

А.Ф. Бродников, Н.А. Вихарева

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ ТЕПЛОНОСИТЕЛЯ В ЖИДКОСТНОМ ТЕРМОСТАТЕ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ ФАЗОВОГО ПЕРЕХОДА «ЗАТВЕРДЕВАНИЯ» НАТРИЯ В МИНИАТЮРНОЙ АМПУЛЕ РЕПЕРНОЙ ТОЧКИ С МАССОЙ НАВЕСКИ 0,4 Г

Аннотация

Предложена и экспериментально проверена методика определения действительной температуры теплоносителя с использованием реперной точки затвердевания натрия в миниатюрной ампуле и многоспайной дифференциальной термодпары. Методика позволяет определить неоднородность температурного поля в рабочем объеме термостата, а также нестабильность поддержания установленной температуры.

Ключевые слова: реперная точка, миниатюрная ампула, затвердевание натрия, жидкостный термостат, воспроизведение и передача единицы, неоднородность, нестабильность, дифференциальный метод.

В последние два десятилетия после принятия Международной температурной шкалы МТШ-90 [1] наметилась тенденция к существенному совершенствованию аппаратуры для реализации реперных точек, основанных на фазовых переходах первого рода в чистых веществах. Эта аппаратура традиционно состоит из теплового блока с ампулой, содержащей обычно более 1 кг высокочистого вещества, и устройства задания температурного режима, например специальной трубчатой печи. Аппаратура содержит также электронные блоки, осуществляющие измерения, автоматическое поддержание и многоканальное регулирование температуры печи [2].

К первому этапу модернизации аппаратуры реперных точек можно отнести переход от электронных блоков, размещенных в громоздких напольных стойках значительных размеров, к малогабаритным блокам, которые можно установить на обычном лабораторном столе. Это стало возможным благодаря использованию микропроцессорных устройств, выполняющих функции измерений, цифрового регулирования и обработки измерительной информации.

Второй этап заключается в тенденции создания малогабаритных ампул с чистым веществом массой около 300 г [3] и даже миниатюр-

ных ампул, содержащих менее 10 г чистого вещества [4].

Эта тенденция объясняется следующими факторами:

- намного более низкой стоимостью ампул за счет малого количества дорогого, высокой чистоты вещества;
- удобством транспортировки миниатюрных ампул при сличениях эталонов и при передаче шкалы;
- практически мгновенным (для тепловых процессов) выходом на стационарный режим, соответствующим температуре фазового перехода;
- компактностью всего теплового блока с миниатюрной ампулой.

Миниатюрные ампулы, кроме того, имеют еще одно важное преимущество – это возможность практически безопасного использования для реперных точек химически активных и других опасных веществ [5]. Примером тому является тройная точка ртути, реализованная в цилиндрической ампуле диаметром около 5 мм и высотой 60 мм, содержащей 7 г ртути [6]. Погрешность воспроизведения единицы температуры в такой ампуле, как показали международные сличения, не превышает 0,1 мК.

Рассмотрены некоторые дополнительные особенности реализации реперных точек на основе миниатюрных ампул. Ранее [7] было показано, что если навеска вещества в ампуле имеет молярную теплоту плавления Δh и молярную теплоемкость c_μ , то период $\Delta\tau$ стабилизации температуры (площадки) плавления (затвердевания) навески равен

$$\Delta\tau = \Delta h / c_\mu v, \quad (1)$$

где v – скорость нагревания (охлаждения) вещества до площадки фазового перехода.

Это соотношение показывает важную особенность рассматриваемого процесса – независимость продолжительности площадки на кривой плавления или затвердевания от массы навески чистого вещества. Продолжительность площадки при этом обратно пропорциональна скорости нагревания или охлаждения навески. Поэтому при медленном подходе к температуре перехода площадка может быть достаточно продолжительной и составлять несколько часов. Этот вывод является важным аргументом в пользу перспективности разработки миниатюрных ампул, так как длительность фазового перехода относится к важнейшей характеристике реперных точек.

В настоящее время при проведении различных измерений температуры широко применяются жидкостные переливные термостаты, предназначенные для поддержания постоянной температуры. В руководстве по эксплуатации данных термостатов указано, что они предназначены для проверки и калибровки стеклянных и манометри-

ческих термометров, а также преобразователей температуры. При проверке самих термостатов чаще всего применяют эталонные платиновые термометры сопротивления, которые имеют ряд недостатков: например, эти термометры не всегда возможно погрузить в рабочую камеру термостата на достаточную глубину, указанную в руководстве по эксплуатации. Есть утверждение, что для измерения профиля температурного поля рабочей камеры термостата достаточно, чтобы чувствительный элемент эталонного термометра находился в контакте с термометрической жидкостью, но тогда происходит большой отвод тепла по защитному чехлу термометра. Метрологическая надежность таких термометров зависит от правильности их эксплуатации, транспортировки и условий хранения.

