

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ
ПРЕДПРИЯТИЕ «ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
ИМЕНИ Д.И. МЕНДЕЛЕЕВА»**

На правах рукописи

Сильд
Юрий Альфредович

**МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ РАДИАЦИОННОЙ
ТЕРМОМЕТРИИ НА ОСНОВЕ НОВОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЕДИНИЦЫ
ТЕМПЕРАТУРЫ В ДИАПАЗОНЕ ОТ 961,78 °С ДО 3200 °С**

Специальность:

2.2.4. «Приборы и методы измерения (по видам измерений)»

Диссертация
на соискание ученой степени кандидата технических наук

САНКТ - ПЕТЕРБУРГ
2023 г

ОГЛАВЛЕНИЕ

| | |
|---|----|
| ВВЕДЕНИЕ..... | 5 |
| ГЛАВА 1 Анализ состояния метрологического обеспечения радиационной термометрии в диапазоне выше 961,78 °С и выбор путей его совершенствования | 11 |
| 1.1 Анализ требований науки и промышленности к диапазону и точности измерений температуры неконтактными методами в диапазоне выше 961,78 °С.. | 11 |
| 1.2 Анализ соответствия существующего парка неконтактных средств измерений современным и перспективным требованиям науки и промышленности..... | 14 |
| 1.3 Анализ современного состояния метрологического обеспечения измерений температуры неконтактными методами и перспективы его совершенствования | 19 |
| 1.3.1 Анализ существующих эталонов, используемых для метрологического обеспечения неконтактных средств измерений температуры | 20 |
| 1.3.2 Исследование влияния нового определения кельвина на систему метрологического обеспечения СИ радиационной термометрии..... | 30 |
| 1.3.3 Анализ соответствия существующих средств метрологического обеспечения современных и перспективных неконтактных средств измерения температуры | 36 |
| 1.4 Выбор основных направлений совершенствования системы метрологического обеспечения измерений температуры неконтактными методами в диапазоне выше 961,78 °С. | 40 |
| 1.5 Выводы к главе 1..... | 44 |
| 2 Исследования средств передачи единицы температуры..... | 45 |
| 2.1 Анализ требований, предъявляемых к излучателям с фиксированной температурой фазовых переходов..... | 45 |
| 2.2 Анализ требований, предъявляемых к интерполяционному прибору..... | 58 |
| 2.3 Выводы к главе 2..... | 70 |
| 3 Исследования фазовых переходов эвтектических сплавов и чистых металлов с целью их использования в качестве реперных точек для передачи единицы температуры | 71 |
| 3.1 Разработка методики заполнения ВТРГ эвтектик и ее апробация | 71 |
| 3.2 Реализация фазовых переходов высокотемпературных реперных точек..... | 84 |

| | |
|--|-----|
| 3.3 Анализ бюджета погрешности ВТРТ..... | 103 |
| 3.4 Выводы к главе 3..... | 111 |
| 4 Исследования интерполяционного прибора | 112 |
| 4.1 Исследование стационарного интерполяционного прибора..... | 112 |
| 4.2 Исследование транспортируемого интерполяционного прибора | 113 |
| 4.2.1 Исследования алгоритмов обработки выходного сигнала пирометра | 114 |
| 4.2.2 Исследование влияния эффекта размера источника пирометра..... | 130 |
| 4.2.3 Исследование относительной спектральной чувствительности пирометра. | 132 |
| 4.2.4 Исследование влияния шума пирометра | 135 |
| 4.2.5 Исследование воспроизводимости измерений пирометра..... | 137 |
| 4.2.6 Анализ бюджета погрешности пирометра | 138 |
| 4.3 Выводы к главе 4..... | 143 |
| 5 Разработка, создание и исследование вторичных эталонов единицы температуры | 144 |
| 5.1 Разработка, создание и исследование государственного вторичного эталона (эталона-копии) единицы температуры номинальных значений 1084,62 °С; 1324,24 °С; 1738,34 °С; 2474,69 °С..... | 145 |
| 5.2 Разработка, создание и исследование государственного вторичного эталона (эталона-копии) единицы температуры в диапазоне значений от 961,78 °С до 3200 °С | 146 |
| 5.3 Выводы к главе 5..... | 148 |
| 6 Заключение..... | 149 |
| 7 Список используемых источников..... | 151 |
| Приложение А. Графическое изображение ч.3 ГПС для средств измерений температуры | 163 |
| Приложение Б. Эскиз конструкции ампулы реперной точки..... | 164 |
| Приложение В. Эскизы деталей ампулы реперной точки меди и кольца держателя ампулы..... | 165 |
| Приложение Г Эскизы панелей корпуса блока электроники пирометра | 167 |
| Приложение Д Определение погрешности передачи единицы температуры компараторами..... | 168 |

**ПЕРЕЧЕНЬ
принятых сокращений**

- АЧТ – абсолютно черное тело
- ВТРТ – высокотемпературные реперные точки
- ВЭТ – вторичный эталон
- ГПС – государственная поверочная схема
- ГСИ – государственная система обеспечения единства измерений
- ГПЭ – государственный первичный эталон
- ККТ – консультативный комитет по термометрии
- КСЯ – компараторы спектральных яркостей
- МКМВ – международный комитет мер и весов
- МО – метрологическое обеспечение
- МТШ – международная температурная шкала
- ОЕИ – обеспечение единства измерений
- РЭ – рабочий эталон
- СИ – средство измерений
- РОИ – точка перегиба

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы диссертации

На сегодняшний день существует высокая востребованность промышленных предприятий и научных организаций в применении радиационных средств измерений термометрии. Метрологические характеристики радиационных средств измерений постоянно улучшаются: расширяется диапазон измерений температуры, снижается погрешность измерения. В связи с этим, в ближайшей перспективе, потребуется срочная разработка новых и совершенствование имеющихся средств их метрологического обеспечения.

С введением нового определения кельвина, возникла необходимость в создание эталонов, обладающих малой погрешностью, использование которых не приводит к потере точности измерения термодинамической температуры.

На текущий момент разработанные рабочие эталоны единицы температуры 0-го разряда не в полной мере удовлетворяют приведённым требованиям, а вторичные эталоны в диапазоне температуры от 961,78 °С отсутствуют вовсе.

Цель работы

Целью работы является создание и исследование методов и средств передачи единицы температуры от Государственного первичного эталона единицы температуры в диапазоне от 961,78 °С до 3200 °С в соответствии с ее новым определением, удовлетворяющие современным и перспективным требованиям науки и промышленности в метрологическом обеспечении средств радиационной термометрии.

Основные научные задачи

Для достижения поставленной цели необходимо решить следующие основные задачи:

- комплексный анализ состояния метрологического обеспечения радиационной термометрии в диапазоне от 961,78 °С до 3200 °С, включающий в себя:

1) анализ современных требований науки и промышленности к диапазону и точности измерений температуры неконтактными методами и соответствия существующего парка неконтактных средств измерений современным и перспективным требованиям науки и промышленности;

2) анализ современного состояния метрологического обеспечения измерений температуры неконтактными методами и перспективы его совершенствования, в том числе с учетом нового определения кельвина, удовлетворяющие по метрологическим характеристикам современным и перспективным требованиям науки и промышленности.

- разработка и совершенствование методов и средств передачи единицы температуры на основе высокотемпературных реперных точек и интерполяционного прибора;

- экспериментальные исследования метрологических характеристик разработанных средств, включая оценку составляющих погрешности;

- создание и исследование вторичных эталонов единицы температуры в соответствии с новым определением кельвина.

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

1. Предложен, изучен и осуществлен метод передачи единицы температуры от государственного первичного эталона единицы температуры выше затвердевания точки серебра, с помощью высокотемпературных реперных точек эвтектик металл-углерод и интерполяционного прибора. Метод позволяет воспроизводить и передавать единицу температуры в соответствии с новым ее определением на уровне вторичного эталона, что не было возможно с ранее применяемыми до настоящего времени методами.

2. Впервые определены и исследованы метрологические характеристики вторичных эталонов единицы температуры, обеспечивающих

передачу единицы от 961,78 °С до 3200 °С в соответствии с новым определением кельвина.

