

Предлагаем вниманию читателей начало подборки статей по материалам 5-й Всероссийской и стран-участниц KOOMET конференции по проблемам термометрии «Температура — 2015», состоявшейся в апреле 2015 г. в С.-Петербурге. Конференция проведена по решению Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии (Росстандарта), РАН, Госкорпорации по атомной энергии «Росатом», Российской Метрологической академии, Международного научно-технического общества (МНТО) приборостроителей и метрологов, Министерства образования и науки РФ.

Цель конференции — обсуждение состояния фундаментальных, прикладных и научно-производственных аспектов разработки и применения средств измерений температуры и теплофизических величин. Работа на конференции проходила по пяти секциям, где были рассмотрены следующие темы: проблемы воспроизведения и передачи температурной шкалы; радиационная термометрия; прикладные проблемы термометрии, датчики, вторичные преобразователи, материалы, конструкции; проблемы измерения температуры в атомной энергетике, метрология, практика; проблемы измерений теплофизических величин, метрологическое обеспечение.

Было заслушано более 100 докладов. В работе конференции приняли участие специалисты из России и стран-участниц KOOMET Белоруссии, Казахстана, Киргизии, Молдавии, Узбекистана, Украины, а также ведущих метрологических институтов Европы — NPL (Великобритания), PTB (Германия), LNE (Франция), VSL (Нидерланды), SMU (Словакия), СМІ (Чехия).

В рамках конференции была проведена выставка средств измерений температуры и теплофизических величин и круглые столы с участием представителей Росстандарта, научных метрологических центров России, руководителей ведущих заводов-изготовителей метрологического оборудования и средств измерений теплофизических величин.

621.3.082.61

Расширение температурного диапазона государственного первичного эталона единицы температурного коэффициента линейного расширения твердых тел

Т. А. КОМПАНИ¹, С. В. КОНДРАТЬЕВ¹, А. С. КОРЕНЕВ¹, Н. Ф. ПУХОВ¹,
Ф. М. ИНОЧКИН², С. К. КРУГЛОВ², И. Г. БРОНШТЕЙН³

¹Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева,
С.-Петербург, Россия, e-mail: T.A.Kompan@vniim.ru

²Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого,
С.-Петербург, Россия

³Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных
технологий, механики и оптики, С.-Петербург, Россия

Изложены результаты работы по совершенствованию государственного первичного эталона единицы температурного коэффициента линейного расширения твердых тел с целью увеличения температурного диапазона с 1800 до 3000 К. Приведены состав и метрологические характеристики эталона, методы измерения удлинения исследуемых образцов и усовершенствованная система передачи единицы от эталона рабочим средствам измерений.

Ключевые слова: эталон, температурный коэффициент линейного расширения, dilatometer, оптические методы измерения удлинения.

The results of the work on improving the State primary standard of thermal linear expansion coefficient unit (LTEC) carried out at VNIIM in order to extend the temperature range from 1800 K to 3000 K. The composition of standard and the methods used to measure the elongation of studied samples are described, as well as its metrological characteristics and the improved system for the unit transfer from primary standard to operating measuring instruments.

Key words: standard, unit, thermal linear expansion coefficient, dilatometer, optical methods of elongation measurement.

Тепловое расширение материалов — общее свойство большинства конденсированных сред, включая твердые тела. Измерения теплового расширения необходимы прак-

тически во всех современных отраслях техники и технологий, где используют точное сопряжение деталей (от космических челноков до малой энергетики — вентиля парового

отопления), функционирующих при переменных температурах.

В последние десятилетия технический прогресс в данных отраслях привел к применению высокотемпературных материалов и конструкций. Новые разработки потребовали соответствующего метрологического обеспечения, в том числе, в стране возникла потребность в измерениях теплового расширения при высоких температурах. Различные организации закупили большое количество импортных высокотемпературных dilatометров разных систем, не обеспеченных средствами калибровки и поверки. Подобными приборами, в первую очередь, были оснащены научно-исследовательские институты и предприятия, выполнявшие работы по приоритетным направлениям развития науки, технологий и техники РФ и разрабатывающие материалы и изделия для применения в экстремальных режимах.

Сложившаяся ситуация обусловила необходимость обеспечения единства измерений температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР) материалов в диапазоне температур 1800—3000 К и прослеживаемости результатов измерений к эталону.

