

На правах рукописи

Васильев Евгений Васильевич

**РАЗРАБОТКА И ИССЛЕДОВАНИЕ МАЛОГАБАРИТНЫХ АМПУЛ И
УСТАНОВОК ДЛЯ ВОСПРОИЗВЕДЕНИЯ ТЕМПЕРАТУР ФАЗОВЫХ
ПЕРЕХОДОВ ГАЛЛИЯ И ИНДИЯ В ПОРТАТИВНЫХ
КАЛИБРАТОРАХ ТЕМПЕРАТУРЫ**

05.11.15 – «Метрология и метрологическое обеспечение»

Автореферат
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Москва 2011

Работа выполнена в Федеральном Государственном унитарном
предприятии «Всероссийский научно-исследовательский институт
метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»)

Научный руководитель:

доктор технических наук

Кононогов С.А.

Официальные оппоненты:

доктор технических наук, профессор

Походун А.И.

кандидат технических наук, с.н.с.

Белоцерковский В.И.

Ведущая организация: ФГУП «НИИ НПО «Луч», г. Подольск Московской
обл.

Защита состоится « ____ » _____ 2011 г. на заседании
диссертационного совета Д 308.001.01 в ФГУП «ВНИИМС» по адресу:
119361, Москва, ул. Озерная, д. 46.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГУП «ВНИИМС».

Автореферат разослан « ____ » _____ 2011 г.

Ученый секретарь диссертационного совета

доктор технических наук _____

Лысенко В.Г.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы

Повышение точности измерений температуры в различных областях науки и техники непосредственно связано с совершенствованием метрологического обеспечения резистивной термометрии. Современное поколение цифровых микропроцессорных приборов для измерений сопротивления и температуры позволяет с высокой точностью измерять выходные сигналы эталонных платиновых термометров сопротивления. Однако для повышения точности измерений температуры этого не достаточно, так как качество прецизионных измерений температуры в значительной степени зависит от метрологического уровня первичных преобразователей температуры.

В настоящее время основным способом повышения метрологического уровня первичных преобразователей температуры является их индивидуальная градуировка при температурах фазовых переходов термометрических веществ, выбранных в качестве реперных точек Международной температурной шкалы 1990 г. (МТШ-90). Классические ампулы реперных точек и установки для их реализации разработаны исходя из размеров эталонных платиновых термометров сопротивления стержневого типа с кварцевым корпусом длиной от 500 мм до 650 мм в диапазоне от 0 °С до 660 °С. Исследования в этой области проводятся практически во всех основных национальных метрологических центрах известными учёными (Mangum B.W., Thornton D.D. и др.).

В более узком интервале температур от 0 °С до 160 °С имеются самые высокие реальные потребности в повышении точности измерений температуры в различных областях науки и техники, таких как океанография, гидрология, гидрофизика, электроника, энергетика, приборостроение, метрология, а также других областях. В связи с этим все более широкое применение получают прецизионные цифровые термометры с первичными преобразовате-

лями температуры, размеры и форма которых конструктивно несовместимы с классическими ампулами реперных точек и установками для их реализации. Одновременно возрастает потребность в портативных средствах комплектной поверки и калибровки каналов измерений температуры различных систем с индивидуально градуируемыми термопреобразователями сопротивления на местах их эксплуатации.

Диссертационная работа посвящена разработке и исследованию новых методов и средств оперативного контроля стабильности и поверки эталонных и прецизионных термометров, а также разработке и исследованиям методов и установок для аттестации малогабаритных ампул, предназначенных для воспроизведения температур фазовых переходов галлия и индия в портативных калибраторах температуры.

Эти исследования являются актуальными для повышения точности измерений в науке и технике.

Цель работы и задачи исследования

Целью работы является создание доступного портативного метрологического оборудования на основе малогабаритных ампул галлия и индия для оперативного контроля стабильности эталонных и прецизионных термометров, а также термопреобразователей в процессе их эксплуатации в измерительных, калибровочных и поверочных лабораториях различных отраслей промышленности, а также повышения точности поверки и калибровки индивидуально градуируемых прецизионных термометров и каналов измерений температуры на местах их установки.

Для достижения этой цели были решены следующие задачи:

- исследованы метрологические и технические характеристики портативных калибраторов температуры фирмы Jofra и разработаны методики поверки различных групп средств измерений температуры с их помощью;
- разработаны малогабаритные ампулы галлия и индия для воспроизведения температур фазовых переходов в портативных калибраторах темпера-

туры с твердотельными термостатами и проведены исследования воспроизводимости в них плато кривых плавления;

– разработаны и исследованы установки для оперативного контроля стабильности эталонных термометров, термопреобразователей и погрешности каналов измерений температур в условиях эксплуатации и для аттестации малогабаритных ампул галлия и индия.

Научная новизна

Научная новизна работы состоит в том, что в ней:

– предложено использовать в качестве постоянной температурной точки для поверки и калибровки термометров температуру *плавления* индия, вместо более сложно воспроизводимой температуры затвердевания;

– предложен и реализован эффективный способ воспроизведения плато кривых плавления галлия и индия в малогабаритных ампулах оптимальных размеров с использованием серийно изготавливаемых портативных калибраторов температуры при поверке и контроле прецизионных термометров;

– разработана и реализована методика воспроизведения кривых плавления галлия и индия в малогабаритных ампулах и портативных калибраторах с точностью, необходимой для выполнения контроля стабильности эталонных и прецизионных термометров и поверки средств измерений температуры.

