

## ПРОВЕДЕНИЕ ПЕРВОГО ЭТАПА СЛИЧЕНИЙ СООМЕТ В ОБЛАСТИ ПИРОМЕТРИИ

**Р.П. Сергиенко**, кандидат технических наук, старший научный сотрудник ННЦ “Институт метрологии”, г. Харьков

**В.П. Слипущенко**, начальник лаборатории ННЦ “Институт метрологии”, г. Харьков

**В.М. Фуксов**, кандидат технических наук, заместитель начальника отдела ВНИИМ, г. Санкт-Петербург, Российская Федерация



Р.П. Сергиенко



В.П. Слипущенко



В.М. Фуксов

*Рассмотрены процедура и результаты первого этапа двусторонних региональных сличений в области пирометрии.*

*The procedure and results of the first stage of bilateral regional comparison in the field of pyrometry are considered.*

Целью региональных ключевых сличений является распространение метрологической эквивалентности на эталоны национальных метрологических институтов (НМИ), не принимавших участия в ключевых сличениях ССТ (Консультативного комитета по термометрии). Степень эквивалентности эталонов НМИ, участвующих в региональных сличениях, определяется по отношению к опорному значению ключевых значений ССТ через результаты измерений, полученные в связующих национальных метрологических институтах, которые участвовали в обоих сличениях.

Решение о необходимости проведения региональных сличений национальных эталонов единицы температуры в области бесконтактной термометрии было принято Техническим комитетом СООМЕТ ТК 1.10 “Термометрия и те-

плофизика”. Координатором темы 387/UA-a/07 “Региональные сличения национальных эталонов единицы температуры в реперных точках затвердевания серебра, золота и меди” выступил ННЦ “Институт метрологии”. Связующим институтом для распространения метрологической эквивалентности стал ВНИИМ, который участвовал в ключевых сличениях ССТ-K5 “Realizations of the ITS-90 between 961 °C and 1700 °C” [1]. Двусторонние сличения по теме 387/UA-a/07 были зарегистрированы на сайте ВІРМ как СООМЕТ.Т-S5 первоначально в статусе “дополнительных” сличений, которые в процессе работы и обсуждения в ТК 1.10 были трансформированы в “ключевые” сличения в реперной точке меди – СООМЕТ.Т-K5 “Realizations of the ITS-90 at 1084.62 °C” [1].

Целью данной работы было проведение исследований в рамках названного проекта СООМЕТ, обобщение и анализ полученных результатов в контексте последующего формирования измерительных и калибровочных возможностей (СМС) Украины в области бесконтактной термометрии.

В соответствии с Техническим протоколом, комплекс работ был разделен на два этапа. На

первом этапе проводились сличения реализаций температуры реперной точки меди с применением графитовых тиглей (ампул, ячеек), содержащих чистую медь и, соответственно, полость модели “абсолютно черное тело”, которые входят в состав национальных первичных эталонов единицы температуры ГЭТ 34-2007 (ВНИИМ, Российская Федерация) и ДЕТУ 06-03-96 (ННЦ “Институт метрологии”, Украина). Порядок проведения сличений (рис. 1) предусматривал передачу из ННЦ “Институт метрологии” (ННЦ ИМ) во ВНИИМ эталона сравнения – графитового тигля (ампулы) с реперной точкой меди. Следует отметить, что в практике проведения ключевых и дополнительных сличений в области пирометрии, зарегистрированных в базе данных КСДВ, отсутствует опыт выполнения сличений с применением в качестве эталона сравнения основного элемента первичного эталона, непосредственно воспроизводящего температуру реперной точки, – графитовой ампулы с чистой медью. Это объясняется рядом причин, главной из которых можно назвать существенные различия в габаритах графитовых ампул НМИ. Однако преимуществом такой методики проведения сличений является возможность оценки сходимости результатов НМИ на первом этапе построения температурной шкалы бесконтактными методами – на этапе реализации температуры фазового перехода затвердевания реперного металла.

Таким образом, для выполнения первого этапа сличений было необходимо проведение следующих работ: изготовление графитовой ампулы с реперным металлом, проверка функционирования этой ампулы до отправки и после возвращения из ВНИИМ, разработка и согласование методики проведения измерений во ВНИИМ, проведение экспериментальных исследований во ВНИИМ.

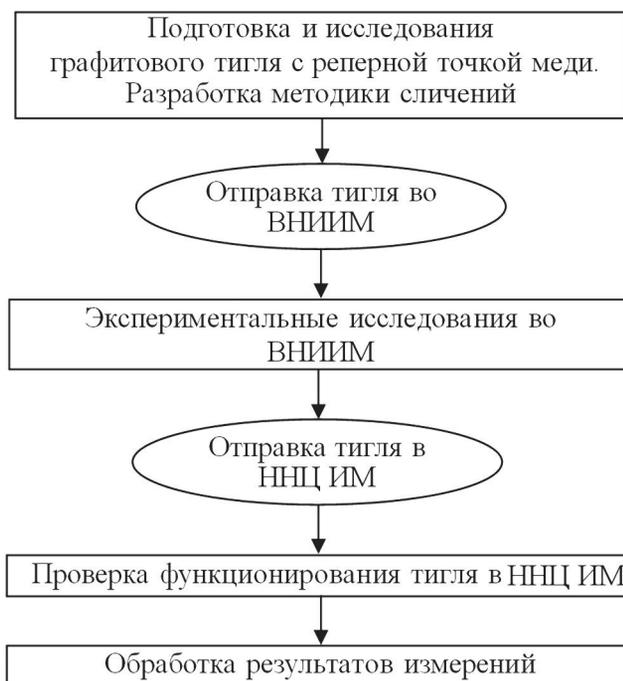


Рис. 1. Схема первого этапа сличений

В соответствии с конструкторской документацией был изготовлен тигель из графита МПГ-6, внешний вид которого приведен на рис. 2. Конструкция ампулы идентична конструкции, используемой в первичном эталоне ДЕТУ 06-03-96, и состоит из графитовой камеры, заглушки, графитовой гайки и графитовой вставки, стенки которой в тандеме с диафрагмой образуют полость модели абсолютно черного тела.

Чистота меди, которой заполняли пространство камеры тигля, составляла 99,996 % с учетом массовой доли примесей в реперном металле, концентрация которых, как можно видеть из табл. 1, приблизительно одного порядка.