3. Разработан и обоснован метод подготовки ампул высокотемпературных реперных точек эвтектик металл-углерод, позволяющий исключить составляющую погрешности, обусловленную неравномерным заполнением рабочим веществом ампулы и загрязнением в процессе её заполнения, присущим современным технологиям.

4. Предложена физико-математическая модель процесса преобразования входного сигнала, позволяющая определить измеряемую температуру излучателя АЧТ с учетом спектральных характеристик пирометра и обеспечивающая передачу единицы на месте эксплуатации рабочих эталонов 0-го разряда.

5. Разработаны и обоснованы научно-методические принципы построения вторичных эталонов единицы температуры на основе нового определения кельвина и разработана система передачи единицы в диапазоне температур от 961,78 °С до 3200 °С, отраженная в части 3 государственной поверочной схемы для средств измерений температуры.

Теоритическая и практическая значимость:

1. Определены основные пути совершенствования метрологического обеспечения радиационной термометрии, с учетом перехода на новое определение кельвина в диапазоне от 961,78 °С до 3200 °С.

2. Обеспечена передача единицы температуры в соответствии с её новым определением, принятым решением 26-й Генеральной конференции по мерам и весам 16 ноября 2018 года, что позволило выполнить обязательства России как подписанта Метрической конвенции в части введения в практику измерений нового определения кельвина.

3. Результаты комплексного анализа использованы при разработке новой редакции государственной поверочной схемы в части передачи единицы температуры радиационным средствам измерений.

4. Внедрены в практику транспортируемый компаратор и излучатели на основе фазовых переходов высокотемпературных реперных точек, метрологические характеристики которых удовлетворяют требованиям, предъявляемым к вторичному эталону единицы температуры в соответствии с поверочной схемой.

5. Утверждены и введены в эксплуатацию два государственных вторичных эталона единицы температуры. Применение их позволило снизить нагрузку на государственный первичный эталон единицы температуры в диапазоне от 961,78 °С до 3200 °С при передаче единицы в указанном диапазоне температур.

Основные положения и результаты, выносимые на защиту:

1. Применение ампул высокотемпературных реперных точек эвтектик металл-углерод созданных с использованием метода подготовки ампул исключающего загрязнение рабочего вещества во время заполнения и устраняющего неравномерность её заполнения, обеспечивает повышение точности передачи единицы температуры от ГЭТ 34-2020 в диапазоне от 961,78 °С до 3200 °С при суммарном СКО результата сличений с государственным первичным эталоном единицы температуры от 0,12 °С до 2 °С.

2. Физико-математическая модель процесса преобразования входного сигнала, реализованная в составе транспортируемого средства передачи единицы температуры - монохроматическом пирометре, позволяет обеспечить передачу единицы на месте эксплуатации рабочих эталонов 0-го разряда, с погрешностью передачи единицы температуры при помощи компаратора не превосходящей 0,3 °С.

Личный вклад автора

Все выносимые на защиту результаты и положения диссертационной работы получены соискателем лично, либо при его непосредственном участии. Непосредственно автором проведен анализ состояния метрологического обеспечения средств измерений радиационной

термометрии; сделаны предложения в новую редакцию ГПС; подготовлены к проведению исследований реперные точки эвтектик: Co-C, Pt-C, Re-C и чистых металлов: Cu и Ag.

Личный вклад автора состоит в выполнении основного объема экспериментальных исследований реперных точек и интерполяционного прибора, анализе и оформлении результатов. Проведено совершенствование интерполяционного прибора – монохроматического пирометра. Разработаны алгоритмы обработки выходного сигнала, включая программное обеспечение, что позволило обеспечить существенное расширение функциональных возможностей измерительного прибора, включая возможность проведения работ на месте хранения рабочего эталона единицы температуры 0-го разряда.

На основании полученных результатов исследований, автором разработаны и подготовлены комплекты документации для создания и утверждения государственных вторичных эталонов единицы температуры.

Апробация работы.

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

- конференция «ТЕМПЕРАТУРА 2001», г. Подольск, 2001;
- конференция «ТЕМПЕРАТУРА 2004», г. Обнинск, 2004;
- III Всероссийской и стран участниц КОOMET конференции «ТЕМПЕРАТУРА 2007», г. Обнинск, 2007 г.;
- IV Всероссийская конференция «Температура-2011», г. Санкт-Петербург, 2011 г.;
- V Всероссийская конференция «Температура-2015», г. Санкт-Петербург, 2015 г.;
- «Метрологическое обеспечение промышленности - 2018», г. Сочи;
- XLII Научно-техническая конференция молодых ученых - военных метрологов. Актуальные задачи военной метрологии, г. Мытищи, 2017;

- High Temperature Fixed Points Solutions for Research and Industry (HTFP 2008), Taejon, Korea;

- 13th Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science, TEMPMEKO 2016, Zakopane, Poland;

- 14th Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science & Metrology and Meteorology for Climate 2019 (MMC 2019), TEMPMEKO & TEMPBEIJING 2019 Symposium, Chengdu, China;

- семинарах НИО 241 ВНИИМ им. Д.И. Менделеева.

Публикации, структура и объем работы.

По теме диссертации опубликовано 17 научных работ, в том числе 10 в журналах, рекомендованных ВАК. Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, заключения, списка источников и приложений. Общий объем работы составляет 171 страниц машинописного текста, включая 68 рисунков, 30 таблиц и списка источников из 87 наименований.

В диссертационной работе, выполненной в период с 2001 по 2023 гг., представлены обобщенные результаты работы.

ГЛАВА 1 Анализ состояния метрологического обеспечения радиационной термометрии в диапазоне выше 961,78 °С и выбор путей его совершенствования.

Повышение уровня конкурентоспособности отечественной продукции, как на внутреннем, так и на внешнем рынке, требует постоянного развития промышленности и науки. В свою очередь развитие конкурентоспособности товаров, в конечном счете, невозможно без совершенствования метрологического обеспечения (МО) продукции, обеспечения контроля качества на всех стадиях производства и жизненного цикла продукции.

В значительной мере все это касается области измерений температуры и других теплофизических величин проводимых в науке и в различных отраслях промышленности.

Повышение требований к точности измерений температуры, вызывает необходимость совершенствования методов и средств передачи единицы температуры в широком диапазоне [1-3].

1.1 Анализ требований науки и промышленности к диапазону и точности измерений температуры неконтактными методами в диапазоне выше 961,78 °С.

Требования к точности измеряемых величин в науке и промышленности постоянно возрастают в связи с необходимостью повышения качества производимой продукции и оказываемых услуг [4]. Значительное повышение к требованиям в последнее десятилетие наблюдается в таких областях, как электроника, энергетика, нанотехнологии, ресурсодобыча, машиностроение, создание новых материалов, оборонные и космические технологии и в ряде других областей науки и техники.

Прогноз потребностей экономики и общества в измерениях на 2020 – 2025 годы, выполненный Министерством промышленности и торговли Российской Федерации выявил, что наиболее востребованными (по

количеству упоминаний) видами измерений, выполняемых в области критических технологий являются температурные и теплофизические измерения [5].

Особенно это относится к радиационной термометрии, где в последнее время все большую роль в измерении температуры различных объектов занимают бесконтактные средства измерения (СИ) температуры – радиационные термометры (пирометры) различных типов, измерительные тепловизионные приборы (тепловизоры)[1-3].

В рамках выполнения различных научно-исследовательских работ, в том числе при выполнении настоящей квалификационной работы, проведены различные опросы потребителей средств радиационной термометрии, в качестве которых выступали как предприятия промышленности, так и научные организации. В общем случае опросы проводились с целью определения настоящих и перспективных требований к средствам радиационной термометрии, удовлетворённостью предприятий имеющейся номенклатурой средств измерений радиационной термометрии, а также прогноза повышения метрологических характеристик указанных средств измерений для нужд промышленных предприятий и научных организаций.

Суммируя результаты проведенных опросов промышленных и научных предприятий для области радиационной термометрии можно выделить растущую тенденцию к повышению требований не только к точности измерений, но и к диапазону температур. Так проведенный анализ показал не только востребованность в средствах измерений в диапазоне до 3000 °С, а в ряде случаев и выше, но и растущие требования к точности измерений по всему диапазону температуры.