– показана сходимость результатов измерений температуры фазового перехода галлия и индия в малогабаритных ампулах при их воспроизведении в портативных калибраторах температуры;

– исследована и показана устойчивость плато кривых плавления галлия и индия при многократном извлечении из ампулы термометров с кварцевым и металлическим корпусом и повторным погружении в ампулу термометров, охлажденных до комнатной температуры;

– предложен и реализован новый метод циклического воспроизведения начального участка плато кривой плавления при контроле стабильности и

погрешности эталонных и прецизионных термометров сопротивления и термопреобразователей в процессе их эксплуатации;

- разработан и реализован метод аттестации ампул галлия и индия;

Практическая значимость

– малогабаритные ампулы позволяют расширить и ускорить проведение исследований чистых металлов, эвтектик на их основе в диапазоне температур от 0 °С до 156 °С в целях применения их в качестве термометрических веществ при реализации постоянных температур в портативных калибраторах температуры;

– созданная на основе малогабаритных ампул установка позволяет проводить контроль стабильности эталонных и прецизионных термометров и термопреобразователей оперативно с необходимой точностью и любой периодичностью в процессе их эксплуатации;

– разработанные методы и средства позволяют проводить контроль погрешности прецизионных термометров и каналов измерений температуры при температурах плавления галлия и индия не только в лабораторных условиях, но и на местах их эксплуатации;

– разработанные установки позволяют сократить время контроля погрешности и стабильности эталонных и прецизионных термометров и термопреобразователей сопротивления на местах их эксплуатации;

– разработанные методики поверки позволяют эффективно использовать портативные калибраторы температуры для поверки, калибровки и испытаний различных групп средств измерений температуры;

– разработанная методика калибровки платиновых термометров сопротивления эталонных 2-го и 3-го разрядов и цифровых прецизионных платиновых термометров позволяет реализовать новую форму организации и проведения поверки, эталонных 2-го и 3-го разрядов платиновых термометров сопротивления и индивидуально градуируемых цифровых прецизионных платиновых термометров без транспортировки их в ГНМЦ и ЦМС, что поз-

волит сократить время и уменьшить расходы на их выполнение в измерительных и поверочных лабораториях предприятий, расположенных в районах Крайнего Севера, Дальнего Востока и других отдаленных районов России.

Внедрение результатов

Малогобаритная ампула галлия более года применяется для контроля стабильности эталонных и прецизионных термометров сопротивления в ООО «ТЕРМЭКС» г. Томск, являющимся ведущим предприятием России по производству жидкостных термостатов для аналитических лабораторий, ампулы галлия и индия применяются в ГУ «НПК «Технологический центр «МИЭТ», г. Зеленоград. В лаборатории метрологического обеспечения термометрии ВНИИМС г. Москва ампулы галлия и индия используются более пяти лет для контроля стабильности эталонных и прецизионных термометров сопротивления и калибровки термопреобразователей сопротивления повышенной точности в диапазоне от 0 °С до 160 °С.

Основные положения, выносимые на защиту

1. Разработанные малогабаритные ампулы галлия и индия для реализации плато кривых плавления в переносных калибраторах температуры с диаметром термостата 26 мм и более, позволяют оперативно воспроизводить температуры фазовых переходов чистых металлов и эвтектик на их основе.
2. Разработанный способ воспроизведения постоянных температур фазовых переходов галлия и индия в малогабаритных ампулах в портативных калибраторах температуры позволяет реализовать термодинамический метод калибровки прецизионных термометров в портативных калибраторах температуры.
3. Разработанный способ и система контроля стабильности эталонных термометров позволяют с любой периодичностью контролировать их состояние в процессе эксплуатации.

4. Разработанный способ поверки термометров и каналов измерений температуры позволяет, определять их погрешности в двух точках при $t=29,7646\text{ }^{\circ}\text{C}$ и $t=156,5985\text{ }^{\circ}\text{C}$ на местах эксплуатации.

5. Результаты экспериментальных исследований метрологических характеристик разработанных установок подтверждают возможность их применения для оперативной поверки и калибровки индивидуально градуируемых платиновых термометров сопротивления повышенной точности, как в лабораторных условиях, так и на местах их эксплуатации.

Апробация работы

По результатам работ были получены два патента на изобретение и два патента на полезную модель. Результаты работ докладывались на конференциях «Температура -2004» (23-25 марта 2004 г. Обнинск), «Температура -2007» (19-21 апреля 2007 г. Подольск), «Температура -2011» (19-21 апреля 2011 г. Санкт-Петербург) и обсуждались на заседании Технического комитета по метрологии «Температурные, теплофизические и дилатометрические измерения» при Управлении метрологии Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии, Комиссии при научном Совете по проблеме «ТЕПЛОФИЗИКА И ТЕПЛОЭНЕРГЕТИКА» в июне 2010 г.

Система для периодического контроля стабильности эталонных и прецизионных цифровых термометров демонстрировалась на выставках «Метрология-2009», «Метрология-2010» и «Метрология-2011».

Публикации

По теме диссертации опубликованы 8 печатных работ, в том числе из них 7 статей в реферируемых журналах, входящих в список ВАК, зарегистрированы 7 методик поверки и калибровки различных групп средств измерений температуры, сделано 3 доклада на международных и российских

конференциях и получены 2 патента на изобретение, 2 патента на полезную модель.

