

**А.В. Крюков, В.М. Окладников, С.П. Полуни**

## **КАЛИБРАТОР ТЕМПЕРАТУРЫ «ЭЛЕМЕР-КТ-650К» КАК ТЕРМОСТАТ РЕПЕРНОЙ ТОЧКИ**

### **Аннотация**

Исследовано влияние параметров калибратора «ЭЛЕМЕР-КТ-650К» на характеристики реперных точек индия, олова и цинка. Определено, что калибратор с дополнительной внешней зоной не влияет на температуру плато. Показано, что изменение температуры уставки не смещает температуру плато, а влияет на его длительность. Установлено равенство температур затвердевания и плавления в пределах  $\pm 0,0005$  °С. Разработан смешанный режим затвердевания-плавления. Автоматизирован процесс реализации реперной температуры в калибраторе «ЭЛЕМЕР-КТ-650К».

**Ключевые слова:** реперные точки, температура затвердевания-плавления, калибратор температуры.

Устройство для воспроизведения температуры точки затвердевания (плавления) металлов включает в себя ампулу с металлом и термостат. В качестве термостатов могут служить твердотельные калибраторы температуры. Отдельные их модификации имеют двойное назначение: калибратор для поверки рабочих средств измерений (СИ) и термостат реперной точки. Основные требования к термостатам изложены в [1].

Для калибраторов в НПП «ЭЛЕМЕР» разработаны реперные точки с металлическими ампулами для реализации температурной шкалы в диапазоне от 234,3156 до 692,677 К. Эти точки являются рабочими эталонами 1-го разряда согласно ГОСТ 8.558–2009, сертифицированы и внесены в Госреестр СИ (№ 67974-17). В работе [2] были приведены результаты измерения таких точек индия, олова и цинка в калибраторах КТ-650, серийно выпускаемых НПП «ЭЛЕМЕР». Поскольку высота ампул примерно равна глубине колодца в КТ-650 (210 мм), потребовалось увеличить последнюю путем размещения на калибраторе внешней съемной температурной зоны (рис. 1). Это позволило реализовать плато затвердевания с характеристиками, достаточными для градуировки эталонных термометров 2-го и 3-го разрядов.

Для точки цинка полученные результаты были заметно хуже, чем для точек индия и олова. Также в [2] не были определены требования к степени близости температуры калибратора (уставки)

к температуре точки, напрямую влияющей на потери тепла ампулой и длительность плато затвердевания. Данная характеристика важна еще и потому, что дает оценку допустимой нестабильности температуры калибратора за его межповерочный интервал.

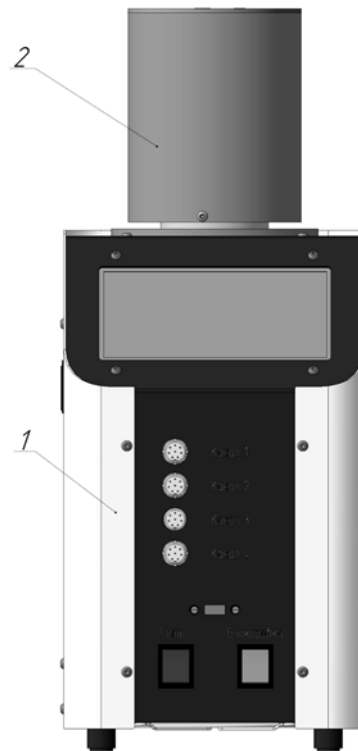


Рис. 1. Внешний вид калибратора температуры «ЭЛЕМЕР-КТ-650К»: 1 – калибратор; 2 – внешняя съемная зона

Другим интересным аспектом данной задачи является использование реперных точек в режиме не только затвердевания, но и плавления металла. А появление программируемых калибраторов ставит вопрос об автоматизации всего процесса реализации реперных точек.

Рассматриваемая работа посвящена:

- 1) исследованию влияния параметров калибратора «ЭЛЕМЕР-КТ-650К» на характеристики реперных точек: значение температуры точки и длительность плато;
- 2) сравнению режимов затвердевания и плавления;
- 3) определению возможности реализации реперной точки в автоматическом режиме.

### 1 Влияние параметров калибратора

Важнейшим условием при реализации реперной точки является достаточно глубокая, однородная по температуре зона-колодец, в которой размещается ампула. Как упоминалось выше, в «ЭЛЕМЕР-КТ-650К» для увеличения глубины использовалась внешняя зона. В рассматриваемой работе проводилось сравнение характеристик точек при использовании трех исполнений термостатов.

