prepared by Langmuir-Blodgett technique // Appl. Phys. Lett. 2013. V. 103. No. 043310. P. 1–4. DOI:10.1063/1.4816839.

13. **Мордасов М. М., Савенков А. П., Чечетов К. Е.** Методика исследования взаимодействия струи газа с поверхностью жидкости // Журнал технической физики. 2016. Т. 86. Вып. 5. С. 20–29. DOI: 10.1134/S1063784216050170.

14. **Мордасов М. М., Савенков А. П.** Измерение геометрических параметров поверхностей раздела газожидкостных систем // Измерительная техника. 2015. № 7. С. 47–49. DOI: 10.1007/s11018-015-0796-x.

15. **Savenkov A. P., Safonova M. E.** A non-contact sensor of distance to a liquid surface // The World of Science without Borders: Proc. 3rd International scientific and practical conference of young scientists. Tambov: TSTU Publishing House, 2016. P. 128–132.

16. **Мордасов М. М., Савенков А. П., Чечетов К. Е.** Особенности применения термина «бесконтактный метод измерения» // Датчики и системы. 2017. № 4. С. 47–52.

Дата принятия: 11.12. 2017

ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

536.5

Исследование воспроизводимости кривых плавления и затвердевания олова в малогабаритной ампуле

Е. В. ВАСИЛЬЕВ, А. А. ИГНАТОВ, М. И. КАЛИНИН, Л. Д. МАРКИН

Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы, Москва, Россия, e-mail: kalinin@vniims.ru

Исследована возможность реализации реперной точки олова Международной температурной шкалы 1990 г. в малогабаритной ам-пуле в комплекте с портативным калибратором температуры с целью повышения точности методов калибровки малогабаритных прецизи-онных платиновых термопреобразователей сопротивления до уровня точности эталонных термометров сопротивления второго разряда. Показана невозможность использования для этого кривых плавления олова чистотой 99,999% в малогабаритной ампуле. Определено обу-словленное примесями уменьшение температуры ликвидуса отече-ственного коммерческого олова. Найдены оптимальные для разраба-тываемых методов калибровки режимы воспроизводимости кривых затвердевания, исследованы свойства этих кривых.

Ключевые слова: реперная точка олова, малогабаритная ампула, платиновый термометр сопротивления, калибровка, кривая плавления, кривая затвердевания.

The possibility of the realization of tin fixed point of the Internation-al Temperature Scale 1990 in a miniature cell using together with handheld temperature calibrator has been investigated with the purpose of rise of operative calibration accuracy of small-size precision platinum resistance thermometer up to echelon of accuracy of second class reference resistance thermometers. It is shown that it is impossible to use the melting curves of tin with a purity of 99,999% in a miniature cell for this purpose. The de-crease of the liquidus temperature of domestic commercial tin due to the impurities influence is determined. The optimal regimes of the reproduci-bility of tin freezing diagrams acceptable for developed calibration meth-ods are detected and that diagram characteristics are studied.

Key words: tin fixed point, miniature cell, platinum resistance ther-mometer, calibration, melting diagram, freezing diagram.

Повышение точности градуировки платиновых термопреобразователей сопротивления (ПТС) позволяет уменьшить погрешность измерений температуры. Для градуировки эталонных ПТС (длина корпуса не менее 550 мм) используются классические ампулы реперных точек Международной температурной шкалы 1990 г. (МТШ-90) в составе громоздких стационарных установок. Широко распространённые малогабаритные ПТС конструктивно несовместимы с классическими ампулами и градуируются методом сличения с эталонными ПТС в жидкостных термостатах и калибраторах температуры.

Применение малогабаритных ампул реперных точек МТШ-90 совместно с портативными калибраторами температуры даёт возможность значительно сократить производственные затраты на градуировку ПТС, существенно повышая её точность по сравнению с точностью метода сличения. В России производство таких ампул в промышленном масштабе пока не налажено. Имеются лишь отдельные разработки: малогабаритные ампулы галлия и индия (внешний диаметр 34,8 и 43,8 мм, соответственно), предназначенные для применения в составе калибраторов температуры собственного производства (НПП «Эталон»); малогабаритная ампула олова (диаметр корпуса 36 мм) (НПП «Элемер») [1].