Впервые государственный первичный эталон ТКЛР был создан и утвержден в 1975 г. В 1982 и 2007 гг. в связи с растущими требованиями промышленности и разработчиков устройств эталон усовершенствовали с увеличением точности и расширением температурного диапазона. Метод измерения и метрологические характеристики первых двух dilatометров, входящих в состав эталона, подробно описаны в [1—3]. После утверждения ГЭТ 24—2007 для диапазона температур 90—1800 К точность измерений ТКЛР была повышена в два-три раза до $0,5 \cdot 10^{-9} \text{ K}^{-1}$, нижний предел измеряемых значений уменьшен в пять раз [4, 5]. Во всех эталонных комплексах были реализованы интерференционные измерения на базе интерферометра Физо. Развитие происходило путем комплексной автоматизации измерительного процесса, использования высокочувствительных фотоприемников с высоким пространственным разрешением и применением эффективных алгоритмов вычисления параметров интерференционной картины. При оптимальных условиях наблюдения интерференции точность определения фазы синусоидальной картины полос составляла до 0,002 интерференционной полосы, что позволило достичь указанных выше высоких точностей определения ТКЛР материалов. Дополнительным результатом модернизаций явилась высокая производительность измерений, возможность проведения работ меньшим количеством операторов.

В области экстремально высоких температур предшествующие технические решения по созданию приборов оказались малопригодными. Как показали предварительные исследования авторов, при продвижении в данную область собственное свечение образца и окружающих его объектов возрастает и вследствие этого существенно снижается контраст интерференционной картины и соответственно возможность точных измерений удлинения. Для проведения измерений при температуре выше 1500 °С необходимо создание dilatометра на основе метода измерений удлинения, идеологически близкого к классическим компараторным методам.

Новый комплекс dilatометров, включая высокотемпературный, утвержден в составе Государственного первично-

го эталона единицы температурного коэффициента линейного расширения твердых тел ГЭТ 24—2014 в диапазоне температур 90—3000 К. Работа выполнена во ВНИИМ в рамках ЦВП «Эталон России» на 2010—2015 гг. В данной статье рассмотрен dilatометр, созданный для работы в диапазоне температур 1000—3000 К, а также описаны изменения в системе поддержания единства измерений ТКЛР.

Процесс измерений ТКЛР твердых материалов предусматривает одновременные измерения удлинения образца и изменения температуры, вызвавшего это удлинение. Поэтому в каждом dilatометре можно выделить два взаимосвязанных измерительных канала — измерения температуры образца и удлинения образца.

Методы измерений температур выше 1700 °С известны. В существующих dilatометрах данного температурного диапазона измерения производят бесконтактным способом с помощью оптических пирометров. Основное различие в измерениях ТКЛР материалов в условиях высоких температур заключается в методах измерения удлинения. В высокотемпературных приборах для измерений удлинения образца применяют различные оптические методы и относительный метод с толкателем [6]. Рассмотрим их далее.

Относительный метод измерения удлинения исследуемого образца заключается в следующем: измеряемый образец в форме цилиндра помещают на подставку, расположенную в печи. Торцы образца должны быть строго параллельны и иметь высокую степень обработки поверхностей. К торцам с некоторым усилием поджимаются толкатели, с помощью которых изменение линейных размеров образца при колебаниях температуры передается на высокоточные датчики перемещений. При этом измеренное удлинение является суммой растяжений образца и передающей системы.

Отсюда следует, что изначально необходимо знать ТКЛР передающей системы, расширение которой должно быть достаточно изучено в различных интервалах рабочей температуры. Кроме того, для уменьшения погрешности измерений необходимо обеспечить компенсацию температурного расширения измерительной ячейки снаружи печи. Это обстоятельство резко ограничивает применение метода для высокоточного dilatометра, что особенно существенно при создании установки высшей точности — государственного эталона. Как следует из анализа точностных характеристик данного метода измерения ТКЛР, погрешность измерения ТКЛР не превышает $\pm(6—8)\%$.

Один из абсолютных *оптических методов*, например интерференционный, позволяет определить удлинение образца без учета дополнительных поправок на расширение передающей системы и, следовательно, увеличить точность измерений. Ввиду сложности конструкции выпускается весьма ограниченное количество dilatометров, основанных на интерференционном методе. Другой разновидностью оптических методов может быть метод тени. Развитие подобных методов обусловлено появлением и относительной доступностью точных многоэлементных фотоприемников.

