

Секция № 04 «Теплофизические измерения»

А.И. Походун *ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»* Переопределение кельвина и перспективы совершенствования Государственного первичного эталона единицы температуры в диапазоне выше 273 К

ПЕРЕОПРЕДЕЛЕНИЕ КЕЛЬВИНА И ПЕРСПЕКТИВЫ СОВЕРШЕНСТВОВАНИЯ ГОСУДАРСТВЕННОГО ПЕРВИЧНОГО ЭТАЛОНА ЕДИНИЦЫ ТЕМПЕРАТУРЫ В ДИАПАЗОНЕ ВЫШЕ 273 К

А.И. Походун

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Рассматриваются состояние и перспективы дальнейшего совершенствования Государственного первичного эталона единицы температуры в диапазоне от 0 до 3273 К.

Основными задачами, которые необходимо решить в процессе совершенствования первичного эталона, являются следующие:

- обеспечение способности воспроизводить кельвина в диапазоне выше 1235 К в соответствии с его новым определением, которое может вступить в силу в 2019 году;
- повысить точность воспроизведения кельвина в 1,5-2 раза;
- расширить диапазон воспроизведения единицы температуры до 3473 К.

Рассмотрены пути совершенствования средств для реализации Международной температурной шкалы 1990 года в диапазоне от 273,15 К до 1235 К.

В 2008 году ВНИИМ им. Д. И. Менделеева была выполнена НИР «Разработка концепции развития системы метрологического обеспечения температурных измерений» [1]. В рамках этой работы были проанализированы состояние и перспективы развития термометрии, ее метрологическое обеспечение, а также требования отраслей отечественной промышленности и науки к измерениям температуры в период с 2008 до 2018 года. Результаты данного анализа были использованы для планирования основных направлений развития термометрии и ее метрологического обеспечения. Основным элементом планирования явилось формирование направлений дальнейшего совершенствования государственных первичных эталонов единицы температуры, не уступающих по своему научно-техническому уровню и метрологическим характеристикам лучшим зарубежным аналогам.

В нашей стране единство измерений температуры обеспечивается двумя государственными первичными эталонами, воспроизводящими Международную температурную шкалу 1990 года (МТШ-90) [2].

В диапазоне от 0,3 до 273,15 К шкала МТШ-90 воспроизводится Государственным первичным эталоном единицы температуры ГЭТ 35-2010, хранящемся во ВНИИФТРИ.

В диапазоне выше 273,15 К МТШ-90 воспроизводится Государственным первичным эталоном единицы температуры ГЭТ 34-2007, хранящемся во ВНИИМ им. Д.И. Менделеева.

Основной задачей совершенствования эталонов является обеспечение возможности воспроизведения кельвина в соответствии с его новым определением, принятие которого ожидается в 2019 году на Генеральной конференции по мерам и весам.

Кроме этой главной задачи, были скорректированы требования к метрологическим характеристикам эталона ГЭТ 34-2007 с учетом современных и перспективных требований науки и промышленности: расширение верхнего диапазона воспроизведения единицы температуры до 3473 К и повышение точности эталона в 1,5 - 2 раза.

В основу работ по модернизации первичных эталонов ГЭТ 35-2010 и ГЭТ 34-2007 были положены результаты исследований национальных метрологических институтов, принимавших участие в подготовке нового определения кельвина, и рекомендации, изложенные в материалах Консультативного комитета по термометрии и его рабочими группами, принимавшими участие в решении этой проблемы.

В соответствии с рекомендацией Консультативного комитета по термометрии кельвин будет определяться через фиксированное значение константы Больцмана [3]. Ведущие национальные метрологические институты выполнили большой объем работ по определению точного значения этой константы. Для этого был использован ряд термометров, реализующих различные методы первичной термометрии, в том числе: газовый термометр постоянного объема, акустический газовый термометр, газовый термометр по диэлектрической проницаемости, газовый термометр по показателю преломления, шумовой термометр, термометр по доплеровскому уширению спектральных линий [4].

Следующие результаты выполненных исследований, сформулированные в докладе рабочей группы по переопределению кельвина, являются принципиально важными для модернизации эталонов [4]:

1) Новое определение кельвина не влияет непосредственно на статус МТШ-90 или ВНТШ-2000, однако имеются значительные преимущества для измерения термодинамической температуры (акустический газовый

термометр), особенно – ниже 20 К и выше 1300 К (радиационный термометр), где первичные термометры могут обеспечить более низкую неопределённость, чем доступную в настоящее время по МТШ-90.

