ИССЛЕДОВАНИЕ СТАБИЛЬНОСТИ ЦИКЛИЧЕСКОГО ВОСПРОИЗВЕДЕНИЯ НАЧАЛЬНОГО УЧАСТКА ПЛАТО КРИВОЙ ПЛАВЛЕНИЯ ГАЛЛИЯ В МАЛОГАБАРИТНЫХ АМПУЛАХ

Е. В. Васильев, А. А. Игнатов

Во многих отраслях науки и техники все более широкое применение получают цифровые термометры сопротивления, в том числе эталонные и прецизионные термометры. Уровень стабильности современных микропроцессорных измерителей температуры, эксплуатируемых в нормальных условиях, существенно выше стабильности применяемых с ними первичных преобразователей температуры. В процессе эксплуатации последние подвергаются воздействиям резких перепадов температуры, а также одновременному воздействию температуры в сочетании с вибрацией и другими дестабилизирующими факторами. При одинаковых интервалах между поверками вероятность выхода за пределы нормируемых значений у первичных преобразователей температуры значительно выше, чем у цифровых измерителей температуры с высокостабильными опорными резисторами. Следовательно, состояние прецизионных первичных преобразователей целесообразно контролировать чаще, чем цифровых измерителей температуры.

В связи с этим актуальной задачей в прецизионной термометрии является разработка новых средств и оперативных методов контроля стабильности прецизионных цифровых термометров и термопреобразователей сопротивления в условиях эксплуатации. Кроме того, на практике имеется необходимость сквозного контроля каналов различных измерительных систем на местах их эксплуатации. При этом существенными становятся размеры поверочной аппаратуры, её мобильность.

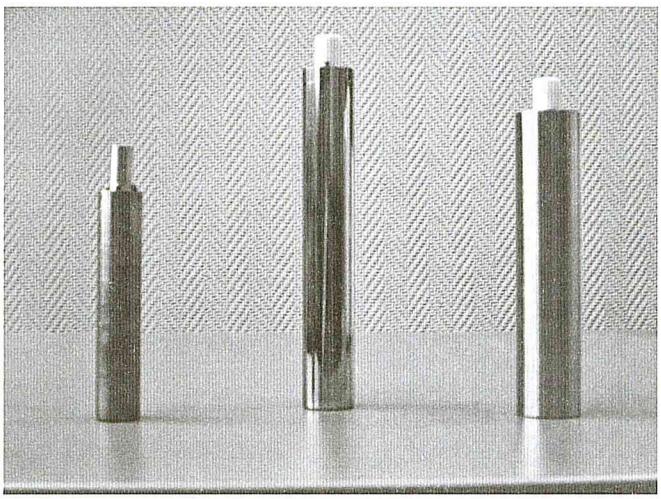


Рис. 1. Общий вид разработанных во ВНИИМС малогабаритных ампул галлия

С целью решения этой задачи в лаборатории метрологического обеспечения термометрии ФГУП «ВНИИМС» проведены работы, позволяющие повысить качество измерений температуры в резистивной термометрии за счет оперативного контроля стабильности прецизионных термопреобразователей сопротивления эталонного уровня и цифровых микропроцессорных термометров в процессе их эксплуатации. В результате этих работ были разработаны малогабаритные ампулы, изображенные на рис. 1, для воспроизведения температуры плавления галлия в микропроцессорных калибраторах температуры и система [1] оперативного контроля стабильности эталонных и прецизионных термометров в процессе их эксплуатации при температуре плавления галлия 29,7646 °С.