Компараторный метод используют для измерений ТКЛР образцов больших размеров в особенности при высоких температурах. Такой метод может быть реализован и как абсолютный, и как относительный. Относительным он является в том случае, когда измеряется разность длин двух мер, одна

из которых образец, вторая — исходная мера с известным ТКЛР и длиной. Наиболее совершенные дилатометры компараторного типа, созданные в ряде метрологических институтов различных стран [7—9], обеспечивают возможность измерения удлинения со средним квадратическим отклонением (СКО) порядка 0,6 мкм.

Бесконтактные методы измерений малых расстояний позволяют дистанционно с высокой точностью оценить размеры объектов и изменение этих размеров под воздействием различных внешних факторов (температуры, давления и т. д.).

В основу созданного высокотемпературного дилатометра положен метод, близкий к абсолютному компараторному, как наиболее точный и практически единственный, позволяющий обеспечить необходимую точность измерений линейных размеров исследуемых образцов при температурах до 3000 К. Данный метод является бесконтактным, что исключает механические деформации образца и соприкосновение его поверхностей с передающими толкателями. На разработанном высокотемпературном дилатометре измерения проводят с помощью оптической системы для наблюдения за образцом и системы считывания информации о его положении, а также программного обеспечения. Оптическая система — двухканальный микроскоп [10] — передает проекцию объекта на датчики изображения — цифровые видеокамеры, где изображение объекта оцифровывается и поступает в компьютер для дальнейшей обработки. Система измерения удлинения исследуемых образцов позволяет определять изменение положения образца с погрешностью порядка 0,1 пикселя. Структурная схема оптического блока приведена на рис. 1.

Для измерения температуры образца в диапазоне 1000—3000 К используют инфракрасный пирометр IS12, работающий в интервале длин волн 0,7—1,1 мкм. Действительную температуру образца определяют в соответствии с законом излучения Планка. С помощью пирометрической системы измеряют температуру в узком отверстии образца (модели абсолютно черного тела).

Для создания изотермических условий нагрева протяженного эталонного образца длиной 100 мм было проведено численное моделирование тепловых и температурных полей в высокотемпературной печи дилатометра. На основании полученных результатов была сконструирована высокотемпературная печь дилатометра. Печь содержит три

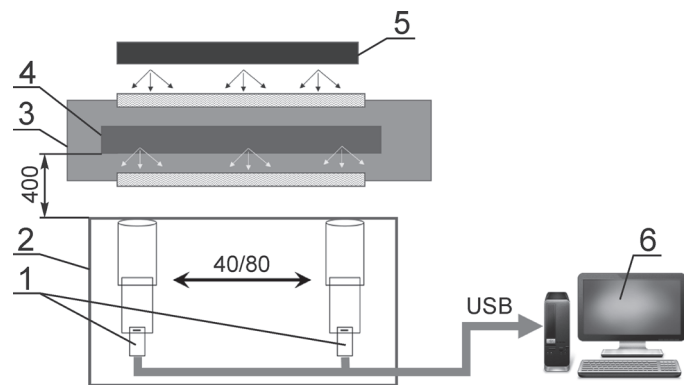


Рис. 1. Структурная схема оптического блока:

1 — видеокамеры; 2 — оптический блок; 3 — печь; 4 — образец; 5 — блок подсветки образца; 6 — компьютер

нагревателя — основной и вспомогательные. Первый предназначен для нагрева образца до необходимой рабочей температуры и обеспечения максимально возможного равномерного поля температуры по всей длине образца. Также в печи предусмотрены дополнительные нагреватели для выравнивания температурного поля в области расположения исследуемого образца. Коаксиально с нагревателями с наружной стороны установлено несколько экранов для минимизации тепловых потоков в радиальном направлении. Материал нагревателей и экранов — изостатический изотропный мелкодисперсный графит марки ГИП-4, характеризующийся высокой рабочей температурой и необходимой прочностью. Камера печи снабжена системой охлаждения токоподводов нагревателей и корпуса. В корпусе печи и соосно в нагревателях предусмотрены смотровые окна для проведения оптических измерений удлинения образца.

Программное обеспечение измерительной системы высокотемпературного дилатометра позволяет оператору выводить изображения с камер оптического блока на дисплей в реальном времени, управлять параметрами камер оптического блока, измерять цифровые координаты маркеров по изображениям в автоматическом режиме, рассчитывать удлинения образца на основе координат, калибровать измерительную систему, записывать изображения и параметры камер в видеофайл, изменять настройки эксперимента, отслеживать динамические процессы изменения размеров образца.