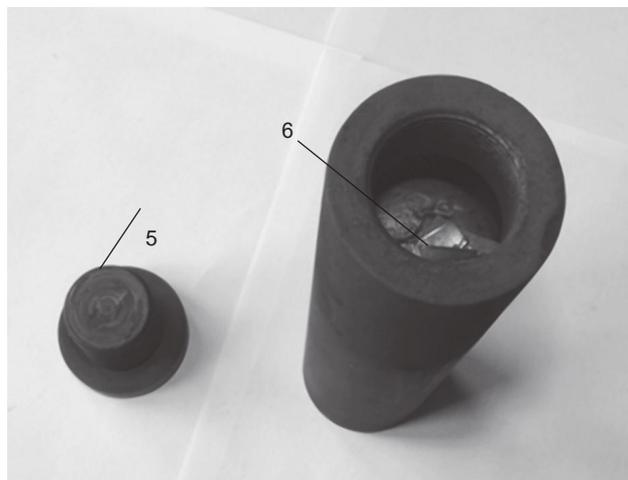
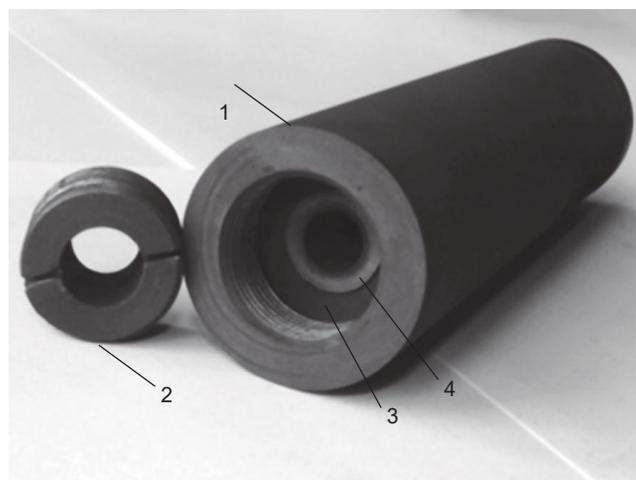


Рис. 2. Вид графитовой ампулы: 1 – оболочка графитовой камеры; 2 – гайка; 3 – излучатель-вставка; 4 – диафрагма; 5 – заглушка; 6 – металл (медь)

Таблица 1  
Состав примесей в реперном металле (меди)

Обозначение	Концентрация, %, не более
Sb	$6 \cdot 10^{-4}$
Pb	$2 \cdot 10^{-4}$
Sn	$2 \cdot 10^{-4}$
As	$4 \cdot 10^{-4}$
Bi	$3 \cdot 10^{-4}$
Zn	$4 \cdot 10^{-4}$
Mn	$3 \cdot 10^{-4}$
Mg	$3 \cdot 10^{-4}$
Si	$3 \cdot 10^{-4}$
Ni	$6 \cdot 10^{-4}$
Fe	$5 \cdot 10^{-4}$

Заплавка меди в графитовый тигель проводилась с применением высокотемпературной вертикальной печи (рис. 3) с трехзонным нагревателем. Тигель со снятой заглушкой размещали в керамической трубе печи.

Для предотвращения выгорания внутренних стенок графитовой камеры была изготовлена специальная графитовая диафрагма с внутренними стенками конусной формы, при этом минимальный внутренний диаметр этой диафрагмы совпадал с внутренним диаметром камеры тигля. Режим нагрева в печи устанавливали приблизительно на 15...20 °С выше температуры плавления меди, после чего, поддерживая температуру постоянной, через конусную диафрагму в камеру добавляли кусочки реперного металла. Таким образом расплавленным металлом было заполнено 94...95 % объема камеры тигля. После реализации фазового перехода за-

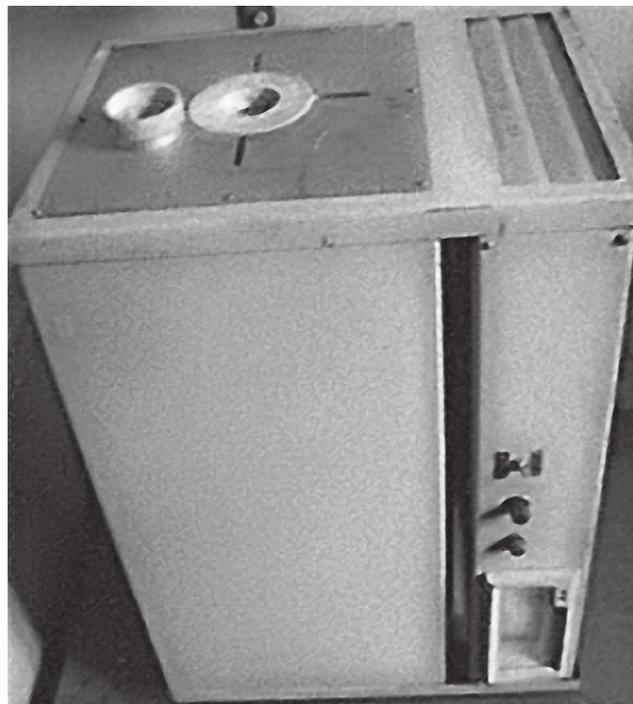


Рис. 3. Печь для заплавки реперного металла в графитовый тигель

твердевания меди и полного охлаждения тигля к застывшему металлу добавляли отдельные кусочки реперного металла (рис. 2) для заполнения еще 1...1,5 % объема.

Апробация функционирования ампулы с реперным металлом проводилась с использованием печи излучателя „Промінь-В/1350”, входящего в остав ДЕТУ 06-03-96, схема которого приведена на рис. 4.