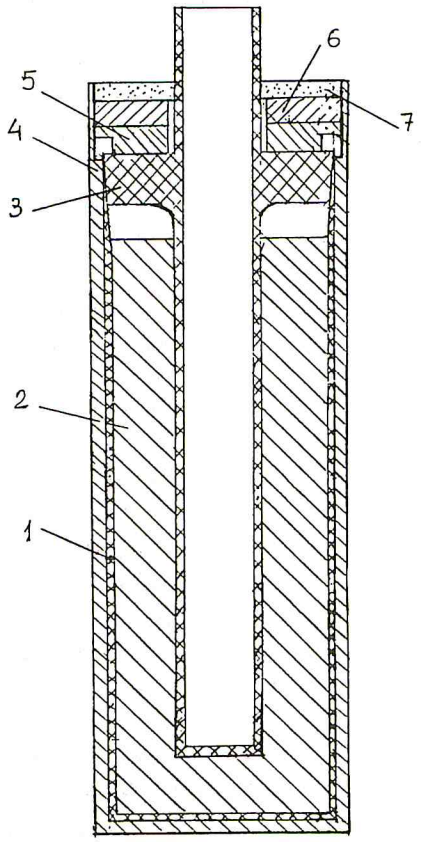
В [2] представлены результаты исследований разработанных во ВНИИМС малогабаритных ампул в процессе длительного воспроизведения (более 5 ч) кривых плавления галлия и индия. В данной статье представлены результаты циклического воспроизведения в малогабаритной ампуле начального участка плато кривой плавления галлия в серии экспериментов, и сравнение их с результатами обработки начальных участков плато, полученными в экспериментах по длительному непрерывному воспроизведению кривой плавления галлия в одной и той же ампуле.

Температура плавления галлия является одной из основных реперных точек Международной температурной шкалы 1990 г. Достоинствами температурной точки плавления галлия является простота подготовки ампулы к работе, возможность ее воспроизведения в жидкостных и твердотельных термостатах, а также возможность минимизации размеров ампул.

Температура плавления галлия близка к температуре окружающего воздуха, в связи с чем облегчается задача обеспечения условий, при которых изменение температуры воздуха, окружающего наружную

часть термометра, не оказывает существенного влияния на температуру кривой плавления галлия при частичном погружении в ампулу термометра сопротивления (ТС).

Известна ампула галлия производства ОАО НПП «Эталон», г. Омск, в форме правильного цилиндра высотой 180 мм и диаметром 34,8 мм, конструктивно несовместимая с микропроцессорными калибраторами температуры серий АТС и RTC, получившими широкое применение в поверочных и калибровочных лабораториях. Этого недостатка лишена ампула конструкции ВНИИМС.



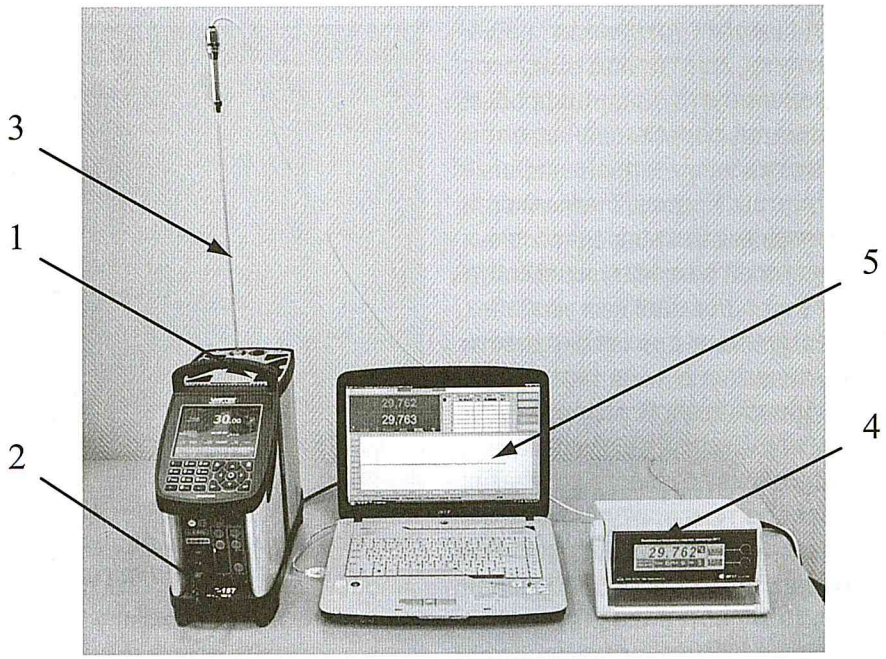
1 – фторопластовый стакан; 2 – галлий; 3– место для термометра; 4 – металлический корпус; 5 – гайка; 6 – контргайка; 7-герметик

Рис.2. Конструкция малогабаритной ампулы галлия

На рис.2 изображена конструкция малогабаритной ампулы галлия, разработанной на основе [3], габаритные размеры и форма которой позволяют применять ее в составе калибраторов температуры с внутренним диаметром твердотельного термостата равным 26 мм и более и высотой 150 мм и более. Возможность применения малогабаритной ампулы в термостатах с диаметрами большими, чем 26 мм, достигается за счет применения дополнительной сменной втулки, помещаемой в термостат для устранения воздушного зазора между наружным диаметром корпуса ампулы и внутренним диаметром термостата. Во всех ампулах используется галлий чистотой 99,9999%.