Важнейшими метрологическими характеристиками ГЭТ 24—2014 являются: диапазон рабочих температур; погрешности воспроизведения и передачи единицы ТКЛР вторичным эталонам-мерам, изготовленным из различных материалов. При измерении ТКЛР возникают как систематические погрешности, так и случайные. С целью определения этих погрешностей было проведено исследование эталонного дилатометра, вошедшего в состав ГЭТ 24—2014. Большое внимание уделено выявлению и устранению систематических погрешностей, искажающих результаты измерений удлинения и температуры мер ТКЛР, а также разработке методики измерения ТКЛР различных материалов, обеспечивающей получение результатов с наивысшей точностью.

Исследование эталонного дилатометра включало: анализ и экспериментальное определение систематических и случайных погрешностей измерения удлинения; исследование составляющих погрешности измерения температуры; определение погрешности измерения ТКЛР на эталонном дилатометре; разработку методики исследования мер ТКЛР из различных материалов на высокотемпературном дилатометре.

Значение среднего ТКЛР в фиксированном температурном интервале определяется из формулы

$$\alpha_{cp} = \Delta L / (L_{20} \Delta T), \quad (1)$$

где L_{20} — длина образца при $T = 20^\circ\text{C}$; ΔL — удлинение образца при изменении температуры на интервал ΔT .

Точность полученного значения ТКЛР определяется погрешностями величин, входящих в (1). Неопределенность среднего ТКЛР α_{cp} для фиксированного интервала температур может быть найдена из соотношения

$$u_{\alpha_{cp}}^2 = \left(\partial \alpha_{cp} / \partial L_{20} \right)^2 u_{L_{20}}^2 + \left(\partial \alpha_{cp} / \partial \Delta L \right)^2 u_{\Delta L}^2 + \left(\partial \alpha_{cp} / \partial \Delta T \right)^2 u_{\Delta T}^2. \quad (2)$$

Упростив выражение (2), получим

$$u_{\alpha_{cp}}^2 = (\alpha_{cp}/L_{20})^2 u_{L_{20}}^2 + (L_{20} \Delta T)^{-2} u_{\Delta L}^2 + (\alpha_{cp}/\Delta T)^2 u_{\Delta T}^2.$$

Таким образом, для нахождения $u_{\alpha_{cp}}$ в заданном температурном интервале необходимо знать $u_{L_{20}}$, $u_{\Delta L}$, $u_{\Delta T}$.

Расчет неопределенности результата измерения ТКЛР был проведен по (2) на основании полученных оценок составляющих погрешностей измерения удлинения и изменения температуры на эталонных дилатометрах. Поскольку $u_{\alpha_{cp}}$ зависит не только от указанных составляющих, а также от ТКЛР исследуемого материала и интервала температур, для которого найден α_{cp} , то расчет неопределенностей результата единичного измерения на эталонных дилатометрах проводили для материалов с различными ТКЛР — $(0,01\text{—}25) \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (интерференционные дилатометры), $(0,5\text{—}100) \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (оптические дилатометры).

Для экспериментального определения погрешности измерения ТКЛР на разработанном высокотемпературном дилатометре были проведены исследования ТКЛР двух материалов — монокристаллического оксида алюминия и изостатического графита марки ГИП-4. Меры из монокристаллического оксида алюминия различной ориентации в течение многих лет используют для воспроизведения и передачи единицы ТКЛР в диапазоне температур 90—1800 К. Для сопоставления результатов, полученных на эталонном дилатометре ДИВ-6 и вновь созданном высокотемпературном дилатометре, проведены измерения ТКЛР данного материала в диапазоне 1000—2000 К (рис. 2). Для сравнения также приведены результаты исследования мер ТКЛР NIST (США) из аналогичного материала [11]. Во всем диапазоне температур погрешности результатов измерений не выходят за пределы ожидаемых.

Для проверки рабочего диапазона дилатометра и подтверждения воспроизводимости результатов были проведены измерения ТКЛР образца из графита марки ГИП-4. СКО результата единичного измерения, пересчитанное на стоградусный температурный интервал, не превышает $1,2 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$. В дальнейшем исследования будут продолжены для определения допустимого числа нагревов при условии стабильности ТКЛР, установления межповерочного интервала и аттестации образцов из данного материала в качестве эталонных мер ТКЛР. Кроме того, начаты исследования ТКЛР таких высокотемпературных материалов, как карбид тантала, двуокись циркония и графит марки МПГ-7.

Расчетные оценки неопределенности результата измерения ТКЛР были сопоставлены с экспериментальными при многократных измерениях. Полученные результаты подтверждают отсутствие значимых систематических погрешностей прибора.