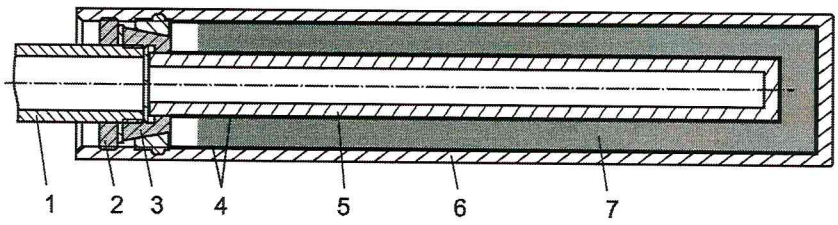

Рис. 1. Малогабаритная ампула олова:
1 – трубка; *2* – гайка; *3* – фторопластовый конус; *4* – фторопластовое покрытие кармана; *5* – карман для термометров; *6* – металлический корпус; *7* – олово марки ОВЧ-000

Во ВНИИМС были разработаны и реализованы конструкции малогабаритных ампул диаметром 29,8 мм для воспроизведения реперных точек галлия (29,7646 °С) и индия (156,5985 °С) в портативных калибраторах температуры (внутренний диаметр термостата 30 мм) [2, 3], созданы способ и система оперативного контроля стабильности эталонных и прецизионных ПТС [4, 5], метод циклического воспроизведения начального участка плато кривой плавления галлия [6], а также методы и средства калибровки малогабаритных ампул галлия [7].

Для расширения области градуировки прецизионных малогабаритных ПТС на уровне точности эталонных ПТС 2-го и 3-го разрядов до 250 °С потребовалось разработать малогабаритную ампулу олова (231,928 °С), совместимую с портативными калибраторами температуры (внутренний диаметр термостата 30 мм). Наиболее доступным для этих целей является отечественное коммерческое олово ОВЧ-000 с содержанием примесей не более 0,001 %. В научной литературе практически отсутствуют сведения о протекании фазовых переходов первого рода в олове чистотой 99,999 %. Имеются подробные исследования только для существенно более чистого олова, которое используется, например, в первичных эталонах температуры. В настоящей статье представлены результаты исследований воспроизводимости кривых плавления и затвердевания олова ОВЧ-000 в малогабаритной ампуле.

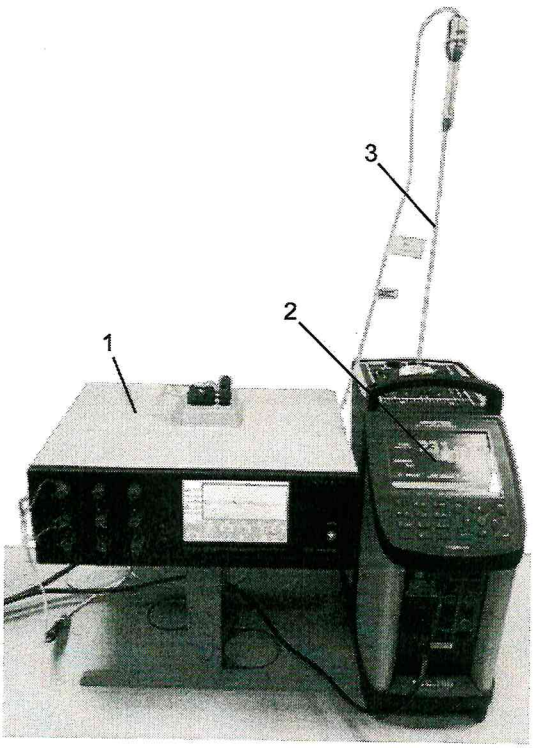

Рис. 2. Установка для исследования фазовых переходов олова в малогабаритной ампуле:
1 – прецизионный микропроцессорный двухканальный измеритель температуры МИТ 8.20; *2* – микропроцессорный калибратор температуры RTC-700; *3* – эталонный платиновый термометр сопротивления с кварцевым корпусом ЭТС-25 нулевого разряда