Эффективность применения малогабаритных ампул с галлием в составе микропроцессорных калибраторов температуры проверялась экспериментально в процессе воспроизведения кривых плавления галлия по ТС стержневого типа с кварцевым корпусом и ТС углового типа с металлическим корпусом в калибраторах температуры (КТ) серии 250SE, АТС и RTC. Общий вид установки, применявшейся при проведении экспериментальных исследований, представлен на рис.3. Установка состоит из малогабаритной ампулы галлия (Г-25–7,5 № 1) с металлическим корпусом (диаметр 29,8 мм), калибратора температуры серии RTC-157B (глубина цилиндрического колодца 150 мм, диаметр 30 мм), микропроцессорного измерителя температуры типа МИТ-8.15 с программным обеспечением, эталонного платинового термометра сопротивления типа Leeds @ Northrup (рабочий эталон) и персонального компьютера.

На установке была проведена серия экспериментов по длительному воспроизведению кривой плавления галлия и по кратковременному циклическому воспроизведению начального участка плато этой кривой продолжительностью 30–60 мин для проверки воспроизводимости температуры плавления галлия на этом временном интервале, полученной разными методами.



1 – малогабаритная ампула галлия; 2 – калибратор температуры; 3 – термометр сопротивления; 4 – микропроцессорный измеритель температуры; 5 – персональный компьютер

Рис. 3. Общий вид установки по воспроизведению кривой плавления галлия в малогабаритных ампулах

Эталонные платиновые термометры сопротивления 1-го и 2-го разрядов по конструкции подразделяются на термометры стержневого типа с кварцевым корпусом и термометры капсульного типа. Эталонные 3-го разряда

Продолжение на стр. 37

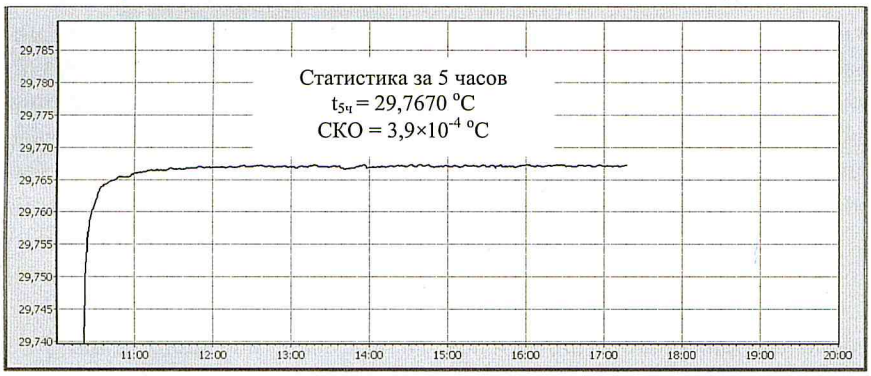
Таблица 1

Тип ТС	Разряд ТС	Нестабильность, °С, (при 0,01 °С)	Доверительная погрешность, °С
ТСПН	1	±0,002	0,005–0,01
	2	±0,004	0,05
ПТС, ЭТС	1	±0,001	0,01
	2	±0,002	0,05

Таблица 2

СТАТИСТИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА ТИПИЧНОЙ КРИВОЙ ПЛАВЛЕНИЯ ГАЛЛИЯ
(ампула Г-25–7,5 № 1) по часовым интервалам в КТ RTC-157B по ЭТС типа Leeds@Northrup. 14.02.11.