Метрологические характеристики ГЭТ 24—2014

Диапазон воспроизведения и хранения единицы ТКЛР при температуре 90—3000 К $(0,01\text{—}100,00) \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$
СКО воспроизведения и передачи единицы ТКЛР при трех независимых измерениях для $\Delta T = 100 \text{ K}$. . не более $(0,05\text{—}5,00) \cdot 10^{-8} \text{ K}^{-1}$

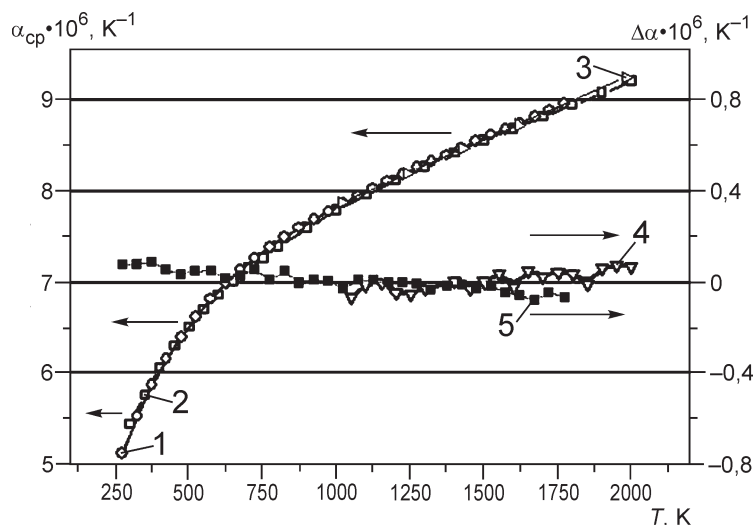


Рис. 2. Зависимости среднего ТКЛР α_{cp} образца из монокристаллического оксида алюминия от температуры по данным ВНИИМ, NIST и разности значений ТКЛР NIST и ВНИИМ $\Delta\alpha$ следующих эталонов:

1 — ГЭТ 24—2007; 2 — NIST (США); 3 — ГЭТ 24—2014;
4 — ГЭТ 24—2007; 5 — ГЭТ 24—2014

Неисключенная систематическая

погрешность не более $(0,06\text{—}50,00) \cdot 10^{-8} \text{ K}^{-1}$

Стандартная неопределенность:

по типу А $(0,05\text{—}5,00) \cdot 10^{-8} \text{ K}^{-1}$

по типу В $(0,03\text{—}26,00) \cdot 10^{-8} \text{ K}^{-1}$

Неопределенность при трех независимых измерениях $\Delta T = 100 \text{ K}$:

суммарная стандартная $(0,06\text{—}38) \cdot 10^{-8} \text{ K}^{-1}$

расширенная $(0,12\text{—}76) \cdot 10^{-8} \text{ K}^{-1}$

С утверждением ГЭТ 24—2014 решена проблема метрологического обеспечения средств измерений (СИ) ТКЛР, функционирующих в области до 3000 К. Предприятия, организации, специалисты, работающие в области дилатометрии или использующие данные о ТКЛР материалов, имеют возможность правильно оценивать точность проводимых измерений. Это обеспечит технологический и выходной контроль параметров теплового расширения производимых отечественных материалов и обусловит повышение качества и конкурентоспособности изделий, увеличение их срока службы и безопасности функционирования.

Работы по совершенствованию первичного эталона сопровождались разработкой новой поверочной схемы, в которую были внесены следующие изменения: диапазон температур при воспроизведении и передаче единицы ТКЛР расширен в два раза с 1800 до 3000 К; расширен диапазон измеряемых ТКЛР материалов с $25 \cdot 10^{-6}$ до $100 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$; расширены диапазон передачи единицы вторичным и разрядным эталонам и номенклатура СИ ТКЛР; созданы и исследованы меры ТКЛР новых типов; сокращено количество ступеней передачи единицы ТКЛР от эталона рабочим СИ. Это позволило существенно увеличить точность при передаче единицы.

Новая поверочная схема оптимизирована с точки зрения загрузки эталонов на верхних ступенях и обеспечивает достаточную гибкость в осуществлении поверочной деятельности с учетом сложившейся практики и перспективы развития дилатометрии.

Таким образом, достигнутое состояние и параметры функционирования ГЭТ 24—2014 соответствуют требованиям потребителей метрологических услуг в данной области.

