

10. Roberts P. J., Shepherd T. J. The guidance properties of multi-core photonic crystal fibres // J. Opt. A.: Pure&Appl. Opt. 2001. V. 3. P. S133—S140.

11. Zhang L., Yang C. A novel polarization splitter based on the photonic crystal fiber with nonidentical dual cores // IEEE Photon. Technol. Lett. 2004. V. 16. P. 1670—1672.

12. Mafi A., Moloney J. V. Shaping modes in multicore photonic crystal fiber // IEEE Photon. Technol. Lett. 2005. V. 17. P. 348—350.

13. Rothwell J. H. e. a. Photonic sensing based on variation of propagation properties of photonic crystal fibres // Opt. Express. 2006. V. 14. N 25. P. 12445—12450.

14. Гончаренко И. А. Излучение и потери на изгибе в микроструктурированных волокнах с несколькими сердцевинами // Вестник Фонда фундаментальных исследований. 2006. № 3. С. 91—98.

15. Goncharenko I. A., Marciniak M. Analysis of propagation of orthogonally polarized supermode in straight and curved multicore microstructured fibres // J. Telecom. and Inform. Technol. 2007. N 4. P. 63—69.

16. Burnett J. G., Blanchard P. M., Greenaway A. H. Optical fibre-based vectorial shape sensor // Strain. 2000. V. 36. N 3. P. 127—133.

17. Blanchard P. M. e. a. Two-dimensional bend sensing with a single, multi-core optical fibre // Smart Material Structures. 2000. N 9. P. 132—140.

18. Pregla R. The method of lines as generalized transmission line technique for the analysis of multilayered structures // Int. J. Electronics Communications (AEÜ). 1996. V. 50. N 3. P. 293—300.

19. Pregla R. The method of lines for the analysis of dielectric waveguide bends // J. Lightwave Technol. 1996. V. 14. P. 634—639.

20. Helfert S. F., Pregla R. The method of lines: a versatile tool for the analysis of waveguide structures // Electromagnetics. 2002. V. 22. P. 615—637.

21. Goncharenko I. A., Helfert S. F., Pregla R. Radiation loss and mode field distribution in curved holey fibers // Int. J. Electronics and Communications (AEÜ). 2005. V. 59. N 3. P. 185—191.

Дата принятия 29.03.2012 г.

ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

536.5.081:535.233:535.522.2:53.081.7:536.521.3

Сравнительные исследования ампул высокотемпературной реперной точки плавления эвтектики кобальт — углерод, созданных во ВНИИМ и ВНИИОФИ

Б. Б. ХЛЕВНОЙ*, Ю. А. СИЛЬД**, М. С. МАТВЕЕВ**, И. А. ГРИГОРЬЕВА*, В. М. ФУКСОВ**

* Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений, Москва, Россия, e-mail: khlevnoy-m4@vniiofi.ru

** Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева, С.-Петербург, Россия

Разработаны и изготовлены ампулы на основе высокотемпературной реперной точки плавления эвтектики кобальт — углерод (1324 °C), предназначенные для радиационной термометрии. Проведены сличения ампул для определения возможной разности температур плавления. Для измерения температуры реперной точки использованы радиационные термометры яркостного типа с узкой спектральной полосой чувствительности в районе длины волны 650 нм. Представлены детали сличений и предварительные результаты, которые демонстрируют совпадение температур сравниваемых ампул в пределах 20 мК.

Ключевые слова: реперная точка, кобальт, углерод, эвтектика, сличение, радиационная температура, термометрия, черное тело.

Two Russian national metrological institutes — VNIIM and VNIIOFI — independently designed and created the high-temperature fixed point blackbody cells of the cobalt — carbon eutectic (1324 °C). A comparison of the developed Co-C cells was carried out for determination a probable difference in the cells melting temperatures. Radiance-mode radiation thermometers with central wavelength of about 650 nm were used for the fixed-point melting temperature measurements. This article presents the comparison details and its preliminary results and shows the coincidence between melting temperatures of the compared cells within 20 mK limits.