*Первым исполнением* термостата реперной точки был калибратор с «пассивной» зоной, которая нагревалась только за счет специально организованного теплового контакта с термостатирующим блоком калибратора. По сравнению с [2] улучшена тепловая связь с калибратором и уменьшены тепловые потери.

*Второе исполнение* – калибратор с «активной» зоной с нагревателем и датчиком температуры, включенными в систему регулирования температуры. Температура «активной» зоны поддерживалась равной температуре калибратора в пределах  $\pm 0,5$  °С.

*Третье исполнение* – специализированный термостат, предназначенный для точек, входящих в состав вторичного эталона температуры, и имевший глубину колодца 500 мм. Именно в таком термостате проводилась аттестация рассматриваемых ампул. Этот термостат был принят за «эталон».

Габариты ампулы: диаметр 36 мм, высота 220 мм. До начала исследований в каждой из точек в расплаве металла (выше температуры фазового перехода на 2...3 °С) проводилась внутренняя настройка калибратора для того, чтобы минимизировать градиент по высоте в канале

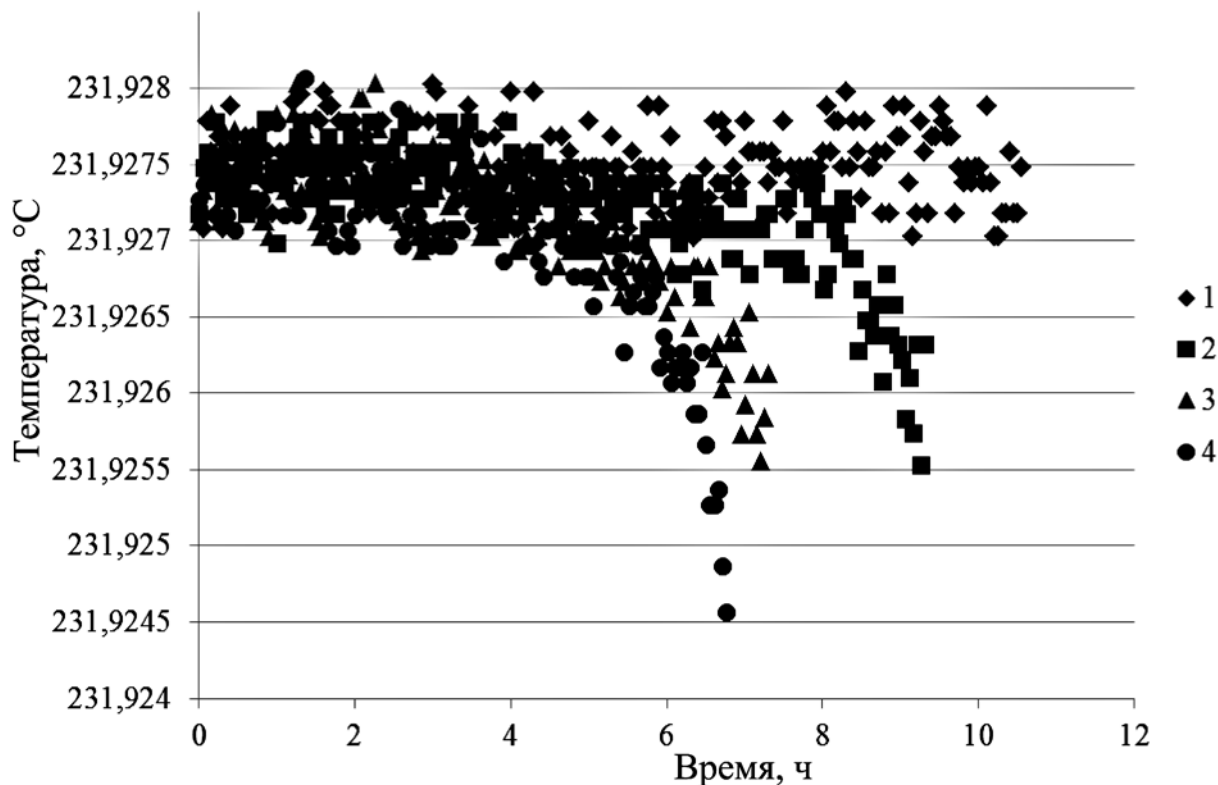


Рис. 2. Вид плато затвердевания Sn при различных уставках «ЭЛЕМЕР-КТ-650К»: 1 – 231,8 °С; 2 – 231,7 °С; 3 – 231,6 °С; 4 – 231,5 °С

ампулы. Градиент измерялся с помощью эталонного термометра сопротивления ЭТС-25 при его подъеме на разную высоту. В результате настройки градиент не превышал 0,01 °С на высоте до 80 мм от дна канала.