2) Наиболее точные измерения температуры в основном диапазоне – приблизительно от 13 до 1235 К – будут по-прежнему прослеживаться к эталону единицы температуры через платиновые термометры сопротивления, откалиброванные по МТШ-90.

3) В будущем, по мере развития методов первичной термометрии, способствующих уменьшению неопределенности, они будут использоваться все шире и смогут, в некоторых диапазонах, постепенно заменить Международные температурные шкалы в качестве основы температурных измерений.

На основании полученных результатов были сделаны выводы о том, что основное внимание должно быть сосредоточено на создании акустического газового термометра для диапазона температур ниже 20 кельвинов и эталонного радиационного термометра для диапазона выше 1235 К.

В диапазоне от 13 К до 1235 К целесообразно модернизировать аппаратуру, воспроизводящую единицу температуры в соответствии со шкалой МТШ-90. При этом существует перспектива дальнейшего совершенствования акустического газового термометра с целью его использования до 273,16 К. В соответствии со специализацией метрологических институтов создание эталонного акустического термометра относится к компетенции ФГУП «ВНИИФТРИ», а ответственность за создание эталонного радиационного термометра лежит на ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» (рисунок 1).

В период с 2015 по 2016 годы во ВНИИМ им. Д.И. Менделеева в соответствии с ведомственной целевой программой «Проведение фундаментальных исследований в области метрологии, разработки государственных (в том числе первичных) эталонов единиц величин» была выполнена НИР «Кельвин». В рамках этой работы был создан экспериментальный образец государственного первичного эталона единицы температуры, экспериментальные исследования которого позволили определить основные научно-технические решения, обеспечивающие выполнение основных задач модернизации эталона ГЭТ 34-2007:

- воспроизведение единицы температуры методом первичной термометрии в соответствии с ее новым определением в диапазоне выше 1235 К;
- повышение в 1,5 - 2 раза точности ГЭТ 34-2007;

- расширение диапазона воспроизведения и передачи единицы температуры до 3473 К.

Принимая во внимание тот факт, что в обозримом будущем в диапазоне от 273,16 до 1235 К для воспроизведения единицы температуры альтернативы платиновому термометру сопротивления нет, представляется целесообразным усовершенствование аппаратуры ГЭТ 34-2007, используемой для реализации МТШ-90 в указанном диапазоне.

В частности, необходима модернизация аппаратуры, используемой для реализации реперных точек МТШ-90. Это обусловлено отсутствием возможности морально и физически устаревших установок, используемых для реализации реперных точек, обеспечить требуемую точность и стабильность поддержания температуры, а также однородность температурного поля в рабочем пространстве печей.

Кроме этого, в течение многих лет в нашей стране отсутствовала возможность оценки нелинейности мостов, используемых для измерения сопротивления эталонных платиновых термометров при их градуировке.

Обе эти проблемы являются актуальными не только для воспроизведения единицы температуры, но и для ее передачи.

В настоящее время поверочные лаборатории территориальных органов Росстандарта оснащены импортным оборудованием, ремонт которого чрезвычайно дорог и требует больших затрат времени.

Нерешенной проблемой является также оценка нелинейности мостов, входящих в состав вторичных и рабочих эталонов, используемых при передаче единицы температуры.

Проблема модернизации установок, используемых для реализации реперных точек в Государственном первичном эталоне единицы температуры ГЭТ 34-2007, а также во вторичных и рабочих эталонах отечественных поверочных и калибровочных лабораторий была решена совместными усилиями специалистов ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева и ОАО НПП «Эталон» (г. Омск).

Этими предприятиями были созданы печи (рисунок 2):

- ПРТ50-700 (для реализации основных и вторичных реперных точек в диапазоне от 50 до 700 °С) и
- ПРТ600-1100 (для реализации основных и вторичных реперных точек в диапазоне от 700 до 1100 °С).

Результаты исследований этих печей в рамках НИР «Кельвин» показали исключительно высокие их метрологические и эксплуатационные характеристики (Таблица 1).

В диапазоне выше температуры затвердевания серебра (1235 К) для определения термодинамической температуры предполагается использовать методы радиационной термометрии.

Данные методы изложены в документе *Mise en Pratique*, разрабатываемом Консультативным комитетом по термометрии, содержащем рекомендации по практической реализации как Международной температурной шкалы 1990 г. (МТШ-(90)), так и основных методов первичной термометрии, рекомендуемых для использования после введения нового определения кельвина.

Таблица 1 – Метрологические и эксплуатационные характеристики печей ПРТ 50-700 и ПРТ 700-1100.

