

Обеспечение единства измерений в области бесконтактной термометрии

Р. П. СЕРГИЕНКО

ННЦ «Институт метрологии», Харьков, Украина,
e-mail: Rymma.Sergiyenko@metrology.kharkov.ua

На основе исследований, выполненных за период эксплуатации первичного эталона Украины ДЕТУ 06-03-96, рассмотрены направления развития методов бесконтактной термометрии.

Ключевые слова: первичный эталон, бесконтактная термометрия, реперная точка меди, эталонный пирометр, передача температурной шкалы.

Based on the results of studies carried out over the period of exploitation of the primary measurement standard of Ukraine DETU 06-03-96, the directions of development of non-contact thermometry methods are considered.

Key words: primary standard, non-contact thermometry, fixed point of copper, standard pyrometer, temperature scale transfer.

Перспектива внедрения нового определения единицы температуры обозначает круг задач по созданию эталонных средств и развитию методов первичной (абсолютной) радиометрии. В [1] рассмотрены три варианта технической реализации первичных методов. Созданный комплекс аппаратуры и проведенный объем исследований должны не разрушить существующую инфраструктуру метрологического обеспечения бесконтактных средств измерений (СИ) температуры в стране, а дополнить её рациональным образом. В ближайшем будущем вряд ли стоит ожидать для рабочих СИ повышения точности, связанного с переопределением единицы температуры. Таким образом, обеспечение надлежащего функционирования и повышение метрологических характеристик государственного первичного эталона единицы температуры по излучению ДЕТУ 06-03-96, основанного на принципах МТШ-90 [2], остаётся актуальной задачей, так как комплекс аппаратуры эталона предполагают задействовать в исследованиях, связанных с развитием в ННЦ «Институт метрологии» методов первичной радиометрии.

Цель данной работы — обобщить результаты исследований, выполненных на указанном эталоне за время эксплуатации, и определить направления его усовершенствования, чтобы улучшить технические и метрологические характеристики.

Рассматриваемый эталон начал функционировать в 1995 г. С введением его в действие была принята первая национальная поверочная схема в области бесконтактной термометрии ДСТУ 3194-95, актуализация которой выполнена в 2005 г. [3]. Поверочные схемы позволили сократить количество разрядов в поле образцовых СИ (рабочих эталонов) и создать бесконтактные эталонные средства для температур ниже 1084,62 °С.

От ДЕТУ 06-03-96 единица температуры передаётся вторичным эталонам (ВЕТУ 06-03-01-98, ВЕТУ 06-03-02-98, ВЕТУ 06-03-03-98, ВЕТУ 06-03-04-98, ВЕТУ 06-03-05-98), а также СИ, входящим в состав государственного первичного эталона единицы удельной теплоёмкости твердых тел в диапазоне температур 1800—3000 К ДЕТУ 06-02-96.

Создан эталон ДЕТУ 06-03-96 на основе фазового перехода затвердевания чистой меди [4]. Графитовый тигель, конструкция которого представляет модель абсолютно чёрного тела (рис. 1), содержит 510 г меди чистотой 99,996 %.

Подбором режимов нагрева и охлаждения тигля получают плато на кривой затвердевания длительностью до 10 мин. Ресурс функционирования эталона зависит от состояния ампулы с реперной точкой металла. Несмотря на аргоновую защиту, наибольшему деформированию за время эксплуатации подвергаются графитовые элементы конструкции. Заметим, что вдоль корпуса графитового стакана дефекты практически отсутствуют. Графитовая гайка, предохраняющая от выгорания внутреннюю поверхность ампулы, также практически не деформируется вследствие размещения перед ней защитной графитовой диафрагмы, подлежащей замене при периодическом демонтаже излучателя, определяемом длительностью службы термоэлектрических преобразователей (типа К). Рабочие спаи последних расположены под соответствующими обмотками нагревателей. Периодичность замены составляет 5—9 циклов плавление—затвердевание.