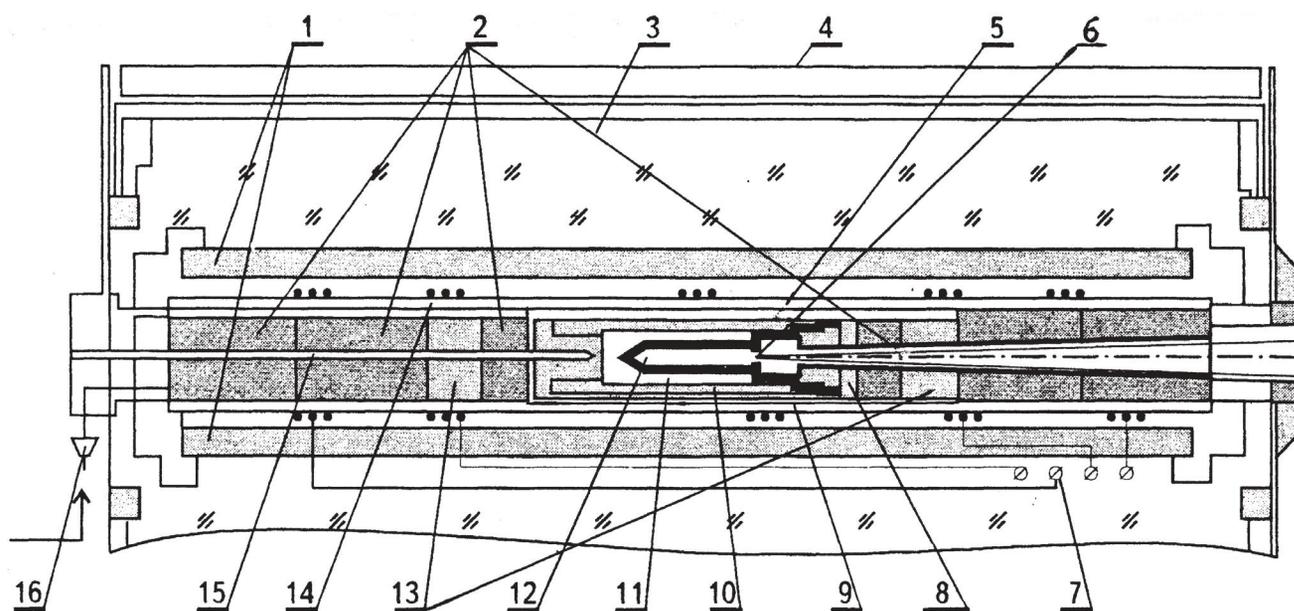


Рис. 4. Схема излучателя „Промінь-В/1350”: 1 – корундовый экран; 2 – теплоизоляционные втулки; 3 – каолиновая вата; 4 – корпус; 5 – корундовая труба; 6 – выходная диафрагма; 7 – нагреватель; 8 – передняя крышка; 9 – защитный экран из стали; 10 – графитовый тигель; 11 – медь; 12 – модель абсолютно черного тела; 13 – тепловой экран из нержавеющей стали; 14 – регулирующая терморпара; 15 – контрольная терморпара; 16 – штуцер для подачи аргона

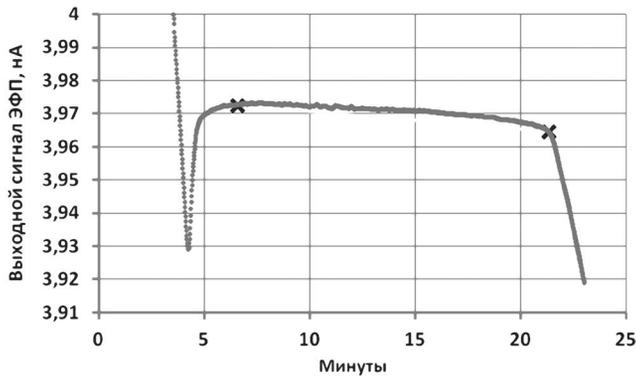


Рис. 5. Реализация плато затвердевания до отправки эталона сравнения во ВНИИМ

Конфигурация программы регулятора температуры в излучателе „Промінь-В/1350” задавалась таким образом, чтобы переход в режим охлаждения осуществлялся после перегрева тигля с медью на 5...7 °С выше температуры плавления меди. Скорость охлаждения тигля устанавливалась путем изменения мощности в канале регулирования центрального участка печи при переходе в режим охлаждения. На рис. 5 приведен вид полученной зависимости выходного сигнала эталонного фотоэлектрического пирометра-компаратора (ЭФП) от времени при реализации плато затвердевания меди. Отметим, что в качестве приемника излучения в эталонном пирометре использовался кремниевый фотодиод Hamamatsu S1337-1010BQ, а измерения проводились при эффективной длине волны 661 нм.

Для последующей оценки неопределенности, связанной с идентификацией плато затвердевания [2], обработка экспериментальных данных проводилась несколькими способами. В табл. 2 приведены результаты этой обработки (параметры плато), где  $\Delta\tau$  – временной интервал между измерениями, взятыми для расчета;  $n$  – количество экспериментальных точек;  $\bar{I}_{\text{ЭФП}}$  – среднее арифметическое значение выходного сигнала ЭФП с учетом поправки, введенной на нулевой сигнал пирометра;

СКО – среднее квадратическое отклонение (стандартная неопределенность типа А) результата измерений выходного сигнала  $\bar{I}_{\text{ЭФП}}$  в температурном эквиваленте;  $\Delta t_{\text{пл}}$  – перепад температуры по плато для принятых в расчет экспериментальных точек;  $\Delta t_1$  и  $\Delta t_2$  – расхождения (размахи) в температурном эквиваленте для групп результатов  $\bar{I}_{\text{ЭФП}}$ . Значения СКО,  $\Delta t_{\text{пл}}$ ,  $\Delta t_1$  и  $\Delta t_2$  рассчитывались с использованием предварительно определенной крутизны  $dI/dt$  градуировочной характеристики эталонного пирометра для интервала 1084...1085 °С.

Регистрация выходного сигнала эталонного пирометра при реализации плато, приведенного на рис. 5, выполнялась с интервалом  $\Delta\tau = 0,81$  с. Измерения выходного сигнала проводились с использованием пикоамперметра Keithley 6485 с передачей данных по RS232. При этом количество наблюдений (экспериментальных точек) в пределах, отмеченных маркерами на рис. 5, составило 1101. Очевидно, что уменьшение в выборке экспериментальных точек может привести к увеличению случайной составляющей (СКО) результата измерений  $\bar{I}_{\text{ЭФП}}$ . Для оценки обоснованности выбора интервала измерений  $\Delta\tau$  и, как следствие, адекватности полученного значения СКО, были проведены расчеты  $\bar{I}_{\text{ЭФП}}$ , СКО и  $\Delta t_{\text{пл}}$  для результатов наблюдений, которые брались из первоначального ряда данных (1101 значение) с интервалами соответственно  $\Delta\tau = 5,0$  с; 10,0 с; 20,0 с. При этом выбранные экспериментальные данные находятся на термической кривой между точками перегиба последней, которые отмечены на рис. 5 (100 % плато). Как можно видеть из табл. 2, уменьшение почти на два порядка (от 1101 до 45) количества экспериментальных точек приводит к пятикратному увеличению (от 0,0013 до 0,0066 °С) значения СКО. Величина перепада температур (разность температур между начальной и конечной точками рассматриваемого плато), которая характеризует наклон плато, существенно не изменилась, что является логичным, поскольку конечные точки плато в данной группе расчетов находятся недалеко друг от друга. Разность  $\Delta t_1$  между максимальным

Таблица 2

Результаты обработки данных при регистрации плато с помощью ЭФП

100 % плато					$dI/dt$ , нА/ °С	$\Delta t_1$ , °С	$\Delta t_2$ , °С
$\Delta\tau$ , с	$n$	$\bar{I}_{\text{ЭФП}}$ , нА	СКО, °С	$\Delta t_{\text{пл}}$ , °С			
0,81	1101	3,96986	0,0013	0,173	0,04568	0,0013	0,010
5,0	182	3,96985	0,0033	0,170			
10,0	91	3,96988	0,0046	0,160			
20,0	45	3,96982	0,0066	0,160			
50 % плато					0,04568	0,0004	0,010
0,8	551	3,97025	0,0007	0,061			
5,0	91	3,97026	0,0018	0,058			
10,0	45	3,97026	0,0025	0,062			
20,0	22	3,97027	0,0036	0,059			

и минимальным значениями  $\bar{T}_{\text{ЭФП}}$  в температурном эквиваленте составила 0,0013 °С, что существенно меньше возросшей величины СКО. Таким образом, увеличение интервала между измерениями от 0,81 до 20,0 с не привело к существенному изменению величины  $\bar{T}_{\text{ЭФП}}$ , что однозначно свидетельствует о достоверности проведенных измерений. Стоит отметить, что значения рассчитанных СКО соизмеримы со значениями, полученными при регистрации плато затвердевания меди эталонным пирометром, в котором приемником излучения служил кремниевый фотодиод ФД-288 [3]. В последнем случае выходной сигнал пирометра – напряжение постоянного тока – измерялся с интервалом 13 с, а СКО для плато различных длительностей было в пределах от 0,002 до 0,007 °С.