Авторами проведены исследования по определению неоднородности и нестабильности значений температуры, воспроизводимых жидкостными термостатами, при помощи миниатюрной реперной точки натрия с массой навески менее 1 г. Для этого ампулу погружают в стеклянную пробирку и размещают ее в рабочей камере термостата, устанавливая в нем температуру T_2 (период времени τ_2 – τ_3), превышающую температуру T_Φ плавления металла, находящегося в ампуле (период времени τ_1 – τ_2) (рис. 1). Затем термостат охлаждают (период времени τ_3 – τ_4) от температуры T_2 до T_0 , которая немного ниже значения температуры T_X начала кристаллизации расплава. После начала затвердевания (момент времени τ_5) в термостате устанавливают темпе-

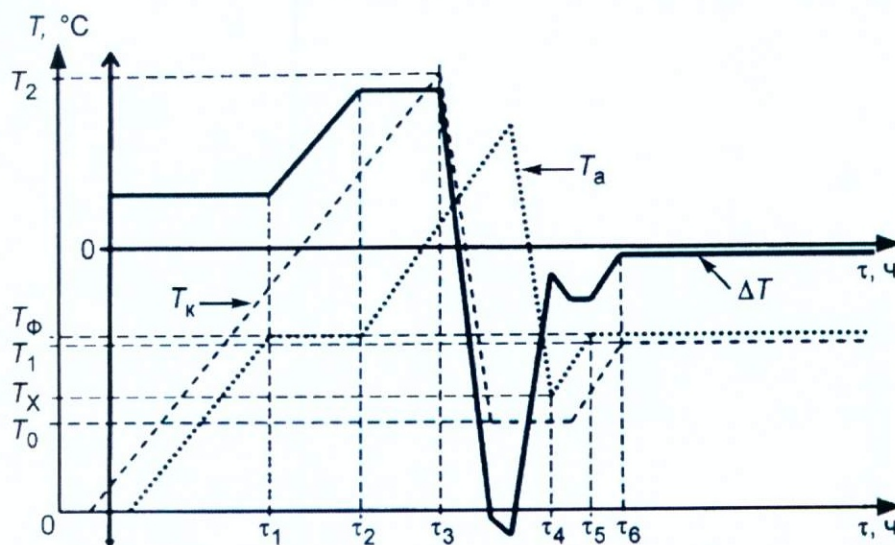


Рис. 1. Температурный режим термостата T_k , ампулы T_a и разности ΔT этих температур

ратуру T_1 , максимально близкую к температуре T_{ϕ} затвердевания. Чем ближе значения T_1 к T_{ϕ} , тем больше стабильность температуры после периода времени τ_0 и продолжительность процесса затвердевания. Эту закономерность обычно применяют при реализации наиболее длительной и хорошо воспроизводимой тройной точки воды: ампулу с водой помещают в тающий лед, температура которого ниже температуры тройной точки всего на 0,01 К.

Для уменьшения отвода тепла по измерительным проводам была изменена конструкция измерительной ячейки. Для этого в стеклянной пробирке из кварцевого стекла диаметром 16 мм расположили миниатюрную ампулу реперной точки натрия с массой навески 0,4 г, диаметром 9,5 мм и высотой 20 мм (рис. 2); внутри ампулы в изолированном от натрия канале расположили контрольный пленочный термометр фирмы «Heraeus» размером 2×2 мм.

Во внутренней полости стеклянной пробирки, между внутренней стенкой пробирки и миниатюрной ампулой, расположили многоспайную дифференциальную медь-константановую термопару МК(Т). Одни опорные спаи термопары прикреплены к миниатюрной ампуле, а вторые, рабочие, спаи – к пластинкам из медной фольги с размерами $70 \times 4 \times 0,1$ мм, которые размещены равномерно под углом 90° к внутренней стенке стеклянной пробирки (рис. 3).