Key words: fixed point, cobalt, carbon, eutectic, comparison, radiation temperature, thermometry, blackbody.

Два ведущих российских национальных метрологических института — Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева (ВНИИМ) и Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физи-

ческих измерений (ВНИИОФИ) — принимают активное участие в международном проекте, организованном Рабочей группой 5 «Радиационная термометрия» Консультативного комитета по термометрии (ККТ) Международного комитета

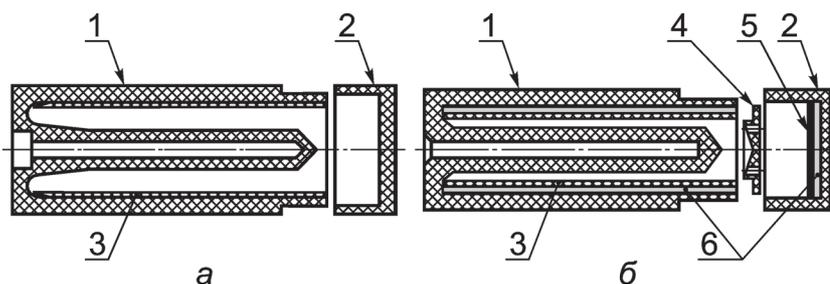


Рис. 1. Конструкции ампул ВНИИМ Co-C-VM#1 (а) и Co-C-VM#2 (б):

1 — корпус графитового тигля с излучающей полостью; 2 — задняя крышка тигля; 3 — защитный экран; 4 — графитовый пистон; 5 — графитовый диск; 6 — слой С/С ткани

мер и весов (МКМВ) и направленном на создание новых высокотемпературных реперных точек (ВТРТ) на основе металлоуглеродных эвтектических соединений [1]. В рамках этого проекта оба института независимо друг от друга разработали и изготовили ампулы ВТРТ на основе эвтектики кобальт—углерод (Co-C) с температурой плавления примерно 1324 °С, представляющие полостные источники оптического излучения типа черного тела, которые могут использоваться в радиационной термометрии и радиометрии. Начаты сличения разработанных ампул с целью выявления возможного расхождения температур плавления, связанного с их конструктивными отличиями.

Каждый институт предоставил на сличения по две ампулы, которые отличались конструктивными особенностями, исходными материалами для их создания и методами заполнения.

Приведенные результаты получены на измерительном оборудовании ВНИИМ. Для нагрева ячеек использовали две высокотемпературные печи: ВЧТ 30/900/2500 с графитовым трубчатым нагревателем и ВВ3500УУ с нагревателем из пиролитического графита [2].

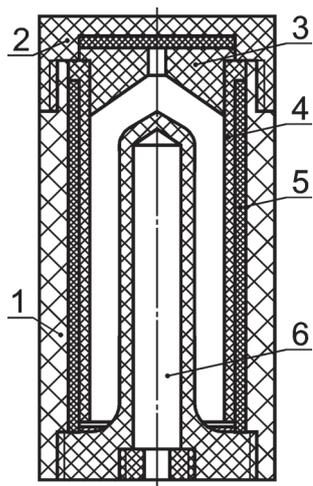


Рис. 2. Конструкция ампулы ВНИИОФИ:

1 — корпус тигля; 2 — крышка; 3 — задняя стенка (поршень); 4 — графитовый экран; 5 — слой С/С ткани; 6 — излучающая полость

Температуры плавления и затвердевания измеряли радиационными термометрами двух типов: монохроматическим пирометром ПД-4-06 с интерференционным фильтром с полосой пропускания $\Delta\lambda \approx 20$ нм, длиной волны в максимуме $\lambda = 656$ нм, пятном визирования примерно 1,8 мм и компаратором спектральной яркости из состава государственного первичного эталона единицы температуры на основе монохроматора, настроенного на длину волны $\lambda = 656,3$ нм, с полосой пропускания $\Delta\lambda \approx 4,5$ нм и пятном визирования примерно $0,7 \times 0,7$ мм.