Продлить ресурс печи, используемой при реализации плато затвердевания чистого металла, можно, если укомплектовать эталон ампулой с реперной точкой серебра, так как его температура затвердевания на 120 °С ниже, чем у меди, а чистота может составлять 99,996 % и выше; интенсивность диффузии примесей уменьшается; контроль неизо-

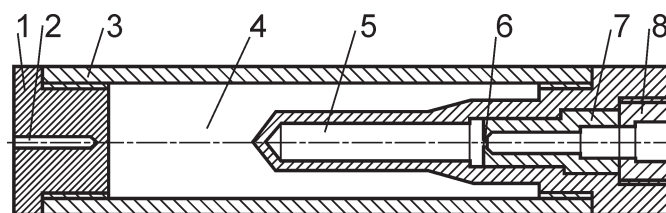


Рис. 1. Конструкция графитовой ампулы:

1, 3, 5, 7, 8 — графитовые заглушка, стакан, полость, диафрагмы и гайка, соответственно; 2 — место рабочего спаи измерительного термопреобразователя; 4 — чистая медь; 6 — выходное отверстие полости

термичности рабочей области нагревателя улучшается и, как следствие, эффективность термостабилизации графитового тигля с реперным металлом возрастает и получается плато большей длительности; отсутствует ускоренное выгорание графитового тигля и защитной арматуры; термоэлектрические преобразователи работают более стабильно.

Лаборатории национальных метрологических институтов (НМИ), как правило, имеют в своём арсенале ампулы с реперными точками различных металлов. В таблице представлены сравнительные данные, полученные некоторыми участниками сличений ССТ-К5 [5], где расширенная неопределённость u градуирования эталона сравнения приведена для трёх реперных точек — Ag, Au, Cu. В таблице введены обозначения: $\lambda_{\text{эфф}}$ — эффективная длина волны; D — диаметр диафрагмы поля зрения; $\delta\lambda$ — полуширина полосы спектральной чувствительности; k — коэффициент охвата.

Сравнительные данные эталонов участников сличений ССТ-К5

Страна	НМИ	u , °C ($k = 2$) для разных реперных точек			Характеристики эталонных пирометров		
		Ag	Au	Cu	$\lambda_{\text{эфф}}$, нм	$\delta\lambda_{\text{эфф}}$, нм	D , мм
Нидерланды	NMI-VSL	0,19	0,21	—	661	10	0,75
Австралия	CSIRO	0,026	0,027	—	650	10	0,6
Южная Корея	KRISS	0,17	0,19	0,14	650	10	0,8
Сингапур	NMC	0,30	0,32	0,33	649	10	0,85
Россия	ВНИИМ	0,32	0,32	0,32	656,3	5	0,7×0,7
США	NIST	—	0,54	—	655,3	5	0,6×0,8
Мексика	CENAM	0,42	0,49	0,51	650	10	0,7
Франция	INM	0,26	0,32	0,32	650	3,2	0,5
Германия	PTB	0,30	0,34	0,34	655	11	0,5
Канада	NRC	0,24	0,26	—	650	10	0,6

Присутствие двух ампул с реперными точками металлов в составе эталона даёт дополнительные возможности для отслеживания линейности выходной характеристики и долгосрочной нестабильности эталонного фотоэлектрического пирометра, что, в итоге, способствует повышению достоверности результатов выполняемых измерений.

Фотоэлектрический пирометр является важным составляющим элементом эталона, с его помощью регистрируют плато затвердевания и реализуют температурную шкалу в диапазоне выше 1084,62 °C. Эталонный фотоэлектрический пирометр разработан на базе пирометра ЭОП-93, приёмный элемент которого — кремниевый фотодиод ФД-288. В дальнейшем фотоприёмник заменили кремниевым фотодиодом Hamamatsu S1337-1010BQ, следовательно, были изменены оптическая схема (удалён модулятор светового потока (рис. 2)) и электрическая схема приёмной головки пирометра.

В ННЦ «Институт метрологии» реализована температурная шкала согласно классификации, приведённой в [6]. Шкала построена по схеме, в соответствии с которой эталонный пирометр используют в качестве компаратора, уравнивающего спектральные яркости потоков излучений, приходящих из полости модели чёрного тела (находящейся при температуре затвердевания меди) и от внешнего источника — тем-

пературной ленточной вольфрамовой лампы. Такая схема выбрана из-за того, что по показателям долговременной нестабильности пирометра и линейности его выходной характеристики [7] невозможно полностью отказаться от указанных ламп. На рис. 3 схематично изображена реализация температурной шкалы в ННЦ «Институт метрологии» с применением температурных ламп и метода суперпозиции световых потоков. При условии линейности и стабильности выходной характеристики эталонного пирометра можно использовать только первые два элемента схемы (окрашены серым фоном). Эта схема в определенной мере исключает необходимость применения температурных ламп в качестве долговременных хранителей шкалы. Следовательно, сокращается количество составляющих бюджета неопределённости при реализации температурной шкалы и значений составляющих.