Государственный эталон единицы ТКЛР и поверочная схема обеспечат единство измерений и повысят качество метрологического обслуживания в области дилатометрии в различных отраслях промышленности в широком диапазоне температуры.

Л и т е р а т у р а

1. Аматуни А. Н., Малютина Т. И., Шевченко Е. Б., Компан Т. А., Коренев А. С. Государственные первичный эталон и поверочная схема для средств измерений ТКЛР твердых тел в диапазоне температур 90—1800 // Измерительная техника. 1986. № 9. С. 34—35.
2. Компан Т. А., Коренев А. С., Лукин А. С. Автоматизированная система дилатометрических измерений с многопараметрической обработкой интерференционной картины // Измерительная техника. 2001. № 6. С. 31—35.
3. Компан Т. А., Коренев А. С., Лукин А. С. Контроль погрешности и обеспечение достоверности результатов измерения фазового сдвига в интерференционном дилатометре // Измерительная техника. 2007. № 4. С. 18—22.
4. Походун А. И., Компан Т. А., Соколов Н. А., Герасимов С. Ф., Матвеев М. С., Никоненко В. А., Коренев А. С., Чурилина Н. В. Модернизированные государственные первичные эталоны единиц теплофизических величин // Измерительная техника. 2009. № 8. С. 55—59.

5. ГОСТ 8.018—2007. ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений температурного коэффициента линейного расширения твердых тел в диапазоне температуры от 90 до 1800 К.

6. Аматуни А. Н. Методы и приборы для определения температурных коэффициентов линейного расширения материалов. М.: Издательство стандартов, 1972.

7. Rothrock B. D., Kirby R. K. An Apparatus for Measuring thermal Expansion at Elevated Temperatures // J. Res. NBS, Engin. Instr., 1967. V. 71. P. 85—91.

8. Otto J., Thomas W. Die thermische Ausdehnung von Quarzglas im Temperaturbereich von 0 bis 1060 °C // Z. Phys. 1963. B. 175. S. 337—344.

9. Oishi I., Kimura T. Thermal Expansion of Fused Quartz // Metrologia. 1969. N 5. P. 50—55.

10. Компан Т. А., Кондратьев С. В., Коренев А. С., Пухов Н. Ф., Иночкин Ф. М., Круглов С. К., Бронштейн И. Г. Оптико-электронная измерительная система высокотемпературного дилатометра // Измерительная техника. 2015. № 12. С. 38—42.

11. Hahn T. A. Thermal expansion of single crystal sapphire from 293 to 2000 K. Standard reference material 732 // Thermal Expansion — 6: AIP. Conf. Proc. N. Y., London 1978. P. 191—201.

Дата принятия 29.06.2015 г.

681.2.08

Оптико-электронная измерительная система высокотемпературного дилатометра

И. Г. БРОНШТЕЙН¹, Ф. М. ИНОЧКИН², С. К. КРУГЛОВ², Т. А. КОМПА³,
С. В. КОНДРАТЬЕВ³, А. С. КОРЕНЕВ³, Н. Ф. ПУХОВ³

¹Санкт-Петербургский научно-исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики, С.-Петербург, Россия, e-mail: kb@jupiter.spb.ru

²Санкт-Петербургский политехнический университет, С.-Петербург, Россия

³Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева, С.-Петербург, Россия, e-mail: t.a.kompan@vniim.ru

Описана новая оптико-электронная измерительная система высокотемпературного дилатометра, позволяющая измерять тепловое расширение твердых образцов материалов в широком диапазоне температур 1000—3000 К. Предложена методика измерений удлинения образца с учетом коррекции параметров системы в процессе измерений. Получены экспериментальные результаты.

Ключевые слова: высокотемпературный дилатометр, оптико-электронная система, метод парной телемикрокопии, температурный коэффициент линейного расширения.

The new optoelectronic measuring system for high-temperature dilatometer to measure the thermal expansion of solid samples of materials within the wide temperature range 1000—3000 K is described. The new procedure of sample elongation measurement has been proposed with taking into account the system parameters correction during the measurement. The experimental results have been obtained.

Key words: high-temperature dilatometer, optoelectronic system, paired telemicroscopy method, thermal coefficient of linear expansion.

Оптические методы измерений теплового расширения твердых объектов применяют с середины XX в. Существуют прецизионные интерференционные дилатометры, постро-

енные по схеме Физо [1], Майкельсона [2], Фабри—Перо [3], поляризационные лазерные интерферометры [4], компарторные дилатометры для измерения теплового расширения