Для предварительных исследований ампул ВНИИОФИ использовали радиационный термометр ТSP-3 с длиной волны в максимуме чувствительности, равной 652 нм,

спектральной полосой около 20 нм и пятном визирования примерно 1,5 мм.

Ампулы Co-C были разработаны независимо во ВНИИМ и ВНИИОФИ и отличались конструкцией тиглей, процедурой их заполнения и, что наиболее существенно, источниками чистого кобальта, использованного при реализации реперной точки. Ниже приведены детали создания ампул.

Ампулы ВНИИМ

Конструкция ампул. На сличение были предоставлены две ампулы, Co-C-VM#1 и Co-C-VM#2, конструкции которых несколько отличались (рис. 1). Ампула Co-C-VM#1 (см. рис. 1, а) включает графитовый тигель 1 с осевым выростом, содержащим

излучающую полость диаметром 4,8 мм и глубиной 43 мм, заднюю крышку 2 и защитный графитовый экран 3, служащий в качестве буфера для уменьшения нагрузки на стенки тигля и способствующий увеличению срока службы ампулы. Следует отметить, что в данной конструкции отсутствует резьбовое соединение между выростом (т. е. стенками излучающей полости) и внешними стенками тигля, что исключает возможность протечки в этом месте. Толщина внешних стенок тигля и стенок полости 3 мм. Внешний диаметр ампулы 25 мм, а ее длина в собранном виде 50 мм. Такая конструкция была разработана в процессе двусторонних сличений между ВНИИМ и LNE/Snam (Франция) [3].

При создании второй ампулы Co-C-VM#2 (см. рис. 1, б) внешний диаметр был уменьшен до 24 мм в соответствии с требованиями международного проекта ККТ [4]. Размеры излучающей полости также были немного изменены: диаметр стал равен 3,4 см, глубина — 42 мм. В этой конструкции использован дополнительный защитный слой 6 из композитной графитовой ткани (С/С), расположенный между защитным графитовым экраном 3 и внешними стенками тигля 1. Диск 5 из графитовой ткани размещен также под задней крышкой тигля 2. Ткань способствует выравниванию температурного поля по внутреннему объему тигля. Графитовый пистон 4, проталкивающий расплав в процессе заполнения ампулы, — еще один новый элемент по сравнению с конструкцией Co-C-VM#1.

В горловину излучающей полости обеих ячеек можно устанавливать диафрагму диаметром 3,0 или 1,5 мм, ограничивающую выходное отверстие полости. Излучающая способность ячеек ВНИИМ с выходной диафрагмой диаметром 3 мм была оценена методом Монте-Карло и составила 0,9998 и 0,9996 для Co-C-VM#1 и Co-C-VM#2, соответственно. Использование диафрагм диаметром 1,5 мм увеличивает излучательную способность соответственно до 0,99995 и 0,99990.

Заполнение ампул. Ампулу Co-C-VM#1 заполняли традиционным методом: исходную смесь чистых материалов, кобальта и углерода, засыпали в тигель, затем плавил в высокотемпературной печи, далее при комнатной температуре добавляли новую порцию смеси и повторяли процедуру до полного заполнения тигля.

В ампулу Co-C-VM#2 закапывали жидкую эвтектическую смесь через отверстия в графитовом поршне. При вертикальной ориентации тигля металлоуглеродный сплав, нагретый до жидкой фазы, капал в тигель, равномерно заполняя пространство между полостью и внешними стенками. Для за-

вершения процедуры был применен метод финишной заплавки, что позволило полностью заполнить объем ячейки.

