

Измерение сжимаемости рабочей жидкости лазерного интерференционного масляного манометра с помощью интерференционного пьезометра низкого давления

И. В. САДКОВСКАЯ¹, А. И. ЭЙХВАЛЬД², Т. А. ЭЙХВАЛЬД¹

¹Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева, Санкт-Петербург, Россия, e-mail: siv@vniim.ru

²Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург, Россия

Разработан интерференционный жидкостный пьезометр низкого давления для определения поправки к плотности рабочей жидкости лазерного интерференционного масляного манометра из состава Государственного первичного эталона единицы давления для области абсолютного давления в диапазоне $1 \cdot 10^{-1}$ – $7 \cdot 10^5$ Па ГЭТ 101–2011. Поправка обусловлена сжимаемостью рабочей жидкости. Сравнение полученной поправки с изменением плотности рабочей жидкости в результате глубокой дегазации (измерено в Физико-техническом институте Германии) показывает, что эти два эффекта практически полностью компенсируют друг друга в рабочих условиях лазерного интерференционного масляного манометра. Это подтверждает достоверность результатов измерений давления с помощью ГЭТ 101–2011 в диапазоне $0,1$ – 10^3 Па.

Ключевые слова: интерференционный жидкостный пьезометр, эталон, плотность жидкости, сжимаемость жидкости, лазерный интерференционный масляный манометр.

The density correction associated with the working liquid compressibility of laser interferometric oil manometer (LIOM) functioning as a component of State Primary Pressure Standard GET 101–2011 was defined by the use of specially developed interferometric low pressure liquid piezometer. It was shown that in the LIOM working conditions the compressibility effect almost completely compensates the working liquid density changes due to liquid outgassing measured in PTB, Germany. So the reliability of GET 101–2011 pressure measurements in the range of 10^{-1} – 10^3 Pa was confirmed.

Key words: interferometric liquid piezometer, standard, fluid density and compressibility, laser interferometric oil manometer.

В 2008–2011 гг. во ВНИИМ им. Д. И. Менделеева разработан лазерный интерференционный масляный манометр (ЛИММ) для измерения давления газа в диапазоне $0,1$ – 10^3 Па [1, 2]. Гидростатический принцип действия в сочетании с прецизионным оптическим методом измерений высоты столба жидкости сделали ЛИММ средством измерений (СИ) высшей точности в Российской Федерации. Это позволило ввести его в состав Государственного первичного эталона единицы давления для области абсолютного давления в диапазоне $1 \cdot 10^{-1}$ – $7 \cdot 10^5$ Па ГЭТ 101–2011 [3]. В 2013 г. ГЭТ 101–2011 принял участие в международных ключевых сличениях ССМ.Р-К4.2012 в диапазоне 1 – 10^4 Па [4], в которых были подтверждены его метрологические характеристики.

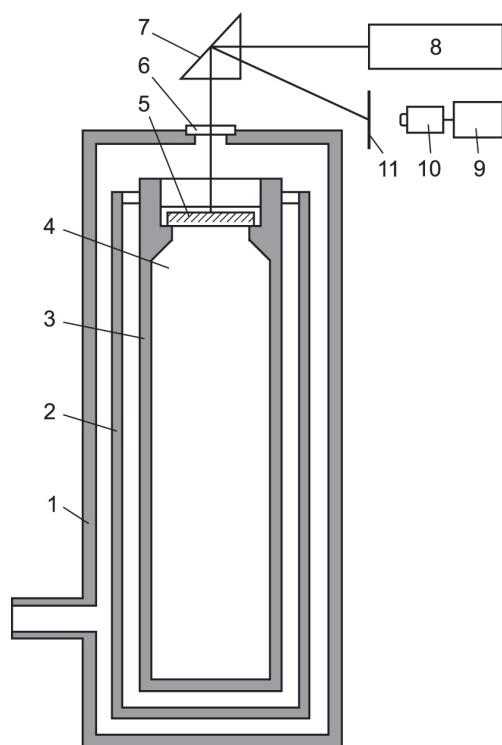
Одна из задач, требующих решения для совершенствования ЛИММ, связана с исследованием физико-химических свойств рабочей жидкости и состоит в следующем. В соответствии с методикой применения ЛИММ его рабочая жидкость (масло вакуумное типа ВМ-1 по ОСТ 38.014025–86) подвергается предварительной глубокой дегазации (от растворённого воздуха) и в рабочих условиях находится под давлением ниже 1 кПа. Однако измерение плотности масла ВМ-1 в специализированной лаборатории ВНИИМ производится в состоянии, близком к насыщению растворённым воздухом и при атмосферном давлении. Вклад влияния обезгаживания и понижения давления на точность измерений давления с помощью ЛИММ оценивался в рамках исследо-

вания эталона лишь косвенными методами и носил характер граничной оценки, уточнение которой было предметом представленной работы.