Наблюдаемая на рис. 5 величина переохлаждения, предшествующая началу кристаллизации и зависящая от скорости охлаждения, составила 0,96 °С. Величина переохлаждения и наклон плато (значение  $\Delta t_{\text{пл}}$ ) в определенной степени зависят от чистоты используемого реперного металла и заданной скорости охлаждения тигля. В практике работ с эталонными ампулами реперных металлов используется процедура, когда для повышения достоверности идентификации параметров плато из выборки, графически отмеченной на рис. 5, исключаются 25 % экспериментальных точек от начала и, аналогично, от конца плато. В этом варианте рассматриваются 50 % экспериментальных данных, при этом подразумевается, что строго соблюдается периодичность регистрации выходного сигнала эталонного пирометра. Вторая группа расчетов, результаты которых приведены в табл. 2 (50 % плато), выполнена по указанной методике. Как можно видеть, величина СКО в два раза меньше СКО для соответствующих интервалов  $\Delta t$  в первой группе расчетов (100 % плато), значение  $\Delta t_{\text{пл}}$  практически не изменяется в пределах группы, а расхождение  $\Delta t_1$  на порядок меньше по сравнению с аналогичной величиной для результатов  $\bar{T}_{\text{ЭФП}}$  первой группы. Величина  $\Delta t_2$ , представляющая размах в совокупности из 8-ми значений  $\bar{T}_{\text{ЭФП}}$ , составила 10 мК, при этом

оптимальной оценкой величины СКО результата измерений  $\bar{T}_{\text{ЭФП}}$  по плато, на наш взгляд, является значение порядка 3 мК. Таким образом, значения  $\Delta t_2$  и СКО могут служить основой для оценки величины стандартной неопределенности, обусловленной идентификацией плато.

Проверку функционирования ампулы с реперным металлом после ее возвращения из ВНИИМ осуществляли с применением печи „Промінь-В/1350” и эталонного оптического пирометра ЭОП-66 № 395 из состава вторичного эталона единицы температуры ВЕТУ 06-03-03-98, который таким образом был отградуирован непосредственно в точке затвердевания меди. Выходным сигналом в этом случае было напряжение постоянного тока, которое измеряли на клеммах эталонной однозначной меры электрического сопротивления R321, включенной в электрическую цепь пирометра. Выходной сигнал измеряли с помощью нановольтметра Keithley2182 с интервалом 2 – 3 секунды с передачей данных по RS232. Плато затвердевания регистрировали в свете красной длины волны путем уравнивания яркости пирометрической лампы № 238 патрона № 2 пирометра ЭОП-66 с яркостью полости графитовой ампулы. Момент равенства яркостей достигают поочередным подходом со стороны большей или меньшей яркости нити пирометрической лампы по отношению к яркости полости излучателя. На рис. 6 и 7 в разных масштабах графически представлены полученные экспериментальные данные.

На рис. 7 наблюдается разброс выходного сигнала перед прямолинейными участками плато затвердевания, что наглядно демонстрирует методику фотометрирования (уравнивания яркостей). Обработка экспериментальных данных проводилась для совокупности из 12-ти участков плато, которые находятся в интервалах между указанными разбросами. Следует отметить, что экспериментальные данные, полученные с применением визуального оптического пирометра, и, как следствие, результаты обработки этих данных, существенно зависят от опыта оператора, который проводит фотометрирование.

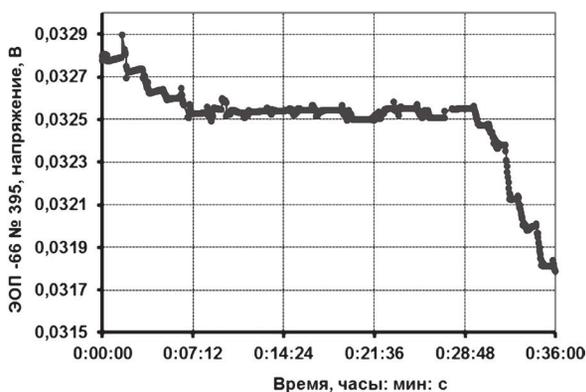


Рис. 6. Реализация плато затвердевания после возвращения эталона сравнения из ВНИИМ

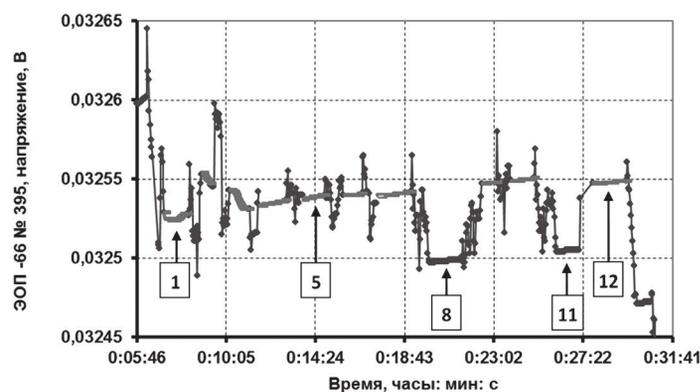


Рис. 7. Вид кривой затвердевания при регистрации пирометром ЭОП-66 № 395

В табл. 3 приведены результаты обработки данных, где  $I_{\text{ЭОП}}$  – сила тока в цепи пирометрической лампы, рассчитанная на основе измеряемого напряжения и сопротивления меры Р321;  $\bar{I}_{\text{ЭОП}}$  – среднее арифметическое значение для соответствующего ряда данных;  $n$  – количество экспериментальных точек;  $dI/dt$  – предварительно определенная крутизна градуировочной характеристики ЭОП-66 № 395 в точке 1084,62 °С; СКО и  $\Delta t$  – среднее квадратическое отклонение результата измерений  $\bar{I}_{\text{ЭОП}}$  и, соответственно, расхождения между значениями  $\bar{I}_{\text{ЭОП}}$  для приведенных рядов данных в температурном эквиваленте. В табл. 3 рассматриваются 3 ряда данных. В первой группе принимались во внимание все 12 участков термической кривой, которые находятся в интервалах между разбросами выходного сигнала (нумерация для некоторых участков указана на рис. 7). При этом значение силы тока, приведенное в табл. 3 для каждого из участков, в свою очередь, является средним арифметическим значением, рассчитанным соответственно для каждого из указанных отрезков графика. Во второй группе из расчета исключены 8-й и 11-й участки как возможные промахи в ряду измерений, поскольку они находятся ниже среднего уровня остальных прямолинейных отрезков. В третьем ряду дополнительно исключены 3 первых отрезка, которые не имеют однозначно прямолинейной формы, возможно, в силу нестабильности характеристик реостата, с помощью которого проводили уравнивание яркостей. Таким образом, количество данных в рядах измерений варьируется от 7-ми до 12-ти, а рассчитанное СКО (стандартная неопределенность типа А) для этих рядов составляет от 0,07 до 0,15 °С соответственно. Для сравнения, в нижних строках табл. 3 приведены СКО, рассчитанные для рядов из 10-ти измерений при градуировании ЭОП-66 № 395 по эталонной температурной лампе ЛТ-1 № 588 из состава ДЕГУ 06-03-96 при яркостных температурах 1000; 1100; 1200 °С. В последнем случае вклад в величину СКО может вносить составляющая, обусловленная нестабильностью собственно температурной лампы. Стоит отметить, что приведенные в табл. 3 значения СКО на порядок превышают аналогичные величины для экспериментальных данных, полученных при регистрации фазового перехода затвердевания меди с использованием фотоэлектрического пирометра (табл. 2).