Для ампул ВНИИМ массовая концентрация углерода в исходной смеси составляло примерно 2 %. При этом использовались следующие исходные материалы: гранулированный кобальт номинальной чистотой 99,999 %, размер гранул примерно 1,5 мм (Nippon Mining and Metals Co., Ltd, Япония); графит марки DE24 номинальной чистотой 99,9995 % (ЗАО «Графи», Россия); графитовая ткань (НПЦ «Увиком», Россия).

Ампулы ВНИИОФИ

Конструкция ампул. Были созданы три идентичные ампулы Co-C, две из которых применяли в настоящих сравнениях. Конструкция одной из них показана на рис. 2, диаметр ампулы 24 мм, длина 49 мм. Ампула содержит чернотельную излучающую полость δ диаметром 5 мм, глубиной 36,4 мм, с выходным отверстием диаметром 3 мм и толщиной стенок 1,5 мм. Пространство между излучающей полостью и внешними стенками корпуса тигля 1 заполнено сплавом Co-C. Ячейка имеет так называемую гибридную структуру, т. е. слиток Co-C и внешние стенки тигля разделены гибридным изолятором, представляющим комбинацию графитового экрана 4 и слоя C/C графитовой ткани 5, расположенной между

экраном и внешними стенками 1. Излучательная способность полости оценена методом Монте-Карло и составила 0,9997.

Тигель выполнен из графита марки R4550 (SGL Group, Германия). Для эвтектического сплава использован порошок Co номинальной чистотой 99,998 % (поставщик Alfa Aesar) и графитовый порошок номинальной чистотой 99,9999 % (ЗАО «Карботек»). Независимый масс-спектральный анализ показал, что чистота использованного кобальта была несколько ниже заявленной, и составляла 99,995 %. Однако согласно анализу полученного эвтектического сплава Co-C чистота находится на уровне 99,998 %, что указывает на процесс очистки исходных материалов во время процедуры заполнения.

Заполнение ампул. Порошки чистых Co и C смешивали в герметичном боксе в атмосфере аргона. Массовая доля C в смеси составляла 2,0 %. Ампулу заполняли новым капельным методом [5], разработанным во ВНИИОФИ, с помощью вертикальной высокотемпературной печи ВВ3200рг. В соответствии с ним смесь порошков не засыпается непосредственно в тигель, а помещается в дополнительный контейнер, расположенный над тиглем. При этом задняя крышка тигля снята. Плавление смеси и формирование эвтектики происходит внутри контейнера, и затем расплавленный эв-

Таблица 1

Сравнительные характеристики ампул Co-C, изготовленных во ВНИИМ и ВНИИОФИ

Параметр	Ампулы		
	ВНИИМ		ВНИИОФИ
Идентификационный номер	Co-C-VM#1	Co-C-VM#2	Co-C2; Co-C3
Внешний диаметр, мм	25	24	24
Длина, мм	50	50	49
Диаметр излучающей полости, мм	4,8	3,4	5
Глубина излучающей полости, мм	43	42	36,4
Диаметр выходного отверстия полости D , мм	1,5; 3	1,5; 3	3
Излучательная способность: при $D = 1,5$ мм при $D = 3$ мм	0,99995 0,9998	0,9999 0,9996	— 0,9997
Тип изоляции между слитком и внешними стенками тигля	Графитовый экран	C/C + графитовый экран	C/C + графитовый экран
Кобальт: поставщик № партии номинальная чистота	Nippon Mining & Metals Co., Ltd, Япония Co010334B 5N		Alfa Aesar 23788 4N8
Графит: поставщик тип номинальная чистота	ЗАО «Графи», Россия DE24 особо чистый 4N5		SGL Group, Германия R4550 5N
Графитовый порошок: поставщик номинальная чистота	ЗАО «Графи», Россия 5N5		ЗАО «Карботек», Россия 6N

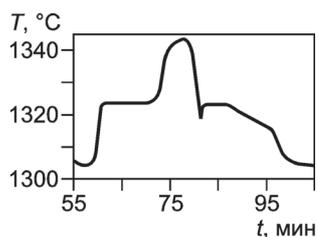


Рис. 3. Цикл плавления — затвердевания ампулы ВНИИОФИ Со-С3

тектический сплав капает сквозь небольшое отверстие в дне контейнера и заполняет внутреннее пространство ячейки. Из-за относительно высокой вязкости Со-С метод был немного изменен по сравнению с описанным в [5]: отверстие в контейнере увеличено до 3 мм и для проталкивания через него расплавленной смеси использован поршень.

