

Передача температуры тройной точки воды на акустический резонатор методом сравнения

В. М. МАЛЫШЕВ, К. Д. ПИЛИПЕНКО

Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений, г. п. Менделеево, Московская обл., Россия, e-mail: pilipenko@vniiftri.ru

Рассмотрен метод передачи температуры тройной точки воды на акустический резонатор установки для измерений постоянной Больцмана. Показано, что передача температуры тройной точки воды на резонатор с помощью высокочувствительного дифференциального датчика не требует использования абсолютных средств измерений и осуществляется с неопределённостью, ограниченной лишь тепловыми шумами. Метод позволяет уменьшить неопределённость передачи температуры при измерении постоянной Больцмана, точное измерение которой необходимо для перехода к новому определению единицы температуры.

Ключевые слова: постоянная Больцмана, резонатор, дифференциальная термопара, усилитель, адиабатическое регулирование, термостат.

Detailed analysis of the method used to transfer the temperature value from the water triple point cell to the acoustic resonator of the installation for measuring the Boltzmann constant is presented. The transfer of the temperature value from water triple point to the resonator is performed, using a highly sensitive differential sensor which however can not be considered as the absolute measuring instrument. The method is proved to allow the transfer with the uncertainty limited only by thermal noises. The method enables to lower uncertainty of the transfer of Boltzmann constant measuring results, which is needed for redefining the Kelvin unit in terms of the Boltzmann constant.

Key words: Boltzmann constant, resonator, differential thermocouple, amplifier, adiabatic throttling, thermostat.

Измерение постоянной Больцмана методом акустического термометра проводят при температуре акустического резонатора, равной температуре тройной точки воды (ТТВ) 273,16 К. Переданную на установку температуру основной реперной точки температурной шкалы можно получить, воспроизводя измеренную постоянную Больцмана, таким образом может быть осуществлён переход к новому определению единицы температуры [1,2].

Передачу температуры ТТВ по измерению постоянной Больцмана в [3, 4] производят посредством промежуточных средств измерений (СИ): платинового термометра сопротивления, который последовательно переносится из ампулы ТТВ и монтируется на акустическом резонаторе; высокоточного моста для измерений сопротивлений термометра в ТТВ и на резонаторе. Такой способ соответствует традиционному методу замещения, который применяют для поверки и калибровки ТТВ [5], однако имеет следующие недостатки:

- неопределённость, связанную с различным способом механического и электрического монтажа капсулированного термометра в ампуле ТТВ и на акустическом резонаторе;
- нагрев термометра измерительным током;

- невоспроизводимость калибровки термометра вызываемую механическим воздействием при перемонтаже;

- неопределённости измерений сопротивления при калибровке термометра в ТТВ и при передаче значения калибровочной температуры на резонатор;

- необходимость использования для измерений сопротивления аппаратуры эталонного уровня точности.

Наилучшие характеристики достигаются при сличении международных эталонов температуры, но даже тогда неопределённость составляет не менее 0,3 мК [5]. Подробный анализ неопределённостей вносимых при передаче температуры с помощью термометров сопротивления с ТТВ на

акустический резонатор, проведён в [6]. Экспериментальные результаты, полученные посредством четырёх разных термометров, последовательно монтируемых на резонатор, имеют отклонения до 0,3 мК. Авторы показали, что в используемом методе замещения, неопределённость в основном определяется термометром сопротивления. Проведённые трудоёмкие и затратные исследования нельзя ввести в методику метрологической аттестации и практику применения установки для реализации единицы температуры. Однако без подобных исследований невозможно получить надёжную оценку неопределённости передачи температуры, так как вносимые неопределённости в значительной мере индивидуальны для каждой конкретной установки.

В поставленной задаче отсутствует необходимость измерений температуры как таковой. Проблема состоит в максимально точной передаче температуры ТТВ на резонатор. Это можно сделать дифференциальным методом — сравнивая с мерой температуру ТТВ с помощью компаратора и доводя до нуля результат сравнения. Метод позволяет исключить неопределённости, связанные с монтажом и перемонтажом термометра, и не требует никаких абсолютных СИ температуры или сопротивления. Необходимы только компаратор — многоспайная дифференциальная термопара, и высокочувствительный усилитель постоянного тока.