Как можно видеть, расхождение  $\Delta t$  между  $\bar{I}_{\text{ЭОП}}$  для первого и второго ряда данных в температурном эквиваленте составило 0,21 °С, в то время как для второго и третьего ряда оно составило 0,05 °С. Анализ величин  $\Delta t$  и СКО подтверждает первоначальное предположение о том, что в ряду измерений присутствуют промахи, в частности, это участки экспериментальных данных с номерами “8” и “11”. Таким образом, за результат градуирования

Таблица 3

Результаты обработки данных при регистрации плато с помощью ЭОП

Участок плато	ЭОП-66 № 395, патрон 2, пирометрическая лампа № 238, $I_{\text{ЭОП}}$ , А		
	1	0,32526	0,32526
2	0,32550	0,32550	
3	0,32536	0,32536	
4	0,32535	0,32535	0,32535
5	0,32539	0,32539	0,32539
6	0,32540	0,32540	0,32540
7	0,32541	0,32541	0,32541
8	0,32498		
9	0,32548	0,32548	0,32548
10	0,32550	0,32550	0,32550
11	0,32505		
12	0,32548	0,32548	0,32548
$n$	12	10	7
$\bar{I}_{\text{ЭОП}}$ , А	0,32535	0,32541	0,32543
$dI/dt$ , А/°С	0,000322		
СКО, °С	0,15	0,08	0,07
$\Delta t$ , °С		0,21	0,05
	$T_a$ , °С		
ЛТ-1 № 588	1000 °С	1100 °С	1200 °С
СКО, °С	0,08	0,11	0,03

пирометра ЭОП-66 № 395 в точке затвердевания меди следует принять значение силы тока  $\bar{I}_{\text{ЭОП}}$  пирометрической лампы № 238, рассчитанное для 3-го ряда данных, как наиболее достоверное.

Следует отметить, что результаты экспериментальных исследований, выполненных с эталоном сравнения в ННЦ “Институт метрологии” до отправки и после возвращения из ВНИИМ, свидетельствуют о соответствии применяемых для реализации фазового перехода затвердевания чистой меди метода и аппаратуры необходимым требованиям принятой международной практики [4]. Однако в рамках сличений данные исследования проводились, в большей степени, для демонстрации качественных характеристик реализации плато затвердевания реперного металла с применением соответствующего оборудования. Количественные характеристики сходимости результатов для двух лабораторий были получены в ходе экспериментальных работ во ВНИИМ, целью которых было определение отклонения значений температуры, воспроизводимых ампулой с еперной точкой меди ННЦ ИМ в условиях лаборатории ВНИИМ, от значения, воспроизводимого ампулой ВНИИМ.

Сличение ампулы ННЦ ИМ с ампулой ВНИИМ проводили с помощью эталонной спектропирометрической установки – фотоэлектрического компаратора

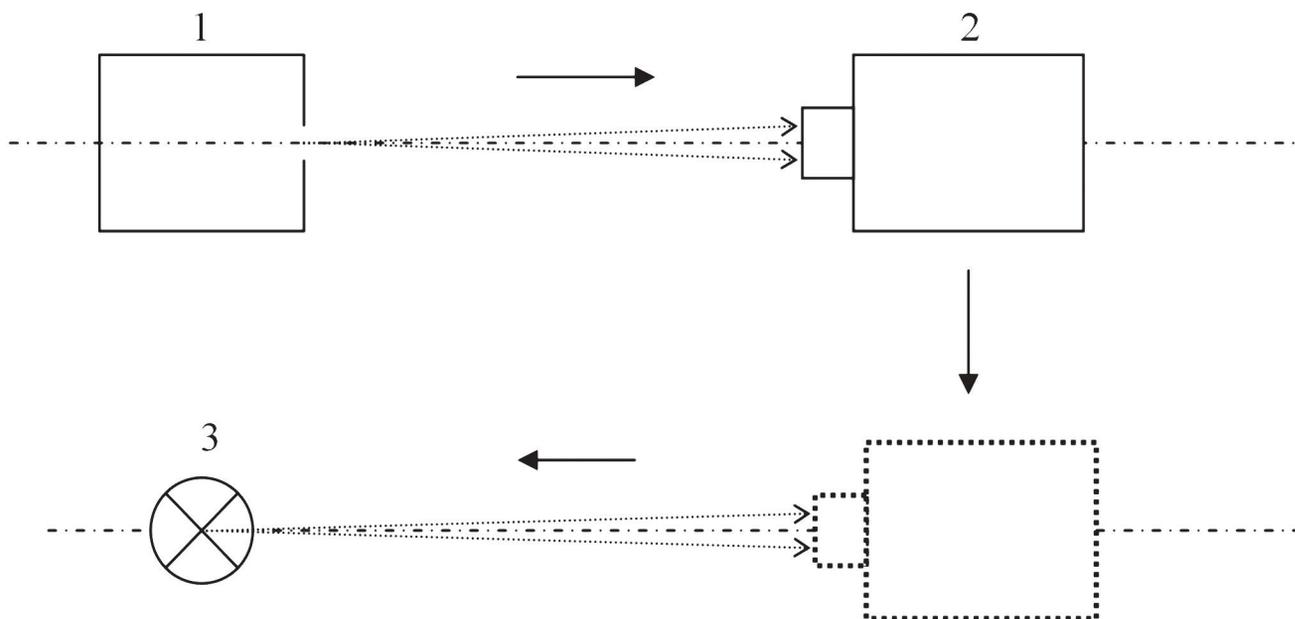


Рис. 8. Предложенные схемы проведения измерений: 1 – излучатель с реперной точкой меди; 2 – фотоэлектрический компаратор яркостей; 3 – эталонная температурная лампа

яркостей (ФКЯ) из состава ГЭТ 34-2007 [5]. В соответствии с разработанным Техническим протоколом, измерения проводили при эффективной длине волны 656,3 нм. При разработке Технического протокола были предложены две альтернативные методики выполнения измерений, которые схематично представлены на рис. 8. Первый вариант заключается в градуировании в реперной точке меди собственно эталонной спектропирометрической установки, то есть в определении выходного сигнала приемника ФКЯ при температуре затвердевания меди для каждой из ампул. В этом случае преобразование изменения выходного сигнала ФКЯ в температурный эквивалент требует знания крутизны градуировочной характеристики