Измерителем сопротивления ЭТС-25 являлся термометр цифровой эталонный ТЦЭ-005/М2. В процессе реализации плато фиксировались значения температуры с интервалом 3 мин. Линейная часть плато – 300...800 мин (100...300 точек) обрабатывалась методом наименьших квадратов. Отсюда определялись температура начала затвердевания и наклон плато. Длительность плато оценивалась по отклонению от линейной части на 0,001 °С.

### Влияние температуры уставки

Реализация плато при четырех разных уставках – отклонениях температуры калибратора от температуры точки, равных 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 °С ниже температуры точки, показала независимость температуры точки от уставки в пределах  $\pm 0,0002$  °С. Различными были лишь длительности плато. Последнее понятно, так как с увеличением отклонения увеличиваются тепловые потери ампулы. В качестве примера на *рис. 2* представлены графики для точки олова. Наглядно показано, что наилучшие результаты получаются при уставках  $-0,1...-0,2$  °С. Но и при уставках  $-0,3...-0,4$  °С длительность плато составляет не менее 5 ч.

### Сравнение термостатов

Для каждой из точек индия, олова и цинка проводились измерения с использованием всех трех исполнений термостатов. Результаты многократных измерений температур точек, проведенные в разных термостатах, усреднены и приведены в *табл. 1*.

Из *таблицы* видно, что в пределах погрешности измерений порядка  $\pm 0,0006$  °С термостат с активной зоной соответствует эталонному термостату. Термостат с пассивной зоной имеет неплохие характеристики для точек индия и олова.

В точке цинка наблюдается отклонение в 0,003...0,004 °С, что согласуется с результатами [2]. Термостат с пассивной зоной выглядит более привлекательным в силу простоты своей конструкции.

Другим результатом измерений является то, что длительности плато составляют от 10 до 15 ч.

## 2 Режим плавления

Плато плавления реализовывалось путем задания уставки калибратора на 0,2...0,5 °С выше температуры точки. Для всех точек (индия, олова, цинка) получено совпадение температур затвердевания и плавления в пределах шумовой составляющей измерений  $\pm 0,0005$  °С.

Более интересным представляется смешанный вариант попеременной реализации плато затвердевания и плавления. Сначала стандартным образом осуществляется выход на плато затвердевания с уставкой ниже температуры точки на 0,3 °С. Затем с некоторой периодичностью (в приводимом варианте – через 1 ч) уставка изменяет свой знак относительно температуры точки. С такой же периодичностью процесс затвердевания сменяется плавлением. Это позволяет заметно увеличить длительность плато. Соответствующий график такого смешанного процесса плавления-затвердевания представлен на *рис. 3*. График, в частности, подтверждает равенство температур плавления и затвердевания в пределах  $\pm 0,0005$  °С.

## 3 Автоматический режим реализации реперной точки

Калибратор температуры «ЭЛЕМЕР-КТ-650К» имеет одноплатный компьютер с сенсорным экраном, работающий под управлением специального встроенного программного обеспечения. Широкие функциональные возможности калибратора позволяют автоматизировать процесс реализации реперной температуры. Для этого в «ЭЛЕМЕР-КТ-650К» имеется режим работы «профиль». Он состоит в последовательном воспроизведении нескольких температурных то-

Таблица 1

Температуры точек для различных исполнений термостатов

№ п/п	Исполнение термостата	Отклонение от температуры, полученной в эталонном термостате, °С		
		Индий	Олово	Цинк
1	С пассивной зоной	$-0,0002 \pm 0,0004$	$-0,0009 \pm 0,0004$	$-0,0038 \pm 0,0009$
2	С активной зоной	$0,0 \pm 0,0004$	$-0,0004 \pm 0,0004$	$+0,0002 \pm 0,0006$

чек. Каждая из точек характеризуется следующим набором параметров:

- температура точки;
- скорость (регулируемая) изменения температуры при переходе с одной точки на другую;
- время нахождения в данной точке.