Анализ результатов прогнозов проведенных при выполнении научно-исследовательских работ показал, что приведенные в них оценки прогнозируемых изменений по требованиям к точности средств измерений радиационной термометрии оказались подтвержденными. Это позволяет провести экстраполяцию указанных требований средств измерений до 2024

года. За текущий период (с 2011 г.) подтвердившиеся прогнозы по снижению пределов допускаемой погрешности измерений температуры составили порядка 15 % - 25 % для температур выше 900 °С.

Результаты оценки этих требований и их прогнозируемых значений представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Прогнозируемые требования

| Диапазон температуры, °С | Пределы допускаемой погрешности измерения температуры, °С | Прогнозируемые пределы допускаемой погрешности измерения температуры, °С |
|--------------------------|---|--|
| от 900 до 1700 | от 2,0 до 3,5 | от 1,5 до 2,5 |
| от 1700 до 2500 | от 3,5 до 7,5 | от 2,5 до 5,7 |
| от 2500 до 3000 | от 7,5 до 10,5 | от 5,7 до 7,4 |

Следует отметить, что для многих отраслей науки и техники, в том числе связанных с разработкой и применением новых перспективных материалов, обеспечение единства измерений (ОЕИ) в области высоких и сверхвысоких температур выявлена потребность в расширении диапазона измеряемых температур до 3200 °С, а в ряде случаев до 3400 °С. При этом оценка предела допускаемой погрешности измерений для этого температурного диапазона, по результатам опроса, составила от 7 °С до 10 °С.

В ходе различных опросов и анкетирований установлено, что возрастают требования науки и промышленности к средствам измерений в области радиационной термометрии не только к основным метрологическим характеристикам (диапазону и погрешности измерения температуры), но и к ряду эксплуатационных характеристик: разрешающей способности, оптическим параметрам, возможности записи результатов измерений с последующей их обработкой, в том числе в режиме реального времени и к эргономическим параметрам.

Анализ результатов опроса научных организаций и промышленных предприятий показал существенную востребованность и заинтересованность в применении радиационных средствах измерений и выявил растущие

требования, предъявляемые, как к диапазону измеряемых температур, так и к точности указанных средств.

1.2 Анализ соответствия существующего парка неконтактных средств измерений современным и перспективным требованиям науки и промышленности.

Развитие средств измерений в области радиационной термометрии неразрывно связано с требованиями потребителей, в качестве которых в основном выступают различные отрасли промышленности и науки. До момента прорывного развития технологий микроэлектроники состоящего на рубеже 21-го века, выпускались радиационные термометры (пирометры), технология и конструкции которых не менялись десятилетиями.

Анализ современных, серийно выпускаемых радиационных термометров, построенных на различных физических принципах и приемниках излучения, показал, что они не только позволяют выполнять бесконтактные измерения температуры в широком интервале температур, но и позволяют реализовывать многообразные функции и специальные возможности.

Начиная с конца девяностых годов и первой декады двухтысячных, наблюдается значительное снижение основной погрешности измерений. На сегодняшний день, пределы основной относительной погрешности радиационных термометров находится в пределах от $\pm 0,25$ % до 1,5 %.[6]

Таким образом, к 2024 г., минимальный уровень допускаемой погрешности серийно выпускающихся приборов может достигнуть значений 0,13 % - 0,15 %.

Более значительное уменьшение пределов допускаемой погрешности измерения температуры приведет к резкому увеличению стоимости радиационных термометров, в связи с необходимостью применения высококачественных компонентов, дополнительных узлов и сложных при

реализации схем построения. Кроме того, в настоящее время крайне трудно найти область широкого применения таких приборов, где обоснованно необходима еще более высокая точность.

Проведенный анализ показал, что на текущий момент наибольшее распространение получили радиационные термометры, которые в отечественной классификации называют «пирометры частичного излучения» [7] (зарубежный термин - «wide band»[8]). На сегодняшний день такие приборы составляют около 75 % – 80 % процентов всех выпускаемых приборов.

Так называемые, монохроматические пирометры, т.е. приборы с выделением узкой полосы спектра $\Delta\lambda$ (в пределах от 0,02 до 0,1 мкм - для разных значений эффективной длины волны) с применением высококачественных интерференционных фильтров, обеспечивающие введение точных конкретных поправок, и как следствие, результат измерения наиболее близкий к термодинамической температуре, фактически отсутствуют. В основном, приборы, которые производители заявляют как монохроматические, являются квазимонохроматическими приборами в зарубежной классификации [9] - «narrow band» ($\Delta\lambda$ в пределах от 0,5 до 15 мкм), т.е. производители указывают некую длину волны, близкую по значению к средней или эффективной длине, что дает в итоге промежуточные по точности и достоверности результаты между монохроматическими пирометрами и пирометрами частичного излучения. Данные приборы занимают около 7% от общего парка применяемых приборов.

Оставшуюся долю парка неконтактных СИ занимают пирометры спектрального отношения, также, дающие возможность корректного учета свойств объекта и обеспечивающие достаточно близкие по достоверности результаты измерений.

Пирометры полного излучения на данный момент фактически не выпускаются из-за их большой стоимости и сложности в применении.

Выполненный анализ имеющегося парка радиационных термометров, показал увеличение количества приборов с повышенной точностью и чувствительностью, а также выявил тенденцию к расширению применения пирометров квазимонохроматических и пирометров частичного излучения в широком диапазоне измерений температур, что приводит к сложности в калибровке и поверке данных средств измерений.

На текущий момент верхний предел измерений температуры серийно выпускаемых высокотемпературных пирометров простирается от 2500 °С до 3000 °С. Встречаются пирометры обладающие более высокими верхними пределами измерений – до 3200 °С и даже 3400 °С.

В последнее время наблюдается значительное расширение областей применения тепловизоров. Для данных СИ не наблюдается снижения погрешности измерения (типичные пределы допустимой погрешности измерения температуры составляют 1 % или 2 %), однако идет улучшение других характеристик: уменьшается температурный эквивалент шума, снижается неравномерность чувствительности по полю, и др., в том числе, эргономических. Основным сдерживающим фактором широкого применения данных СИ является их стоимость. Снижение стоимости, на момент февраля 2022 г., произошло благодаря развитию элементной базы, технологии производства, росту массовости продаж, а также конкуренции среди производителей, все же не позволило массово заменить пирометры такого же класса точности [10].

Развитие технологий производства микроэлектроники, привело к появлению на российском рынке различных типов средств измерений неконтактной термометрии, которые обладают привлекательным соотношением цены и качества, особенно при применении их в области средне - и высокотемпературных средств измерений [1-3,10].

Кроме того, с целью повышения эффективности производственных процессов в различных отраслях промышленности, необходимо применение средств современной автоматизации, развитие которых напрямую связано с

ростом технических требований к первичным измерительным приборам и датчикам, представляемых различными современными неконтактными средствами измерения температуры, обладающими необходимыми свойствами для внедрения в информационные системы и системы управления.

Проведенный мониторинг выявил, что за последнее десятилетие прирост средств измерений радиационной термометрии составил более 250 %.

Это в том числе подтверждается анализом количества утвержденных типов СИ – термометров радиационных, пирометров, термометров инфракрасных, зарегистрированных в разделе «Утверждённые типы средств измерений» Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений (ФГИС «Аршин») (рисунок 1).

Проведенный анализ выявил, что наибольший рост пришелся на период до 2009 года (рисунок 1), что обусловлено причинами как технического, так и финансового порядка.

В последующие годы, на развитие и применение средств измерений радиационной термометрии сильно повлиял кризис 2008 года. Наибольшей всплеск утвержденных типов СИ, который пришелся на 2009 год, обусловлен длительностью прохождения процедур подтверждения и регистрации новых типов. В последние годы, после преодоления кризиса 2008 года, спрос на средства неконтактной термометрии возобновился и приближается к прежнему уровню.