Экспериментальная установка для воспроизведения точки плавления и затвердевания олова. Конструкция малогабаритной ампулы олова, разработанной в лаборатории термометрии ВНИИМС, показана на рис. 1 и состоит из металлических корпуса *6* (длина 150 мм, внешний диаметр 29,8 мм) в форме цилиндрического стакана и кармана для термометров *5* (длина 120 мм) с фторопластовым покрытием *4*, фторопластового конуса *3*, гайки *2* и трубки *1*. Ампула заполняется оловом *7* марки ОВЧ-000 с содержанием чистого металла не менее 99,999 % согласно стандарту [8]. Масса олова в ампуле составляет 370 г.

Герметичность ампулы обеспечивается уплотнением соединения корпуса *6* с фторопластовым конусом *3*, в котором установлен карман *5* для термометров с фланцем. Трубка *1* предназначена для погружения и извлечения ампулы из калибратора температуры. Отличительной особенностью данной ампулы по сравнению с классическими ампулами олова являются применение новых материалов и технологии защиты металлических деталей, контактирующих с оловом. Впервые для этих целей вместо чистого, но недостаточно прочного графита, был использован алюминиевый сплав Д16Т, а на внутренние металлические поверхности ампулы был нанесён тонкий защитный слой фторопласта-4 толщиной 80 мкм.

Экспериментальные исследования воспроизводимости кривых плавления и затвердевания олова в этой ампуле проводились на установке, показанной на рис. 2. В её состав входят прецизионный микропроцессорный двухканальный измеритель температуры МИТ 8.20, микропроцессорный калибратор температуры RTC-700 и эталонный платиновый термометр сопротивления с кварцевым корпусом ЭТС-25 нулевого разряда. Установка позволяет осуществлять эксперименты в автоматическом режиме, при котором кривые плавления и затвердевания отображаются на дисплее компьютера в реальном масштабе времени, а измерительная информация с помощью микропроцессорного измерителя температуры сохраняется в памяти компьютера для последующей статистической обработки.

Реализация кривых плавления олова в малогабаритной ампуле. В руководствах по реализации реперных точек МТШ-90 указывается, что воспроизведение точки олова существенно зависит от чистоты металла и имеет особенности по сравнению с другими металлами [9, 10]. Если олово содержит примеси, то температура его плавления уменьшается с увеличением концентрации примесей. При неоднородном распределении примесей в твёрдом олове его плавление начнётся вначале

в точке с максимальной концентрацией примесей. В этом случае процесс плавления будет сопровождаться постоянным повышением температуры по мере постепенного уменьшения локальной концентрации примесей в твёрдой фазе. Постоянство температуры плавления возможно только при полностью однородном распределении примесей по всему объёму твёрдого олова в ампуле.

Для получения такого образца в [10] рекомендуется специальная процедура подготовки ампулы. Предварительно необходимо расплавить олово, выдержать его в жидком состоянии некоторое время, необходимое для выравнивания концентрации примесей в объёме образца, а затем максимально быстро осуществить затвердевание олова. При быстром затвердевании межфазная поверхность будет перемещаться внутри ампулы быстрее, чем будут перераспределяться примеси за счёт диффузии в жидкой фазе. В результате распределение примесей в быстро затвердевшем олове будет более однородным, чем при медленном затвердевании образца.

В работе [11] представлены результаты исследования режимов плавления и затвердевания олова чистотой 99,9999 %. Показано, что при выполнении быстрого подготовительного затвердевания олова в течение 10 мин кривая плавления имеет явно выраженный горизонтальный участок, который не наблюдается при длительном (более 9 ч) подготовительном затвердевании. В экспериментах авторов настоящей статьи перед каждой реализацией кривой плавления олова в малогабаритной ампуле производилась предварительная подготовка для получения образца твёрдого олова с максимально однородной концентрацией примесей в соответствии с указанными выше рекомендациями [10] и с учётом особенностей исследуемой ампулы (меньшие размеры ампулы и масса олова). Подготовка включала следующие операции: нагрев ампулы до температуры 240 °С; выдержку олова при этой температуре в течение 60 мин с последующим затвердеванием олова в ампуле вне калибратора при комнатной температуре примерно в течение 10 мин.