(чувствительности) ФКЯ. Второй вариант предполагает градуирование температурной лампы в реперной точке меди путем компарирования (уравнивания) спектральной яркости ленты лампы с яркостью излучения полости ампулы методом равных выходных сигналов ФКЯ. Очевидно, что в этом случае для преобразования разностей токов в цепи лампы, полученных при ее градуировании, в температурный эквивалент необходимо предварительно определить крутизну градуировочной характеристики используемой лампы для температуры 1084,62 °С. С учетом технических и метрологических характеристик ФКЯ, конечным вариантом проведения измерений была принята комбинация из двух схем (рис. 9), в которой температурная лампа, пред-

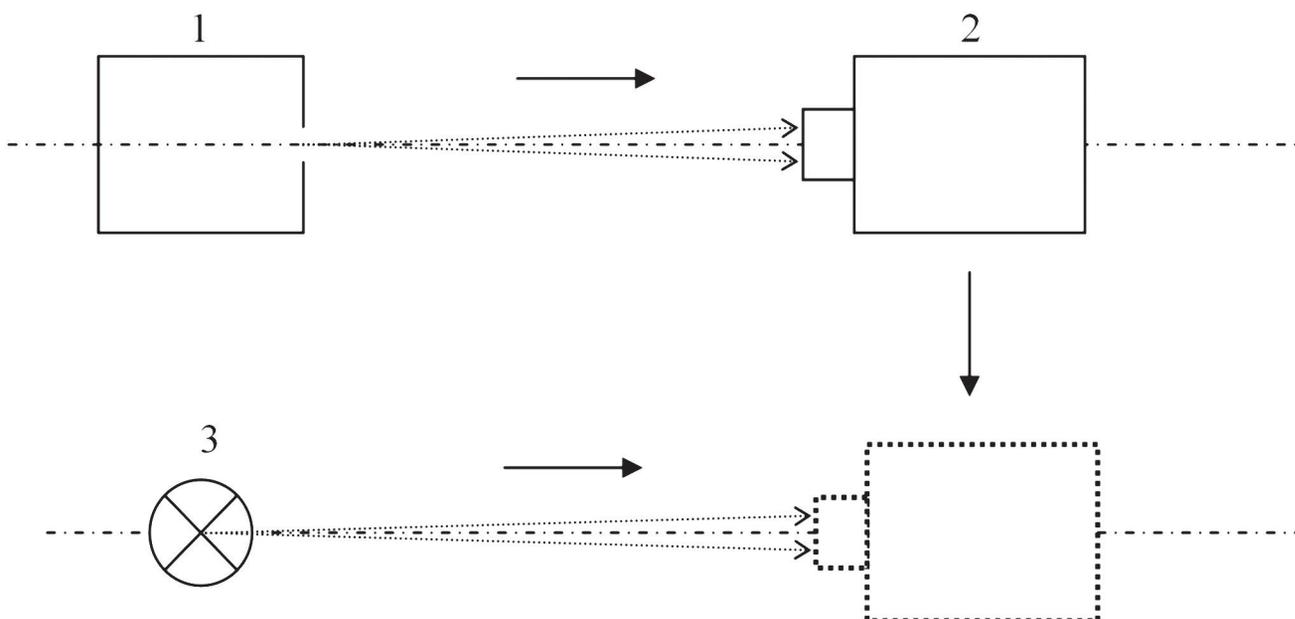


Рис. 9. Выбранная схема проведения измерений: 1 – излучатель с реперной точкой меди; 2 – фотоэлектрический компаратор яркостей; 3 – эталонная температурная лампа, предварительно отградуированная в точке меди

варительно отградуированная в реперной точке меди с учетом опорного значения ССТ-К5 [1], использовалась как источник сравнения выходных сигналов ФКЯ при регистрации плато обоих участников сличений. При этом расчет температуры, соответствующей выходному сигналу ФКЯ при регистрации фазового перехода затвердевания, выполнялся в соответствии с формулой

$$T = \frac{C_2}{\lambda_{эф} \cdot \ln \left( \frac{U_{реп}}{U_{\phi} \cdot K} \cdot \left( e^{\frac{C_2}{\lambda_{эф} \cdot T_{реп}}} - 1 \right) + 1 \right)}, \quad (1)$$

где  $\lambda_{эф}$  – эффективная длина волны, м;  $C_2 = 0,014388$  м·К;  $U_{реп}$  – выходной сигнал ФКЯ при визировании эталонной температурной лампы (рис. 9), В;  $T_{реп}$  – температура реперной точки меди (1357,77 К);  $U_{\phi}$  – выходной сигнал ФКЯ, соответствующий плато затвердевания для ампул участников сличений, В;  $K$  – коэффициент нелинейности выходной характеристики ФКЯ.

Характеристики графитовых ампул с реперной точкой меди участников сличений приведены в табл. 4. Как можно видеть, размеры тигля ННЦ ИМ в 1,5 – 2 раза больше размеров ампулы ВНИИМ, соответственно масса заплавленного в тигель ВНИИМ реперного металла более чем в 3 раза меньше. В связи с существенным различием габаритных размеров ампул, конструкция печи ВВ3500УУ, которую использовали во ВНИИМ для данных исследований, была усовершенствована для возможности реализации плато затвердевания для обеих ампул. Для юстировки оптической системы ФКЯ на выходное отверстие полости ампулы ННЦ ИМ применялась специальная диафрагма диаметром 2,5 мм. Следу-

ет отметить, что размер поля зрения оптической системы ФКЯ составляет 0,7 x 0,7 мм, а полуширина рабочей полосы пропускания – 5,0 нм.

Таблица 4  
Характеристики графитовых ампул

Наименование параметра	ВНИИМ	ННЦ ИМ
Длина ампулы, мм	84,0	168,4
Диаметр ампулы, мм	28,0	41,5
Масса металла, г	160	510
Чистота металла, %	99,992	99,996
Эффективная излучательная способность полости	0,99993	0,99981
Диаметр выходной апертуры полости, мм	2,0	3,0

Параметры оптимальных режимов нагрева и охлаждения тигля ННЦ ИМ устанавливались на основании экспериментальных исследований температурного поля печи ВВ3500УУ, режима работы печи с тиглем данной конфигурации и массой реперного металла. При температурах выше 350 °С осуществлялась продувка рабочего пространства печи аргоном для предотвращения выгорания графита. В общем виде цикл исследований для каждой из графитовых ампул состоял из последовательности процедур: реализации и регистрации плато плавления и затвердевания меди, обработки экспериментальных данных по плато, определения разности  $\Delta T_{п-з}$  между значениями температур плавления и затвердевания:

$$\Delta T_{п-з} = (U_{п} - U_{з}) / (dU/dT_{Cu}),$$

где  $dU/dT_{Cu}$  – крутизна градуировочной характеристики ФКЯ в реперной точке меди.