Во избежание короткого замыкания медных пластин и их плотного прилегания к внутренним стенкам пробирки нижние и верхние части медных пластин приклеены к поролоновым дискам. Сигналы эталонного и контрольного термометров измеряли прецизионным измерителем сигналов «Теркон», а сигналы дифференциальной термопары – измерителем универсальным прецизионным В7-99. Измерительные приборы для контроля и регистрации процес-



Рис. 2. Миниатюрная ампула реперной точки натрия

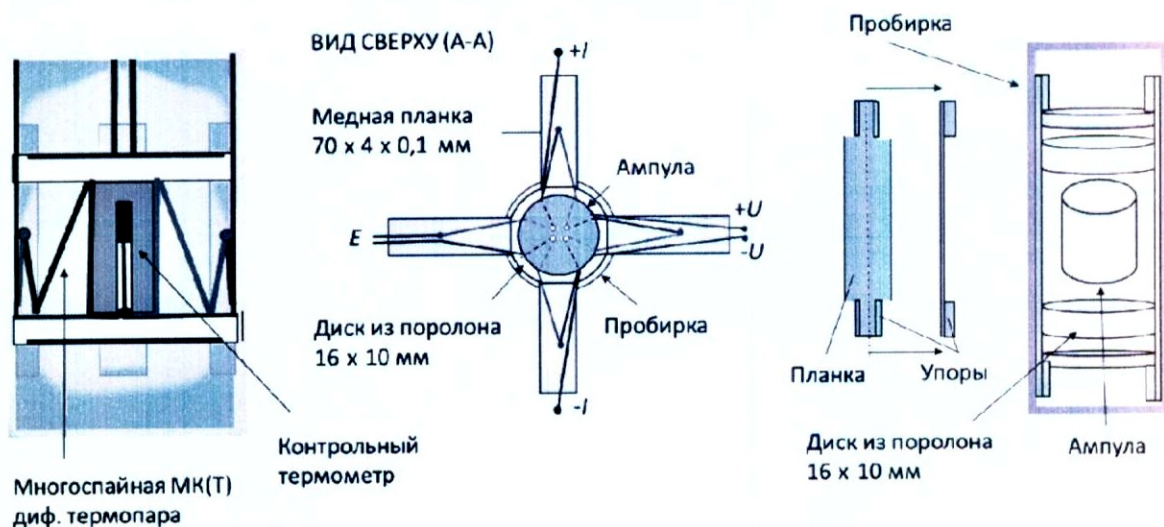


Рис. 3. Расположение миниатюрной ампулы в стеклянной пробирке

са измерения подключали к персональному компьютеру.

Для определения температурного поля рабочей ванны жидкостного термостата располагали эталонный термометр сопротивления ПТСВ-4 2-го разряда и миниатюрную ампулу реперной точки натрия в области чувствительного элемента эталонного термометра. Для проведения измерений следовало:

- 1) включить термостат и установить задатчиком температуры в жидкостном термостате «Термотест-100» температуру, равную 100 °С, что соответственно больше температуры фазового перехода «плавления» натрия;
- 2) после завершения фазового перехода «плавления» натрия и стабилизации температуры 100 °С, контролируемой эталонным и контрольным термометрами, установить задатчиком температуры термостата температуру, равную 96,2 °С, что соответственно меньше температуры фазового перехода «затвердевания» натрия;
- 3) по графику контрольного термометра определить начало кристаллизации натрия («пик») и, как только зарегистрировано начало кристаллизации, установить задатчиком термостата температуру, равную 97,78 °С;
- 4) в течение 20 мин наступления стабилизации температуры заданного температурного режима в термостате продолжать фиксировать показания измерительных приборов и постепенно повышать температуру задатчиком температуры термостата на 0,01 °С с одинаковыми временными отрезками протяженностью около 20 мин (табл. 1) до достижения нулевой разности показаний дифференциальной многоспайной термопары, регистрируемой на дис-

плее В7-99 и на графике управляющей программы измерителя на дисплее ПК;

- 5) когда показания дифференциальной медь-константановой термопары на дисплее В7-99 составили $+0,0000 \pm 0,0001$ мВ, показания эталонного термометра ПТСВ-4 2-го разряда составили 97,804 °С, а контрольного термометра фирмы «Heraeus» – 97,974 °С. Отсюда следует, что показания калибруемого термометра ПТСВ (97,804 °С) существенно завышены, так как после завершения перехода температура ампулы стала понижаться, а не повышаться.

Для уточнения этих показаний было проведено сличение термометра ПТСВ с эталонным термометром 0-го разряда из состава вторичного эталона температуры ФГУП «СНИИМ» с пределами допускаемой погрешности ± 5 мК. Выяснилось, что термометр ПТСВ завышает температуру на 18 мК, а следовательно, ее действительное значение соответствует значению 97,786 °С.