Кривые плавления подготовленного образца олова регистрировались при разных скоростях фазового перехода, обусловленных разной заданной рабочей температурой в калибраторе. Многочисленные реализации кривых плавления олова, полученные при разных температурах в калибраторе, начиная с температуры, превышающей температуру реперной точки олова от 0,3 °С до 1 °С, не дали положительных результатов.

На рис. 3 представлена кривая плавления олова при температуре в калибраторе выше реперной точки олова на 1 °С; общее время плавления составляет примерно 40 мин. Эта кривая практически не имеет горизонтального участка и явно непригодна для калибровки ПТС, так как по ней невозможно точно определить начало процесса плавления, и температура плавления достаточно быстро изменяется со временем.

Попытки получить кривую плавления большей протяжённости с горизонтальным плато при температурах в калибраторе, более близких к реперной точке олова, не привели к желаемому результату. Ни при каких скоростях плавления олова марки ОВЧ-000 чистотой 99,999 % на кривой не наблюдается значительного горизонтального плато. Диаграммы имеют постоянный положительный наклон. Такой характер кривых плавления свидетельствует о том, что предварительная подготовка исследуемой ампулы

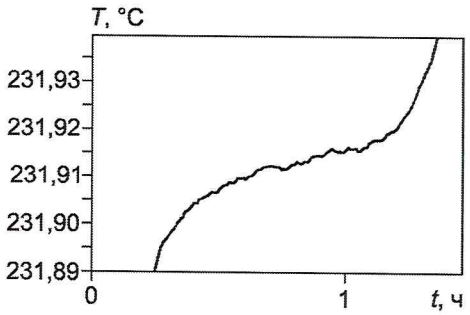

Рис. 3. Кривая плавления олова при температуре в калибраторе 233 °С

указанным выше способом не позволяет существенно выровнять концентрации примесей в объёме твёрдого олова, и неоднородность распределения примесей в объёме образца остаётся существенной. Более быстрое затвердевание с использованием специальных методов выполнить достаточно сложно, поэтому представляется нецелесообразным. Из результатов экспериментов следует вывод о невозможности применения кривых плавления олова марки ОВЧ-000 в малогабаритной ампуле для калибровки прецизионных и эталонных ПТС.

Реализация кривых затвердевания олова в малогабаритной ампуле. Реализация процесса затвердевания олова выполнялась с учётом рекомендаций по воспроизведению реперной точки олова [9, 10] в классических ампулах больших размеров с оловом чистотой более 99,9999 %. Главной особенностью процедуры затвердевания является глубокое переохлаждение жидкого олова ниже температуры затвердевания с последующей рекалесценцией (самопроизвольным увеличением температуры олова до температуры затвердевания) [10].

Процедура реализации кривых затвердевания олова выполнялась в несколько этапов. На подготовительном этапе ампула вместе с эталонным ПТС нагревалась в калибраторе до температуры 240 °С и выдерживалась при этой температуре в течение примерно 60 мин для выравнивания концентрации примесей в объёме жидкого олова. Далее при понижении температуры в калибраторе до 220 °С жидкое олово охлаждалось без извлечения ампулы из калибратора. Процесс охлаждения олова контролировался эталонным ПТС. При достижении реперного значения температуры олова 231,928 °С его охлаждение не прекращалось. Возникало переохлаждение расплавленного олова.

От чего зависит переохлаждение, точно не известно. В [10] указано, что для высокочистого олова в классических ампулах переохлаждение может достигать 25 °С. В [12] экспериментально обнаружено, что для примеси сурьмы переохлаждение уменьшается с увеличением её концентрации, и при концентрации примесей выше $2{,}5 \cdot 10^{-6}$ отпадала необходимость извлекать ампулу из печи для обеспечения процесса переохлаждения.