Для тигля ННЦ ИМ было реализовано 6 циклов “плавление-затвердевание”. Типичный вид полученных термических кривых представлен на рис. 10, а результаты обработки экспериментальных

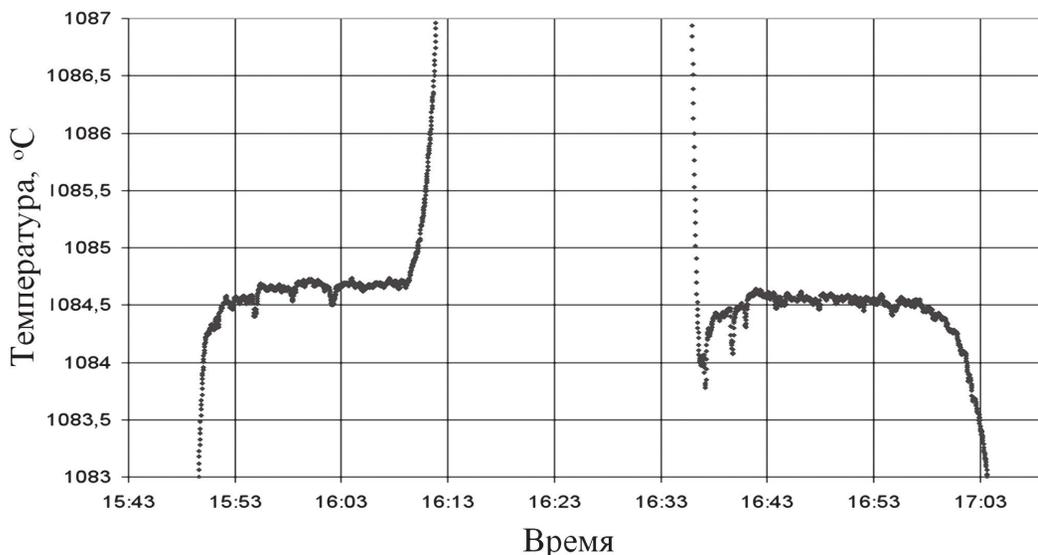


Рис. 10. Плато фазовых переходов для ампулы ННЦ ИМ

Экспериментальные данные для ампулы ННЦ ИМ

Номер цикла измерений	Плато	Продолжительность плато, мин	Наклон плато, °С /мин	$U_n$ , мВ	$dU/dT_{Cu}$ , мВ/°С	$\Delta T_{n-3}$ °С	
				$U_3$ , мВ			
1	Плавление	3	0,040	32,318	0,3860	0,06	
	Затвердевание	10	0,016	32,295			
2	Плавление	4	0,024	32,300		0,03	
	Затвердевание	11	0,012	32,287			
3	Плавление	12	0,020	32,103		0,3856	0,10
	Затвердевание	24	0,004	32,064			
4	Плавление	17	0,009	32,077	0,10		
	Затвердевание	21	0,005	32,041			
5	Плавление	6	0,016	32,245	0,3858	0,06	
	Затвердевание	9	0,010	32,222			
6	Плавление	14	0,010	32,213		0,07	
	Затвердевание	13	0,015	32,187			

данных – в табл. 5, где наклон плато – абсолютное значение изменения выходного сигнала ФКЯ в температурном эквиваленте за 1 минуту регистрации плато;  $U_n$  и  $U_3$  – выходной сигнал ФКЯ, полученный в результате обработки экспериментальных данных соответственно по плато плавления и затвердевания;  $dU/dT_{Cu}$  – крутизна градуировочной характеристики ФКЯ в точке меди;  $\Delta T_{n-3}$  – значение, рассчитываемое по формуле (2). Положительный знак величины  $\Delta T_{n-3}$  свидетельствует о корректности проведенных измерений и, как следствие, достоверности полученных результатов.

Продолжительность плато затвердевания зависит от заданного режима охлаждения тигля и, как можно видеть из табл. 5, составляет от 9 до 24 мин. Значение перепада температуры по плато затвердевания, рассчитываемое как произведение длительности плато на величину наклона плато, варьируется от 0,090 °С в 5-м цикле измерений до 0,195 °С в 6-м цикле измерений. Следует отметить, что этот параметр плато при исследованиях на ДЕТУ 06-03-96 ( $\Delta t_{пл}$  в табл. 2) имел аналогичный порядок и составил от 0,058 до 0,173 °С. Размах величины  $dU/dT_{Cu}$  за 3 дня исследований (по два цикла измерений в день) в температурном эквиваленте составил 0,001 °С, что обусловлено характеристиками дрейфа (нестабильности) элементов ФКЯ.

Хотя массовая доля примесей в реперном металле ампулы ВНИИМ (табл. 4) несколько больше, чем у металла, заплавленного в тигель ННЦ ИМ, сравнительные результаты исследований, приведенные в табл. 6, показывают, что при реализации плато затвердевания для ампулы ВНИИМ значения величин  $\Delta t_{пл}$  и  $\Delta T_{n-3}$  в 1,5 – 2 раза меньше, чем для тигля ННЦ ИМ, при этом максимальная продолжительность плато при работе с тиглем ВНИИМ с массой металла 160 г составляет 32 мин, в то время как для ампулы ННЦ ИМ с массой металла 510 г она составляет 24 мин. Это может объясняться трудностями при подборе режимов нагрева и охлаждения тигля ННЦ ИМ, вызванными значительными габаритами последнего и конструктивными особенностями его монтажа в печи ВВ3500УУ.

Результаты расчета по формуле (1) значений температуры, соответствующих выходному сигналу ФКЯ при регистрации 5-ти фазовых переходов затвердевания для тиглей участников сличений, приведены в табл. 7, где  $\Delta T$  – отклонения значений, полученных для ННЦ ИМ, от значений ВНИИМ;  $u_A$  – стандартная неопределенность типа А для среднего арифметического значения  $\Delta \bar{T}$ ;  $u_c$  – комбинированная стандартная неопределенность результата  $\Delta \bar{T}$ .

