

**ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ  
ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ им. Д.И. МЕНДЕЛЕЕВА»**

На правах рукописи

УДК 536.5.081.3

**ФУКСОВ ВИКТОР МАРКОВИЧ**

**ИССЛЕДОВАНИЕ ГОСУДАРСТВЕННОГО ПЕРВИЧНОГО  
ЭТАЛОНА ЕДИНИЦЫ ТЕМПЕРАТУРЫ В ДИАПАЗОНЕ  
ВЫШЕ 961,78 °С С ЦЕЛЬЮ УЛУЧШЕНИЯ ЕГО  
МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК**

**Специальность 05.11.01 – Приборы и методы измерений по видам  
измерений (измерения тепловых величин)**

**АВТОРЕФЕРАТ  
диссертации на соискание ученой степени  
кандидата технических наук**

**Санкт-Петербург  
2011**

Работа выполнена в Федеральном Государственном унитарном предприятии «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И.Менделеева»

**Научный руководитель:**

доктор технических наук, профессор, заслуженный метролог РФ,  
Походун Анатолий Иванович

**Официальные оппоненты:**

доктор технических наук, профессор, Шарков А. В.

кандидат технических наук, заслуженный метролог РФ, Медведев В. А.

**Ведущая организация**

**ФГУП «НИИ НПО «Луч»**

Защита состоится «30» мая 2011 года в 10 часов на заседании диссертационного совета Д308.004.01 при ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», по адресу: 190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., д. 19.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Автореферат разослан « » апреля 2011 года.

Отзывы на автореферат просим направлять по адресу: 190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., д. 19.

Ученый секретарь диссертационного совета  
кандидат технических наук, доцент

Г.П. Телитченко

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**Актуальность проблемы.** Повсеместный рост требований к точности измерений, наблюдаемый во всем мире, затрагивает и область термометрии. Основными требованиями, предъявляемыми к первичной термометрии, являются обеспечение потребностей по точности науки и промышленности и обеспечение эквивалентности Государственного первичного эталона единицы температуры лучшим мировым аналогам.

Переутвержденный в 2007 году Государственный первичный эталон единицы температуры ГЭТ 34-2007, обеспечивающий воспроизведение и передачу размера единицы температуры в диапазоне от 0,01 °С до 3000 °С, в настоящее время полностью удовлетворяет потребностям отечественной промышленности и науки, однако появление новых зарубежных средств измерений температуры в диапазоне выше 1000 °С требует повышения точности на эталонном уровне для проведения их испытаний и метрологического обеспечения в процессе эксплуатации в России. Кроме того, анализ прогнозируемых к 2015 году требований промышленности в области приборостроения и энергетической промышленности указывает на необходимость повышения точности измерения температуры в диапазонах от 962 до 1200 °С и от 1500 до 2500 °С. Из-за больших временных и материальных затрат разработка нового эталонного комплекса в данный момент нецелесообразна.

В диапазоне температуры выше 961,78 °С эталон единицы температуры представляет сложный комплекс аппаратуры для бесконтактной передачи размера единицы, и некоторые составляющие погрешности при его переутверждении были определены аналитическими расчетами или по устаревшим методикам.

### **Цели работы.**

Целью работы является комплексный анализ источников составляющих погрешности аппаратуры бесконтактной части Государственного первичного эталона температуры, исследование наиболее существенных источников погрешности с целью создания методов и технических средств, позволяющих повысить точность воспроизведения и передачи единицы температуры. В связи с этим были поставлены следующие задачи:

- проанализировать перечень составляющих погрешности Государственного первичного эталона температуры и бюджеты неопределенностей зарубежных аналогов для определения наиболее перспективных путей повышения точности аппаратуры;

- провести исследования по наиболее существенным источникам систематической погрешности для определения функциональных зависимостей и введения поправок при процессах воспроизведения и передачи размера единицы температуры;

- разработать методы и средства, которые позволят уменьшить суммарную погрешность Государственного первичного эталона температуры в диапазоне от 961,78 °С до 3000 °С.

**Научная новизна** диссертации заключается в том, что в ней:

- разработана и обоснована методика определения неоднородности температурного поля на поверхности полости модели абсолютно черного тела;

- впервые разработана математическая модель теплообмена ленты температурной лампы с её термостатированным патроном и окружающей средой, получены теоретические оценки влияния внешних параметров на температуру рабочей зоны ленты;

- проведены экспериментальные исследования и получены значения погрешностей по четырем степеням свободы позиционирования ленты лампы на оптическую ось пирометра/компаратора;

- получены результаты измерений яркостной температуры излучателей в зеленой и инфракрасной (ИК) областях спектра, получены градуировочные характеристики для температурных ламп на трех различных длинах волн;

- разработан новый подход к определению эффекта размера источника, учитывающий характеристики излучателя, получены значения поправок при передаче единицы температуры между источниками излучения различной конфигурации.

**Практическая ценность работы.**

Основной практической ценностью работы является разработка методов и определение основных путей улучшения метрологических характеристик существующего эталона, которые позволяют уменьшить суммарную погрешность воспроизведения на (20÷40)% в диапазоне (961,78÷3000) °С по сравнению с указанными в действующей поверочной схеме и паспорте эталона, и экспериментальное подтверждение возможности этого улучшения применением разработанных методов в ходе международных сличений.

Также на основе результатов, полученных в диссертации:

- предложены методы и пути повышения точности Государственного первичного эталона единицы температуры в диапазоне от 961,78 °С до 3000 °С.

- были разработаны новые узлы оптической схемы, что привело к повышению точности и стабильности воспроизведения температуры с

помощью компаратора;

- автором разработан термостатированный комплект мер сопротивления на основе шунтов МР 3050, который был включен в состав ГЭТ 34-2007;

- разработан программный пакет для определения излучательной способности произвольно заданной полости, который может быть использован для расчета при исследовании как новых, так и имеющихся излучателей;

- автором разработана новая методика исследования температурных вольфрамовых ламп и усовершенствована методика аттестации Государственного первичного эталона единицы температуры.

Результаты работы внедрены в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» и ФГУП «СНИИМ».