В исследуемой малогабаритной ампуле переохлаждение достигало значений в интервале 2,5–11 °С. Затем начинался процесс рекалесценции расплава, что регистрировалось эталонным термометром. В этот момент в калибраторе задавалась рабочая температура на 0,2–1 °С ниже температуры реперной точки для осуществления контролируемого процесса затвердевания олова

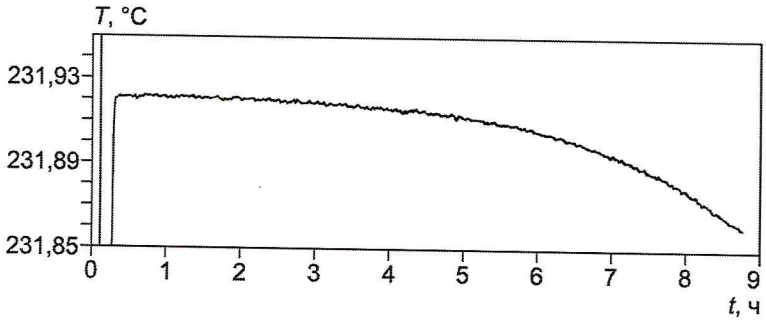

Рис. 4. Кривая затвердевания олова при температуре в калибраторе 231,80 °С

в ампуле после завершения рекалесценции. Повышение температуры олова до точки ликвидуса и установление квазистационарного режима затвердевания осуществлялись в течение 10–15 мин.

Чтобы кривые затвердевания можно было использовать для калибровки, на них должны присутствовать как можно более протяжённые горизонтальные участки плато. Это достигается увеличением продолжительности всего процесса затвердевания, т. е. уменьшением скорости кристаллизации, для чего следует увеличить рабочую температуру, приближая её значение к температуре реперной точки, а точнее, к температуре ликвидуса. На рис. 4 представлена типичная кривая затвердевания олова с протяжённым плато, полученная в калибраторе температуры RTC-700 при рабочей температуре 231,8 °С. Кривая имеет разрыв (состоит как бы из двух ветвей), так как её нижняя часть, характеризующая процесс рекалесценции, на рис. 4 не показана. После окончания процесса рекалесценции в ампуле достаточно быстро устанавливается квазистационарный режим затвердевания олова. Температура, регистрируемая эталонным ПТС, уменьшается на 8 мК в течение четырёх часов затвердевания. На начальном участке плато длительностью 1 ч температура линии ликвидуса понижается не более чем на 1–1,5 мК. Этот участок вполне пригоден для реализации оперативного метода калибровки ПТС с пределом допускаемой погрешности ±0,02 °С. Кривые затвердевания олова, даже с протяжённым плато, воспроизводятся гораздо проще, чем кривые плавления, и температура начального участка длительностью примерно 1–2 ч близка к температуре ликвидуса.

Статистическая обработка экспериментальных данных. Для кривых плавления олова такая обработка не проводилась, так как по результатам многочисленных экспериментов по их реализации был сделан вывод о нецелесообразности использования режима плавления для воспроизведения реперной точки олова в малогабаритной ампуле вследствие большой трудоёмкости и малой точности воспроизведения температуры плавления олова.

Статистическая обработка кривых затвердевания олова позволяет получить информацию о средних значениях температуры начального участка плато при квазистационарном режиме, установившемся в течение 20–25 мин после начала охлаждения расплавленного олова. По результатам обработки начальных горизонтальных участков длительностью 30 мин для десяти реализаций кривых затвердевания олова с использованием ЭТС-25 (эталонного ПТС) при рабочей температуре в калибраторе 231,81 °С получено среднее значение температуры затвердевания олова ОВЧ-000 $t_{ср}$ = 231,9237 °С. Бюджет неопределённости измерения температуры затвердевания олова ОВЧ-000 представлен в таблице.