Для каждой из реперных точек создан свой «профиль», состоящий из трех этапов. Рассмотрим, например, «профиль» для точки олова.

На 1-м этапе происходит нагрев калибратора от комнатной температуры до 242 °С со скоростью 10 °С/мин. Затем калибратор выдерживается при данной температуре 100 мин. За это время происходят нагрев ампулы с металлом, плавление металла и нагрев расплава до 240...242 °С.

На 2-м этапе калибратор переходит на температуру 226 °С и выдерживается 20 мин. За это время ампула охлаждается до момента начала образования твердой фазы.

На 3-м этапе калибратор выходит на рабочее значение уставки 231,8 °С на произвольное время – вплоть до 15...20 ч.

Все осуществляется автоматически, без участия оператора. После начала 3-го этапа оператору подается соответствующее сообщение. Далее он должен стимулировать образование твердой фазы вокруг канала ампулы путем кратковремен-

ного помещения в канал холодного стержня нужного диаметра. На практике достаточно первый градуируемый термометр поместить в ампулу без предварительного подогрева. Время выхода точки на плато (при начальной температуре, равной комнатной) составляет: 110 мин для точки индия, 155 мин – для олова и 195 мин – для цинка.

Режим «профиль» позволяет легко автоматизировать и процесс затвердевания-плавления. Представленный на *рис. 3* график получен именно таким образом.

В дополнение к изложенному уместно отметить, что в «ЭЛЕМЕР-КТ-650К»:

- может легко реализовываться точка плавления галлия;
- точка олова реализуется без извлечения ампулы из калибратора;
- имеется канал для предварительного подогрева градуируемых термометров.

### Выводы

1. Калибратор «ЭЛЕМЕР-КТ-650К» с внешней съемной температурной зоной позволяет реализовывать реперные точки индия, олова и цинка с погрешностью, приписанной самим ампулам, без внесения дополнительной погрешности.

Длительность плато – до 15 ч.