Объем и структура диссертации

Диссертационная работа состоит из введения, трёх глав, заключения, списка литературы. Общий объем работы 105 страниц, включая 28 рисунков, 20 таблиц и списка литературы из 45 наименований.

Содержание работы

Во введении показана актуальность работы, цели и задачи, методы исследований, научная новизна, практическая ценность и основные положения, выносимые на защиту, также данные об ее апробации и реализации. Приведен обзор работ по теме диссертации.

В первой главе представлены результаты исследования метрологических характеристик современных микропроцессорных калибраторов температуры и разработанный на их основе метод непосредственного сличения при поверке термометров сопротивления 3-го разряда с металлическим корпусом в портативных калибраторах температуры

Основными показателями качества твердотельных термостатов и компараторов на их основе, применяемых для поверки и градуировки термопреобразователей и термометров стержневого типа, а также для воспроизведения температурных режимов при реализации кривых плавления реперных точек Ga и In, являются точность воспроизведения задаваемой температуры, стабильность поддержания заданной температуры, неравномерность температуры в металлическом блоке сравнения и в термостате калибратора. В процессе исследований калибраторов температуры фирмы Jofra, Дания были выявлены факторы, влияющие на точность измерений температуры в металлическом блоке сравнения при поверке термометров, и разработаны и зарегистрированы шесть методик поверки различных средств измерений температуры.

Во второй главе показано, что дальнейшее повышение точности градуировки и контроля термометров сопротивления повышенной точности методом непосредственного сличения невозможно и необходимо переходить к термодинамическому методу градуировки. Применение этого метода градуировки и поверки прецизионных термометров сопротивления специального назначения в диапазоне температур от 0 до 160 °С сдерживается отсутствием соответствующих малогабаритных ампул, конструктивно совместимых с современными микропроцессорными калибраторами температуры, с внутренним диаметром термостата 30 мм. В этом диапазоне температур находятся чистые металлы с хорошо воспроизводимыми температурами фазовых переходов – это галлий и индий. Эти металлы и были выбраны для проведения исследований возможности создания на их основе малогабаритных ампул с оптимальными размерами .

Проведен анализ параметров ампул реперных точек галлия и индия, разработанных ранее для воспроизведения в жидкостных и твердотельных термостатах, а также параметров чувствительных элементов эталонных платиновых термометров с кварцевым и металлическим корпусом. На основе проведенного анализа были определены оптимальные размеры корпуса малогабаритной ампулы для воспроизведения плато кривых плавления галлия и индия (диаметр 29,8 мм, высота 150 и 160 мм). На рисунке 1 изображена схема малогабаритной ампулы.

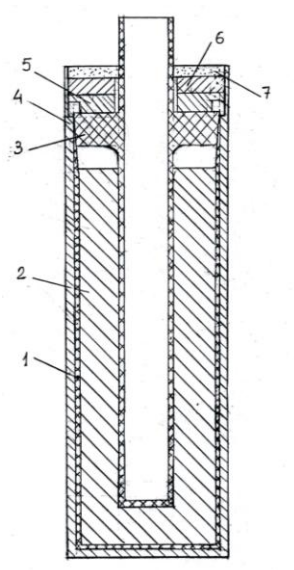


Рисунок 1. Схема малогабаритной ампулы галлия и индия

1 – фторопластовый стакан; 2 – галлий; 3 – вставка с каналом для термометра; 4 – металлический корпус; 5 – гайка; 6 – контргайка; 7 – герметик

Минимизация объема галлия и индия в ампуле данной конструкции достигается при длине погружаемой части кармана для термометра 100 мм и при соблюдении соотношения наружного диаметра кармана к внутреннему диаметру фторопластового стакана, которое не должно превышать 1:2. В нескольких исполнениях ампул достигнута минимизация размеров фторопластового стакана в зависимости от диаметра эталонных термометров стержневого и капсульного типов. Для обеспечения универсальности малогабаритной ампулы в её конструкции предусмотрена сменная металлическая втулка, предназначенная для уменьшения воздушного кольцевого зазора между корпусом ампулы и внутренними стенками твердотельного термостата при использовании в калибраторах температуры с внутренним диаметром термостата, превышающим 30 мм.

Приводятся результаты исследований воспроизводимости плато кривых плавления галлия и индия в малогабаритных ампулах при реализации в портативных калибраторах температуры (КТ) серии 250SE, АТС и RTC и измерений температуры эталонными платиновыми термометрами сопротивления типа ЭТС-25 с кварцевым корпусом и прецизионными термопреобразовате-

лями сопротивления типа STS-100 с металлическим корпусом угловой формы.