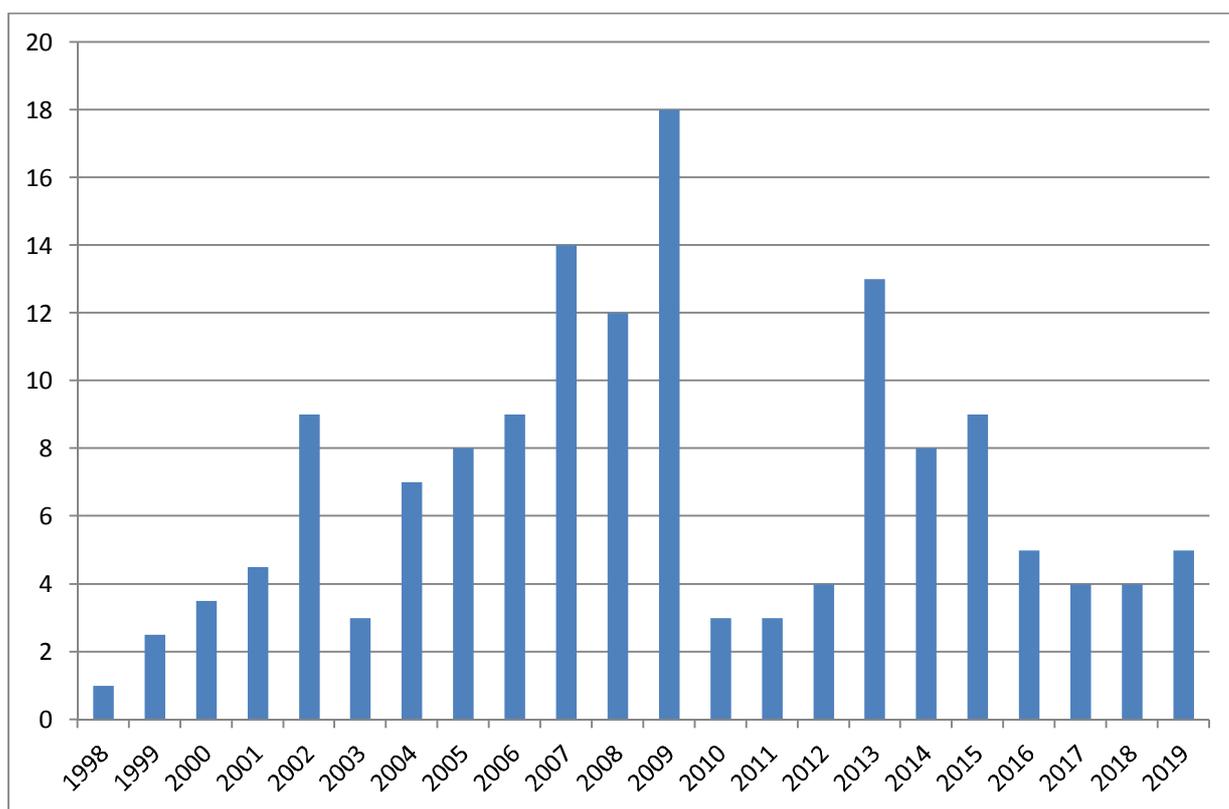


Рисунок 1 – Данные о зарегистрированных в ФИФ СИ утверждённого типа в области радиационной термометрии

Подтверждением этого является значительный рост парка радиационных термометров и измерительных тепловизоров, что видно из базы данных о поверке СИ, приведенной во ФГИС «Аршин», с существенным улучшением технических, и, в том числе метрологических характеристик, что позволило существенно расширить сферы и области применения радиационных термометров.

Совокупность технико-экономических характеристик современных радиационных термометров и тепловизоров, позволило им найти широкое применение в различных областях и сферах хозяйственной деятельности, науки и техники, таких как металлургическая, горнодобывающая, нефтехимическая, целлюлозно-бумажная, пищевая, стекольная промышленность, здравоохранение, теплоэнергокомплекс, экологический мониторинг и т.д. [1-3, 10].

Расширение номенклатуры фотоприемников, спектральные характеристики которых охватывают широкую область спектра, позволяет

создавать универсальные и специализированные пирометры, находящие широкое применение там, где любые другие СИ температуры неэффективны.

В дальнейшем, представляется, что, скорее всего, сохранятся такие тенденции развития средств измерений, как: расширение диапазона измеряемой температуры, увеличение характеристик точности и развитие сервисных и функциональных возможностей, что позволит им удовлетворять перспективным требованиям науки и промышленности.

1.3 Анализ современного состояния метрологического обеспечения измерений температуры неконтактными методами и перспективы его совершенствования

Основным документом, регламентирующим метрологическое обеспечение радиационной термометрии, является государственная поверочная схема (ГПС) для средств измерения температуры. До 01 февраля 2023 г. действовал ГОСТ 8.558-2009 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений температуры» [11], после указанной даты введена в действие новая ГПС, утверждённая приказом Росстандарта от 23.12.2022 № 3253 [12].

В соответствии с частью 3 ГПС метрологическое обеспечение средств измерений радиационной термометрии осуществляется посредством передачи единицы от государственного первичного эталона (ГПЭ) единицы температуры с помощью вторичных (ВЭТ) и разрядных рабочих эталонов (РЭ) температуры с указанием погрешности и основных методов: сличения компаратором, прямых измерений и непосредственного сличения в широком диапазоне температур.

Этой же частью ГПС регламентировано МО РЭ, посредством ВЭ, в качестве которых выступают не только радиационные термометры, но и температурные лампы, излучатели АЧТ переменной температуры, АЧТ с фиксированной температурой при фазовом переходе чистых веществ, а

сведением новой ГПС - АЧТ с фиксированной температурой при фазовом переходе эвтектических сплавов и средств измерений – радиационные термометры различных принципов построения и измерительные тепловизоры.

1.3.1 Анализ существующих эталонов, используемых для метрологического обеспечения неконтактных средств измерений температуры

Анализ эталонов для ОЕИ в области радиационных измерений температуры начнём с рассмотрения самого верхнего звена в иерархии эталонов, применяемых для воспроизведения, хранения и передачи единицы температуры, а именно с ГПЭ.

Основной задачей института, является поддержание и совершенствование ГПЭ для соответствия его современным реалиям, уровню развития науки и техники. В связи с этим, в последние годы в рамках выполнения научно-исследовательских и опытно-конструкторских работ, проведено совершенствование аппаратуры ГПЭ, в целях соответствия новому определению единицы температуры - кельвина, ОЕИ в области измерений температуры и недопущения научного и технологического отставания России от признаваемого мирового уровня точности измерений, сохранение метрологического суверенитета России.

В диапазоне выше 961 °С воспроизведение единицы осуществляется методами радиационной термометрии: прямым и условно прямыми [13-19]. Методы изложены в документе Консультативного комитета по термометрии «Mise en Pratique» [20].

Прямой метод измерения подразумевает использование средств первичной термометрии. Указанный метод называют абсолютным радиометрическим методом измерения термодинамической температуры. Для его реализации необходимо применение абсолютного криогенного радиометра, кроме того, необходимо измерение с высокой точностью

спектральной мощности излучения абсолютно черного тела (АЧТ). Во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», как и во многих национальных институтах метрологии (НМИ) разных стран реализован метод яркости с небольшими вариациями [21]. В ГПЭ реализован условно прямой метод, основанный на использовании фиксированных температур, приписанных высокотемпературным реперным точкам (ВТРТ) [22, 23].

В ходе исследований установлено, что разработанные и исследованные комплексы аппаратуры ГПЭ обеспечивают воспроизведение и передачу единицы температуры в соответствии с новым определением кельвина с расширенной неопределённостью при коэффициенте охвата $k=2$ от $0,19\text{ °C}$ при $961,78\text{ °C}$ до 2 °C при температуре 3200 °C [22].

В соответствии с частью 3 ГПС в качестве ВЭТ выступает эталон-копия. В его состав входят излучатели с фиксированными температурами на фазовых переходах чистых веществ и температурные лампы и излучатели – модели АЧТ (излучатели «черное тело») с регулируемой температурой излучающей полостей [11]. При разработке новой ГПС автором сделаны предложения по включению в состав вторичных эталонов излучателей АЧТ на основе температуры фазовых переходов чистых веществ и эвтектических сплавов и они вошли в принятую редакцию [12].

В качестве разрядных рабочих эталонов температуры могут использоваться температурные лампы, различные типы излучателей АЧТ и пирометров (монохроматические, полного и частичного излучения).