Таблица 6

Результаты обработки данных при регистрации плато с помощью ФКЯ

Параметры плато	ВНИИМ (5 циклов измерений)	ННЦ ИМ (6 циклов измерений)
Продолжительность плато затвердевания, мин	от 10 до 32	от 9 до 24
Перепад температуры по плато затвердевания $\Delta t_{пл}$ , мК	от 56 до 96	от 90 до 195
$\Delta T_{n-3}$ , мК	от 5 до 70	от 30 до 100

Результаты сличения ампул с реперной точкой меди

Номер цикла затвердевания	Выходной сигнал ФКЯ в температурном эквиваленте, °С		ННЦ ИМ – ВНИИМ		
	ВНИИМ	ННЦ ИМ	$\Delta T$ , К	$u_A$ , К ( $n = 5$ )	$u_C$ , К ( $k = 1$ )
1	1084,63	1084,56	-0,07	0,011	0,065
2	1084,64	1084,54	-0,10		
3	1084,66	1084,61	-0,05		
4	1084,68	1084,63	-0,05		
5	1084,65	1084,55	-0,10		
Среднее	1084,652	1084,578	-0,074		

Оценка комбинированной стандартной неопределенности  $u_c$  для разности  $\Delta T$  (ННЦ ИМ – ВНИИМ) выполнялась в соответствии с выражением

$$u_c = \sqrt{u_A^2 + u_B^2},$$

где  $u_B^2 = \sum u_{B_i}^2$ ;  $u_B$  – стандартная неопределенность, оцененная по типу В. В бюджет неопределенности, представленный в табл. 8, включены составляющие, связанные с ампулами ВНИИМ и ННЦ ИМ, а также с характеристиками ФКЯ. Составляющие, обусловленные чистотой используемых металлов, излучательными способностями полостей (отличие коэффициента излучения от единицы), идентификацией плато и процессами теплообмена, характеризуют тигли с реперными точками. В свою очередь, спектральные параметры, влияние эффекта размера источника, нестабильность (дрейф), разрешающая способность и стабильность позиционирования относятся к характеристикам эталонной спектрометрической установки – ФКЯ. В графическом виде результаты первого этапа сличений приведены на рис. 11.

Отклонение значения температуры, воспроизводимого ампулой реперной точки меди ННЦ ИМ,

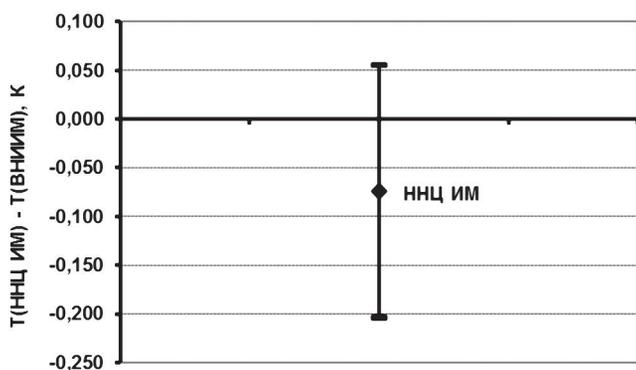


Рис. 11. Результаты первого этапа сличений, расширенная неопределенность ( $k=2$ )

Таблица 8

Бюджет неопределенности

НМИ	Источник неопределенности	Значение ( $k=1$ ), мК
ННЦ ИМ	Чистота металла	30,0
	Излучательная способность полости	20,0
	Идентификация плато	5,0
	Охлаждение через отверстие полости	10,0
ВНИИМ	Чистота металла	20,0
	Излучательная способность полости	10,0
	Идентификация плато	30,0
	Охлаждение через отверстие полости	10,0
	Спектральные параметры	10,0
	Эффект влияния размера источника излучения	20,0
	Дрейф	20,0
	Разрешение	4,0
	Юстировка (позиционирование)	15,0
	Воспроизводимость $\Delta T$ , $u_A$	11,0
	Комбинированная неопределенность, $u_c$ , мК ( $k=1$ )	65,0
	Расширенная неопределенность, $U$ , мК ( $k=2$ )	130,0

от значения, воспроизводимого ампулой ВНИИМ, составило минус 74 мК, а оценка расширенной неопределенности данного отклонения – 130 мК. Указанное расхождение может зависеть от чистоты используемых металлов, таким образом, величина расхождения представляет интерес, в том числе, и при оценке правильности подхода к оцениванию составляющей, связанной с чистотой реперного металла.

Полученные результаты являются удовлетворительными и свидетельствуют о соответствии

Формирование СМС-данных в реперной точке меди

Идентификация СМС-строк. Сервисная категория		Характеристики СМС-данных			
		Инструмент или артефакт	Тип инструмента или метод	Температурный диапазон, °С	$U_{\text{СМС}}$ , К
1	Температура – средства, используемые для определения МТШ-90	Ячейка – черное тело с реперной точкой (Cu)	Сличение с использованием радиационного термометра	1084,62	0,4
1.1	Первичные ячейки с реперными точками				
1.1.2	Ячейки для радиационной термометрии				
1.2	Комплект аппаратуры для реализации реперных точек				
1.2.2	Аппаратура для радиационной термометрии				

технических и метрологических характеристик основного элемента ДЕТУ 06-03-96 – излучателя с реперной точкой меди – уровню аналогичного оборудования лабораторий НМИ, участвовавших в ключевых сличениях ССТ-К5 [1]. Стоит отметить, что полученные результаты не имеют непосредственной прослеживаемости к опорному значению ССТ-К5, и, таким образом, первый этап проекта СООМЕТ.Т-К5 следует рассматривать как самостоятельное сличение со статусом “региональное дополнительное”, проведенное, главным образом, для доказательной поддержки СМС-строк.

Измерительные и калибровочные возможности, приведенные в табл. 9, были сформированы с учетом документов „СМС Service Categories” и „СМС Review Protocol: Radiation Thermometry” [6] и в установленном порядке направлены на внутрирегиональную и межрегиональную экспертизы. При выборе абсолютного значения расширенной неопределенности  $U_{\text{СМС}}$  учитывались также данные приложения VIII финального отчета “В” [1], где дана оценка неопределенности для реализации температуры затвердевания меди с применением оборудования ННЦ ИМ. Таким образом, первый этап сличений СООМЕТ.Т-К5 позволил представить СМС-данные непосредственно для графитовых ампул (ячеек) с реперной точкой меди и стал основой для проведения второго этапа работ по названной теме СООМЕТ. Выполнение следующего этапа даст

возможность расширения СМС-данных Украины в области пирометрии, а также позволит определить степень эквивалентности ДЕТУ 06-03-96 по отношению к опорному значению сличений ССТ-К5 в реперной точке меди.

#### Список литературы

1. BIPM key comparison database [Электронный ресурс]. – Режим доступа: [http://www.bipm.org/exalead\\_kcdb/exa\\_kcdb.jsp?\\_p=AppB&\\_q=CCT-K5&x=15&y=11](http://www.bipm.org/exalead_kcdb/exa_kcdb.jsp?_p=AppB&_q=CCT-K5&x=15&y=11)
2. Document CCT-WG5. Uncertainty budgets for realization of scales by radiation thermometry. – 2003.
3. Сергиенко Р.П. Построение и исследование радиационной температурной шкалы: дис. канд. техн. наук: 05.11.15 / Р.П. Сергиенко. – Харьков: ХГНИИМ, 2003. – 206 с.
4. Supplementary information for the ITS-90: Document of BIPM. – Paris, 1990. – 160 p.
5. Фотоэлектрический спектрокомпаратор нового поколения для прецизионных измерений в области радиационной термометрии / М.С. Матвеев, А.И. Походун, Ю.А. Сильд [и др.] // Приборы. – 2008. – № 10. – С. 30–38.
6. CCT-WG-CMC working documents [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://www.bipm.org/wg/Allowed Documents.jsp?wg=CCT-WG-CMC>