### **Основные положения и результаты, выносимые на защиту:**

- методы и средства, обеспечивающие возможность уменьшения, и оценки составляющих суммарной погрешности, полученные в ходе исследований аппаратуры ГЭТ 34-2007;

- математические модели теплообмена температурных ламп и тиглей с металлом с окружающей средой для оценки влияния геометрических и теплофизических параметров на неоднородность температурного поля по поверхности излучающего тела;

- методы оценки эффекта размера источника и результаты его исследований;

- результаты исследований влияния температуры окружающей среды на аппаратуру ГЭТ 34-2007 и зависимости нелинейности выходного сигнала фотоэлектрического измерительного канала от яркостной температуры;

### **Апробация работы.**

Основные положения диссертационной работы и отдельные её результаты докладывались и обсуждались на:

- III Всероссийской и стран участниц КООМЕТ конференции ТЕМПЕРАТУРА 2007, г. Обнинск, 2007 г.

- Международной конференции ТЕМРМЕКО 2010, Словения, 2010 г.

- семинарах лаборатории 2411 и НИО 241 ВНИИМ им. Д.И. Менделеева.

**Публикации, структура и объем работы.** По теме диссертации опубликовано 5 научных работ, в том числе 4 в журналах, рекомендованных ВАК. Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, заключения, списка источников и приложений. Общий объем работы составляет 145 страниц машинописного текста, включая 36 рисунков, 39 таблиц и списка источников из 65 наименований.

## СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

**Во введении** обосновывается актуальность диссертационной работы, формулируются цели, научная и практическая значимость исследования.

**Первая глава** посвящена анализу текущего состояния соответствия Государственного первичного эталона единицы температуры требованиям отечественной науки и промышленности, а также его эквивалентности национальным эталонам ведущих стран мира. Представлены прогнозируемые требования промышленности и науки к точности измерения температуры к 2015 году, а также результаты предыдущих ключевых международных сличений. На основании приведенных данных был сделан вывод о необходимости дальнейшего исследования и совершенствования аппаратуры Государственного первичного эталона единицы температуры ГЭТ34-2007 в диапазоне выше точки затвердевания серебра.

Выполнен анализ состояния лучших национальных эталонов единицы температуры других стран и соответствия им отечественного эталона по ряду составляющих погрешности. На основании проведенного анализа всех возможных источников погрешности были выявлены наиболее существенные источники погрешности, присущие отечественному эталону, и обозначены основные пути повышения его точности. В их число входят:

- исследование аппаратуры для реализации значения температуры реперных точек путем математического моделирования с последующим экспериментальным подтверждением полученных результатов; выработка рекомендаций по реализации реперных точек с целью улучшения воспроизводимости, уточнения поправок и уменьшения погрешности воспроизведения единицы температуры.

- экспериментальное и теоретическое исследование влияния позиционирования температурных ламп, изменения температуры цоколя и окружающей среды; разработка способов уменьшения этого влияния.

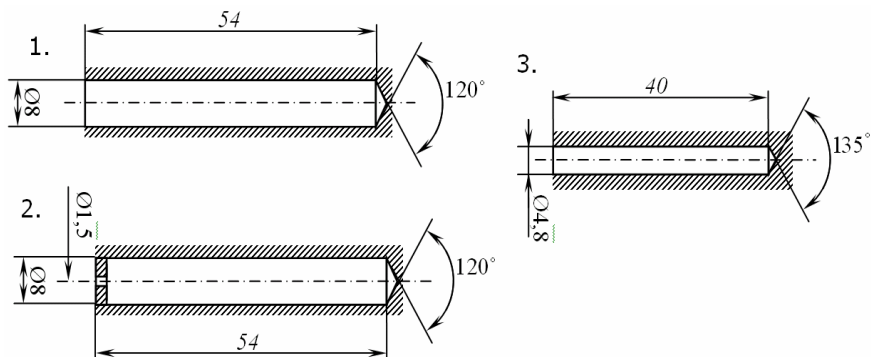
- поэлементное исследование влияния температуры окружающей среды на оптическую систему спектрокомпаратора и возможная модернизация последней путем усовершенствования и замены наименее стабильных узлов;

- усовершенствование аппаратуры компаратора в части измерения тока питания температурных ламп;

- создание методик определения нелинейности фотодетектора и эффекта размера источника и их экспериментальное исследование, обеспечение введения соответствующих поправок в результат измерений.

Предварительные оценки возможностей повышения точности ГЭТ34-2007 показывают, что существует реальная возможность уменьшить некоторые составляющие погрешности до 5 раз, а суммарная погрешность эталона при этом уменьшится в 1,3-1,4 раза.

Во **второй главе** описываются исследования составляющих погрешности воспроизведения высокотемпературных реперных точек. Одна из составляющих неопределенности связана с точностью определения излучательной способности. Исследования проводились для трех полостей, используемых во ВНИИМ тиглей, форма и габаритные размеры которых показаны на рисунке 1. Для решения данной задачи была разработана математическая модель, использующая алгоритм геометрической трассировки лучей. Расчет проводился для различных значений излучательной способности графита ( $\varepsilon_{gp}$ ) и различных соотношений зеркальной и диффузной составляющей отражения стенок полости ( $D$ ).



**Рис. 1. Схемы полостей МЧТ, использующихся во ВНИИМ.**

Результаты расчетов приведены в таблице 1. Сходимость результатов расчета излучательной способности при многократном запуске решателя, обусловленная генератором псевдослучайных значений, используемым при определении начальных координат лучей, не превышает 0,007%. На основании результатов расчета были определены границы погрешности излучательной способности каждой из моделей полости и их температурные эквиваленты. Для моделей полостей без диафрагмы поправка на излучательную способность составляет от  $(8 \pm 4)$  мК до  $(40 \pm 8)$  мК; в диапазоне ниже 1500 К она монотонно уменьшается с ростом температуры; при температуре более 1500 К поправка значения излучательной способности остается постоянной, а её температурный эквивалент, соответственно, растет.

Таблица 1. Интегральные полусферические и эффективные излучательные способности, рассчитанные при различных влияющих параметрах.