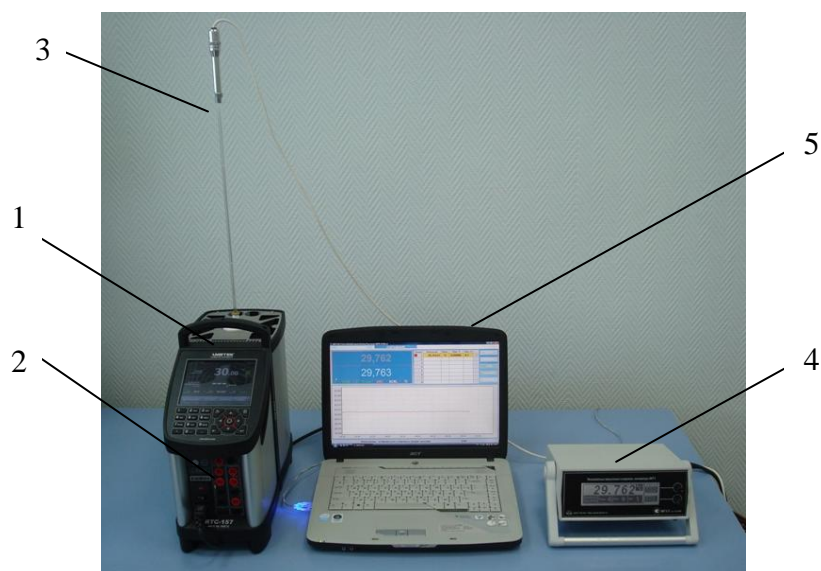


Рисунок 2. Общий вид установки для воспроизведению плато кривой плавления галлия в малогабаритных ампулах
1 – малогабаритная ампула галлия; 2 – калибратор температуры; 3 – термометр сопротивления; 4 – микропроцессорный измеритель температуры; 5 – персональный компьютер

Исследования воспроизводимости плато плавления галлия и индия в малогабаритных ампулах выполнялись с помощью установки, изображенной на рисунке 2. Установка состоит из малогабаритной ампулы галлия (Г-25-7,5 №1) с металлическим корпусом (диаметр 29,8 мм), калибратора температуры серии RTC-157В (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. Основная погрешность МИТ-8.15 по результатам периодического контроля по эталонным 1-го разряда мерам электрического сопротивления не превышает ± 1 мК.

На рисунке 3 изображена типичная кривая плавления галлия чистотой 99,9999 % в малогабаритной ампуле с помощью установки, изображенной на рисунке 2.

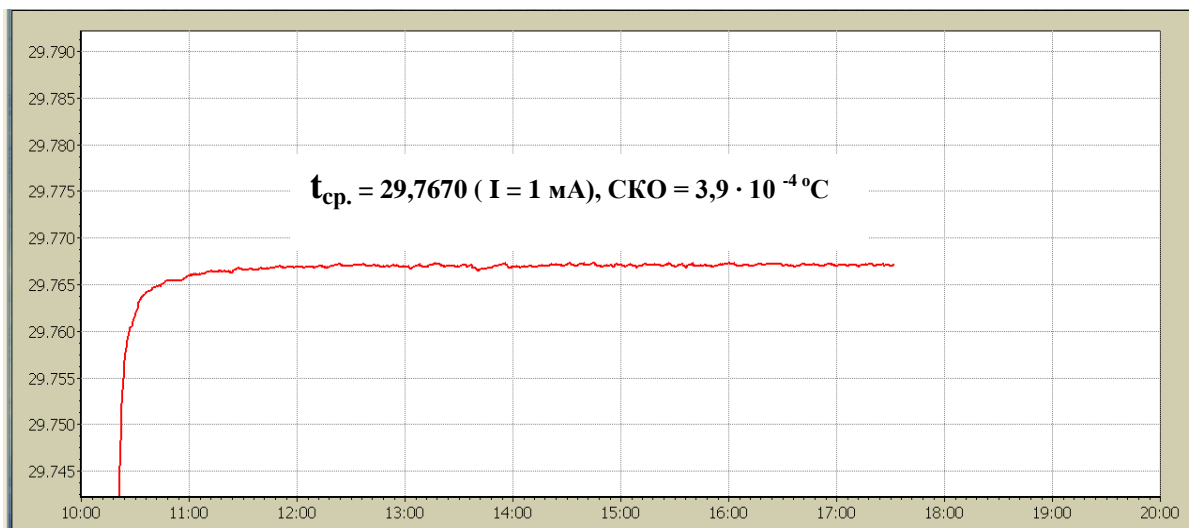


Рисунок 3. Типичная кривая плавления галлия, полученная на установке для контроля стабильности по эталонному ТС типа Leeds @ Northrup, США (РЭ) в комплекте с измерителем температуры МИТ- 8.15 в калибраторе температуры RTC-157В при $t=30,1 \text{ } ^\circ\text{C}$, входящим в состав установки

Воспроизводимость плато кривой плавления галлия подтверждается шестнадцатью реализациями плато, полученными по эталонному термометру типа ЭТС-25 № 003 в калибраторе температуры типа АТС-650В.

Анализ результатов статистической обработки цифровых данных, по которым построены типичная кривая плавления галлия (рисунок 3) позволяет сделать следующие выводы:

1. Продолжительность горизонтального участка кривой плавления галлия, соответствующего квазистационарному режиму изменения температуры со средней скоростью $0,1 \text{ мК/ч}$, составляет не менее 8 ч при температуре в твердотельном термостате калибратора $30,1 \text{ } ^\circ\text{C}$.
2. Средняя температура плавления галлия на горизонтальном участке кривой плавления продолжительностью 8 ч составляет $29,7660 \text{ } ^\circ\text{C}$ при измерительном токе 1 мА и $\text{СКО}=4,7 \times 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}$.