Также увеличили время охлаждения печи для того, чтобы избежать растрескивания корпуса тигля из-за разницы температурных коэффициентов расширения графита и сплава.

Для завершения процедуры заполнения дополнительный контейнер заменяли направляющим цилиндром с поршнем. В момент плавления эвтектики поршень скользил вниз и входил в тигель, образуя заднюю стенку 3 (см. рис. 2). При этом он вытеснял часть расплава, который вытекал из ампулы через узкий канал в шейке поршня. Далее при комнатной температуре шейку поршня спиливали, тигель закрывали

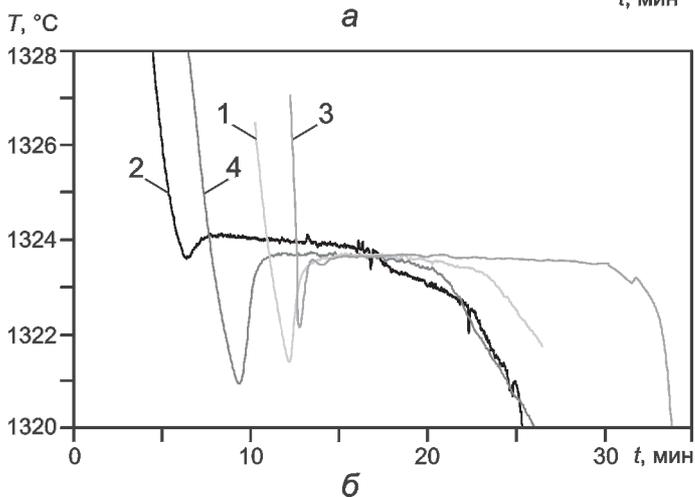
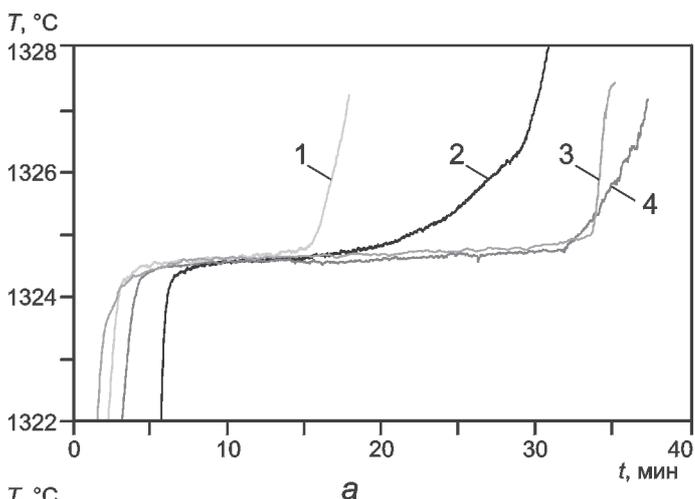


Рис. 4. Типичные кривые плавления (а) и затвердевания (б), измененные во ВНИИМ, для ампул:

1, 4 — соответственно Со-С3 и Со-С2 с использованием высокотемпературной печи ВВ3500УУ; 2, 3 — соответственно Со-С-VM#1 и Со-С-VM#2 в печи ВЧТ 30/900/2500

крышкой 2. Идея последнего этапа процедуры заполнения была заимствована из [6], но использована во ВНИИОФИ в модифицированном виде.

Сравнительные характеристики ампул ВНИИМ и ВНИИОФИ приведены в табл. 1.