$\varepsilon_p$	$D$	модель 1		модель 2		модель 3	
		$\varepsilon_{es}, \%$	$\varepsilon_{ss}, \%$	$\varepsilon_{es}, \%$	$\varepsilon_{ss}, \%$	$\varepsilon_{es}, \%$	$\varepsilon_{ss}, \%$
0,8	1	99,930	93,443	99,9974	99,895	99,955	93,441
	0,5	99,940	96,598	99,9968	99,948	99,958	96,588
	0,2	99,968	98,614	99,9981	99,979	99,974	98,606
	0	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	99,9917	100,0000
0,7	1	99,880	89,598	99,9957	99,823	99,923	89,599
	0,5	99,863	94,496	99,9925	99,907	99,901	94,505
	0,2	99,919	97,715	99,9954	99,964	99,913	97,720
	0	99,9999	99,9998	100,0000	99,9999	99,9141	99,9996

Адекватность модели была оценена путем сравнения результатов расчета с данными, полученными в иностранных НМИ с помощью другого ПО. Для этой цели использовались результаты сличений EURAMET (проект 658) по десяти моделям полостей. Максимальное расхождение результатов по одной из моделей составило  $10^{-4}$ , что несколько больше оцененной погрешности расчета. По остальным моделям расхождение не превысило  $7 \cdot 10^{-5}$ , что свидетельствует о достаточной степени достоверности расчетов, полученных с помощью программы.

Для оценки погрешности, обусловленной неточностью определения температуры фазового перехода, был проведен ряд измерений при различных условиях образования фронта фазового перехода. Для исследования была выбрана точка затвердевания меди. Измерения проводились при различных значениях теплоотвода, который изменялся за счет использования различных печей, различных режимов регулировки и глубины расположения тигля в нагревательном канале.

В ходе исследований был подобран оптимальный режим работы печи, при котором теплоотвод от тигля в процессе фазового перехода составляет всего 6-7 Вт, что для большего тигля соответствует продолжительности фазового перехода около 40 минут. Кроме того, удалось добиться минимального изменения измеряемой температуры (5 - 8 мК) на начальной стадии затвердевания, что в конечном итоге повысило точность измерений.

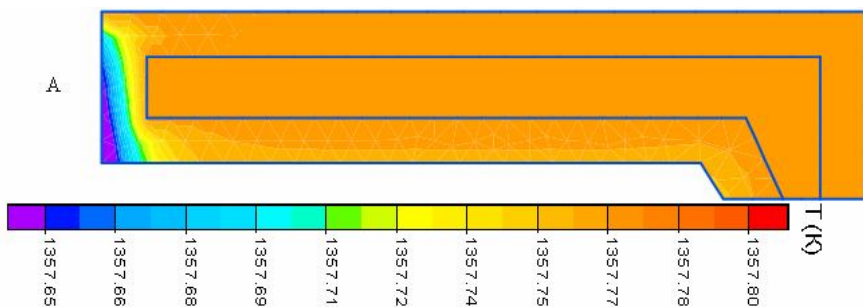
Среднее значение наклона площадки затвердевания в серии экспериментов составило 15 мК, что соответствует оценке неопределенности в 8 мК. Каких-либо закономерностей смещения измеренного значения температуры, связанного с методикой реализации точки затвердевания обнаружено не было. В то же время заметное влияние на абсолютное значение измеренной



температуры затвердевания оказала конструкция тигля, что может быть обусловлено наличием систематической составляющей погрешности, обусловленной теплообменом полости тигля с окружающей средой.

Для определения характеристик теплообмена системы «печь-тигель» с окружающей средой в качестве основного метода исследования был выбран метод численного моделирования с использованием конечных элементов. Основными программными пакетами были выбраны ELCUT 5.3, и COMSOL 4.1. В качестве объекта моделирования рассматривался только сам тигель; параметры печи использовались для определения граничных условий.

Для опробования модели было решено около 80 задач с различными геометрическими и теплофизическими параметрами, в результате была оценена степень влияния каждого параметра на температурное поле полости. На рисунке 2 представлен образец полученного решения для условий близких к реальному эксперименту – передний кольцевой вкладыш с температурой ( $T_{Cu}-0,9$ ) К, задний вкладыш глухой при температуре ( $T_{Cu}+0,1$ ) К, излучательная способность  $\epsilon=0,88$ , глубина расположения в печи – 140 мм. В данном случае перепад температуры по толщине дна составил 7 мК, а её неравномерность по поверхности полости – 10 мК.



**Рис.2. Температурное поле тигля при параметрах близких к реальным условиям ( $\epsilon=0,88$ ).**

Для экспериментального исследования температурного поля были выбраны два тигля с диаметром полости равным 8 мм и 4,8 мм. Тигель помещался в высокотемпературную трехзонную печь, конструкция которой позволяет создавать различную конфигурацию температурного поля по длине рабочего участка, на котором расположен тигель.

Печь была развернута относительно оптической оси на угол  $\alpha$  равный  $2^{\circ}30'$ , так чтобы центр зоны визирования попадал на стенку полости тигля. В ходе эксперимента печь перемещалась вдоль оптической оси системы, зона

визирования при этом перемещалась по стенке полости тигля. Размеры измеряемого пятна в плоскости перпендикулярной ходу луча были уменьшены до 0,3x0,7 мм, при этом на стенке полости выделялась зона 7x0,7 мм. Показатель визирования оптической системы составлял 1:15. Тигель был установлен в печь на глубину 120 мм. Среднее значение градиента температуры для меньшего тигля составило 8 мК/мм. Для большого тигля с градиент был равен 12 мК/мм.

В ряде экспериментов при сканировании полости обнаруживалась зона резкого изменения температуры, перепад температуры на расстоянии 10 мм достигал 1,2 К при плавлении и 1,5 К при затвердевании. Для анализа таких случаев было проведено дополнительное моделирование нестационарного процесса фазового перехода с неравномерным начальным полем температуры. Моделирование проводилось в программной среде Comsol 4.1.