№ п/п	Наименование прибора	Страна, фирма-производитель	Метрологические и эксплуатационные характеристики
1	ПРТ 50-700	Россия, ОАО НПП «Эталон» (г. Омск).	<ol style="list-style-type: none"> 1. Диапазон температуры, °С: от 50 до 680; 2. Нестабильность поддержания температуры $\pm 0,02$ К; 3. Перепад температуры между дном термометрического канала и на высоте 15 см от дна $\pm 0,01$ К 4. Разрешающая способность дисплея 0,01 К; 5. Наибольшая потребляемая мощность 3500 Вт; 6. Диаметр жаровой трубы 62 мм
2	ПРТ 700-1100	Россия, ОАО НПП «Эталон» (г. Омск).	<ol style="list-style-type: none"> 1. Диапазон температуры, °С: от 700 до 1100; 2. Нестабильность поддержания температуры $\pm 0,04$ К; 3. Перепад температуры между дном термометрического канала и на высоте 15 см от дна $\pm 0,2$ К 4. Разрешающая способность дисплея 0,01 К; 5. Наибольшая потребляемая мощность 3500 Вт; 6. Диаметр жаровой трубы, 52 мм

В документе «*Mise en Pratique*» изложены два метода измерения термодинамической температуры, которые могут быть использованы для

воспроизведения единицы температуры в диапазоне выше температуры затвердевания серебра (1235 K) в соответствии с ее новым определением [5-8]:

- прямой метод измерения с использованием абсолютного радиометра;
- относительная первичная термометрия, основанная на использовании высокотемпературных реперных точек.

В основе прямого метода лежит измерение спектральной мощности излучения абсолютно черного тела, прослеживаемое к единицам из СИ.

Спектральная плотность яркости, $L_{b,\lambda}$, представляющая собой мощность теплового потока, излучаемую черным телом в единицу телесного угла в интервале длины волны $d\lambda$, описывается законом Планка (1):

$$L_{b,\lambda}(\lambda, T) d\lambda = \varepsilon(\lambda, T) \cdot \left(\frac{2hc^2}{n^2 \lambda^5} \right) \cdot \frac{d\lambda}{\exp\left(\frac{hc}{n\lambda kT}\right) - 1}, \quad (1)$$

где:

k – постоянная Больцмана;

h – постоянная Планка;

c – скорость света;

n – показатель преломления газа в оптической оси;

λ – длина волны в газе;

$\varepsilon(\lambda, T)$ – излучательная способность (коэффициент черноты);

T – термодинамическая температура.

При использовании прямого метода воспроизведение и передача единицы температуры по тепловому излучению осуществляется в четыре этапа:

- измерение мощности стабилизированного лазера абсолютным криогенным калориметром;
- калибровка специального приемника излучения (трап-детектора) лазером по мощности;
- калибровка специального приемника излучения (трап-детектора) лазером по мощности;
- калибровка специального приемника излучения (трап-детектора) лазером по мощности.

Применение первичной радиометрии требует, чтобы используемые величины имели прослеживаемость к единицам системы SI. Таким образом, измерение мощности должно иметь прослеживаемость к ватту и метру (длина волны, расстояние и площадь).

Воспроизведение единицы температуры методом относительной первичной термометрии основано на использовании высокотемпературных

реперных точек. В качестве высокотемпературных реперных точек используются температуры фазовых переходов (плавления, затвердевания) эвтектических сплавов металл-углерод [9, 10, 11, 12], а также эвтектических и перитектических сплавов (карбид металла) – углерод (МС-С). Реперным точкам, используемым для реализации метода относительной первичной термометрии, должны быть уже присвоены значения термодинамической температуры и неопределенность, имеющая место при реализации косвенных методов.

Термодинамическая температура фазовых переходов эвтектик определяется прямым методом.

Предполагается, что неопределенность воспроизведения кельвина методом относительной первичной термометрии близка (или немного выше), чем неопределенность прямого метода, но он значительно легче реализуем практически.

Возможны три варианта реализации метода относительной первичной термометрии:

- экстраполяция, основанная на одной реперной точке;
- интерполяция между двумя или тремя реперными точками;
- подбор методом наименьших квадратов, если используются больше трех реперных точек.

Функция преобразования радиационного термометра, градуированного в реперных точках, может быть описана соотношением (2), которое является планковской формой уравнения Sakuma–Hattori [13, 14]:

$$S T = \frac{C}{\exp\left(\frac{c'_2}{AT + B}\right) - 1}, \quad (2)$$

где: $c'_2 = c_2/n = hc/kn$; A, B, C – коэффициенты.

