Me-C). Як випливає з [1], результати інтенсивних досліджень у найближчому майбутньому стануть основою для легітимного впровадження високотемпературних реперних точок на основі евтектик у метрологічну практику еталонного рівня.

Таким чином, можна конкретизувати основні дії, які необхідно зробити для підвищення метрологічних і технічних характеристик еталона ДЕТУ 06-03-96:

- розширення температурного діапазону еталона до реперної точки затвердіння срібла;
- введення до складу еталона пірометра (типу LP-4) з характеристиками, що забезпечують лінійність вихідної характеристики і довготривалу стабільність;
- забезпечення якісних параметрів відносно напівширини смуги спектральної чутливості та діаметра діафрагми поля зору еталонного пірометра;
- реалізація температурної шкали в декількох спектральних діапазонах;
- оснащення еталона ампулами з реперними точками евтектик Me-C у комплекті з відповідною піччю.

Доцільність проведення модернізації еталона важко заперечити.

Інтеграція будь-якої країни в світове економічне і торгове співтовариство передбачає необхідність забезпечення конкурентоспроможності вітчизняної продукції провідних галузей економіки, якими в Україні є металургія і машинобудування. Результати безконтактних температурних вимірювань у цих галузях в остаточному підсумку впливають на якість продукції.

Підтвердження якості можливе шляхом сертифікації продукції вітчизняних підприємств відповідно до міжнародних норм, закладених, зокрема, і в “Угоді про взаємне визнання національних еталонів і сертифікатів калібрування та вимірювань, що видаються національними метрологічними інститутами”. Додатки В і С цієї Угоди вказують на необхідність підтвердження метрологічних характеристик національних первинних еталонів шляхом проведення звірень з аналогічними еталонами інших країн. Таким чином, вирішення питання конкурентоспроможності вітчизняної продукції безпосередньо пов’язано з метрологічними можливостями первинного еталона.

За останні 20 років відбулися якісні зміни в метрологічних характеристиках робочих засобів вимірювань як у частині розширення їх температурного діапазону, так і відносно їх точності, яка досягає 0,25 % і вище. Рівень державного еталона повинен, як мінімум, відповідати цим тенденціям.

І нарешті, як зазначалося на початку, еталонний комплекс ДЕТУ 06-03-96 має бути базисом для узгодження МТШ-90 зі шкалою, реалізованою абсолютними методами.

Список літератури

1. Document CCT/10-12/rev1. Realization and dissemination of thermodynamic temperature above the silver point (1234.93 K).
2. Supplementary information for the ITS-90 // Document of BIPM. – Paris, 1990. – 160 p.
3. Державний первинний еталон одиниці температури кельвіна за випромінюванням в діапазоні 1357,77–2800 К / Л.А. Назаренко, В.В. Белих, О.М. Кисіль [та ін.] // Український метрологічний журнал. – 1995. – Вип. 1. – С. 26–30.
4. Метрологія. Державна повірочна схема для засобів вимірювання температури. Безконтактні засоби вимірювання температури: ДСТУ 3194:2005. – [Чинний від 2006-01-01]. – К.: Держспоживстандарт України, 2005. – 11 с. – (Національний стандарт України).
5. *Sergiyenko R.* Freezing temperature of copper as fixed point for the primary radiation standard of temperature / R. Sergiyenko, L. Nazarenko, V. Slipushenko // Метрологія та вимірювальна техніка: V Міжнар. наук.-техн. конф. “Метрологія – 2006”, 10–12 жовтня 2006 р., Харків: наук. праці: в 2 т. Т. 1. – Харків: ННЦ “Інститут метрології”, 2006. – С. 298–302.
6. CCT-K5: Comparison of local realizations of the ITS-90 between silver point and 1700°C using vacuum tungsten-strip lamps as transfer standards. Draft B. – The Netherlands, Delft, 2008. – 136 p.
7. Еталонний оптичний пірометр ЕОП-93 / Л.А. Назаренко, І.С. Ромоданов, О.М. Кисіль, Р.П. Сергієнко // Український метрологічний журнал. – 1996. – Вип. 2–3. – С. 46–48.
8. Document CCT-WG5/docs-03. Uncertainty budgets for realization of scales by radiation thermometry. – 2003.
9. *Назаренко Л.А.* Построение радиационной температурной шкалы в диапазоне 1357,77–2300 К / Л.А. Назаренко, Р.П. Сергиенко // Метрологія та вимірювальна техніка: III Міжнар. наук.-техн. конф. “Метрологія – 2002”, 8–10 жовтня 2002 р., Харків: наук. праці: в 2 т. Т. 2. – Харків: ННЦ “Інститут метрології”, 2002. – С. 227–230.
10. *Сергиенко Р.П.* Оценка возможности использования линейной характеристики эталонного пирометра при реализации температурной шкалы по излучению / Р.П. Сергиенко, Л.А. Назаренко // Приборы. – 2002. – № 7. – С. 34–37.
11. *Сергиенко Р.П.* Результаты контроля долговременной нестабильности эталонного фотоэлектрического пирометра / Р.П. Сергиенко // Український метрологічний журнал. – 2007. – № 2. – С. 30–34.
12. *Сергиенко Р.П.* Исследования эталонного пирометра из состава первичного эталона единицы температуры ДЕТУ 06-03-96 / Р.П. Сергиенко, М.В. Волошин // Метрологія та вимірювальна техніка: VI Міжнар. наук.-техн. конф. “Метрологія – 2008”, 14–16 жовтня 2008 р., Харків: наук. праці: в 2 т. Т. 1. – Харків: ННЦ “Інститут метрології”, 2008. – С. 313–317.
13. *Сергиенко Р.П.* Исследование температурной зависимости эффективной длины волны эталонного фотоэлектрического пирометра / Р.П. Сергиенко, И.С. Ромоданов // Измерительная техника. – 2007. – № 9. – С. 52–55.
14. *Сергиенко Р.П.* Исследование эффекта размера источника при реализации температурной шкалы / Р.П. Сергиенко // Український метрологічний журнал. – 2002. – Вип. 3. – С. 25–29.
15. *Сергиенко Р.П.* Учет влияния эффекта размера источника при регистрации эталонным фотоэлектрическим пирометром температуры реперной точки / Р.П. Сергиенко, Л.А. Назаренко // Вимірювальна техніка та метрологія. – 2003. – Вип. 63. – С. 49–52.
16. *Сергиенко Р.П.* Температурный коэффициент ленточных вольфрамовых ламп / Р.П. Сергиенко // Измерительная техника. – 2002. – № 4. – С. 43–46.
17. COOMET-K5. Realizations of the ITS-90 at 1084,62 °C [Електронний ресурс]. – Режим доступу: http://www.bipm.org/exalead_kcdb/exa_kcdb.jsp?_p=AppV&_q=COOMET.K5&x=13&y=12
18. *Сергиенко Р.П.* Построение и исследование радиационной температурной шкалы: дис. ... канд. техн. наук: 05.11.15 / Р.П. Сергиенко. – Харьков: ХГНИИМ, 2003. – 206 с.