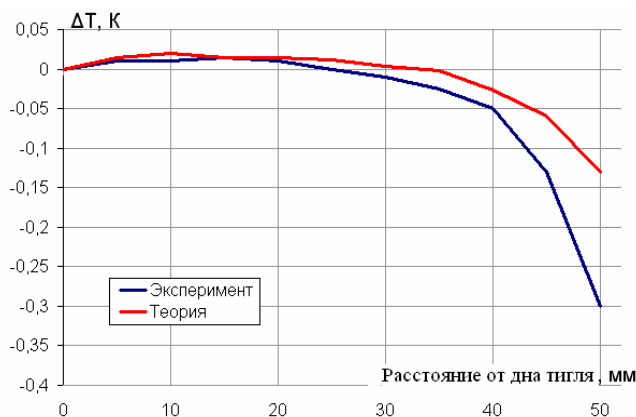
Результат расчета показал наличие движущегося фронта фазового перехода конической формы, который в зависимости от заданных граничных условий двигался либо вглубь тигля, либо к его переднему краю. Данная математическая модель использовалась только для качественной оценки, так как из-за ряда упрощений для повышения скорости расчета погрешность решения нестационарной задачи составила 40-60% для полученных значений для тепловых потоков и перепадов температуры.

Результатом исследования стал большой объем данных, который позволил оценить адекватность построенной теплофизической модели. На рисунке 3 представлено сравнение экспериментальных и теоретических температурных полей для одного из тиглей, использующихся во ВНИИМ. Можно видеть, что кривые близки друг к другу, но по экспериментальной кривой снижение температуры начинается ближе к дну тигля.

Перепад температуры по дну тигля при температуре затвердевания меди, т.е. значение систематической погрешности, связанной с утечкой тепла через апертуру тигля является функцией нескольких геометрических и теплофизических параметров. На основе результатов моделирования была получена полуэмпирическая формула:

$$\Delta T = 3,4 \cdot \left( \frac{d_T}{h_T} \right)^{2,3} \cdot h_{он} \cdot L^{-0,5} \cdot \varepsilon \cdot \lambda^{-1} \quad (1)$$

где  $d_T$  и  $h_T$  – диаметр и глубина полости тигля,  $h_{он}$  – средняя толщина дна тигля,  $L$  – глубина расположения тигля в печи,  $\varepsilon$  – излучательная способность графита,  $\lambda$  – теплопроводность графита.

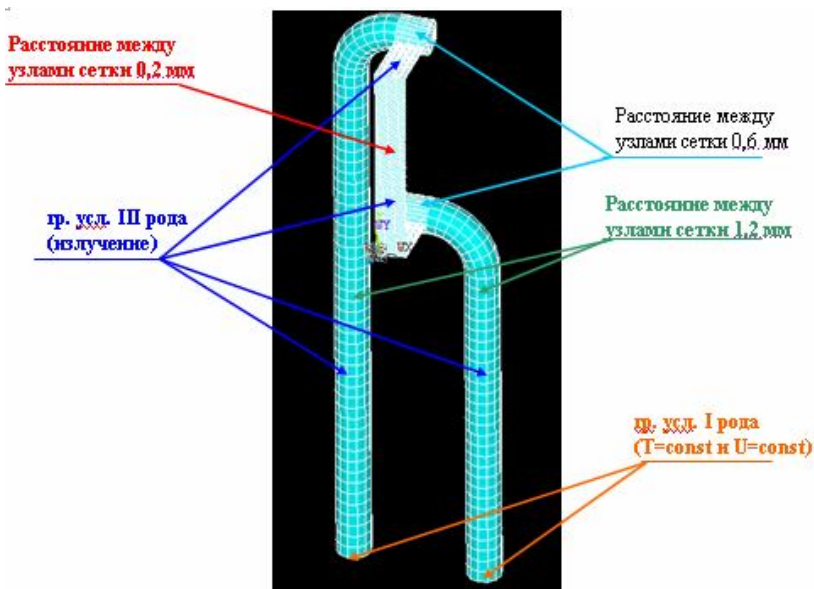


**Рис. 3. Сравнение теоретических и экспериментальных данных тигля реперной точки меди с большой полостью.**

Как показывает численное моделирование эта формула работает при значениях отношения диаметра полости к глубине от 0,05 до 1,2 и при глубине расположения тигля в печи больше 20 мм. В указанном диапазоне значений погрешность введения поправки не превышает 15%. В результате расчета по формуле 1 значение поправки регистрируемой температуры фазового перехода для стандартных рабочих условий составляет  $(6 \pm 2)$  мК для большего и  $(5 \pm 2)$  мК для меньшего тигля.

**Третья глава** посвящена исследованию группы погрешностей, обусловленных использованием ленточных вольфрамовых ламп для воспроизведения единицы температуры.

Для оценки типового влияния процессов отвода тепла от ленты лампы в окружающую среду и к цоколю на распределение температуры по ленте лампы был выбран метод численного моделирования, который был реализован в программной среде Comsol 4.1. Решалась электротепловая задача с нелинейными параметрами теплопроводности и сопротивления. Лента была разбита на элементы в форме параллелепипедов, а держатели на пирамидальные и тетраэдрические элементы. Общий вид модели и граничные условия показаны на рисунке 4. Расчет был проведен для нескольких различных значений температуры на торцах держателей и падении напряжения между ними.



**Рис. 4. Общий вид модели ленты лампы, разбитой на элементы.**

Аналогичная модель была построена и для ламп Polaron. В ходе этого теоретического исследования было обнаружено, что общие тенденции влияния температуры цоколя для различных ламп одинаковы, но степень её влияния у ламп с более узкой и длинной лентой в 2-2,5 раза меньше.

Для определения функций зависимости характеристик конкретных ламп от температуры цоколя был проведен ряд экспериментальных исследований. Контур охлаждения патрона исследуемой лампы был подключен к термостату с ПИД-регулированием. На цоколе лампы был установлен предварительно отградуированный полупроводниковый термометр в специальном медном держателе для улучшения теплового контакта с цоколем.