В настоящее время в Физико-техническом институте Германии (ПТБ) ведётся работа по созданию лазерного интерференционного масляного U-образного манометра, аналогичного ЛИММ по конструкции. В связи с этим ВНИИМ и ПТБ сотрудничают по теме КООМЕТ 724/RU-a/17 «Исследование жидкостей манометров – первичных эталонов давления» [5]. Согласно плану работ в ПТБ измеряется плотность масла в обезгаженном состоянии, а во ВНИИМ – сжимаемость масла.

Обычно сжимаемость жидкостей измеряют пьезометрами высокого давления [6] или определяют косвенно путём измерения скорости звука в жидкости [7]. Специфика условий, в которых необходимо измерять сжимаемость масла ВМ-1 (дегазированное состояние жидкости и низкие давления), а также имеющийся опыт проведения оптических интерференционных измерений определили выбор метода и СИ. В результате в 2017 г. во ВНИИМ был разработан интерференционный жидкостный пьезометр низкого давления, осуществляющий прямой метод измерения сжимаемости жидкостей в условиях, максимально близких к условиям измерений давления с помощью ГЭТ 101–2011.

Конструкция и принцип действия интерференционного пьезометра. Принципиальная схема пьезометра



Принципиальная схема интерференционного жидкостного пьезометра: 1 – вакуумная камера; 2 – сосуд с маслом; 3 – цилиндрический стальной стакан; 4 – исследуемая жидкость; 5 – плоское зеркало; 6 – оптическое окно; 7 – поворотная призма; 8 – лазер ЛГН-302; 9 – компьютер; 10 – цифровая видеокамера; 11 – экран

представлена на рисунке. Цилиндрический стальной стакан 3 объёмом около 270 мл, содержащий исследуемую жидкость 4, помещается в вакуумную камеру 1. На глубине 2–3 мм от поверхности жидкости устанавливается плоское зеркало 5. На расстоянии около 3 м от камеры находится лазер ЛГН-302 8. Световой пучок лазера с помощью поворотной призмы 7, установленной на юстировочном столике на крышке камеры, направляется вертикально через оптическое окно 6 на поверхность масла в центр мениска. На поверхности масла пучок расщепляется: одна его часть отражается, а вторая проходит сквозь масло и отражается от плоского зеркала. С помощью настроечных винтов, регулирующих наклон корпуса пьезометра и поворотной призмы, оба отражённых пучка направляются обратно к лазеру и сводятся на экране 11, где образуют интерференционную картину, представляющую систему светлых и тёмных концентрических колец. При изменении давления в камере уровень жидкости и, следовательно, разность хода интерферирующих лучей изменяются. В зависимости от знака изменения давления кольца на экране или стягиваются в центр и там исчезают, или появляются в центре и расходятся. Изменение интерференционной картины регистрируется цифровой видеокамерой 10 с записью в файл на компьютере 9, после чего считают прошедшие интерференционные кольца.

Уравнение измерений пьезометра имеет вид

$$\beta = -\frac{1}{V_0} \frac{\Delta V}{\Delta p} = -\frac{SN\lambda}{2nV_0 \Delta p} + \beta_{\text{ст}}, \quad (1)$$

где β – сжимаемость жидкости; V_0 , ΔV – объём жидкости и его изменение; S – площадь поперечного сечения верхней части сосуда; N – количество прошедших интерференционных колец; λ – длина волны лазера; n – показатель преломления жидкости; Δp – изменение давления, $\beta_{\text{ст}}$ – сжимаемость стали (материала стакана пьезометра).

Полный цикл измерений состоит в следующем. При исходном давлении в камере 100 кПа (измеряется с помощью барометра БОП-1М-2) в течение 30 с записывается интерференционная картина. После этого с помощью регулируемого накатателя камера пьезометра соединяется с откачанным буферным объёмом (11 л) и давление снижается до 10 кПа со скоростью около 1 кПа/с. Выдерживается пауза около 30 с и производится напуск воздуха в камеру с такой же скоростью до исходного давления. Длительность записи цикла измерений составляет около 5 мин.