Метод прямого сравнения двух температур наиболее достоверен. Он позволяет передавать единицу температуры, определённую по температуре ТТВ, на установку для измерений постоянной Больцмана. Неопределённость передачи, зависящая от чувствительности дифференциальной термопары и усилителя, существенно меньше, чем неопределённость, вносимая используемыми в методе замещения промежуточными СИ. Преимущества метода: высокое разрешение по температуре дифференциального датчика;

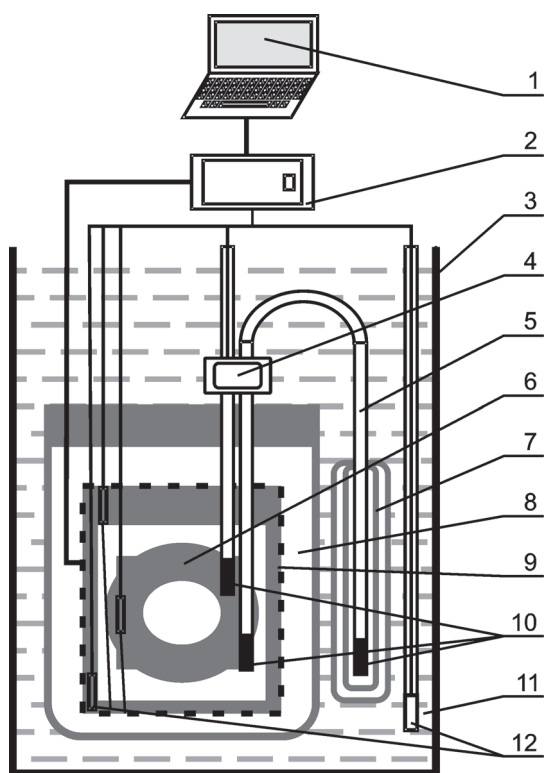


Рис. 1. Конструкция установки для измерений постоянной Больцмана:

1 — персональный компьютер; 2 — высокоточный измерительный мост сопротивлений КИС АК-10.031; 3 — термостат; 4 — усилитель; 5 — дифференциальная термопара; 6 — акустический резонатор; 7 — ампула ТТВ; 8 — камера давления; 9 — адиабатический экран с нагревателем; 10 — наконечники дифференциальных термопар; 11 — водо-ледяная смесь; 12 — датчики температуры

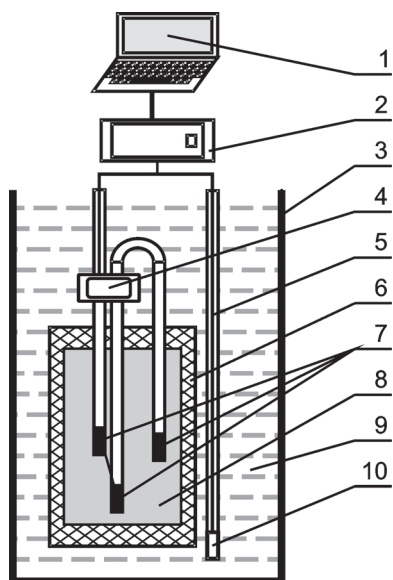


Рис. 2. Конструкции установки для испытаний термопары:

1 — персональный компьютер; 2 — высокоточный измерительный мост сопротивлений КИС АК-10.03; 3 — термостат; 4 — усилитель; 5 — дифференциальная термопара; 6 — теплоизоляция; 7 — медные наконечники спаев дифференциальной термопары; 8 — блок сравнения; 9 — водо-ледяная смесь; 10 — датчик температуры

исключение перемонтажа датчика и эталонных СИ; отсутствие собственного тепловыделения датчика; простота конструкции.