Бюджет неопределённости измерения температуры затвердевания олова

Источник неопределённости	Неопределённость в температурном эквиваленте, °С
Случайные эффекты при измерениях (неопределённость по типу А)	0,00009
Неопределённости по типу В	
Градуировка эталонного термометра	0,00060
Нестабильность эталонного термометра за интервал между поверками	0,00058
Неточность измерителя температуры двухканального прецизионного МИТ 8.20	0,000032
Разрешающая способность (дискретность) измерителя температуры МИТ 8.20	0,0000577
Нестабильность измерителя температуры МИТ 8.20 за интервал между поверками	0,00061
Суммарная стандартная неопределённость	0,00104
Расширенная неопределённость*	0,0021

*Примечание.** Расширенная неопределённость получена умножением стандартной неопределённости на коэффициент охвата k = 2, соответствующий уровню доверия P=95 % при допущении нормального распределения.

Основные факторы, влияющие на регистрируемую температуру фазового перехода олова ОВЧ-000 в малогабаритной ампуле. Температура фазового перехода олова первого рода в малогабаритной ампуле наиболее точно регистрируется на начальном участке плато кривой затвердевания. Значение этой температуры, измеряемое эталонным ПТС, зависит от ряда факторов. Наиболее существенными в рассматриваемом случае являются давление газа в ампуле над металлом, гидростатическое давление расплавленного металла, примеси в олове, отвод тепловой энергии по корпусу термометра и нагрев чувствительного элемента термометра измерительным током. Два последних фактора приводят к изменению показаний термометра, но не влияют на температуру фазового перехода, а три первых реально изменяют температуру фазового перехода.

Влияние давления газа в ампуле над расплавленным металлом и гидростатического давления столба расплавленного

олова оценивается по методике из [9]. Газ в ампуле имеет нормальное атмосферное давление при комнатной температуре. Ампула закрыта герметично. При повышении температуры до 505 К (температура плавления олова) давление газа повышается примерно на 72 кПа, что приводит к увеличению температуры плавления на 2,4 мК. Высота столба расплавленного олова составляет 12 см. За счёт гидростатического давления температура повышается на 0,3 мК. В итоге температура реперной точки вследствие влияния давления воздуха и столба расплавленного олова увеличивается примерно на 2,7 мК.

Влияние отвода теплоты по кварцевому корпусу ЭТС-25 оценивалось по результатам сравнения измеренных значений температуры затвердевания олова этим термометром в калибраторе температуры RTC-700 при размерах выступающих частей кварцевого корпуса термометра 330 и 70 мм (последний обеспечивал большую глубину погружения). Установили, что в портативном калибраторе показания ПТС уменьшаются на 0,3 мК.

Влияние нагрева измерительным током чувствительного элемента эталонного термометра ЭТС-25 определялось в процессе измерения его сопротивления при двух различных значениях тока и приведения его к нулевому току. Нагрев термометра измерительным током при температуре затвердевания олова приводит к увеличению показаний эталонного термометра на 0,3 мК.

Наибольший вклад в смещение температуры фазового перехода дают примеси. В справочной литературе авторы настоящей статьи не обнаружили информации о зависимости температуры фазового перехода от количества примесей в олове ОВЧ-000 чистотой 99,999 %. В [11] указано, что температура затвердевания олова с концентрацией примесей $1 \cdot 10^{-6}$ понижается на 0,304 мК. Если для оценки температуры затвердевания олова с концентрацией примесей около $1 \cdot 10^{-5}$ использовать линейную экстраполяцию, то температура ликвидуса должна снизиться примерно на 3 мК. Однако авторы [11] отмечают, что в силу существенной нелинейности линии ликвидуса линейная экстраполяция не позволяет надёжно оценить смещение температуры реперной точки при малых концентрациях примесей. В частности, в олове с примесью железа линейная экстраполяция в область с концентрацией железа $1 \cdot 10^{-5}$ даёт уменьшение температуры затвердевания олова на 3 мК, тогда как экспериментально полученное изменение составляет 8 мК.