Исследование функциональности пьезометра. Оценка неопределённости измерений. Относительно большой коэффициент теплового расширения масла $\alpha = 7,26 \cdot 10^{-4}$ град $^{-1}$ обуславливает высокую чувствительность пьезометра к нестабильностям температуры. При таких параметрах установки, как $V_0 = 270$ см 3 и $S = 8$ см 2 сдвиг интерференционной картины на одну полосу (смещение поверхности масла на 0,2 мкм) вызывается изменением температуры масла на 0,8 мК. Поэтому для обеспечения достоверности измерений сжимаемости необходимо исключить тепловые эффекты.

Исследования показали, что температурные нестабильности масла по характеру и природе можно разделить на быстрые, связанные с изменением давления в камере пьезометра, и медленные, происходящие без изменений давления.

Причиной медленных нестабильностей является нестабильность температуры воздуха в лаборатории, вызванная работой тепловыделяющего оборудования. Опыт показал, что наиболее простым и эффективным решением этой проблемы является установка корпуса пьезометра в изолированном лабораторном помещении, а всех приборов (лазер, компьютер, вакуумный насос) и пульта управления – в смежном. При этом лазерный пучок попадает в пьезометр и обратно через стеклянное окно. Установка корпуса пьезометра в изолированном помещении позволила довести нестабильность интерференционной картины до значения, не превышающего 0,5 полосы за время проведения полного цикла измерений.

При откачке вакуумной камеры воздух, находящийся в контакте со стаканом пьезометра, расширяется, и его температура понижается. То же, но с обратным знаком, происходит при напуске газа в камеру. В результате в стенке стакана пьезометра возникают тепловые потоки, приводящие к изменению температуры масла в ходе измерений и возмущению интерференционной картины. Это проявляется в неравномерности движения полос при равномерном изменении давления, в появлении их обратного движения после прекра-

щения откачки или напуска, а также в значительном различии количества прошедших полос при откачке и напуске газа.

Для теплоизоляции от окружающего воздуха стакан пьезометра был помещён в сосуд с маслом 2 (см. рисунок). Опыт показал, что это полностью устранило все тепловые эффекты, связанные с откачкой (напуском) воздуха в камеру пьезометра. В частности, в конце цикла измерений интерференционная картина возвращается в исходное состояние с неопределённостью не более 0,5 полосы.

На основе теоретического анализа и экспериментальных исследований произведена оценка неопределённости измерений пьезометра в соответствии с [8, 9]. Бюджет неопределённостей рассчитывали в соответствии с уравнением измерений пьезометра (1) (таблица).

Суммарную стандартную неопределённость измерений по типу В u_B рассчитывали по формуле

$$u_B = \sqrt{\left(\frac{\Delta S}{S}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_0}{V_0}\right)^2 + \left(\frac{\Delta n}{n}\right)^2 + \left(\frac{\Delta N}{N}\right)^2} = 1,2 \cdot 10^{-2}. \quad (2)$$

В формуле (2) не учитывались неопределённости λ , Δp ввиду их относительной малости, $\beta_{ст}$ – ввиду малости значения входной величины, дающей аддитивный вклад в (1). Стандартная неопределённость по типу А $u_A = 0,7 \cdot 10^{-2}$ рассчитана по результатам серии из пяти измерений. Суммарная стандартная неопределённость измерений $u_C = 1,9 \cdot 10^{-2}$.

Результаты измерений, обсуждение и выводы. В соответствии с (1) и с учётом значений входных величин (см. таблицу) получено значение сжимаемости масла ВМ-1 β , которое составило $(5,2 \pm 0,1) \cdot 10^{-10} \text{ Па}^{-1}$. Это означает, что при изменении давления на 10^5 Па изменение плотности масла $\Delta \rho / \rho$ составляет $5,2 \cdot 10^{-5}$.