Основными методами передачи единицы температуры являются: метод сличения компаратором и метод прямых измерений.

В качестве средств для реализации метода сличения компаратором применяются компараторы яркостей, радиометры-компараторы и различные типы радиационных термометров, обладающих характеристиками, обеспечивающие высокие значения стабильности и сходимости показаний.

Совершенствование системы передачи единицы температуры неразрывно и однозначно связано со средствами, являющимися исходными

мерами температуры. Прежде чем переходить к обоснованию возможных путей совершенствования методов и средств передачи единицы температуры, рассмотрим сами средства, являющимися эталонными мерами температуры, основополагающими составными частями эталона любого уровня точности.

В качестве эталонных мер температуры, которыми, в основном, являются источники теплового излучения, наибольшее распространение получили излучатели АЧТ. Температурные лампы, в качестве мер температуры, сейчас фактически не применяются. Они обладают свойствами, которые позволили им по праву занять ранее одно из ведущих мест среди мер температуры. А именно, при соблюдении определенных правил отбора, отжига, старения, хранения и эксплуатации, эти средства обеспечивают возможность воспроизведения и хранения единицы температуры с высокими точностными характеристиками, стабильностью показаний, небольшими габаритами и весом [4, 6, 7, 23].

Температурные лампы имеют множество известных недостатков. Главными из которых, являются ограниченный диапазон воспроизводимых температур и селективность излучения, что при МО селективных СИ температуры приводит к введению корректирующих поправок, зависящих от свойств СИ [4, 6, 7, 23].

Кроме того, селективность излучения материала излучающей ленты (вольфрама) при передаче единицы температуры вызывает необходимость введения, так называемых, «условных» температур [7, 23, 25, 26].

Все это, и в том числе прекращение их выпуска в мировом масштабе, а также появление и широкое распространение излучателей АЧТ привело к минимальному применению температурных ламп для МО радиационной термометрии. В связи с этим, использование температурных ламп в будущем не представляется целесообразным.

Приведенные выше недостатки у излучателей АЧТ отсутствуют.

Применяемая в них модель черного тела (МЧТ), является приближением к «идеальному» абсолютно черному излучателю,

пространственное распределение излучения у которого изотропно и не поляризовано и который имеет наибольшую энергетическую светимость, зависящую только от его температуры.

При всей кажущейся простоте реализации моделей черного тела и несомненными преимуществами их перед другими средствами передачи единицы температуры, с хорошим приближением к идеальному излучателю существует ряд трудностей. В первую очередь, для полостных моделей к ним следует отнести определение или расчет излучательной способности полости, и, соответственно, определение «истинной» температуры излучающей полости.

Излучательная способность реальных моделей АЧТ, определяемая обычно расчетным путем, в общем случае, является функцией ряда параметров, таких как коэффициент черноты материала полости, длины волны излучения, углов падения и отражения падающей на нее радиации, характера отражения поверхности, ее температуры. Исходя из этого, излучательная способность модели АЧТ может быть рассчитана с учетом трех основополагающих факторов, а именно: формы полости, материала её внутренних стенок и распределения температуры по стенкам модели.

К настоящему времени накоплен достаточно большой материал, посвященный различным методам расчета излучательной способности полостей всевозможных конфигураций. Кроме того, с использованием современных мощных вычислительных систем, для решения задач расчета излучательной способности стало возможным применять на достаточном уровне точности численные методы (например, метод Монте-Карло) [27].

Следующим значимым недостатком излучателей является неравномерность температуры вдоль оси излучающей полости, обусловленная либо «некорректным» нагревом и поддержанием заданной температуры полости, либо конструктивными ошибками при выборе и использовании теплоизоляции, либо несовершенством используемой модели АЧТ, или же совокупностью всех факторов. Наличие градиентов

температуры в полости приводит к изменению излучательной способности, а также к росту погрешности передачи единицы температуры вследствие увеличения составляющей погрешности, называемой «эффект размера источника» (ЭРИ). ЭРИ - наиболее трудная при нахождении ее значения составляющая погрешности измерений температуры по тепловому излучению объекта при измерении его радиационным термометром, зависящая от размера источника и, главным образом, от его оптической системы радиационного термометра (пирометра). В ЭРИ входят составляющие, которые зависят от разных источников, не только от оптической системы пирометра, в том числе от не идеальности спектральной яркости излучения, от спектрального распределения излучения, от распределения температуры вдоль полости источника излучения, стабильности яркости источника излучения, от структуры взаимного отражения между источником и радиационным термометром, от точности прицеливание, наведения на излучателя и т.д.

Важную роль в МО радиационной термометрии выполняют излучатели АЧТ с фиксированной температурой. Значения температуры фазовых переходов – серебра, золота и меди, применяемых в качестве основных реперных точек приведены в МТШ-90 [28]. В радиационной термометрии, применяются вторичные реперные точки на фазовых переходах других металлов, например, палладий (1552 °С), платина (1769 °С) [6].

Излучатели «черное тело» с фиксированной температурой на фазовых переходах, обладают всеми положительными качествами, и, практически, всеми недостатками, как и АЧТ с регулируемой температурой. При этом, если одни из недостатков нивелируются конструктивными особенностями используемых ампул для реализации реперных точек, то другие выходят на первый план, такие как, например, градиент температуры в печи излучателя.

Кроме этого, при практической реализации вторичных реперных точек возникают определенные трудности, обусловленные тем, что в качестве конструктивных элементов ампул требуется применять не

взаимодействующие материалы. Это необходимо для того, чтобы не возникало сплавов, в том числе и эвтектических, которые существенно меняют температуру фазового перехода. Для недопущения этого, применяют специальные сорта керамики. Их особенностью является то, что они, подлежат механической обработке только в «сыром» виде, после отжига происходит отверждение керамики и практически не возможно обработать. Кроме того, существенно изменяются размеры изделия. Также следует отметить, что диапазон температуры применения ампул, в основе которых лежит наиболее распространенная керамика - алунд (оксид алюминия) с различными присадками, иногда и радиоактивными, ограничен и не позволяет охватить весь ряд вторичных реперных точек. Кроме того, керамические ампулы, как правило, слишком хрупкие для надежного длительного практического применения. Ампулы, из оксида алюминия имеют более низкие коэффициенты черноты и поглощения по сравнению с графитовыми и относительно прозрачны в широком диапазоне длин.

В связи с этим, при реализации ВТРТ возникают трудности, обусловленные отсутствием стойких материалов для тиглей. Стойкость требуется для того, чтобы исключить образование сплавов и химических соединений основного вещества с материалом тигля, в результате чего температура фазового перехода будет отлична от температуры фазового перехода чистого металла. Практически, при создании ампул удобно использовать высокочистый графит, но его применение при высокой температуре, в конце концов, ведет к растворению графита в металле, т. е. к появлению металл-углеродных сплавов.

Ввиду вышеописанных сложностей, высокотемпературные реперные точки на основе чистых металлов фактически не нашли широкого применения при воспроизведении и передачи единицы температуры.

Немаловажную роль в метрологическом обеспечении средств радиационной термометрии играют – радиационные термометры (пирометры), технические и метрологические характеристики, которых

удовлетворяют требованиям, предъявляемым к рабочим эталонам в соответствии с ГПС. Кроме того, они часто выступают в качестве компараторов.

Все более широкое применение указанных средств в качестве рабочих эталонов единицы температуры обусловлено не только развитием микроэлектроники, включая совершенствование фотоэлектрических датчиков температуры и фильтров, что в свою очередь обусловлено развитием технологий производства, выращивания кристаллов, успехами в материаловедении и нанотехнологиях, но и комплексным развитием производства и компьютерного моделирования. Благодаря чему радиационные термометры стали обладать значительными достоинствами, такими как: широкий диапазон измеряемой температуры, включая измерения высокой температуры, при которых применение эталонов на основе контактных средств измерений невозможно, высокая сходимости результатов измерений, быстрое действие, возможность корректировать показания и учитывать влияющие факторы, а также сравнительно небольшие массогабаритные характеристики.