Эффективную длину волны эталонного пирометра $\lambda_{\text{эфф}}$ рассчитывали по его аппаратной функции [8], определяемой спектральными характеристиками интерференционного фильтра и приёмника излучения. В процессе эксплуатации из-за деформации покрытия фильтра проводили его замену. В настоящее время установлен фильтр с пиковым пропусканием при $\lambda = 661,0$ нм и полушириной полосы пропускания $\delta\lambda = 14,6$ нм. Такое значение $\delta\lambda$ было обусловлено поиском оптимального баланса в соотношении сигнал—шум. Увеличение $\delta\lambda$ интерференционного фильтра приводит к увеличению составляющей в бюджете неопределённости при экстраполяции температурной шкалы от температуры затвердевания реперной точки металла к более высоким температурам. В [2] отмечено, что $\delta\lambda = 10$ нм является предпочтительным значением для фильтра с пиковым пропусканием в области красной длины волны. Из таблицы следует,

что метрологические лаборатории стремятся к минимизации $\delta\lambda$ эталонных пирометров и диаметра диафрагмы D , определяющей влияние эффекта размера источника [9]. В последнем варианте пирометра ДЕТУ 06-03-96 $D=1,0$ мм. При этом размер выходного отверстия полости чёрного тела (см. рис. 1) был увеличен с 3 до 4,5 мм, а ширина вольфрамовой ленты эталонных температурных вакуумных и газонаполненных ламп, с помощью которых шкала строится в область высоких температур, составляет от 2,8 до 3,0 мм. В ключевых сличениях ССТ-К5 [5] в качестве транспортируемых эталонов сравнения использовали высокостабильные вакуумные температурные лампы типа GEC с шириной вольфрамовой ленты 1,5 мм, что априори исключает возможность участия эталона ДЕТУ 06-03-96 в сличениях такого ранга.

До настоящего времени передача единицы температуры от ДЕТУ 06-03-96 происходит в видимой области спектра, в свете красной длины волны. Это является недостатком первичного эталона, так как в соответствии с [3] единица передается средствами с различными спектральными характеристиками: излучателям типа чёрное тело; пирометрам монохроматическим, частичного и полного излучений, спектрального отношения. Уменьшить погрешность передачи

единицы температуры можно при реализации температурной шкалы в нескольких спектральных диапазонах. Возвращаясь к методологии выполнения сличений ССТ-K5, отметим, что её участники проводили градуирование эталонов сравнения при двух длинах волн — в видимой и инфракрасной областях спектра.

Еще один важный элемент эталона ДЕТУ 06-03-96 — набор температурных вольфрамовых ленточных ламп типа ЛТ-1, СИ 10-300 и ТРУ 1100-2350, некоторые характеристики которых также были исследованы в рамках работ с первичным эталоном. Лампы СИ 10-300, предоставленную ВНИИМ, применяли в качестве эталона сравнения при сличениях ДЕТУ 06-03-96 по проекту СООМЕТ.Т-K5 [10]. В результате были выявлены источники увеличения значений составляющих бюджета неопределённости (как типа А, так и В) градуирования эталона сравнения в реперной точке меди. К этим источникам относятся временная нестабильность эталонного пирометра и влияние эффекта размера источника, оказавшееся на порядок выше в сравнении с результатами, приведёнными в [9], что объясняется изменением качества оптических и электронных элементов пирометра.

В составе эталона отсутствует оборудование для реализаций температур реперных точек (высокотемпературных) на основе эвтектик металл—углерод (Me—C), хотя в ближайшем будущем их будут внедрять в метрологическую практику эталонного уровня.

Конкретизируем основные действия, которые необходимо предпринять для повышения метрологических и технических характеристик эталона ДЕТУ 06-03-96: расширить температурный диапазон эталона до реперной точки затвердевания серебра; ввести в состав эталона пирометр с характеристиками, обеспечивающими линейность выходной характеристики и долговременную стабильность; обеспечить качественные параметры в отношении полуширины полосы спектральной чувствительности и диаметра диафрагмы поля зрения эталонного пирометра; реализовать температурную шкалу в нескольких спектральных диапазонах; оснастить эталон ампулами с реперными точками эвтектик Me—C в комплекте с соответствующей печью.