Время, ч	1-й (30 мин)	2-й	3-й	4-й	5-й	6-й	7-й
Значения выходного сигнала, Ом	29,7665	29,7667	29,7668	29,7670	29,7671	29,7671	29,7672
СКО, Ом	$4{,}1\times10^{-4}$	$4{,}0\times10^{-4}$	$3{,}6\times10^{-4}$	$4{,}6\times10^{-4}$	$3{,}8\times10^{-4}$	$3{,}6\times10^{-4}$	$3{,}3\times10^{-4}$



ампула Г-25–7,5 № 1 по ЭТС типа Leeds@Northrup в RTC-157B, температура в КТ 30,1 °С (14.02.11)

Рис 4. Кривая плавления галлия

на основе платиновых чувствительных элементов виброустойчивого исполнения в основном изготовливаются с металлическим корпусом, а прецизионные термопреобразователи сопротивления в составе калибраторов температуры изготовливают с металлическим корпусом угловой и стержневой формы. Нормируемые в [4] значения нестабильности и доверительной погрешности эталонных термометров сопротивления 1-го и 2-го разрядов приведены в таблице 1. Нестабильность и погрешность эталонных платиновых термометров сопротивления 3-го разряда нормируются в технических условиях на конкретные типы термометров в соответствии с [5].

На рис. 4 изображена типичная кривая плавления галлия чистотой 99,9999%, полученная с помощью эталонного платинового термометра сопротивления типа ЭТС-25 фирмы Leeds@Northrup, США, с защитным корпусом из кварца длиной 550 мм. Кривые плавления галлия многократно воспроизводились в малогабаритных ампулах в процессе их нагревания вместе с ЭТС в калибраторах температуры типов АТС-650В, RTC-157B и RTC-700B. Измерения и регистрацию температуры выполняли при помощи прецизионного измерителя температуры типа МИТ 8.15, погрешность измерений сопротивления которого периодически контролируется по эталонным мерам электрического сопротивления. Стабильность мер электрического сопротивления соответствует требованиям, предъявляемым к эталонным мерам 1-го разряда. Периодический контроль погрешности прецизионного измерителя температуры МИТ 8.15 № 016 показывает, что погрешность измерений температуры галлия при реализации кривых плавления не превышает ±1 мК. На рис 4 указаны среднее значение $t_{ср}$ температуры плавления галлия и среднее квадратичное отклонение (СКО), полученные при силе измерительного тока I =1 мА. Результаты статистической обработки типичной кривой плавления галлия (ампула Г-25–7,5 № 1) представлены в таблице 2.

Анализ статистической обработки данных, по которым построена кривая плавления галлия, изображенная на рис. 4, показывает, что среднее значение температуры плавления галлия за 7 часов отличается от значения температуры, вычисленного для 30-минутного интервала 1-го часа плато, на 0,5 мК. Это дало возможность предположить, что в течение 30 минут 1-го часа плато кривой плавления галлия в малогабаритной ампуле можно реализовать хорошо воспроизводимую постоянную температуру, что имеет большое значение для практической прецизионной термометрии.

Для подтверждения этого были обработаны многочисленные кривые плавления галлия, полученные для малогабаритной ампулы в КТ по эталонному ТС того же типа. В таблице 3 представлены результаты статистической обработки начальных участков десяти плато кривой плавления галлия (ампула Г-25–7,5 № 1) на интервале 30 мин 1-го часа плато, полученные по эталонному термометру типа Leeds @ Northrup при воспроизведении в калибраторе температуры 250-SE с высотой цилиндрического колодца термостата 200 мм. Из десяти средних значений температуры плавления галлия, полученных на 30-минутных

Таблица 3

Дата	$t_{ср}$, °С (за 30 мин 1-го часа)	СКО, °С
24.04.08	29,7664	$4{,}3\times10^{-4}$
05.05.08	29,7665	$4{,}6\times10^{-4}$
06.05.08	29,7663	$4{,}4\times10^{-4}$
07.05.08	29,7663	$4{,}0\times10^{-4}$
12.05.08	29,7667	$4{,}1\times10^{-4}$
13.05.08	29,7666	$3{,}7\times10^{-4}$
14.05.08	29,7667	$3{,}9\times10^{-4}$
16.05.08	29,7668	$3{,}9\times10^{-4}$
31.07.08	29,7669	$4{,}3\times10^{-4}$
05.08.08	29,7671	$3{,}9\times10^{-4}$
Среднее из 10 серий 29,7666 °С		

интервалах 1-го часа плато, девять отличаются от среднего, равного 29,7666 °С, на величину не более 0,3 мК и лишь одно значение отличается на 0,5 мК.