Указанные средства измерения имеют ряд недостатков. Один из них - «эффект размера источника». Как отмечалась ранее, ЭРИ это многокомпонентная составляющая погрешности, которая обусловлена взаимодействием составных частей, элементов оптической системы радиационного термометра и излучения измеряемого источника, и в общем случае, включает в себя, различные оптические явления (рассеяние, дифракцию, интерференцию), происходящие на дефектах конструктивных элементах радиационного термометра, и несовершенство его оптической схемы. Поэтому для источника маленького размера, кажущаяся температура имеет более низкое значение, чем при той же самой температуре у источника большего размера. Часто в указанную погрешность включают составляющую обусловленную характеристикой применяемой оптики - зависимость показаний радиационного термометра от расстояния.

Следующий недостаток обусловлен спектральной характеристикой радиационного термометра. Фактически, в радиационной термометрии получили применение в качестве рабочих эталонов только пирометры частичного излучения с диапазоном измерений от минус 50 °С до плюс 1000 °С со спектральным диапазоном 7 (8) - 13 (14) мкм и квазимонохроматические пирометры для диапазона температуры от 900 °С до 3000 (3200) °С с эффективной длиной волны 0,65 или 0,9 (1) мкм. Неопределенность, связанная с отсутствием знаний границ спектрального рабочего диапазона, может вносить существенный вклад в суммарную погрешность измерений, особенно при метрологическом обеспечении протяженных объектов измерения с вариациями спектральной излучательной способности.

Изменение во времени характеристик применяемых фильтров и приемников излучения является еще одним существенным недостатком радиационных термометров, который непосредственно влияет на долговременные метрологические характеристики, в том числе и на воспроизводимость показаний. Причем изменения во времени могут носить как линейный характер, выражающийся в медленном смещении градуировочной характеристики, так и скачкообразное их изменение.

Еще важный фактор, вызывающий погрешность, обусловлен ошибкой при проведении калибровки радиационного термометра при его производстве, которая, в общем случае, включает в себя неопределённость заложенной математической модели для построения зависимости выходного сигнала от измеряемой температуры, включая неточности интерполяции и экстраполяции. Очень часто калибровка проводится в ряде фиксированных температурных точек, позволяющих описать некую среднюю кривую зависимости выходного сигнала от температуры, однако она не учитывает индивидуальные характеристики используемого датчика, фильтра и других компонентов измерительной системы радиационного термометра. Кроме того, для обеспечения возможности измерений в широком температурном

диапазоне, применяется переключение (масштабирование) коэффициентов усиления, что влечет увеличение погрешности на стыке диапазонов.

Таким образом, исходя из анализа основных технических средств, применяемых в качестве рабочих эталонов видно, что не одно из выше перечисленных средств не лишено недостатков, которые порой преобладают над достоинствами, однако совокупное применение их позволяет практически на 90 % обеспечивать требования промышленности и науки на сегодняшний день при метрологическом обеспечении средств измерений.

Суммируя результаты анализа, для диапазона измеряемой температуры можно выделить следующие типовые характеристики СИ – пирометров (радиационных термометров), которые приведены в таблице 2. В связи с широкой номенклатурой выпускаемых средств измерений, в таблице приведены осреднённые в лучшую сторону характеристики для выбранных диапазонов температур, характеризующие общие тенденции представленных на рынке радиационных термометров.

Таблица 2 - Основные характеристики средств измерений

| Наименование характеристики | Значение | | |
|--|--------------------------|----------------------------------|----------------------------------|
| | от -50 до 600 | от 600 до 1800 | от 1800 до 3000 |
| Диапазон измерений температуры, °С | | | |
| Пределы допускаемой абсолютной погрешности, °С | | | |
| - в диапазоне температур ниже - 15°С вкл. | ±1,5 | | |
| - в диапазоне температур от - 15 до 100 °С вкл. | ±1,0 | | |
| - в диапазоне температур выше 100 °С $t_{изм}$ - измеренная температура, °С | $\pm 0,01 \cdot t_{изм}$ | $\pm(0,005 \cdot t_{изм} + 1,0)$ | $\pm(0,003 \cdot t_{изм} + 1,0)$ |
| Показатель визирования | 1:20 | 1:100 | 1:300 |

Основные параметры рабочих эталонов используемых для МО неконтактных средств измерений температуры, обобщенные характеристики, которых приведены в таблице 2, в соответствии с ч.3 ГПС, характеризуются:

- диапазоном воспроизводимой или измеряемой температуры;
- погрешностью измерений.

В соответствии с ст. 2 п. 29) Федерального закона от 26 июня 2008 г. №102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» [29] понятие эталона изложено следующим образом: «эталон единицы величины - техническое средство, предназначенное для воспроизведения, хранения и передачи единицы величины».

Исходя из этого понятия, эталон единицы температуры включает в себя техническое средство или технические средства, предназначенные для решения задач по воспроизведению, хранению и передаче единицы температуры [30]. В качестве технических средств выступают рассмотренные ранее меры температуры и средства измерения температуры, включая средства её передачи.

Погрешности технических средств разрядных рабочих эталонов единицы температуры приведены в ч. 3 ГПС [11] .

Кроме указанных общих требований, каждая мера температуры или вернее техническое средство из состава эталона единицы температуры, имеет свои собственные специализированные характеристики и параметры, значения которых определяют фактический функционал и применимость эталона для МО неконтактных средств измерений температуры.

Указанные технические характеристики и их значения для излучателей АЧТ приведены в таблице 3, для пирометров - в таблице 4 в зависимости от диапазона температуры.

Приведенные границы диапазонов и само разделение на диапазоны температуры как воспроизводимыми, так измеряемыми техническими средствами, применяемыми в составе рабочих эталонов, обусловлено анализом технических возможностей и сгруппированы с учетом их практической реализации.

Следует учесть, что технические средства, входящие в состав РЭ, являются как исходными эталонами для рабочих средств, так и сами являются объектами поверки или калибровки.

Таблица 3 – Технические характеристики излучателей АЧТ

| Наименование характеристики | Диапазон температуры, °С | | |
|---|--------------------------|----------------|----------------|
| | от -50 до 120 | от 100 до 1400 | от 800 до 3000 |
| Нестабильность поддержания температуры излучателя, °С | 0,1 | 0,2 | |
| Дрейф температуры излучателя за 15 минут, °С | 0,1 | 0,2 | 0,1 |
| Параметры излучающей полости, мм: | | | |
| - диаметр | 60 | 50 | 25 |
| - глубина | 300 | 400 | 300 |

Таблица 4 – Технические характеристики пирометров, применяемых в качестве разрядных рабочих эталонов

| Наименование характеристики | Значение | | |
|------------------------------------|----------------|----------------|----------------|
| Диапазон измерений температуры, °С | от -50 до 1000 | от 400 до 1400 | от 900 до 3000 |
| Показатель визирования | 1:20 | 1:100 | 1:300 |
| Спектральный диапазон, мкм | 8-14 | - | - |
| Эффективная длина волны, мкм | - | 1,6 (2,1) | 0,65 (0,9) |

Спектральные характеристики пирометров определяются в соответствии с применёнными в них приемниками излучения и фильтрами, т.е. зависят от технической реализации для решения задач по измерению требуемого температурного диапазона. Например, в высокотемпературном диапазоне применение в качестве эталонов получили квазимонохроматические пирометры с эффективной длиной волны (0,65 или 0,9 мкм), обусловленной применением кремниевых фотодиодов с различными, в том числе и интерференционными фильтрами.

1.3.2 Исследование влияния нового определения кельвина на систему метрологического обеспечения СИ радиационной термометрии

16 ноября 2018 года на заседании 26-й Генеральной конференции по мерам и весам (ГКМВ) согласована новая редакция определения основной единицы - кельвина и с 20 мая 2019 года она действует [30].

В докладе сформулированы несколько положений, одним из которых является то, что в диапазоне выше температуры затвердевания серебра

имеются значительные преимущества для измерения термодинамической температуры при применении первичного термометра, которое может обеспечить более низкую неопределённость, чем доступную в настоящее время по МТШ-90 [22].

Таким образом, ККТ в диапазоне выше 961 °С для определения термодинамической температуры предлагает применять методы радиационной термометрии: прямой и условно прямые методы.