В процессе реализации кривых плавления галлия были определены и исследованы факторы, влияющие на результаты измерения температуры фазового перехода. Показано, что в диапазоне комнатных температур отвод тепла по кварцевому корпусу термометра при погружении в ампулу на глубину 125 мм не оказывает существенного влияния на результаты измерений. Для прецизионного платинового термопреобразователя сопротивления типа STS-100 с *металлическим корпусом* стержневой и угловой формы длиной 400 мм и диаметром 4,1 мм отвод тепла по корпусу не оказывает существенного влияния на результаты измерений при поддержании окружающей температуры $20 \pm 2^\circ\text{C}$.

Исследовалась также кривая плавления индия в малогабаритной ампуле. На рисунке 4 изображена типичная кривая плавления индия, полученная с помощью эталонного платинового термометра сопротивления ЭТС-25 стержневого типа с кварцевым защитным корпусом длиной 550 мм, в процессе нагревания ее вместе с малогабаритной ампулой в микропроцессорном калибраторе температуры типа RTC-700В. Воспроизводимость плато кривой плавления индия подтверждается 15-ю реализациями плато, полученными по эталонному термометру типа ЭТС-25 №003 в калибраторе температуры АТС-650В.

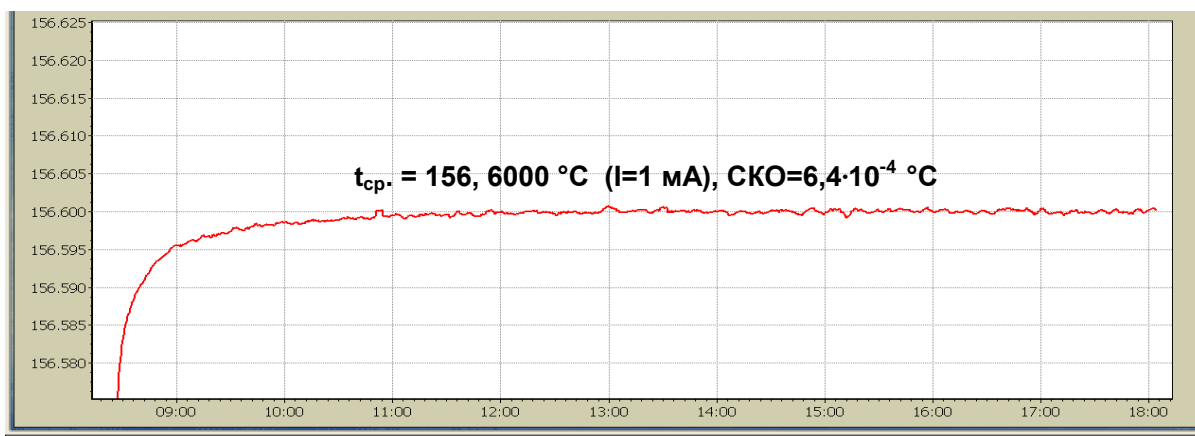


Рисунок 4. Типичная кривая плавления индия (ампула И-25-7,5-№ 1) по ТС типа ЭТС-25 № 003 в калибраторе температуры RTC-700В

Анализ результатов статистической обработки цифровых данных, по которым построена типичная кривая плавления индия (рисунок 4) позволяет сделать следующие выводы:

1. Средняя температура плавления индия на горизонтальном участке кривой плавления продолжительностью 7 ч составляет $156,6000\text{ }^{\circ}\text{C}$ при $\text{СКО}=4,7\times 10^{-4}\text{ }^{\circ}\text{C}$ и измерительном токе $I=1,0\text{ мА}$.
2. Средняя скорость изменения температуры в ампуле составляет $0,07\text{ мК/ч}$ при температуре в калибраторе $156,62\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Результаты воспроизведения плато кривой плавления индия в калибраторе типа АТС-650В с глубиной термостата 160 мм и в калибраторе типа РТС-700В с глубиной термостата 200 мм показали, что при увеличении глубины погружения эталонного термометра на 40 мм, значение температуры увеличивается на 1 мК и, следовательно, для воспроизведения температуры плато кривой плавления индия следует применять калибраторы с глубиной термостата 200 мм.

Результаты обработки плато кривых плавления галлия позволили обнаружить, что среднее значение температуры, вычисленное для 30- минутного начального участка плато кривой плавления отличается от среднего значения температуры плавления галлия за 7 часов на 0,5 мК. Это позволило предположить, что *начальный* участок плато кривой плавления галлия можно использовать в качестве постоянной температуры, оперативно воспроизводимой в портативном калибраторе температуры, что имеет большое значение для практической прецизионной термометрии, т.к. обеспечивает оперативность измерений при контроле термометров.

Для подтверждения этого были обработаны многочисленные плато кривых плавления галлия, полученные для малогабаритной ампулы в КТ по эталонному ТС того же типа. В таблице 1 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 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.

Таблица 1 Результаты десяти реализаций начальных участков плато

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

Воспроизводимость *начальных участков* плато кривых плавления галлия дополнительно была подтверждена 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 с помощью микропроцессорного измерителя

температуры непрерывно 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 минут. Не останавливая запись температуры, аналогично воспроизводятся еще два цикла охлаждения ячейки с галлием до температуры 0 °С и нагрева до температуры 30,1. Непрерывная запись прекращается после третьего цикла и сохраняется в файле Excel для последующей статистической обработки полученных данных.