Целесообразность модернизации эталона трудно оспорить. Интеграция любой страны в мировое экономическое и торговое сообщество предполагает необходимость обеспечения конкурентоспособности отечественной продукции ведущих отраслей экономики, какими в Украине являются металлургия и машиностроение. Результаты бесконтактных температурных измерений в этих отраслях влияют на качество выпускаемой продукции. Подтверждение качества возможно с помощью сертификации продукции отечественных предприятий в соответствии с международными нормами, заложенными, в том числе, и в Соглашении CIPM MRA. Приложения В и С этого Соглашения указывают на необходимость подтверждения метрологических характеристик национальных первичных эталонов путём проведения сличений с аналогичными эталонами других стран. Таким образом, решение вопроса конкурентоспособности отечественной продукции непосредственно связано с метрологическими возможностями первичного эталона.

За последние 20 лет произошел качественный скачок в изменении метрологических характеристик рабочих СИ — расширение температурного диапазона, уменьшение погрешности, которая может составлять 0,25 % и менее. Уровень

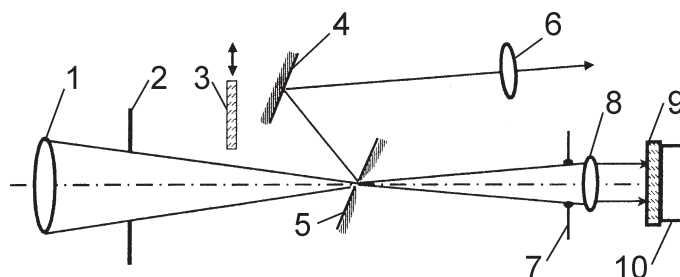


Рис. 2. Оптическая схема фотоэлектрического пирометра:

1, 6, 8 — объективы; 2, 7 — ограничивающие диафрагмы; 3 — поглощающий фильтр; 4 — зеркало; 5 — диафрагма поля зрения; 9 — интерференционный фильтр; 10 — фотодиод

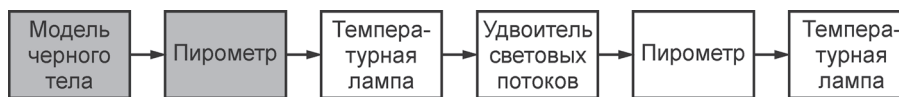


Рис. 3. Схема реализации температурной шкалы с применением температурных ламп и метода суперпозиции световых потоков

государственного эталона должен, как минимум, соответствовать этим тенденциям. Эталонный комплекс ДЕТУ 06-03-96 является базисом для привязки МТШ-90 к шкале, реализованной абсолютными методами.

Л и т е р а т у р а

1. **Realization** and dissemination of thermodynamic temperature above the silver point (1234.93 K) // Document CCT/10-12/rev1.
2. **Supplementary** information for the ITS-90 // Document of BIPM. Paris, 1990.
3. **ДСТУ 3194:2005**. Метрология. Государственная поверочная схема для средств измерения температуры. Бесконтактные средства измерения температуры.
4. **Sergiyenko R., Nazarenko L., Slipushenko V.** Freezing temperature of copper as fixed point for the primary radiation standard of temperature // Метрология и измерительная техника: Научные труды 5 Междунар. науч.-техн. конф. Харьков: ННЦ «Институт метрологии», 2006. Т. 1. С. 298—302.
5. **CCT-K5**. Realizations of the ITS-90 between 961 °C and 1700 °C. [Электрон. ресурс]. http://www.bipm.org/exalead_kcdb/exa_kcdb.jsp?_p=AppB&_q=CCT-K5&x=15&y=11 (дата обращения 01.05.2015 г.)
6. **Uncertainty** budgets for realization of scales by radiation thermometry // Document CCT-WG5/docs-03. 2003.
7. **Сергиенко Р. П., Назаренко Л. А.** Оценка возможности использования линейной характеристики эталонного пирометра при реализации температурной шкалы по излучению // Приборы. 2002. № 7. С. 34—37.
8. **Сергиенко Р. П., Ромоданов И. С.** Исследование температурной зависимости эффективной длины волны эталонного фотоэлектрического пирометра // Измерительная техника. 2007. № 9. С. 52—55.
9. **Сергиенко Р. П.** Исследование эффекта размера источника при реализации температурной шкалы // Украинський метрологічний журнал. 2002. Вип. 3. С. 25—29.
10. **COOMET.T-K5**. Realizations of the ITS-90 at 1084.62 °C. [Электрон. ресурс]. http://www.bipm.org/exalead_kcdb/exa_kcdb.jsp?_p=AppB&_q=COOMET.T-K5&x=13&y=1 (Дата обращения 01.05.2015 г.)

Дата принятия 23.10.2015 г.