Как было ранее отмечено, в рамках проведенных исследований и мероприятий, направленных на совершенствование ГПЭ единицы температуры, реализованы прямой метод и условно прямой метод (иногда в отечественных публикациях его называют как относительный метод), на основе рекомендаций изложенных в документе Консультативного комитета по термометрии «Mise en Pratique» [20].

Прямой метод измерения термодинамической температуры излучателя АЧТ - высокотемпературного черного тела (ВЧТ), так называемый, «метод яркости» предполагает использование криогенного радиометра, с помощью которого выполняют измерения потока излучения лазера и яркости выходного отверстия интегрирующей сферы, позволяя затем проводить первичную калибровку по чувствительности к яркости эталонного монохроматического радиационного термометра, в качестве которого может выступать компаратор спектральных яркостей.

В соответствии с законом Планка, энергетическая яркость $L(\lambda, T)$ определяется по (1):

$$L(\lambda, T) = \frac{c_1}{\pi \cdot \lambda^5 \cdot n^2} \cdot \left[\exp\left(\frac{c_2}{\lambda \cdot T \cdot n}\right) - 1 \right]^{-1}, \quad (1)$$

где T – искомая термодинамическая температура;

c_1 - первая радиационная постоянная;

c_2 – вторая радиационная постоянная;

n - показатель преломления воздуха.

Регистрируемый сигнал радиационным термометром от ВЧТ может быть представлен формулой:

$$i_{\text{ФР}} = \varepsilon \cdot \int_0^{\infty} L(\lambda, T) \cdot S(\lambda) \cdot d\lambda, \quad (2)$$

где ε – эффективная излучательная способность ВЧТ;

$S(\lambda)$ – спектральная чувствительность к яркости радиационного термометра.

Таким образом, при измеренном сигнале $i_{\text{ФР}}$ и известной спектральной чувствительности к яркости $S(\lambda)$ термодинамическая температура T определяется из решения уравнения (1) численным способом.

В ГЭТ 34-20220 наравне с прямым методом реализованы условно прямые методы. В основе их лежит применение высокотемпературных реперных точек.

Основоположник, апологет и один из ведущих исследователей ВТРТ является широко известный в мировом масштабе, ученый Йоширо Ямада, специалист из Национального метрологического института Японии (NMIJ).

В 1999 г. он предложил использовать в качестве ВТРТ фазовые переходы плавления эвтектических сплавов металл-углерод (М-С) [30], в дальнейшем по мере накопления информации и опыта использования – эвтектических и перитектических сплавов (МС-С) [31-34]. ВТРТ, предложенные Й. Ямадой, а также реперные точки МТШ-90 схематически показаны на рисунке 2.

Существует несколько условно прямых методов, значительно отличающихся по своей практической реализации, но в основе каждого из них лежит применение ВТРТ:

1) Метод компарирования излучения черного тела и синхротронного излучения. Указанный метод предполагает определение отношений сигналов двух фильтровых радиометров, характеризуемых различными кривыми спектральной чувствительности, при измерении потоков теплового излучения ВЧТ, температуру которого требуется найти, и синхротронного излучения [35].

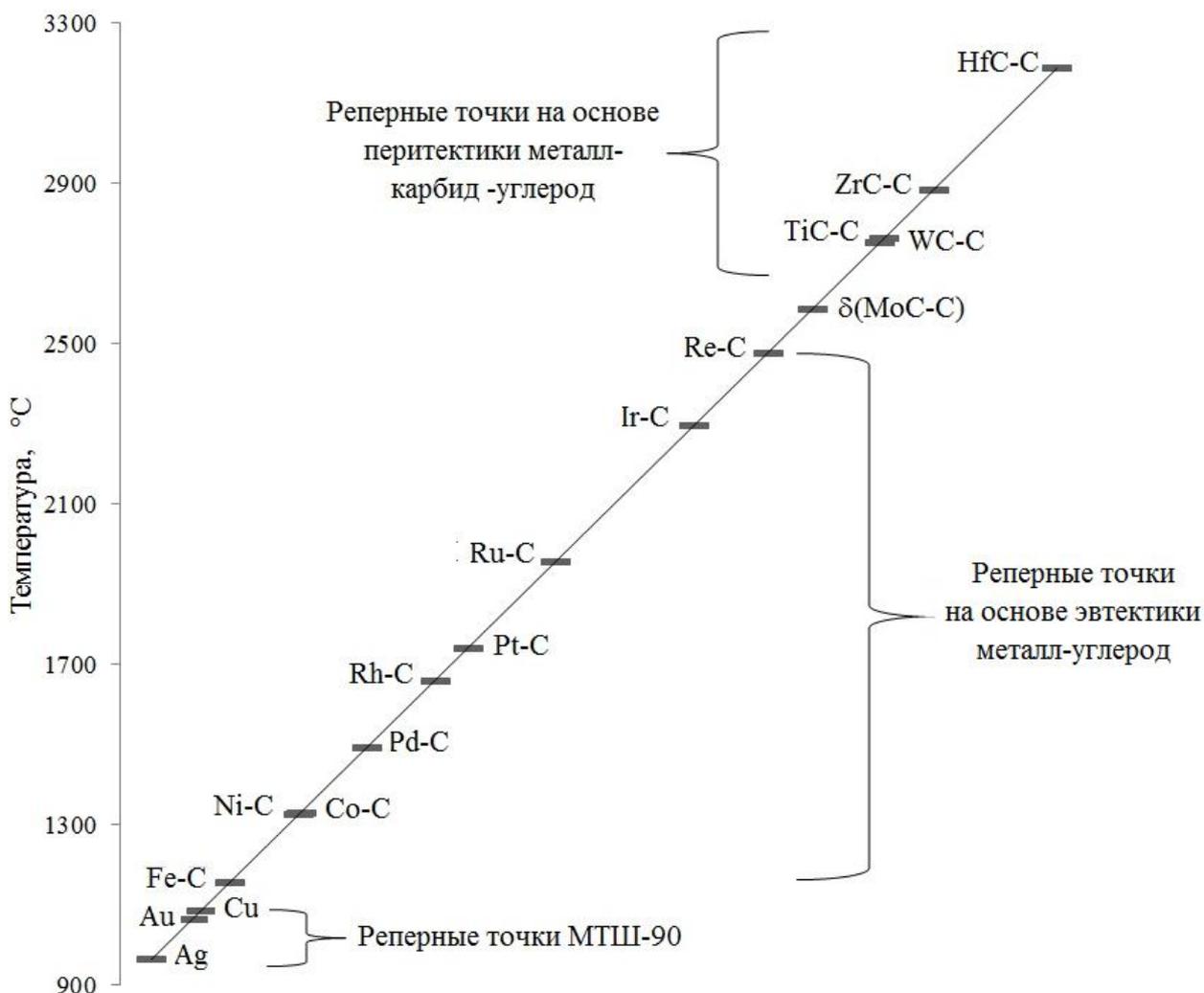


Рисунок 2 – Высокотемпературные реперные точки

На практике выполнить реализацию данного метода очень сложно, необходимо иметь не только высокостабильные источники излучения, в качестве которых могут служить нагревательные печи с ячейками высокотемпературных реперных точек или без них, с большой апертурой, набор фильтровых радиометров, но и специализированный источник синхротронного излучения. В перспективе, по мере накопления экспериментальной информации, развития технических возможностей – неопределенность метода будет сравнимой с неопределенностью абсолютного метода.

2) Метод спектральных отношений, основанный на относительных измерениях спектров излучения МЧТ. Сущность метода заключается в измерении отношений спектральных плотностей компонентов излучения

модели черного тела на двух произвольных длинах волн при двух температурах [36].

Для его реализации необходимо достоверно знать длины волн, на которых проводятся измерения, необходимо обеспечить высокую степень монохроматизации излучения, кроме того детекторы должны обладать высокой степенью линейности. Эти условия, на практике, сложно обеспечить. Соответственно суммарная неопределенность значительно больше, чем у других методов.

3) Метод экстраполяции и интерполяции с помощью интерполяционного устройства. Возможно три варианта реализации метода:

- экстраполяция, основанная на одной реперной точке;
- интерполяция между двумя или тремя реперными точками;
- подбор методом наименьших квадратов, или другим способом (например, способ Монте-Карло), если используются более трех ВТРТ.