Доверительная погрешность эталонного термометра ПТСВ-4 2-го разряда при доверительной вероятности 0,95 в диапазоне 30...150 °С составляет $\pm 0,02$ °С, что ограничивает возможность более точного проведения измерения температуры теплоносителя. При помощи 4-спайной дифференциальной медь-константановой термопары, имеющей чувствительность при температуре фазового перехода $S = 184$ мкВ/°С, и миниатюрной реперной точки натрия, а также с учетом допускаемой абсолютной погрешности универсального прецизионного измерителя В7-99 в диапазоне ± 300 мВ, составляющей $\pm (1,5 \cdot 10^{-3} + 4,5 \cdot 10^{-5} \cdot |U|)$ мВ, (где U – измеренное напряжение), определяем температуру теплоносителя до ± 5 мК, что позволяет приписать такой реперной

Таблица 1

Номер ступени повышения и понижения температуры задатчиком термостата	Показания эталонного термометра ПТСВ 2-го разряда, °С	Показания дифференциальной многоспайной термопары МК(Т), мкВ	Отклонения температуры от фазового перехода «затвердевания» натрия, °С
1	97,772	0,0028	-0,015
2	97,778	0,0022	-0,012
3	97,786	0,0016	-0,009
4	97,795	0,0008	-0,005
5	97,804	0,0001	-0,0006
6	97,757	0,0042	-0,023

точке более точное значение температуры в целях аттестации ее в дальнейшем в качестве однозначной эталонной меры температуры 1-го разряда в соответствии с действующей поверочной схемой для средств измерений температуры.

Если обеспечить поддержание нулевой разности показаний дифференциальной термопары между миниатюрной ампулой реперной точки натрия и внутренней стенкой стеклянной пробирки, то при таком температурном режиме теплоносителя термостата длительность фазового перехода затвердевания натрия может длиться до бесконечности. Экспериментально была подтверждена регистрация фазового перехода затвердевания натрия при показаниях дифференциальной термопары ($0,0000 \pm 0,0001$) мКВ, температура которого, по показаниям контрольного термометра фирмы «Heraeus», составила ($97,794 \pm 2$) мК в течение 48 ч, которая была прервана нами принудительно.

Таким образом, экспериментально подтверждена возможность использования миниатюрной ампулы реперной точки затвердевания натрия для определения погрешности воспроизведения, неоднородности и стабильности температуры в жидкостных термостатах. Достоинствами рассмотренной методики по сравнению с традиционной, основанной на использовании эталонных платиновых термометров, являются простота и надежность реализующих ее устройств. Методику можно использовать при аттестации (поверке) жидкостных термостатов с применением миниатюрных ампул с реперными точками других щелочных металлов.

Список литературы:

1. Preston-Thomas H. The International Scale of 1990 (ITS-90) // Metrologia. 1990. № 27. С. 70-75.
2. Кушин Т. Температура. – М.: Мир, 1985. 448 с.
3. Шевелев Ю.В., Черепанов В.Я. Реализация реперных точек температурной шкалы в малогабаритных ампулах // Измерительная техника. 2004. № 2. С. 39-42.
4. Бродников А.Ф., Черепанов В.Я. Результаты исследований и перспективы использования миниатюрных ампул реперных точек для воспроизведения и передачи температурной шкалы // Измерительная техника. 2009. № 10. С. 49-52.
5. Бродников А.Ф., Черепанов В.Я. Методика воспроизведения и передачи единицы температуры реперными точками в миниатюрных ампулах // Измерительная техника. 2016. № 1. С. 41-42.
6. Szmyrka-Grzebiak A., Lipinski L. Криогенные эталоны в Польше // Приборы. 2007. № 7. С. 16-19.
7. Бродников А.Ф., Черепанов В.Я. // Анализ возможностей создания новых реперных и постоянных точек температурной шкалы // Приборы. 2007. № 8. С. 15-19.

Александр Федорович Бродников,
канд. техн. наук, научный сотрудник,
Институт ядерной физики
им. Г.И. Будкера СО РАН,
Надежда Анатольевна Вихарева,
канд. техн. наук, доцент,
кафедра специальных устройств,
инноватики и метрологии,
Сибирский государственный университет
геосистем и технологий,
г. Новосибирск,
e-mail: A.F.Brodnikov@inp.nsk.su

РУКОВОДИТЕЛЯМ ПРЕДПРИЯТИЙ И ОРГАНИЗАЦИЙ!

Вы ищете новые рынки для реализации своей продукции?

Журнал «ПРИБОРЫ» предлагает свои страницы для размещения Вашей рекламы и объявлений!

Публикуем объявления о проведении тендеров и презентаций.

Тел.: (495) 695-10-70, тел./факс: (495) 695-10-71,
e-mail: kavalerov@mail.ru