Окислы, которые могли образоваться при заполнении ампулы оловом, не влияют на температуру его фазового перехода. Это следует из результатов работ [13, 14], в которых показано, что окислы не приводят к изменению линии ликвидуса и температуры затвердевания металлов реперных точек МТШ-90. Этот результат объясняется авторами статей тем, что окислы не растворяются в металлах ни в жидком, ни в твёрдом состоянии и не влияют на процессы плавления и затвердевания металлов.

Суммируя вычисленные поправки на влияние давления, отвод тепловой энергии по корпусу термометра и нагрев чувствительного элемента ПТС измерительным током, получаем, что температура затвердевания олова ОВЧ-000 в малогабаритной ампуле понижается вследствие влияния примесей примерно на 7 мК относительно температуры затвердевания чистого олова.

Заключение. Результаты исследования показали, что воспроизведение кривых плавления олова марки ОВЧ-000 чистотой 99,999 % в малогабаритной ампуле оказывается более трудоёмкой процедурой, чем в случае галлия и индия. Специальная подготовительная процедура, включающая быстрое затвердевание расплавленного металла с однородной концентрацией примесей и предшествующая воспроизведению процесса плавления, не обеспечивает однородности распределения примесей в объёме затвердевшего олова данной марки. Осуществление более быстрого затвердевания специальными методами достаточно сложно и представляется нецелесообразным. Результирующие кривые плавления не имеют горизонтального участка и не могут быть использованы для калибровки прецизионных ПТС.

Кривые затвердевания олова воспроизводятся гораздо проще, чем его кривые плавления, и температура начального участка горизонтального плато длительностью 1–2 ч близка к температуре точки ликвидуса. Температура ликвидуса олова ОВЧ-000 чистотой 99,999 % в малогабаритной ампуле, фиксируемая эталонным ПТС на начальном участке длительностью 0,5 ч, составляет 231,9237 °С.

Полученные экспериментальные результаты подтверждают возможность применения отечественного коммерческого олова ОВЧ-000 для изготовления доступных малогабаритных ампул, предназначенных для калибровки и поверки малогабаритных прецизионных ПТС с металлическим корпусом на уровне эталонных ПТС 2-го разряда.

Литература

1. **Крюков А. В., Курилёнок К. В., Полунин С. П., Окладников В. М.** Реперные точки в составе калибраторов температуры КТ-500 и КТ-650 // Измерительная техника. 2007. № 6. С. 57–59.

2. **Пат. 2334960 РФ.** Малогабаритная ампула реперной точки для градуировки прецизионных термометров и термопреобразователей в калибраторах температуры твердотельными термостатами / Е. В. Васильев, А. А. Игнатов, А. Н. Бахарев // Изобретения. Полезные модели. 2008. № 27.

3. **Васильев Е. В., Кононогов С. А.** Мини-ячейки для воспроизведения кривых плавления галлия и индия в микропроцессорных калибраторах температуры // Измерительная техника. 2010. № 10. С. 46–49.

4. **Пат. 2401998 РФ.** Способ контроля стабильности эталонных и прецизионных термометров в процессе их эксплуатации / Е. В. Васильев, А. А. Игнатов, А. Н. Бахарев // Изобретения. Полезные модели. 2010. № 29.

5. **Васильев Е. В., Игнатов А. А.** Система и способ оперативного контроля стабильности эталонных и прецизионных термометров в процессе их эксплуатации // Приборы. 2011. № 6. С. 50–59.

6. **Васильев Е. В., Игнатов А. А.** Исследование стабильности циклического воспроизведения начального участка плато кривой плавления галлия в малогабаритных ампулах // Законодательная и прикладная метрология. 2011. № 3. С. 23–24, 37–40.

7. **Васильев Е. В., Краснополин И. Я.** Методы и средства калибровки малогабаритных ампул реперной точки галлия // За-

кондательная и прикладная метрология. 2011. № 3. С. 41–47.

8. **ГОСТ 860–75.** Олово. Технические условия.