Как и ожидалось, измерения показали, что связь между изменениями температуры цоколя и яркостной температуры имеет нелинейный характер. В результате аппроксимации для каждой лампы были получены зависимости, выраженные полиномом второй степени, определяющие влияние температуры цоколя на яркостную температуру ленты в диапазоне значений температуры цоколя от 20 до 32 °С. Эти полиномы позволили внести поправки в данные измерений яркостной температуры при построении температурной шкалы с помощью лампы. В таблице 2 приведены значения поправки на изменение температуры цоколя лампы и связанной с этим неисключенной систематической

погрешности для типов ламп. При расчете погрешности точность термостатирования цоколя принималась за 0,2 К.

Таблица 2. Поправки и погрешности, вызванные изменением температуры цоколя лампы.

Т, К	Газонаполн. СИ10-300			Вакуумные СИ10-300			Лампы Polaron		
	$\Delta T_{я}/\Delta T_{ц}$	СКО, мК	$\delta_{\Sigma}$ , мК	$\Delta T_{я}/\Delta T_{ц}$	СКО, мК	$\delta_{\Sigma}$ , мК	$\Delta T_{я}/\Delta T_{ц}$	СКО, мК	$\delta_{\Sigma}$ , мК
1070	0,21	65	77	0,23	50	68	0,1	15	16
1270	0,09	20	27	0,13	20	33	0,03	8	9
1470	0,03	10	12	0,05	10	14	0,005	3	3
1670	0,02	5	6	0,02	5	6	0	0	0

$\Delta T_{я}/\Delta T_{ц}$  – коэффициент чувствительности к изменению температуры цоколя,  $\delta_{\Sigma}$  – суммарная погрешность при точности термостатирования 0,2 К.

Для нижней части температурного диапазона работы вольфрамовых ламп были проведены исследования по влиянию изменения температуры окружающей среды. Расчеты показали, что при изменении окружающей температуры на 1 К температура центральной части ленты изменится на 20 мК при яркостной температуре 1100 К, и всего на 5 мК при яркостной температуре 1770 К. Для проведения экспериментальных исследований вокруг лампы был установлен цилиндрический экран диаметром 0,6 м, частично закрытый сверху. Внутри экрана были расположены три плоских нагревательных элемента и пять полупроводниковых термометров сопротивления, равномерно распределенных по объему. В результате проведенной серии экспериментов были определены точечные значения поправок на влияние температуры окружающего воздуха, исходя из которых, была получена поправочная функция на весь рабочий диапазон вакуумных ламп:

$$\Delta T = 1,6718 \cdot 10^{-11} \cdot T_{я}^4 - 1,2874 \cdot 10^{-7} \cdot T_{я}^3 + 3,7709 \cdot 10^{-4} \cdot T_{я}^2 - 0,50391 \cdot T_{я} + 265,26 \quad (2)$$

где  $\Delta T$  – поправка на каждый градус изменения температуры окружающего воздуха от нормальных условий,  $T_{я}$  – яркостная температура лампы.

Для определения температурного эквивалента погрешности позиционирования лампы на оптическую ось измерительной системы было проведено исследование нескольких температурных ламп как вакуумных, так и газонаполненных. В качестве средства измерения использовалась аппаратура спектрокомпаратора, входящего в состав ГЭТ 34-2007.

У исследуемых экземпляров ламп все температурные поля лент оказались несимметричными относительно центра рабочей зоны. Кроме того, форма температурных полей лент даже одного типа ламп значительно отличались друг

от друга. Анализ данных результатов показал, что погрешность, обусловленная влиянием размера области визирования, при яркостной температуре затвердевания меди в среднем составляет около 0,7 мК на 1 мкм размера зоны визирования по каждой координате, т.е. реально не превышает 10 мК. Более существенна погрешность позиционирования зоны визирования. Она различна для разных ламп и в среднем составляет 1,6 мК/мкм. Общая погрешность позиционирования для ламп СИ10-300 и вакуумной лампы Polaron при температуре 1357 К оказалась равной 70 мК и 9 мК соответственно.

Исследование влияния разворота лампы в горизонтальной плоскости проводилось для двух газонаполненных и двух вакуумных ламп СИ10-300 с шагом 5° в интервале ±15°, а затем более тщательно с шагом 30' в интервале ±8° на лампах СИ10-300 № 3 и № 85 и лампе Polaron № 936. Влияние наклона ленты исследовалось на тех же лампах в интервале ±4° с шагом 1°.

В таблице 3 приведены итоговые значения погрешностей по всем четырем составляющим позиционирования для вакуумных и газонаполненных ламп СИ10-300 и вакуумной лампы Polaron. Для вакуумных ламп указано значение погрешности при 1270 К, для газонаполненных – при 1570 К.

Таблица 3. Погрешности позиционирования лампы.

Источник погрешности	Погрешность в температурном эквиваленте, мК		
	СИ10-300 (вак)	СИ10-300 (газ)	Polaron (вак)
Позиционирование по горизонтали	11	47	10
Позиционирование по вертикали	42	25	3,5
Разворот в горизонтальной плоскости	31	35	28
Наклон в плоскости перпендикулярной ленте	4	16	3
<b>Суммарная погрешность</b>	<b>53</b>	<b>66</b>	<b>30</b>

Для оценки этой составляющей погрешности при значениях температуры, отличных от значения реперной точки, была использована линейная интерполяция: для диапазона от 1234 до 2000 К погрешность составила 30÷42 мК, а в диапазоне от 2000 до 2500 К – от 83 до 103 мК.

Анализ аппаратуры для измерения тока питания в цепи температурной лампы показал, что мера сопротивления номиналом 0,001 Ом, входящая в состав измерительной схемы, в совокупности с использованием мультиметра Keithley 2700 для регистрации падения напряжения на ней не обеспечивает необходимой точности. Поэтому в ходе плановых метрологических работ были

приобретены и внедрены в измерительную систему высокоточные токоизмерительные шунты номиналом 0,01 Ом. Каждый шунт был снабжен специально разработанной собственной системой термостатирования с погрешностью поддержания температуры менее 0,5 К.

В таблице 4 показаны значения составляющие погрешности определения тока питания лампы для трех типов ламп. Как видно из приведенных в таблице данных, погрешность вольтметра остается доминирующей, но из-за изменения номинала меры суммарная погрешность становится в несколько раз меньше исходной. Следует отметить, что простая замена вольтметра более точным позволила бы сократить погрешность еще на 35-45%.