Коэффициенты A, B и C связаны со спектральной чувствительностью радиометра, $s(\lambda)$. Измеренные пары (T, S) формируют ряды данных для экстраполяции, интерполяции и метода наименьших квадратов.

В настоящее время рассматривается возможность и целесообразность использования следующих высокотемпературных реперных точек (Таблица 2) [15].

Эта таблица периодически будет пересматриваться по мере появления новых результатов измерений термодинамической температуры и исследований ВТРТ на основе других сплавов и металлов.

Таблица 2 – Высокотемпературные фиксированные точки на основе эвтектик металл - углерод

Состав эвтектики	Значение температуры фазового перехода, К	Стандартная неопределенность, К	Расширенная (k=2) неопределенность, К
Re-C	2747.84	0.177	0.35
Pt-C	2011.43	0.089	0.18
Co-C	1597.39	0.063	0.13
Cu	1357.802	0.0405	0.081

В рамках НИР «Кельвин был создан экспериментальный образец нового первичного эталона единицы температуры, который обеспечил возможность воспроизведения кельвина методом относительной первичной термометрии (рисунок 3).

Следующим шагом на пути совершенствования эталона является реализация прямого метода воспроизведения единицы температуры в соответствии с ее новым определением. Эта работа уже ведется во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева». На рисунке 4 показана структурная схема экспериментального образца эталона, обеспечивающего возможность воспроизведения кельвина прямым методом, а также методом относительной первичной термометрии.

Литература

- 1 Походун А. И., Дедиков Ю. А. и др. “Разработка концепции развития системы метрологического обеспечения температурных измерений”, Отчет по НИР инв. № 02200900744, 2008.
- 2 The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90), BIPM, Sèvres, 1990
- 3 Recommendation 2 (CI-2005) of the CIPM, Sevres, BIPM (2005).
- 4 J. Fischer, S. Gerasimov, K. D. Hill, G. Machin, M. R. Moldover, L. Pitre, P. Steur, M. Stock, O. Tamura, H. Ugur, D. R. White, I. Yang, J. Zhang. Preparative Steps Towards the New Definition of the Kelvin in Terms of the Boltzmann Constant. Springer Science+Business Media, LLC 2007.
- 5 Machin G., Bloembergen P., Anhalt K., Hartmann J., Sadli M., Saunders P., Woolliams, E., Yamada, Y., Yoon H., “Practical implementation of the mise-en pratique for the definition of the kelvin above the silver point”, Tempmeko 10.
- 6 Hartmann J., Anhalt K., Taubert D.R., Hollandt J. “Absolute radiometry for the MeP: the irradiance measurement method”, Tempmeko 10.

- 7 Woolliams E., Dury M., Burnitt T., Alexander P.E.R., Winkler R., Hartree W., Salim S., Machin G., “Primary radiometry for the mise-en-pratique for the definition of the kelvin: the hybrid method”, Tempmeko 10.
- 8 Yoon H.W., Gibson C.E., Eppeldauer G.P., Smith A.W., Brown S.W., Lykke K.R., “Thermodynamic radiation thermometry using radiometers calibrated for radiance responsivity”, Tempmeko 10.
- 9 Y. Yamada, H. Sakate, F. Sakuma and A. Ono // Metrologia. – 1999. – 36. – P. 207-209.
- 10 Y. Yamada, F. Sakuma and A. Ono // Metrologia. – 2000. – 37. – P. 71-73.
- 11 Y. Yamada, H. Sakate, F. Sakuma and A. Ono // Metrologia. – 2001. – 38. – P. 213-219.
- 12 N. Sasajima, Y. Yamada, and F. Sakuma // AIP Proceedings. – 2003. – 684 P.
- 13 Sakuma, F., Kobayashi, M., “Interpolation equations of scales of radiation thermometers”, in Proceedings of TEMPMEKO '96, Sixth International Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science, edited by P Marcarino, Levrotto & Bella, Torino, 305–310, 1997.
- 14 Saunders P., “Uncertainties in the realisation of thermodynamic temperature above the silver point”, Tempmeko '10.
- 15 Sadli, M., Fischer, J., Yamada, Y., Sapritsky, V., Lowe, D., Machin, G., “Review of metal-carbon eutectic temperatures proposal for new ITS-90 secondary points”, In: Tempmeko 04, The 9th International Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science, Zagreb, Croatia, Editor in Chief Davor Zvizdic, Published: LPM/FSB, 341-348, 2005.