Полученные результаты воспроизводимости кривых плавления галлия в малогабаритной ампуле при реализации в КТ различных типов позволили перейти к следующему этапу экспериментальных исследований, целью которых стало определение воспроизводимости начальных участков плато кривых плавления галлия. Исследования выполнялись методом циклического воспроизведения начальных участков плато кривых плавления галлия, реализуемых последовательно. Новизна метода заключается в том, что малогабаритная ячейка вместе с погруженным в нее эталонным термометром сопротивления охлаждались и нагревались в калибраторе температуры в автоматическом режиме без извлечения эталонного ТС. Процесс охлаждения и последующего плавления галлия записывался в реальном масштабе времени с отображением кривой плавления на экране монитора. Это позволило контролировать процесс выхода кривой плавления на начальный участок плато продолжительностью 30–60 мин. За это время с помощью микропроцессорного измерителя температуры записывался массив данных, достаточный для статистической обработки измерительной информации по результатам контроля стабильности термометра сопротивления. Не останавливая запись температуры, аналогично воспроизводят второй и третий циклы охлаждения и нагрева ячейки с галлием до температуры 30,1 °С. Непрерывная запись прекращается после третьего цикла и сохраняется в файле Exel для последующей статистической обработки полученных данных.

ампула Г-25–7,5 № 1 по эталонному термометру типа Leeds @ Northrup в калибраторе температуры RTC-157B (10.02.11)

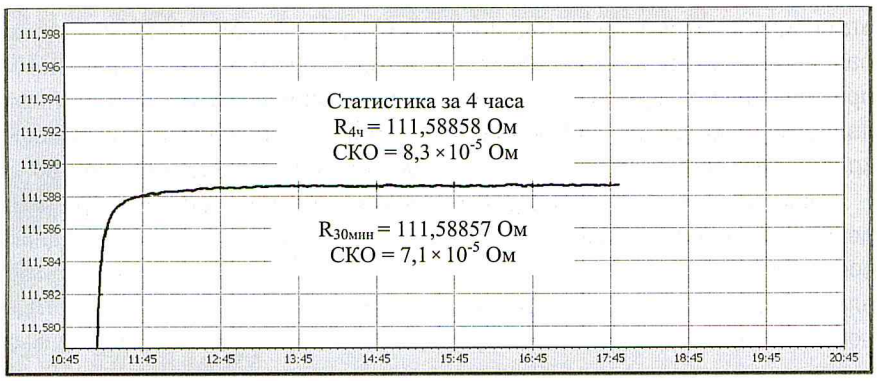
Рис. 5. Три цикла воспроизведения начальных участков кривой плавления галлия

На рис. 5 изображены три цикла воспроизведения начальных участков плато кривой плавления галлия после замораживания галлия и последующего нагрева вместе с термометром типа Leeds @ Northrup № 1 в калибраторе температуры типа RTC-157B с диапазоном воспроизводимых температур от минус 45 °С до 155 °С. В таблице 4 представлены результаты воспроизводимости начального участка плато кривой плавления галлия в трех последовательно циклах, изображенных на рис.5, реализованных в калибраторе температуры типа RTC-157B по ТС типа Leeds@Northrup.

Наряду с исследованиями воспроизводимости плато кривых плавления галлия в малогабаритных ампулах по эталонным термометрам сопротивления с кварцевым корпусом были проведены аналогичные исследования с прецизионным термометром сопротивления с металлическим корпусом угловой формы. Термометры данного типа получили широкое применение в измерительных, калибровочных и поверочных лабораториях различных отраслей промышленности, т. к. применяются в составе канала измерений температуры калибраторов серий АТС и RTC. Исследования воспроизводимости кривых плавления галлия, полученных по термометрам с металлическим корпусом угловой формы в малогабаритных ампулах и калибраторах температуры с глубиной термостата 160 мм в непрерывном и циклическом режимах воспроизведения, проведены впервые. Выходной сигнал термопреобразователя сопротивления типа STS-100 № 231 измерялся в омах. Соответствующее изменению ΔR значение температуры можно легко оценить в °С делением ΔR на известную чувствительность $\Delta R/\Delta t$ термопреобразователя при измеряемой температуре.