В соответствии с принципом действия и конструкцией пьезометра измеренная сжимаемость β является адиабатной, так как стакан с исследуемой жидкостью помещён в теплоизолирующую оболочку. Для введения поправки к плотности масла необходима изотермическая сжимаемость, так как температура масла в рабочем состоянии манометра поддерживается постоянной. Работа, производимая газом при адиабатическом сжатии масла, составляет приблизительно $6 \cdot 10^{-4} \text{ Дж}$, поэтому с учётом среднего значения теплоёмкости масел $1,4 \text{ кДж/кг/град}$. [10] повышение температуры составит $2 \cdot 10^{-6} \text{ К}$, что свидетельствует о незначительной разнице между изотермической и адиабатной сжимаемостями.

Согласно результатам КОOMET 724/RU-a/17 [5], полученным в ПТБ, плотность масла ВМ-1 при его дегазации увеличивается, изменение $\Delta \rho / \rho$ составляет $6,2 \cdot 10^{-5}$. Это означает, что влияние дегазации и понижения давления на плотность масла практически компенсируют друг друга, их совместное воздействие приводит к незначительному изменению плотности, которое составляет примерно $1 \cdot 10^{-5}$ и находится в пределах неопределённости измерений плотности с помощью Государственного эталона единицы плотности 3.1.ZZB.0070.2014.

Результат проведённых исследований позволяет сделать вывод о том, что введения поправок к плотности масла ВМ-1, связанных с эффектами дегазации и сжимаемости, не требуется. Таким образом, подтверждена достоверность результатов измере-

Бюджет неопределённостей пьезометра

Входная величина	Значение входной величины	Относительная неопределённость входной величины
N	74	$0,7 \cdot 10^{-2}$
$S, \text{ м}^2$	$8,04 \cdot 10^{-4}$	$6,3 \cdot 10^{-3}$
$V_0, \text{ м}^3$	$2,730 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-4}$
n	1,4738	$1 \cdot 10^{-4}$
$\Delta p, \text{ кПа}$	90	$6 \cdot 10^{-5}$
$\lambda, \text{ мкм}$	0,632991	$8 \cdot 10^{-6}$
$\beta_{ст}, \text{ Па}^{-1}$	$6 \cdot 10^{-12}$	Пренебрежимо мала

ний давления с помощью ГЭТ 101–2011 в диапазоне $0,1–10^3 \text{ Па}$.

Работа выполнена с использованием оборудования Ресурсно-го центра прикладной аэродинамики Санкт-Петербургского государственного университета.

Л и т е р а т у р а

1. **Sadkovskaya I. V., Eichwald A. I.** A laser interferometric oil manometer as the primary standard for absolute pressure in the range 1–1000 Pa // Journal of Physics: Conference Series (JPCS) 2008. V. 100. P. 1–4.
2. **Sadkovskaya I. V., Eichwald A. I.** The laser interferometric oil manometer with floats. PTB-Mitteilungen 121. 2011 Heft 3 P. 301–302.
3. **Садковская И. В., Цвелик В. А., Ковальков В. П., Эйхвальд А. И.** Новый Государственный первичный эталон единицы давления // Мир измерений. 2012. Т. 2 (132). С. 19–25.
4. **Ricker J., Hendricks J., Bock T., Pražák D., Kobata T., Torres J., Sadkovskaya I.** Final report on the key comparison CCM.P-K4.2012 in absolute pressure from 1 Pa to 10 kPa // Metrologia. 2017. V. 54. Tech. Suppl. 07002.
5. **Sadkovskaya I., Eikhval'd A., Sabuga W., Ehlers S.** Study of liquids of manometers – primary pressure standards. COOMET project 724/RU-a/17 [Электрон. версия] http://www.coomet.org/DB/com/index.htm?EN,PRJ_EN,EN (дата обращения: 06.02.2018).
6. **Кикоин А. К., Кикоин И. К.** Молекулярная физика. М.: Наука, 1976.
7. **Михайлов И. Г., Соловьев В. А., Сырников Ю. П.** Основы молекулярной акустики. М.: Наука, 1964.
8. **РМГ 91–2009.** ГСИ. Совместное использование понятий «погрешность измерения» и «неопределённость измерения». Общие принципы.
9. **ГОСТ Р 54500.3–2011/Руководство ИСО/МЭК 98-3:2008.** Неопределённость измерения. Ч. 3. Руководство по выражению неопределённости измерения.
10. **Варгафтик Н. Б.** Справочник по теплофизическим свойствам газов и жидкостей. М.: Наука, 1972.

Дата принятия: 06.04.2018.