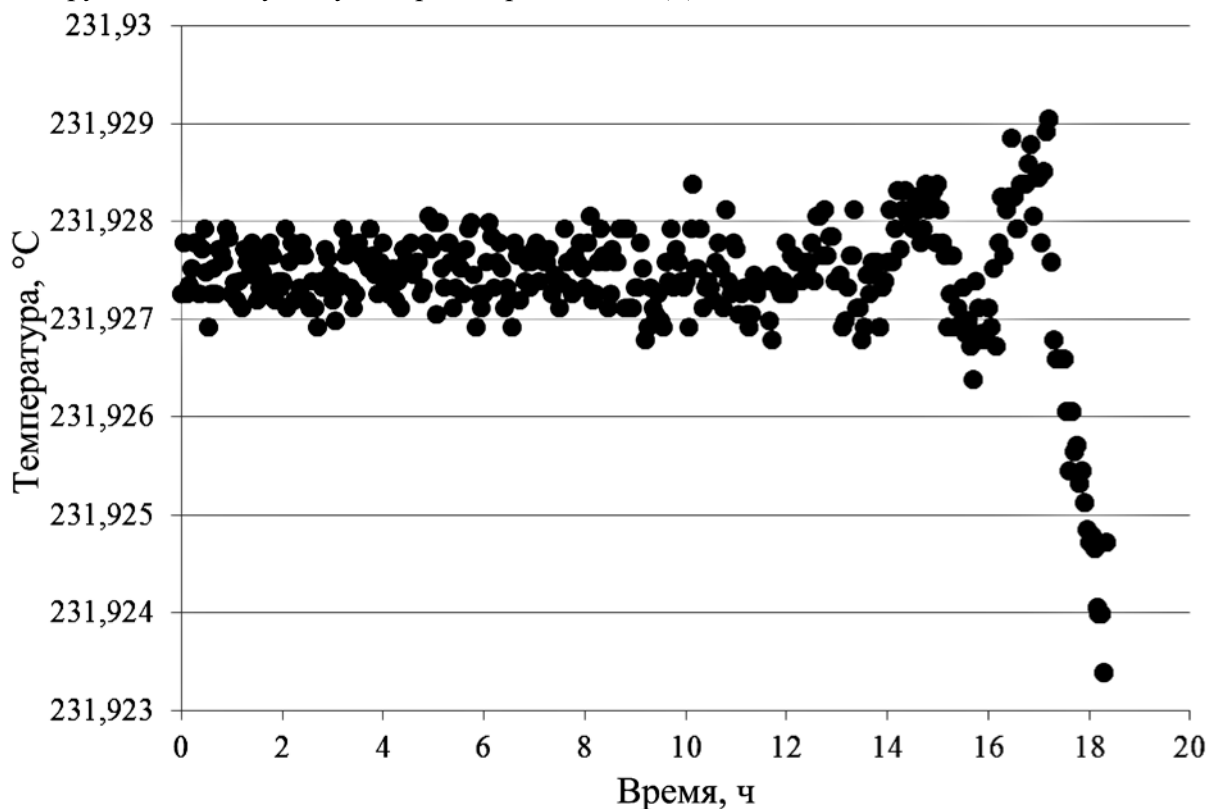


Рис. 3. Вид плато затвердевания-плавления Sn при переменной уставке «ЭЛЕМЕР-КТ-650К»

2. Изменение уставки на 0,1...0,2 °С приводит к незначительному уменьшению длительности плато без изменения его температуры.

Эта величина определяет требование к долговременной стабильности метрологических характеристик термостата за межповерочный интервал.

3. Для увеличения длительности плато возможна реализация смешанного процесса затвердевания-плавления.

4. Встроенное программное обеспечение позволяет автоматизировать процесс реализации реперной температуры.

В заключение необходимо сказать, что НПП «ЭЛЕМЕР» осуществляет поставки комплексов оборудования для работы с реперными точками в составе: набор ампул реперных точек, калибратор температуры с внешней зоной, измеритель цифровой, ноутбук с установленным программным обеспечением. Все оборудование сертифицировано.

*Список литературы:*

1. ГОСТ 8.814–2013 Ампулы для реализации реперных точек температурной шкалы в диапазоне от 273,15 до 1234,93 К. Методы поверки и калибровки.
2. Крюков А.В., Куриленок К.В., Полунин С.П., Окладников В.М. Реперные точки в составе калибраторов температуры КТ-500 и КТ-650 // Измерительная техника. 2007. № 6. С. 59.

*Александр Вячеславович Крюков,  
канд. физ.-мат. наук, начальник ОЭРИ,  
Виталий Михайлович Окладников,  
генеральный директор,  
Сергей Петрович Полунин,  
канд. техн. наук, начальник ОЭПТ,  
ООО НПП «ЭЛЕМЕР»,  
г. Москва,  
e-mail: ak56@yandex.ru*

**Международное научно-техническое общество приборостроителей и метрологов (МНТО ПМ) –  
учредитель и издатель журнала «Медицинская техника».**

Журнал «Медицинская техника» издается с 1967 года. Журнал отражает на своих страницах последние научно-технические достижения и основные тенденции в развитии медицинской техники как в нашей стране, так и за рубежом. Журнал освещает опыт работы НИИ, КБ и предприятий, занятых созданием и изготовлением изделий медицинской техники (приборов, аппаратов, оборудования, инструментов, очковой оптики), а также опыт их использования в лечебно-профилактических учреждениях. Публикуемые материалы предназначены для разработчиков, научных работников, производителей, медицинских работников и затрагивают вопросы исследований, конструирования, расчетов, технологии производства медицинской техники, а также вопросы экономики и организации ее производства и эксплуатации. Журнал информирует о новых изделиях медицинской техники промышленного выпуска, о международных и региональных выставках, съездах, симпозиумах, посвященных медицинской технике. Журнал «Медицинская техника» переводится на английский язык издательством «Springer» под названием «Biomedical Engineering».

**Журнал зарегистрирован в ВАК РФ как научное издание.**

Журнал выходит 6 раз в год и распространяется по подписке.

Индексы журнала: в каталоге Агентства «Роспечать» – 72940; в каталоге «Пресса России» – 38861.

В редакции можно оформить льготную подписку на 2018 год.

Стоимость годовой подписки (6 экз.) – 7200 руб.

Заявки принимаются по тел./факсу: **(495) 695-10-71**

или по e-mail: **kavalerov@mail.ru**.

Более подробная информация о журнале «Медицинская техника» –  
на сайте: **www.mtjournal.ru**.