9. **Guide** to the Realization of the ITS-90. Metal Fixed Points for Contact Thermometry. [Офиц. сайт]: https://www.bipm.org/utils/common/pdf/ITS-90/Guide-ITS-90-MetalFixedPoints-2015.pdf (дата обращения: 10.01.2017).

10. **Strouse G. F., Moiseeva N. P.** Tin Freezing-Point Standard – SRM 741a. NIST Special Publication 260-138, June 1999.

11. **Fellmuth B., Hill K. D.** Estimating the influence of impurities on the freezing point of tin // Metrologia. 2006. V. 43. No. 1. P. 71–83.

12. **Zhang J. T., Rudtsch S., Fahr V.** The Influence of Antimony on the Tin Point // Intern. J. Thermophysics. 2008. V. 29. No. 1. P. 151–157.

13. **Fahr M., Rudtsch S.** Oxides in metal fixed points of the ITS-90 // Metrologia. 2009. V. 46. No. 5. P. 423–438.

14. **Fahr M., Rudtsch S., Aulich A.** Further Findings of Impurity Precipitation in Metal Fixed Points // Intern. J. Thermophysics. 2011. V. 32. No. 11–12. P. 2239–2251.

Дата принятия: 07.02. 2018.

РАДИОТЕХНИЧЕСКИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

621.317

Аппаратно-программный комплекс для измерения электрического сопротивления металлов и сплавов при высоких температурах

М. Ю. ЧЕРНОСКУТОВ, А. Д. ИВЛИЕВ, В. В. МЕШКОВ, А. О. САМОЙЛОВ, А. С. СОСНИН

Российский государственный профессионально-педагогический университет
Екатеринбург, Россия, e-mail: mikhail.chernoskutov@gmail.com

Рассмотрен программно-аппаратный комплекс экспериментальной установки, предназначенной для измерения электрического сопротивления металлических проводников при высоких температурах. Предложены конструкции отдельных элементов, позволяющие обеспечить стабильную работу и высокую точность получаемых результатов измерений. Апробация комплекса выполнена на АРМКО-железе.

Ключевые слова: *электрическое сопротивление, четырёхзажимный метод измерения, цифровая обработка информации.*

Paper shows design of experimental software-hardware setup for measuring the electric resistance of metal conductors at high temperatures. The designs of separate elements, providing stable work and high accuracy of the measurements results are offered. Measurement of electrical resistance of iron ARMCO is conducted for testing purpose.

Key words: *electrical resistance by four-probe measurement method, digital signal processing.*

Измерения электрического сопротивления материалов имеют большое практическое значение. Несмотря на длительную историю развития и применения соответствующих методов, в настоящее время работы по совершенствованию процесса измерений активно продолжаются [1]. Значительный интерес, в частности, вызывает измерение электрического сопротивления хороших проводников при высоких температурах. Однако полезные сигналы при этом слишком малы, из-за чего влияние шумов и помех на результат измерений весьма существенно. Естественным выходом в сложившейся ситуации становится применение фильтрации сигналов, позволяющей ослабить вредное воздействие помех. Методы и средства цифровой обработки сигналов позволяют сравнительно простыми техническими средствами решить ряд задач, таких как увеличение точности и автоматизация процесса измерений [2].

В настоящей работе описана разработанная авторами конструкция установки (программно-аппаратного комплекса), предназначенной для измерения электрического сопротивления металлических проводников, находящихся в твёрдом состоянии, в диапазоне температур 300–2000 К.

Метод измерений. Общая схема установки. Хорошие проводники электричества – это металлы и сплавы. Для оценки их электропроводности были разработаны различные методы [3]. Например, методы, основанные на законе Ома, позволяют получить абсолютное значение электрического сопротивления, что делает эти методы более привлекательными. Однако при использовании данных методов возникает проблема обработки полезных сигналов, поскольку электрическое сопротивление соответствующих образцов невелико: обычно оно значительно меньше 1 Ом. Следовательно, сопротивление электрических контактов, по которым протекает электрический ток, имеет сопоставимое зна-