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 в калибраторе температуры типа RTC-157В с диапазоном воспроизводимых температур от минус 45 °С до 155 °С. В таблице 2 представлены результаты воспроизводимости начального участка плато кривой плавления галлия в трех последовательных циклах, изображенных на рис. 5. Полученные результаты циклического воспроизведения легли в основу разработки нового оперативного метода контроля стабильности эталонных и прецизионных термометров сопротивления в процессе их эксплуатации.

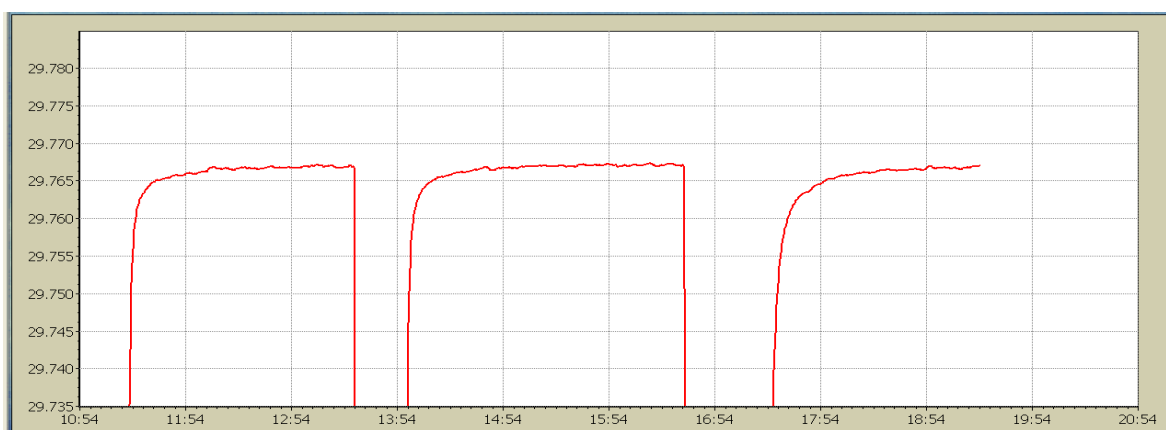


Рис 5. Три цикла воспроизведения начальных участков кривой плавления галлия (ампула Г-25-7,5 №1)

Таблица 2. Статистика по 3 циклам воспроизведения начальных участков плато кривой плавления галлия

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	$3,4 \cdot 10^{-4}$	$3,2 \cdot 10^{-4}$	$4,0 \cdot 10^{-4}$

В третьей главе рассматривается метод аттестации малогабаритных ампул галлия. Метод заключается в прямом измерении температуры плавления галлия с помощью эталонного термометра сопротивления (рабочего эталона) и высокоточного термометрического моста MicroK 400 с непрерывной записью продолжительностью не более 3 часов после выхода кривой на плато. Важным условием для более широкого применения малогабаритных ампул в качестве постоянных точек температуры является определение их места в государственной поверочной схеме для средств измерений температуры ГОСТ 8.558-93. ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений температуры, что можно сделать по результатам калибровки малогабаритных ампул. С этой целью во ВНИИМС была разработана соответствующая установка для калибровки малогабаритных ампул галлия и других металлов, изображенная на фотографии (Рис. 6). Установка включает в себя:

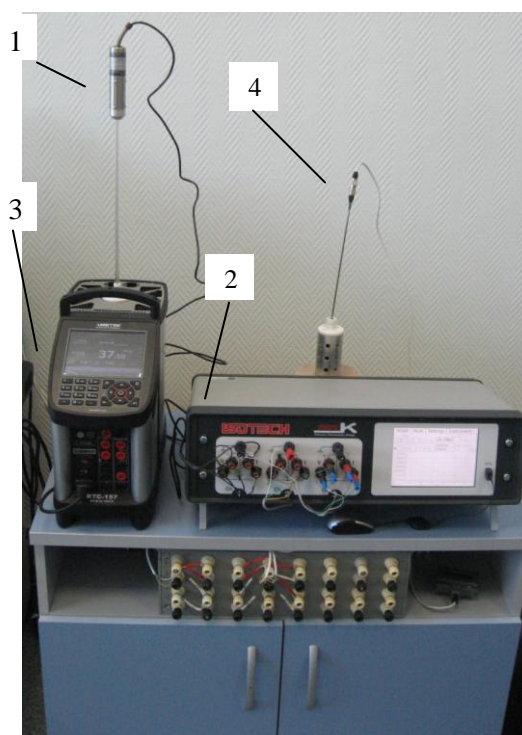


Рис. 6. Установка для калибровки малогабаритных ампул галлия и других металлов

1. Эталонный платиновый термометр сопротивления (рабочий эталон по ГОСТ 8.558-93) модели 8157-25, № 1846725 фирмы Leeds @ Northrup, США, с номинальным значением сопротивления 25 Ом при 0 °С.

2. Прецизионный термометрический мост MicroK 400 фирмы Isothermal Technology Ltd., Великобритания. Погрешность $\pm 0,1$ мК при температуре тройной точки воды (0,01 °С) и $\pm 0,4$ мК в диапазоне от -200 °С до 660 °С.