Данный метод положен в основу системы измерений и поддержания температуры установки для измерений постоянной Больцмана (рис. 1).

Схема передачи температуры содержит высокочувствительный усилитель нановольтового диапазона и герметизированную многоспайную дифференциальную термопару 5. Термопары и усилитель размещены в ледяной ванне 11 термостата 3. В качестве датчика разности температур использованы две 16-спайные дифференциальные термопары, выполненные из двойного хромель-константанового изолированного провода (Omega, США) [7]. Один конец каждой термопары помещён в общую трубку, вставленную в канал ампулы 7 ТТВ, два других конца термопары в отдельных трубках вставлены в пазы верхней и нижней полусфер резонатора 6, соответственно. Таким образом, две термопары между ТТВ и двумя полусферами резонатора позволяют получить оценку неоднородности распределения температуры по резонатору. Термопары вставлены в трубки из нержавеющей стали с медными наконечниками на концах. Трубки соединены через камеру, в которой расположен усилитель. Вся конструкция герметична и заполнена гелием под избыточным давлением.

Сигналы каждой термопары усиливаются двумя каналами высокочувствительного термопарного усилителя, специально разработанного для этой цели. Для получения высокой временной стабильности нуля и исключения паразитных термоэлектрических эффектов на проводах и контактах термопарный усилитель присоединён непосредственно к выводам термопар в общей герметичной конструкции, размещённой в ванне с тающим льдом. Выходные сигналы усилителя поступают на входы двух каналов высокоточного измерительного моста сопротивлений КИС АК-10.03 2 для измерений температуры и обработки.

Многоспайная дифференциальная термопара обеспечивает чувствительность 960 мкВ/К, что значительно превышает чувствительность 400 мкВ/К стандартного платинового термометра сопротивления. Усилитель выполнен по схеме модулятор—демодулятор, которая гарантирует малое смещение нуля и собственные шумы порядка 3 нВ. Термопара вместе с усилителем обеспечивают разрешение по температуре до 0,003 мК при коэффициенте преобразования 3,4 В/К. Высокая стабильность нуля усилителя на уровне собственных шумов достигается установкой усилителя в общей ванне термостата. Так как дифференциальная термопара, находясь при той же температуре, что и усилитель, является практически идеальным нуль-датчиком, то нет существенных физических причин для возникновения каких-либо дополнительных электродвижущих сил, кроме тех, что определяются сравниваемой разностью температур.

Размещение всех компонентов при одинаковой и стабильной температуре, отсутствие подводящих проводов от усилителя к термопаре создают наилучшие условия для получения высокой стабильности компаратора.

В настоящей работе описаны результаты исследований характеристик основных элементов системы (усилителя и дифференциальной термопары).

Исследования проводили в термостате установки для измерений постоянной Больцмана (рис. 1), в которой вместо резонатора был установлен массивный алюминиевый блок сравнения (рис. 2).

Блок 8 защищали от непосредственного контакта со льдом слоем теплоизоляции 6. Тем самым минимизировали возможные сквозные тепловые потоки и обеспечивали максимально возможную изотермичность внутри блока. Раздельные наконечники 7 дифференциальных термопар 5 размещали в отверстиях блока на разной высоте.

Дополнительно исследовали влияние на нуль термопары гальванических эффектов и утечек изоляции и неоднородностей термопарного провода и градиента по проводу.

Разнородные металлы спаев термопары производят в присутствии растворов электролитов гальванический потенциал. Потенциалы между парами проводов измеряли при погружении спаев проводов, разделённых пористой прокладкой, в воду (имитировали адсорбированную воду в изоляции на спае). Измеренные потенциалы не превышали 50 мВ. Это значение использовали далее в расчётах как максимальную оценку гальванического потенциала. Ток смещения, создаваемый гальваническим потенциалом, замыкали через две цепи — непосредственно на участке одного спае и на длине термопарного провода между двумя спаеми. Падение напряжения на спае, определяемое малым сопротивлением спае и значительным сопротивлением электролита, пренебрежимо мало (3 нВ для рассмотренного выше случая). Падение напряжения между спаеми, создаваемое током утечки, определяется отношением сопротивлений проводов между спаеми и изоляцией. Измеренное сопротивление изоляции между проводами более 30 ГОм в случае утечки между крайними спаеми и при максимальном гальваническом потенциале 50 мВ приводит к падению напряжения на термопаре около 1 нВ. Таким образом, все возможные гальванические эффекты на термопаре создают неопределённость нуля около 4 нВ.