Таблица 4. Погрешности температуры ленты, обусловленной неточностью определения тока питания лампы после модернизации аппаратуры.

Температура, °С		$\delta T_V$ , мК	$\delta T_R$ , мК	$\delta T_{Rt}$ , мК	$\delta T_{\Sigma}$ , мК
СИ10-300 (вак)	800	106	6	1,2	<b>106</b>
	1100	55	5	1	<b>55</b>
	1500	64	5	1	<b>64</b>
СИ10-300 (газ)	1300	78	5	1	<b>78</b>
	1700	70	4	0,9	<b>70</b>
	2000	69	4	0,9	<b>69</b>
Polaron (вак)	900	64	7	1,5	<b>64</b>
	1300	50	6	1,2	<b>50</b>
	1700	75	5	1	<b>75</b>

$\delta T_V$  - температурный эквивалент погрешности вольтметра,  $\delta T_R$  – температурный эквивалент погрешности меры сопротивления,  $\delta T_{Rt}$  – погрешность из-за температурного дрейфа меры сопротивления,  $\delta T_{\Sigma}$ , - суммарная погрешность определения тока питания лампы.

В **четвертой главе** описываются исследования погрешностей, связанных с процессом передачи единицы температуры от одного источника излучения другому. В их число входят погрешности, обусловленные неточностью определения длины волны, нелинейностью фотоэлектрического измерительного тракта, влиянием эффекта размера источника и изменением температуры окружающего воздуха. Также была исследована воспроизводимость измерений при передаче единицы температуры.

Были получены оценки составляющих воспроизводимости измерений при работе с реперными точками. Для компаратора ГЭТ34-2007, несмотря на значительное снижение уровня шумов выходного сигнала фотодиода за счет использования фильтра низких частот, средние значения уровня шумов в точке затвердевания меди лежат в диапазоне 5-6 мкВ, что соответствует 0,02% от

измеряемого сигнала. Измерение сигнала фотоэлектрического тракта производилось мультиметром Agilent 34401 с разрешающей способностью 100 нВ, что составляет 0,0003% от среднего значения выходного сигнала в точке затвердевания меди и 0,002% в точке затвердевания серебра.

Для определения кратковременного дрейфа был проведен анализ измерений реализаций реперных точек серебра, золота и меди за период с 2007 по 2010 год. Принимая во внимание больший вес более поздних измерений, кратковременный дрейф спектрокомпаратора был оценен в 70 мК. Относительное значение кратковременной стабильности можно считать независимым от абсолютного значения сигнала выше точки затвердевания меди и равным 0,08%. Таким образом, доминирующей компонентой погрешности воспроизведения значения температуры компаратором является кратковременная стабильность. Все значения компонент и суммарной погрешности по этой составляющей приведены в таблице 5.

Таблица 5. Составляющие погрешности воспроизведения при работе с МЧТ.

Компонента	Погрешность, мК			
	T <sub>Ag</sub> (1234,93 К)	T <sub>Cu</sub> (1357,77 К)	1770 К	2770 К
Шум	45	11	10	8
Кратковременная стабильность	70	70	115	282
Инструментальная погрешность вольтметра	1	0,3	1	0,8
<b>Суммарная погрешность воспроизведения</b>	<b>83</b>	<b>71</b>	<b>115</b>	<b>282</b>

Исследование воспроизводимости компаратора при работе с температурными лампами проводилось на одной вакуумной и одной газонаполненной лампе СИ10-300, входящих в состав эталона. Для каждой лампы было проведено по 30 серий измерений в трех точках температурного диапазона. При анализе полученных результатов были рассчитаны средние значения, СКО и коэффициенты корреляции между сопротивлением, температурой цоколя лампы, температурой окружающего воздуха и яркостной температурой. По коэффициентам корреляции оценивалось влияние дополнительных параметров. Расчеты показали, что при приведении к единому значению параметра с наибольшим коэффициентом корреляции по отношению к яркостной температуре, сходимость результатов становится наилучшей. Для точек 1973 и 1673 К этим параметром является сопротивление, а для нижних



точек температурного диапазона – температура цоколя. Итоговое значение воспроизводимости для газонаполненной лампы составило от 165 мК до 300 мК в диапазоне от 1400 К до 2000 К, для вакуумной от – 88 мК до 143 мК в диапазоне от 1200 К до 1700 К.

Исследование влияния изменения температуры воздуха в помещении на оптическую часть компаратора проводилось путем проведения локального нагрева воздуха рядом с различными элементами оптической системы. По полученным результатам был проведен приблизительный расчет чувствительности измерительной системы к нагреву оптических элементов, который показал, что наименее устойчивым к тепловому воздействию оказалось второе сферическое зеркало, что было объяснено деформацией элементов опорной конструкции зеркала при нагреве. Для устранения влияния термической деформации опорных элементов на сферическое зеркало, совместно с ФГУП Омский опытный завод «Эталон» была разработана специальная конструкция стойки зеркала, выполненная на принципе карданного подвеса.

После новой юстировки всей оптической системы эксперимент по тепловому воздействию на сферическое зеркало был повторен. Результаты показали, что неустойчивость данного узла при тепловом воздействии уменьшилась в 5-6 раз, что, учитывая его вес в стабильности всей схемы, повышает общую стабильность примерно в 3 раза.

Исследование погрешности, обусловленной неточностью определения длины волны пропускания монохроматора проводилось с помощью источников линейчатого спектра, в качестве которых применялись криптоновая и дейтериевая лампы. Используемый в составе ГЭТ34-2007 двойной монохроматор МДР-6 был отградуирован, итоговая поправка монохроматора на неточность длины волны составила 0,05 нм при неисключенной систематической погрешности 0,03 нм. Так как коэффициент чувствительности к погрешности определения длины волны определяется

отношением  $\left(\frac{T}{\lambda}\right) \cdot \left(\frac{T}{T_{ref}} - 1\right)$ , температурный эквивалент данной составляющей

суммарной погрешности монотонно возрастает пропорционально квадрату температуры от 0 мК в реперных точках до 160 мК на уровне 2770 К.