Результаты измерений. Перед началом сличений ампулы Со-С2 и Со-С3 были исследованы на измерительном оборудовании ВНИИОФИ. На рис. 3 показан типичный цикл плавления — затвердевания ампулы Со-С3, полученный при нагревании в печи до температуры на 20 °С выше и последующем охлаждении до температуры на 20 °С ниже температуры плавления эвтектики Со-С. Для этого использовали разработанные во ВНИИОФИ высокотемпературную печь ВВ3500УУ [2] и радиационный термометр ТСП-3 [7]. В результате были выявлены следующие основные параметры указанных ампул: диапазон плавления (перепад температуры на плато плавления) 150 мК и воспроизводимость температуры плавления 5 мК.

Все измерения в рамках сличений проведены во ВНИИМ с использованием спектрального компаратора яркостей из состава государственного первичного эталона единицы температуры и пирометра ПД-4-06 в качестве радиационных термометров. Ампулы нагревались в высокотемпературных печах ВЧТ 30/900/2500 и ВВ3500УУ, первая — обновленная версия печи, описанной в [3], отличающаяся более высокой изотермичностью благодаря увеличенной длине нагреваемой полости и совершенствованию теплозащиты. Пирометр ПД-4-06 и печь ВЧТ 30/900/2500 разработаны совместно ВНИИМ и Омским НПП «Эталон».

Для всех четырех ампул проведены измерения в 18 циклах плавления — затвердевания. При исследованиях ампул ВНИИМ применяли печь ВЧТ 30/900/2500, тогда как для ампул ВНИИОФИ — обе печи. Характерные кривые плавления и затвердевания показаны на рис. 4, а, б, соответственно. Все плато плавления демонстрируют небольшой дрейф (см. рис. 4, а). Точку плавления определяли как точку перегиба на плато плавления, т. е. как минимум первой производной зависимости температуры от времени, а точку затвердевания — как максимум на кривой затвердевания. Результаты измерений температур плавления и затвердевания приведены в табл. 2.

Анализ результатов сличений. По данным, приведенным в табл. 2, можно сделать вывод, что температура плавления ампул ВНИИМ была немного выше, чем температура плавления ампул ВНИИОФИ. Это может быть объяснено тем, что во ВНИИМ использовали более чистый Со.

Для обеих ампул ВНИИМ получены практически одни и те же значения температуры плавления с отличием в среднем всего на 8 мК, что значительно меньше, чем воспроизводимости результатов измерений.

Температура плавления ампул ВНИИОФИ отличалась в среднем на 86 мК. Более низкая температура ампулы Со-С2 может свидетельствовать о некотором загрязнении этой ампулы в процессе изготовления. Температура ампулы Со-С3 отличается от температуры ампулы ВНИИМ менее чем на 20 мК, что лежит в пределах повторяемости результатов измерений. Поэтому можно говорить, что температуры плавления четырех ампул практически совпадают, несмотря на отличия в их конструкциях, способах изготовления в различных лабораториях из разных исходных материалов. Тем не менее, авторы относятся к этим выводам как к предварительным из-за недостатка статистического материала. Исследования по сличению высокотемпературных реперных точек на основе металлоуглеродных эвтектических соединений будут продолжены с целью подтверждения их воспроизводимости.