Дополнительно потенциал на термопаре при отсутствии разности температур между спаеми создаёт неоднородность термопарного провода, в котором при недостаточной изотермичности по длине возникают дополнительные случайные термоЭДС, пропорциональные градиенту температуры по проводу. Неоднородность проводов измеряли на разных участках провода при нагреве на 20 К. Максимальная обнаруженная неоднородность не превышала 0,2 %, что при разнице температур по высоте термопары в ледяной ванне 10 мК соответствует 20 мК максимальных паразитных термоЭДС.

Для оценки неопределённости показаний дифференциального датчика (термопара и усилитель) определяли собственные шумы усилителя, смещение нуля и его стабильность. На входы усилителей подключали сопротивления, эквивалентные сопротивлению термопар и проводили измерения при двух температурах — комнатной и тающего льда. Затем на входы усилителя подключали термопары, и повторяли измерения нуля и собственного шума при температуре тающего льда.

Авторы провели серию экспериментов по определению температурной зависимости нуля усилителя в диапазоне 0—20 °С от напряжения питания, величины электрических утечек и химических потенциалов при монтаже, влияний экра-

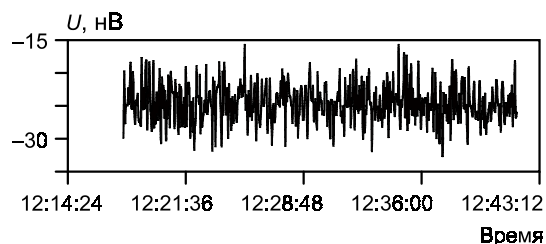


Рис. 3. Типовой сигнал усилителя при температуре 0 °С

нировки и заземления. Измерения повторяли несколько раз с полной разборкой блока усилителя и термопары для оценки воспроизводимости результатов. Показано, что все эти факторы не вносят существенных неопределённостей.

Типовой сигнал усилителя при температуре 0 °С с подключённым эквивалентным сопротивлением на входе приведён на рис. 3.

Характеристики термопарного усилителя

Шум усилителя	3 нВ
Дрейф нуля усилителя (60 часов)	не более 10 нВ
Температурная зависимость нуля	не более 2 нВ/К
Коэффициент подавления питания	не менее 140 дБ
Коэффициент усиления	3400
Стабильность коэффициента усиления	не более 0,1 %

Среди приведённых характеристик существенный вклад в неопределённость метода вносят собственный шум усилителя и дрейф нуля, остальные учитывают в начальной калибровке, проводимой при тех же условиях, что и измерения.

Также были измерены значения тепловых контактов термопары с резонатором, распределение температуры в ванне и блоке и ряд других характеристик, позволяющих произвести расчёт возможных неоднородностей температуры в конструкции и вносимых ими неопределённостей. Градиенты температуры по блоку оценивали по разности температур двух спаев, размещённых в каналах блока с разницей по высоте 30 мм, и термометром, перемещаемым в отдельном канале блока. На рис. 4 приведён сигнал усилителей с подключенными ко входам термопарами, спаи которых находятся в каналах блока сравнения. Измеренный таким образом градиент по высоте блока хорошо согласуется со значением около 0,05 мК/см, измеренным термометром.