Исследование эффекта размера источника (ЭРИ) излучения проводилось прямым и обратным методами, а также адаптированным прямым методом. При прямом и обратном методах в качестве однородного источника излучения

использовалось молочно-матовое стекло с ирисовой диафрагмой, освещенное однородным источником излучения. В результате исследования были получены значения эффекта размера источника при различных диаметрах раскрытия диафрагмы для прямого и обратного метода (см. табл. 6).

Таблица 6. Эффект размера источника и его температурный эквивалент при температуре затвердевания меди ( $\Delta T_{Cu}$ ) и 2200 К ( $\Delta T_{2200}$ ).

Размер источника, мм	Прямой метод			Обратный метод		
	$\Delta U_{\phi}$ , %	$\Delta T_{Cu}$ , мК	$\Delta T_{2200}$ , мК	$\Delta U_{\phi}$ , %	$\Delta T_{Cu}$ , мК	$\Delta T_{2200}$ , мК
1,5	0,024	20	57	0,021	18	50
2	0,069	58	163	0,062	52	146
3	0,086	72	203	0,082	69	193
15	0,13	110	300	0,13	110	300
30	0,14	120	330	0,14	120	330

Такое исследование дает представление об ЭРИ, как о характеристике оптической системы, не включающей параметры излучателя, поэтому в качестве альтернативы был применен другой метод определения ЭРИ. Схема данного эксперимента представлена на рис.5.

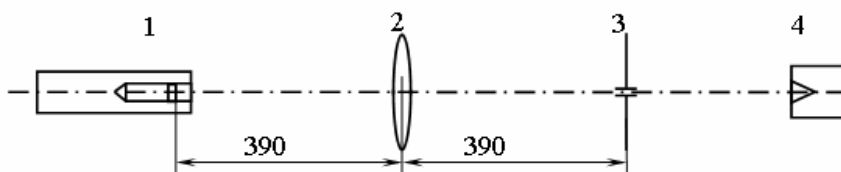


Рис. 5. Схема установки для определения эффекта размера источника методом реального источника: 1 - высокотемпературная печь, 2 – объектив, 3 – ирисовая диафрагма, 4 – фотоприёмник и его оптическая система.

Также было проведено определение поправки при передаче единицы температуры между лампами СИ10-300 и Polaron 10/G. Вместо печи источником излучения в этом эксперименте была температурная лампа СИ10-300, а промежуточным источником вместо ирисовой диафрагмы стала щелевая диафрагма переменной ширины.

Анализ результатов измерений показал, что при передаче единицы температуры с печи на лампу СИ10-300 поправка составила 0,08 К при СКО поправки 0,03 К. При передаче размера единицы между лампами различного типа предельное значение поправки оказалось равным 0,14% от номинальной яркости излучения, что в точке затвердевания меди соответствует 0,13 К. Неисключенная систематическая погрешность при этом составила 33 мК.

Исследование нелинейности фотоэлектрического тракта проводилось путем построения шкалы с помощью фотодиода методом сложения потоков излучения на двух различных установках: с одним источником и разделяющимся световым потоком, и с двумя независимыми источниками излучения. Измерения проводились в диапазоне сигнала от 2,5 мВ до 5 В. Каждое удвоение было проведено от 6 до 12 раз в течение одной рабочей недели.

В соответствии с полученными данными весь рабочий диапазон фотодиода был разбит на три участка: ниже 20 мВ, где коэффициент нелинейности возрастает обратно пропорционально значению выходного сигнала; от 25 мВ до 3 В – коэффициент нелинейности пренебрежимо мал; выше 3 В – нелинейность возрастает пропорционально выходному сигналу, но имеет противоположный первому участку знак.

На основании полученных данных были получены полиномы для вычисления коэффициента нелинейности на каждый шаг удвоения в диапазоне выходного сигнала до 20 мВ ( $K_1$ ) и свыше 3 В ( $K_2$ ):

$$K_1 = 1 + (2,1 \cdot 10^{-5} \cdot U_{\phi}^2 - 8,12 \cdot 10^{-4} \cdot U_{\phi} + 0,00781) \quad (3);$$

$$K_2 = 1 + (-3,71 \cdot 10^{-7} \cdot U_{\phi} + 0,00128) \quad (4)$$

где  $U_{\phi}$  – удвоенный сигнал. Относительная неисключенная систематическая погрешность, соответствующая этим поправкам, равна 0,07% на шаг удвоения. Нелинейность центрального участка не учитывается ввиду её малости.

**Пятая глава** посвящена экспериментальным исследованиям в ходе совместных международных работ и общим анализом полученного бюджета погрешности.

По плану совместных работ с национальным метрологическим институтом Франции LNE-INM/CNAM в период с 2005 по 2009 года проводились исследования по определению значений фазовых переходов высокотемпературных металл-углеродных эвтектик кобальта, платины и рения. Измерения всех ампул с металлами проводились в обоих метрологических институтах, где значение температуры определялось путем передачи от национального эталона температуры. Таким образом, результаты измерений позволяют не только осуществить сравнение различных методик воспроизведения фазовых переходов эвтектик, но и сличить (косвенно) текущие температурные шкалы стран-участниц при текущих метрологических характеристиках эталонов. Сводная таблица по результатам работ представлена в таблице 7.

Таблица 7. Сравнение результатов исследований ВНИИМ по определению температуры фазовых переходов ( $T_{пл}$ ) высокотемпературных этектик с результатами других НМИ.

Этектика	Co-C	Pt-C	Re-C
Среднемировое значение $T_{пл}$ , °C	1324,21	1738,4	2474,4
Значение $T_{пл}$ LNE-INM/CNAM, °C	1324,24	1738,3	2474,2
Значение $T_{пл}$ ВНИИМ, °C	1324,2	1738,4	2474,7
Погрешность при определении $T_{пл}$ , K	0,12	0,58	1,3
Воспроизводимость этектики во ВНИИМ, K	0,08	0,16	0,54

В период 2009-2010 годов проводились двусторонние сличения эталонов в реперной точке затвердевания меди. В сличениях участвовали ВНИИМ и ННЦ «Институт метрологии» (Украина). В качестве эталона сравнения использовалась вакуумная температурная лампа СИ 10-300 № 5, принадлежащая ВНИИМ. Для этих сличений была заявлена расширенная неопределенность в точке затвердевания меди 0,176 K, разница значений температуры при градуировке лампы составила 0,16 K.