3. Калибратор температуры RTC -157В фирмы Jofra, Дания, является современным микропроцессорным переносным средством поверки приборов для измерений температуры в диапазоне от -45 до +155 °С. Габаритные размеры гнезда твердотельного термостата (высота 150, диаметром 30) мм обеспечивают конструктивную совместимость с малогабаритными ампулами галлия и индия, разработанными во ВНИИМС.

4. Индивидуально градуируемый термометр для контроля температуры окружающего воздуха, подключенный ко второму каналу термометрического моста, обеспечивает непрерывное измерение температуры воздуха в лаборатории вблизи термометрического моста. После окончания работ, измеренные значения температуры сохраняются в памяти моста, что позволяет определить температуру окружающего воздуха в любой момент времени.

В данной установке реализован метод калибровки малогабаритной ампулы галлия, основанный на воспроизведения плато кривой плавления в калибраторе температуры и непрерывном измерении температуры галлия с помощью эталонного платинового термометра сопротивления и прецизионного термометрического моста.

Особенностью и достоинством установки является возможность выполнения подготовительной операции замораживания галлия в том же калибраторе, в котором реализуется кривая его плавления. Температура в процессе охлаждения и нагревания ампулы измеряется и записывается в непрерывном режиме с помощью термометрического моста и подключенного к нему эталонного термометра и сохраняется в памяти компьютера термометрического

моста. В дальнейшем массив измерительной информации подвергается статистической обработке в программе Excel.

По результатам статистической обработки измерительной информации, полученной на установке рис. 6, построена кривая плавления галлия (рис. 7).

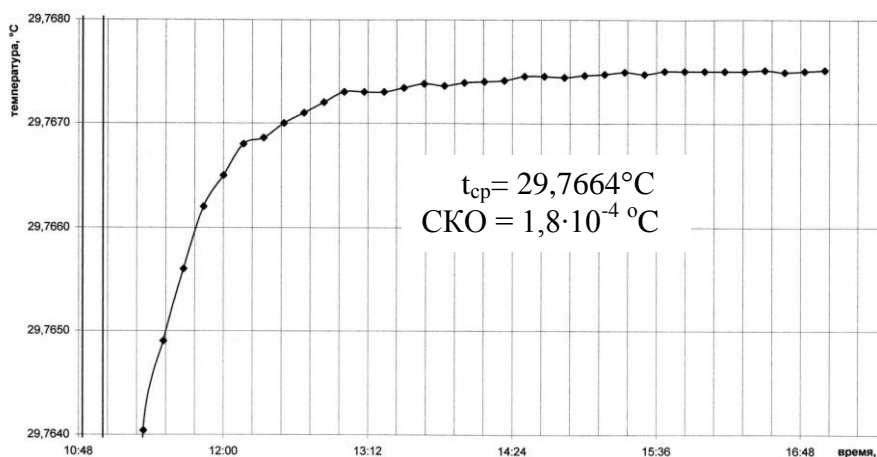


Рис. 7. Кривая плавления галлия

В процессе статистической обработки данных калибровки с помощью программы Excel вычисляют среднее значение температуры плато кривой плавления галлия продолжительностью не менее 4-х часов и стандартное отклонение, полученные при реализации кривой плавления в калибраторе с известной температурой. Кроме этого рассчитывают средние значения температуры и скорость изменения температуры в мК/ч по часовым интервалам плато. Результаты измерений температуры плавления галлия по трем реализациям плато представлены в таблице 3.

Таблица 3. Метрологические характеристики, определенные в процессе калибровки малогабаритной ампулы галлия (Г-25-7,5 № 1).

№ серии	Средние значения t и СКО среднего за 5 ч плато		Средние значения температуры и СКО результатов измерений мостом по часовым интервалам				
			1-й	2-й	3-й	4-й	5-й
1	$t_{ср.}, ^\circ\text{C}$	29,76741	29,7672	29,76738	29,76746	29,7675	29,7675
	СКО, $^\circ\text{C}$	$1,7 \cdot 10^{-5}$	$2,0 \cdot 10^{-4}$	$1,7 \cdot 10^{-4}$	$1,7 \cdot 10^{-4}$	$1,7 \cdot 10^{-4}$	$1,6 \cdot 10^{-4}$
2	$t_{ср.}, ^\circ\text{C}$	29,76742	29,76725	29,76742	29,76746	29,76748	29,76748

	СКО, °С	$1,7 \cdot 10^{-5}$	$1,8 \cdot 10^{-4}$	$1,7 \cdot 10^{-4}$	$1,6 \cdot 10^{-4}$	$1,7 \cdot 10^{-4}$	$1,7 \cdot 10^{-4}$
3	t ср., °С	29,76736	29,7672	29,7674	29,7674	29,7674	29,7674
	СКО, °С	$1,7 \cdot 10^{-5}$	$1,9 \cdot 10^{-4}$	$1,7 \cdot 10^{-4}$	$1,8 \cdot 10^{-4}$	$1,7 \cdot 10^{-4}$	$1,6 \cdot 10^{-4}$

Из рисунка 7 и данных, приведенных в таблице 3, видно, что скорость изменения температуры после выхода на плато резко уменьшается. Статистическая обработка данных, полученных по трем реализациям плато кривой плавления галлия продолжительностью 5 часов каждого, дает следующие результаты: среднее значение температуры составляет $29,76739$ °С, стандартное отклонение среднего равно $1,8 \cdot 10^{-5}$ °С. При этом следует отметить, что хорошо воспроизводятся не только средние значения температур за 5 часов, но и средние значения по часовым интервалам плато.