Таблица 4

Дата	Статистика по 3 циклам воспроизведения начальных участков плато кривой плавления галлия по ТС типа Leeds@Northrup ячейка Г-25–7,5 № 1 в КТ RTC-157B			
10.02.11	Время, мин	1-й цикл 30 мин	2-й цикл 30 мин	3-й цикл 30 мин
	t, °С	29,7667	29,7669	29,7665
	СКО, °С	$3{,}4\times10^{-4}$	$3{,}2\times10^{-4}$	$4{,}0\times10^{-4}$



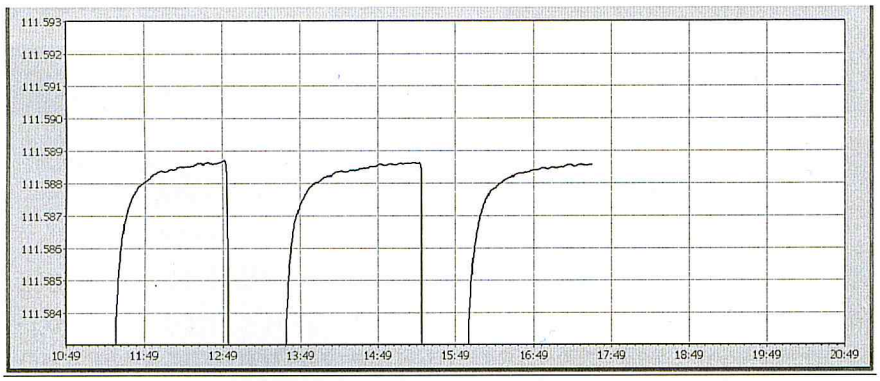
ампула Г-25–7,5 № 1 по STS-100 № 231 в калибраторе температуры типа RTC-157B (28.02.11)

Рис. 6. Типичная кривая плавления галлия

Таблица 5

СТАТИСТИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА ТИПИЧНОЙ КРИВОЙ ПЛАВЛЕНИЯ ГАЛЛИЯ (ячейка Г-25–7,5 № 1) по ТС STS-100 № 231 с металлическим корпусом углового типа с МИТ 8.15 в калибраторе температуры АТС-157В (25.02.11)

Время, ч	1- й (30 мин)	2-й	3-й	4-й
Значения выходного сигнала, Ом	111,58857	111,58858	111,58858	111,58859
СКО, Ом	7,1×10^{-5}	7,3 ×10^{-5}	7,9 ×10^{-5}	8,4×10^{-5}



ампула Г-25–7,5 № 1 по ТС типа STS-100 № 231 углового типа в калибраторе температуры RTC-157B (25.02.11)

Рис 7. Три цикла воспроизведения плато кривой плавления галлия

Таблица 6

Дата	Статистика по 3 циклам воспроизведения начальных участков плато кривой плавления галлия по ТС типа STS-100 № 231 ампула Г-25–7,5 № 1 в КТ RTC-157B			
25.02.11	Время, мин	1-й цикл 30 мин	2-й цикл 30 мин	3-й цикл 30 мин
	R, Ом	111,588611	111,588601	111,588489
	СКО, Ом	9,0×10^{-5}	7,7×10^{-5}	7,7×10^{-5}

На рис.6 изображена типичная кривая плавления галлия, полученная в течение 6 часов по прецизионному термопреобразователю сопротивления типа STS-100 № 231 с металлическим корпусом угловой формы в калибраторе RTC-157B с термостатом глубиной 150 мм, а в табл. 5 – результаты ее статистической обработки.

На рисунке 7 и в табл. 6 приведены результаты циклического воспроизведения начальных участков кривой плавления галлия, выполненные на той же установке.

Из анализа данных, приведенных в таблицах 2–6, можно сделать следующие выводы.

1. При циклическом воспроизведении начальных участков плато кривых плавления галлия на интервале 30 минут в трех циклах (рис.5) по эталонному термометру с кварцевым корпусом температура по циклам воспроизводится с отклонениями не более 0,4 мК (таблица 4). Среднее значение температуры по трем циклам равно 29,7667 °С. Сравнение со средним значением 29,7666 °С, полученным из 10 серий воспроизведения температуры на 30 минутных интервалах начальных участков плато кривых плавления галлия по одному и тому же термометру (таблица 3), показывает практическое совпадение результатов.