Анализ результатов показал, что обе международные работы с большим запасом подтвердили метрологические характеристики Государственного первичного эталона, которые приведены в таблице 8. Также в таблице указаны возможности эталона с учетом примененных методик, а также погрешности эталона на момент ключевых сличений 1999 года и погрешности национальных эталонов Германии и Великобритании. Сравнение погрешностей указывает на возможность существенного увеличения точности эталона в верхней части температурного диапазона, однако при этом есть некоторое отставание по точности от эталонов ведущих стран мира.

Также в пятой главе рассмотрены перспективные направления повышения точности эталона: использование вторичных реперных точек и создание новой оптической схемы компаратора. Расчет возможных значений погрешности показал, что применение вышеназванных мер может уменьшить суммарную погрешность на 15% в нижней части температурного диапазона на 25% – в верхней.

**Таблица 8. Сравнение составляющих погрешностей в диапазоне выше 1234.93 К**

Источники погрешностей	Границы погрешности, мК							
	Погрешности национальных эталонов Германии и Великобритании		Погрешности эталона на момент сличений КС-5		Погрешности по паспорту ГЭТ 34-2007		Возможности эталона по результатам работы	
	1234.93К	3000 К	1234.93К	3000 К	1234.93К	3000 К		
Примеси в металле и графите	10	2	10	-	20	40	20	40
Излучательная способность МЧТ	2	9	20	-	10	80	7	22
Неточность определения уровня ТЗМ	15	23	30	-	30	120	8	34
Охлаждение через отверстие МЧТ	2	10	10	-	Не иссл.	Не иссл.	2	13
Температура докола лампы и ОС*	10	8	50	50	50	50	16	6
Погрешность установки лампы на оптическую ось*	30	56	500	300	Не иссл.	Не иссл.	30	94
Погрешность измерения силы тока в цепи лампы*	30	21	400	100	40	80	36	69
Дрейф параметров лампы*	10	25	300	260	30	50	10	30
Интерполяция и интегрирование	2	7	-	-	20	80	6	12
Температура окружающей среды	13	65	30	50	Не иссл.	Не иссл.	24	62
Рассеяние и поляризация излучения	2	8	10	30	10	30	10	30
Неточность определения длины волны	9	145	50	200	Не иссл.	Не иссл.	20	113
Нелинейность фотоэлектрического тракта СКЯ	0	268	-	300	Не иссл.	Не иссл.	0	390
Эффект влияния размера источника излучения	20	96	80	200	40	230	33	182
Суммарная неисключенная систематическая погрешность, мК	56	484	160	990	120	420	73	467
<b>Пределы суммарной погрешности (k=2), мК</b>	<b>119</b>	<b>1194</b>	<b>320</b>	<b>1980</b>	<b>223</b>	<b>2808</b>	<b>173</b>	<b>1521</b>

Примечание: \* - для составляющих, связанных с лампами, погрешность приведена для значения температуры 2400 К.

## **Основные результаты**

По итогам комплекса теоретических и экспериментальных исследований на аппаратуре Государственного первичного эталона единицы температуры были получены следующие основные результаты:

- Разработаны теплофизические модели тигля с металлом и ленты температурной лампы; с помощью моделей получены значения поправок на неравномерность температурного поля в полости тигля и на изменение условий теплообмена ленты лампы с окружающей средой, введение которых позволило уменьшить соответствующие составляющие суммарной погрешности. Разработана программа для реализации математических моделей полостей тиглей различной конфигурации, с помощью которой рассчитана составляющая погрешности, обусловленная отличием излучательной способности полости тигля от излучательной способности абсолютно черного тела.

- Проведены исследования температурных полей ламп, воспроизводимости параметров ленточных вольфрамовых ламп при измерении яркостной температуры, чувствительности оптической системы спектрокомпаратора к изменению температуры окружающего воздуха, влияния эффекта размера источника при различных значениях температуры, нелинейности фотоэлектрического тракта. По результатам этих исследований получены действительные значения поправок и составляющих суммарной погрешности эталона.

- Введён в состав эталона комплект термостатированных мер сопротивления, разработан и включен в состав оптической системы новый узел зеркала. Данные меры позволили сократить погрешности, обусловленные неточностью определения тока питания ламп и влиянием температуры окружающей среды на передачу размера единицы температуры.

Разработанные методы и полученные результаты дают возможность повысить точность Государственного первичного эталона единицы температуры на  $(20 \div 40)\%$  в диапазоне  $(961,78 \div 3000)^\circ\text{C}$  по сравнению с указанными в действующей поверочной схеме и паспорте эталона.

Решение поставленной в работе задачи по улучшению метрологических характеристик Государственного первичного эталона единицы температуры имеет существенное значение для прецизионной бесконтактной термометрии.

**Основное содержание диссертации изложено в следующих публикациях:**

1. Матвеев М.С., Походун А. И., Сильд Ю.А., Фуксов В.М., Цорин В.Г., Никитин Ю.В., Фотоэлектрический спектрокомпаратор нового поколения для прецизионных измерений в области радиационной термометрии, «Приборы» № 10, 2008, с. 30-38.

2. Фуксов В.М., Основные направления и методы повышения точности государственного первичного эталона единицы температуры в диапазоне выше точки затвердевания серебра, «Приборы» № 10, 2010, с. 54-58.

3. Фуксов В.М., Исследование температурных полей эталонных излучателей, «Приборы» № 11, 2010, с. 37-44.

4. V.M.Fuksov, A.I.Pohodun, M.S.Matveyev, Experimental and numerical investigation of the temperature field of the fixed point cavity, International Journal of Thermophysics: vol. 32, Issue 1, 2011, p. 337.

5. Фуксов В.М. Свирков В.А., Исследование термозависимости оптической системы спектрокомпаратора ГЭТ 34-2007, «Приборы» № 10, 2010, с. 58-68.

**Личный вклад:** в работах, выполненных в соавторстве, личный вклад автора в равных долях с соавторами