Температуры плавления и затвердевания, измеренные во ВНИИМ

№	Печь	Пирометр	Ампула	Плавление			Затвердевание			
				$T_{пл}$, °C	Длительность плато, мин	$\Delta T_{пл}$, °C	$T_{зат}$, °C	Длительность плато, мин	$\Delta T_{зат}$, °C	
1	ВЧТ 30/900/2500	ПД-4-06	Со-С-VM#1	1324,65	12	0,23	1324,11	8	0,19	
2				1324,62	10	0,13	1324,05	12	0,22	
3		Спектральный компаратор яркости	Со-С-VM#2	1324,66	27	0,30	1323,67	18	0,14	
4				1324,59	23	0,22	1323,75	23	0,15	
5				1324,68	19	0,21	1323,72	25	0,18	
6		ПД-4-06	Со-С2	1324,52	6	0,16	—	—	—	
7				1324,49	8	0,18	1323,62	6,0	0,22	
8		Спектральный компаратор яркости	Со-С2	1324,53	7	0,11	1323,70	4	0,11	
9				1324,51	13	0,20	1323,78	4	0,15	
10			Со-С3	1324,59	7	0,19	1323,80	5	0,26	
11				1324,66	8	0,26	1323,83	5	0,25	
12	1324,54			25	0,16	1323,71	7	0,05		
13	ВВ3500УУ	Спектральный компаратор яркости	Со-С2	1324,50	7	0,30	1323,45	8	0,19	
14				1324,53	12	0,13	1323,60	11	0,09	
15				1324,46	18	0,13	1323,53	5	0,12	
16				1324,58	10	0,12	1323,59	9	0,16	
17		Со-С3	1324,62	12	0,12	1323,63	7	0,07		
18			1324,53	12	0,10	1323,77	12	0,12		
Среднее значение				1324,57	—	0,18	1323,72	—	0,16	
Среднее квадратическое отклонение				0,07	—	—	0,17	—	—	
Максимальное отклонение от среднего				0,11	—	—	0,11	—	—	
Отличие:										
Со-С-VM#2 — Со-С-VM#1 (ВНИИМ)				0,008	—	—	0,37	—	—	
Со-С3 — Со-С2 (ВНИИОФИ)				0,086	—	—	0,23	—	—	
Со-С-VM#2 (ВНИИМ) — Со-С3 (ВНИИОФИ)				0,018	—	—	0,01	—	—	
ВВ3500УУ — НВВ-30/900/2500				0,036	—	—	0,07	—	—	
ПД-4-06 — спектральный компаратор яркости (Со-С2)				0,015	—	—	0,11	—	—	

Работа выполнена при поддержке Министерства образования и науки РФ в рамках контрактов № 16, 518, 11, 7052 от 12 мая 2011 г.

Литература

1. **Machin G. e. a.** A Concerted International Project to Establish High-Temperature Fixed Points for Primary Thermometry // *Int. J. Thermophys.* 2007. V. 28. P. 1976—1982.
2. **Khlevnoy B. e. a.** Investigation of Furnace Uniformity and its Effect on High-Temperature Fixed-Point Performance // *Int. J. Thermophys.* 2008. V. 29. P. 271—284.
3. **Sadli M. e. a.** Comparison of Pyrometric Co-C and Re-C Eutectic-Point Cells between LNE-Cnam and VNIIM // *Int. J. Thermophys.* 2009. V. 30. P. 47—58.

4. **Machin G., Yamada Y., Bloembergen P.** M(C)-C eutectic research plan — the next steps / Document CCT-WG5/docs-01(2005) [Официальный сайт]. <http://www.bipm.org/wg/CCT/CCTWG5/Allowed/Miscellaneous/CCT-WG5-docs-01.pdf> (дата обращения: 13.07.2012).

5. **Khlevnoy B. B., Grigoryeva I. A., Ibragimov N. A.** New Method of Filling of High-Temperature Fixed-Point Cells Based on Metal-Carbon Eutectics/Peritectics // *Int. J. Thermophys.* 2011. V. 32. P. 1763—1772.

6. **Bourson F. e. a.** Developments Around the Co-C Point at LNE-INM/Cnam // *Jiliang Xuebao / Acta Metrologica Sinica.* 2008. V. 29. N 4A.

7. **Khlevnoy B. B., Grigoryeva I. A., Otryaskin D. A.** Development and investigation of WC-C fixed-point cells // *Metrologia.* 2012. V. 49. P. 59—67.

Дата принятия 13.09.2012 г.