2. Аналогичные эксперименты по определению воспроизводимости начальных участков плато кривых плавления галлия (ампула Г-25–7,5 № 1) при циклическом воспроизведении и по сравнению с результатами измерений сопротивления на 30 минутном интервале типичной кривой плавления галлия в ампуле Г-25–7,5 № 1 были проведены с использованием термопреобразователя сопротивления типа STS-100 № 231 с металлическим корпусом угловой формы (Рис. 7). Результаты экспериментов показали, что разность составляет 0,04 мОм или 0,1 мК в температурном эквиваленте.

3. Воспроизводимость начальных участков плато кривой плавления галлия в малогабаритной ампуле галлия (Г-25–7,5 № 1) при реализации в калибраторах температуры серии RTC, АТС и более ранних серий, оценивается значением ± 1 мК, что при сопоставлении со значениями нестабильности и доверительной погрешности эталонных термометров, приведенных в таблице 1, показывает,

что контроль стабильности эталонных термометров сопротивления 2-го и 3-го разрядов можно выполнять в условиях эксплуатации с помощью установки, представленной на рис. 3.

4. Периодический контроль стабильности эталонных и прецизионных термометров может выполняться на любом одном и том же выбранном интервале горизонтального участка плато кривой плавления галлия, однако, оптимальным с точки зрения трудоемкости контроля стабильности эталонных термометров 2-го и 3-го разрядов, а также термометров сопротивления повышенной точности является начальный участок плато кривой плавления галлия.

Таким образом, результаты проведенных исследований циклического воспроизведения начального участка плато кривой плавления галлия в малогабаритной ампуле в калибраторе температуры на интервале 30 минут показывают, что это время является достаточным для контроля стабильности и погрешности эталонных термометров сопротивления с кварцевым и металлическим корпусом углового типа, выполняемым с помощью установки, приведенной на рис. 3. Кроме того, полученные результаты исследований являются еще одним шагом на пути расширения применения термодинамического метода калибровки и поверки прецизионных термометров с применением доступного оперативного, надежного и мобильного метрологического оборудования.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Васильев Е.В., Игнатов А.А., Бахарев А.Н. Патент на полезную модель №79333. Бюл. № 36. – 27.12.2008. Система контроля стабильности эталонных и прецизионных термометров в процессе их эксплуатации.*
2. *Васильев Е.В., Кононогов С.А. Миниячейки для воспроизведения кривых плавления галлия и индия в микропроцессорных калибраторах температуры.//Измерительная техника.– 2010.– № 10.– С. 46–49.*
3. *Васильев Е.В., Игнатов А.А., Бахарев А.Н. Патент на изобретение № 2334960.–Бюл. № 27.– 27.09.2008. Малогабаритная ампула реперной точки для градуировки прецизионных термометров и термопреобразователей в калибраторах температуры с твердотельными термостатами.*
4. *ГОСТ Р 51233-93. Термометры сопротивления платиновые эталонные 1-го и 2-го разрядов. Общие технические требования.*
5. *ГОСТ 8.558-93. ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений температуры.*

ВНИМАНИЮ МЕТРОЛОГОВ!

ВЫШЛИ ИЗ ПЕЧАТИ СЛЕДУЮЩИЕ ДОКУМЕНТЫ:

МИ 3197-2009
«ГСИ. Составление перечней измерений, относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений»

В рекомендации определена форма представления перечней и приведено множество примеров наименований измерений в областях деятельности, подлежащих государственному регулированию. (Стоимость документа – 354 руб., включая НДС)

МИ 3198-2009
«ГСИ. Составление перечней измерений, относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, с указанием обязательных требований к ним»

Развитие положений МИ 3197-2009. К каждому измерению прилагаются обязательные метрологические требования – диапазон измерений и предельно допустимая погрешность или неопределенность. Всего приводится 158 примеров. (Стоимость документа – 354 руб., включая НДС)

По вопросам приобретения документов обращайтесь в АНО «РСК-Консалтинг».
Адрес: 119361, г. Москва, ул. Озерная, 46,
Тел./факс: (495) 437-34-83, 437-33-10, 782-84-38

www.rsk-k.ru