В процессе экспериментальных исследований установки для калибровки малогабаритных ампул в условиях малого погружения эталонного термометра сопротивления стержневого типа была проверена адекватность условий калибровки с учетом длины чувствительного элемента. Экспериментально было определено влияние изменения глубины погружения термометра в ампулу после выхода кривой плавления галлия на плато.

Показано, что подъем термометра на высоту в пределах 15 мм не вызывает значимых изменений температуры. Это подтверждает адекватность условий измерений температуры в малогабаритной ампуле галлия эталонным термометром сопротивления типа Leeds @ Northrup с длиной чувствительного элемента 62 мм.

Определено влияние перегрева эталонного 25-омного термометра сопротивления типа Leeds @ Northrup измерительным током 1 мА при измерении температуры плавления галлия и индия. Поправки к средним значениям температур плато галлия и индия составили соответственно минус $0,56 \pm 0,06$ мК и минус $0,38 \pm 0,03$ мК. Поправки определены по результатам измерений температуры в ампулах при четырёх значениях тока. Обработка полученных экспериментальных данных – зависимости сопротивления R_i от квадрата ве-

личины тока I_i^2 , выполнялась методом регрессионного анализа. Линейное уравнение регрессии имеет вид:

$$y=b_0+ b_1 x.$$

Коэффициенты b_0 и b_1 данного уравнения, проверка значимости модели парной регрессии, значений коэффициентов регрессии и ошибки определения коэффициентов b_0 и b_1 вычислялись с помощью программы Excel (процедура «Регрессия» из пакета «Анализ данных»).

Определён бюджет неопределенности измерений температуры плавления галлия в малогабаритной ампуле (Г-25-7,5 № 1), представленный в таблице 4.

Таблица 4. Бюджет неопределенности измерений температуры плавления галлия.

Источники неопределенности	Тип распределения	Метод расчета	Оценка стандартной неопределенности
Тип А			
Воспроизводимость (СКО сред.), n=3, °С	нормальное	Стандартное отклонение среднего	0,000018
Ошибка внесения поправки на перегрев эталонного ТС	-	Регрессионный анализ эксперимент. данных	0,00006
Тип В			
Градуировка эталонного ТС, °С	нормальное	$U_3/2$, $U_3=0,0006$	0,0003
Нестабильность эталонного ТС, °С	равномерное	$a/\sqrt{3}$, $a=0,0015$	0,00088
Нелинейность моста, °С	равномерное	-	< 0,0001
Нестабильность опорных сопротивлений, °С	равномерное	$a/\sqrt{3}$, $a=8,1\cdot 10^{-6}$ (для 25 Ом)	0,000046
Суммарная стандартная неопределенность измерения температуры в ампуле галлия, °С			0,00106
Суммарная расширенная неопределенность (k=2) измерения температуры в ампуле галлия, °С			0,00212

В работе определен бюджет неопределенности измерений температуры плавления индия с помощью разработанной установки с эталонным 25-омным платиновым термометром сопротивления. Суммарная расширенная неопределенность оценена значением 0,00325 °С.

Заключение

Основные результаты, полученные в диссертации и рекомендации:

1. Разработаны малогабаритные ампулы реперных точек галлия и индия для воспроизведения в портативных калибраторах температуры.

2. Разработаны и исследованы установки для контроля стабильности эталонных и прецизионных термометров и термопреобразователей сопротивления и для аттестации ампул галлия и индия.

3. Разработан оперативный способ контроля погрешности прецизионных термометров и каналов измерений температуры без применения эталонных термометров при температурах плавления галлия и индия на местах эксплуатации;

4. Показана воспроизводимость температур плато кривых плавления галлия (29,7646 °С) и индия (156,5985 °С) в портативных калибраторах температуры и определены их параметры;

5. Результаты экспериментальных исследований метрологических характеристик разработанных установок с оценкой расширенной неопределенности измерений температуры фазовых переходов.

6. Разработаны способ и форма проведения калибровки эталонных 3-го разряда платиновых термометров сопротивления и индивидуально градуируемых цифровых прецизионных платиновых термометров без транспортировки их в ГНМЦ и ЦМС.

7. Предложены способ и форма проведения калибровки эталонных 3-го разряда платиновых термометров сопротивления и индивидуально градуируемых цифровых прецизионных платиновых термометров без транспортировки их в ГНМЦ и ЦМС.

Основные результаты диссертации опубликованы в работах:

1. Васильев Е.В. Новое метрологическое оборудование на основе твердотельных микропроцессорных термостатов для контактной термометрии. // Главный метролог. 2001.– № 3. – С.29 – 33.
2. Васильев Е.В., Кузнецов С.Н. О повышении точности поверки и калибровки средств измерений температуры с помощью микропроцессорных калибраторов температуры. //Законодательная и прикладная метрология. 1998. – № 3. – С.44 – 47.
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 твердотельными термостатами»
4. Васильев Е.В., Игнатов А.А., Бахарев А.Н. Патент на изобретение № 2401998. Бюл. № 29. – 20.10.2010. Способ контроля стабильности эталонных и прецизионных термометров в процессе их эксплуатации.
5. 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.
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. //Законодательная и прикладная метрология. 2011. – № 3. – С.41 – 47.
8. 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.