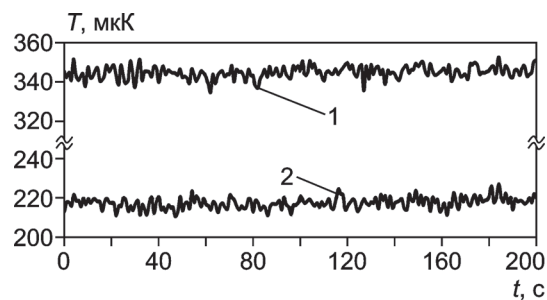


Рис. 4. Разница температур между спаеми термопары в блоке сравнения при температуре 0 °С

Сравнение результатов с полученными в [6] демонстрирует уменьшение неопределённости передачи температуры в два раза при более простой реализации.

В табл. 1, 2 представлены основные составляющие бюджета u_1 стандартной неопределённости передачи (табл. 1) и его вклада в температурную составляющую неопределённости u_2 измерения постоянной Больцмана (табл. 2), рассчитанные в соответствии с [8].

Таблица 1

Бюджет неопределённости u_1 системы передачи температуры (термопары и усилителя)

Составляющая бюджета	u_1 , мК	u_1 , млн ⁻¹
Усилитель — дрейф нуля	0,010	0,036
Усилитель — шум	0,003	0,011
Термопара — нуль	0,030	0,110
Итого	0,032	0,120

Таблица 2

Бюджет неопределённости u_2 передачи температуры ТТВ на резонатор

Составляющая бюджета	u_2 , мК	u_2 , млн ⁻¹
Система передачи	0,032	0,12
Градиенты температуры	0,050	0,18
ТТВ	0,080	0,29
Итого	0,100	0,36

Заключение. Система позволяет передать температуру реперной точки (ТТВ) на резонатор акустического термометра достаточно простым методом без использования эталонных термометров сопротивления и моста измерений сопротивлений. Неопределённость измерений разницы температур методом сравнения значительно меньше, чем полученная методом замещения. Размещение усилителя и термопары непосредственно в среде измерения позволяет исключить влияние температуры внешней окружающей среды. Возможно дальнейшее развитие и улучшение характеристик системы, расширение области применения, напри-

мер для поверки реперных точек и калибраторов температуры.

Л и т е р а т у р а

1. Fischer J., Gerasimov S., Hill K. D., Machin G., Moldover M. R., Pitre L., Steur P., Stock M., Tamura O., Ugur H., White D. R., Yang I., Zhang J. Steps towards the New Definition of the Kelvin in Terms of the Boltzmann Constant // Int. J. Thermophysics. 2007. N. 28. P. 1753—1765.

2. Report from the Mise en Pratique Task Group to the CIPM: the next international temperature scale and the mise en pratique for the definition of the kelvin New Determinations of Thermodynamic Temperature and the Boltzmann Constant // Work. Doc. 23rd Meeting of the Consultative Committee for Thermometry. BIPM. 2005.

3. Michael R. Moldover. Optimizing Acoustic Measurements of the Boltzmann Constant // C. R. Physique. 2009. N. 10. P. 815—827.

4. Moldover M. R., Trusler P. M., Edwards T. J., Mehl J. B., Davis R. S. Measurement of the Universal Gas Constant R Using a Spherical Acoustic Resonator // J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol. 1988. N. 93. P. 93—173.

5. Hill K. D., Steele A. G., Dedikov Y. A., Shkraba V. T. NRC/VNIIFTRI bilateral comparison of capsule-type standard platinum resistance thermometers from 13.8 K to 273.16 K. 2005.

6. Pitre L., Sparasci F., Truong D., Guillou A., Risegari L., Himbert M. E. Measurement of the Boltzmann Constant kB Using a Quasi-Spherical Acoustic Resonator // Int. J. Thermophysics. 2011. N. 32. P. 1825—1886.

7. OMEGA Engineering, INC. [Электрон. ресурс] <http://www.omega.com/pptst/SPiR.html> (дата обращения: 20.04.2016).

8. ГОСТ Р 54500.3—2011. Руководство ИСО/МЭК 98-3:2008. Неопределённость измерения. Ч. 3. Руководство по выражению неопределённости измерения.

Дата принятия: 14.07.2016.