ВТРТ, используемым для реализации каждого варианта метода, должны быть уже присвоены значения термодинамической температуры и соответствующая неопределенность, имеющая место при реализации условных прямых методов [22, 24].

Интерполяционным прибором может выступать как монохроматический пирометр, фильтровый радиометр или компаратор спектральных яркостей (далее – спектрокомпаратор).

Указанный условный прямой метод является самым перспективным при его реализации на практике. Переход на метод построения температурной шкалы путем интерполяции значений между несколькими ВТРТ приводит к уменьшению мультипликативных составляющих неопределенности, при условии, что значения ВТРТ предварительно определены и зафиксированы. Использование нескольких ВТРТ позволит провести выбор оптимального метода интерполяции в промежутках между реперными точками, что в итоге приведет к снижению соответствующей составляющей неопределенности.

Проведены международные сличения, в том числе крупные исследовательские проекты [37-39], направленные на установление значений температуры фазовых переходов ВТРТ, долговременной воспроизводимости и определения соответствующей неопределенности. В документе «Mise en Pratique» [20] приведены ссылки на результаты исследований, в которых рекомендованы значения температуры для нескольких ВТРТ на основе эвтектических сплавов, а также приписаны значения их неопределенности. Следует отметить, что полученные результаты в ходе международных проектов, работ проводимых в ведущих национальных институтах России и зарубежных стран [40-43], позволяют использовать ВТРТ для передачи единицы температуры с высокой воспроизводимостью и малой неопределенностью, как на уровне государственного первичного эталона, так и на уровне вторичных и рабочих эталонов 0-го разряда [44].

Крайняя необходимость создания вторичных эталонов, обусловлена предполагаемой потерей точности при воспроизведении и передаче единицы температуры от ГПЭ, в связи с фактической невозможностью инструментально обеспечить измерение термодинамической температуры. Применение ВТРТ позволит создать вторичные и (или) рабочие эталоны 0-го разряда с малой погрешностью и значительно снизить погрешность передачи единицы температуры по всей цепочке поверочной схемы в высокотемпературной области ее измерения. Введение ВТРТ в состав ВЭТ и РЭ 0-го разряда отражены в текстовой части 3 новой ГПС, иллюстрация графической части ее приведена в приложение А [12].

Кроме того, в ближайшей перспективе возможно появление нового вида приборов, предназначенных для бесконтактного измерения термодинамической температуры. В качестве которых, могут выступать трэп-детекторы, квантовые детекторы с предсказуемой эффективностью и фильтровые радиометры. Для их МО необходимо будет применять вторичные эталоны, обеспечивающие передачу единицы термодинамической температуры с необходимой точностью.

В ГОСТ 8.8558-2009 [11] отсутствует ветвь по передачи единицы температуры в соответствии с ее новым определением, в связи с отсутствием на момент разработки ее самих средств и соответствующей необходимости. В связи с появлением указанных средств, и возможным расширением их применения не только для научных целей, но и в практической деятельности предприятий промышленности, возникла необходимость введения в поверочной схеме отдельной цепи передачи единицы термодинамической температуры. Предложения автора по ее введению отражены в новой поверочной схеме [12].

1.3.3 Анализ соответствия существующих средств метрологического обеспечения современных и перспективных неконтактных средств измерения температуры

В настоящее время выпуском излучателей АЧТ, пирометров удовлетворяющих требованиям, предъявляемым к рабочим эталонам различных разрядов, занимаются как отечественные, так иностранные производители. На текущий момент, высокоточные излучатели АЧТ, удовлетворяющие требованиям РЭ 1-го разряда, в основном, продукция отечественных производителей.

Фактически, для МО неконтактных средств измерений температуры, контроля их параметров (таблица 2) разработаны и серийно выпускаются излучатели с переменной температурой, обеспечивающие воспроизведение и передачу единицы температуры в широком диапазоне от минус 50 °С до плюс 3000 °С [10, 45].

Как отмечалось ранее, конкретная реализация излучателя сильно зависит от технических параметров и физических принципов, заложенных в его конструкцию, которые позволяют реализовывать необходимые метрологические характеристики для соответствия его уровню разрядного эталона. Например, для обеспечения радиационных термометров с диапазоном измеряемых температур от минус 50 °С до плюс 600 °С (таблица

2) применяются современные излучатели, обладающие диаметром излучающей полости от 50 мм и более, в основу конструкции которых, могут быть положены как жидкостные термостаты, так термостатирующие устройства на основе термоэлектрических или нагревательных элементов различных конструкций и типов [10]. Подобная картина наблюдается и для других диапазонов.

Характеристики излучателей АЧТ, приведенные в таблице 3, реализованы в современных излучателях и на текущий момент, обеспечивают контроль необходимых параметров средств измерений радиационной термометрии. При метрологическом обеспечении таких средств измерений передача единицы температуры осуществляется методом прямых измерений.

Как показано ранее, анализ развития радиационных средств выявил, что есть существенная тенденция к снижению нижней границы погрешности серийно выпускаемых средств измерений радиационной термометрии. При этом средства их МО из-за стремительного роста технических, в том числе метрологических характеристик не в полном объеме удовлетворяют современным требованиям. Фактически, это уже сейчас привело к тому, что для МО этих средств требуется применение РЭ 1-го разряда. Возросшие потребности привели к большой нагрузке на РЭ 1 разряда, что привело к существенному росту их количества и широкому распространению на территории Российской Федерации и стран таможенного союза, что в свою очередь резко увеличило нагрузку на действующие вышестоящие эталоны по ч.3 ГПС.

Таким образом, уже сейчас использование рабочих эталонов 2-го разряда на практике малоприменимо. Большинство из указанных РЭ 2-го разряда – это различные протяженные излучатели. Они основном применяются для контроля дополнительных, но не менее важных характеристик тепловизоров и параметров широкоугольных радиационных термометров методом прямых измерений, или методом сличения с

компаратором с применением эталонного пирометра.

Дальнейшее прогнозируемое снижение погрешности средств измерений неумолимо приведет к необходимости совершенствования РЭ 1-го разряда, но и значительно увеличит нагрузку на РЭ единицы температуры 0-го разряда [46].

В последние годы, на Российском рынке появились высокоточные, прецизионные пирометры, в основном иностранного производства. Выпуск российского оборудования носит единичный характер. Указанные пирометры имеют более высокую стоимость, худшую ремонтпригодность и зачастую требуют индивидуальной калибровки, которую возможно провести только на заводе-изготовителе.

В таблице 4 приведены метрологические характеристики пирометров, применяемых в качестве разрядных эталонов. Однако существенный рост их применения сдерживают не только высокая стоимость приобретения и озвученные ранее недостатки, но и необходимость наличия стабильных источников излучения при практической реализации передачи единицы температуры.

Выполненный анализ информации, изложенной в разделе «эталонные единицы величин» во ФГИС «Аршин», а также информации, представленной производителями эталонного оборудования и данных о заявках на оказании услуг по поверке и калибровке в институт метрологии указанного оборудования показал что, для МО средств измерений радиационной термометрии в основном применяются разрядные рабочие эталоны на базе различных типов излучателей. Их доля составляет порядка 85 %. Соответственно порядка 15 % приходится на пирометры различных типов. При этом РЭ 1-го разряда являются из них около 80 %, что подтверждает востребованность их для МО радиационной термометрии.

В перспективе, по мере развития технологий производства, а также из-за роста требований к метрологическому обеспечению средств измерений, потребуется совершенствование РЭ 1-го разряда, что также повлечет

необходимость в совершенствовании средств их метрологического обеспечения, начиная с РЭ 0-го разряда. При этом, исходя из проведенного анализа, представляется, что эта перспектива ближайшего времени. Уже сейчас в ряде случаев, с целью соблюдения соотношения уровней погрешности РЭ и СИ в области радиационной термометрии в соответствии с требованиями поверочной схемы требуется применение РЭ 0-го разряда для МО средств измерений.

В связи с развитием потребностей промышленности и науки в части совершенствования метрологического обеспечения, предприятиями проводится оснащение современными рабочими эталонами. Также, следует заметить, что региональные центры стандартизации, ввиду большого спроса на оказание услуг по метрологическому обеспечению средств измерений неконтактной (радиационной) термометрии, провели полномасштабное оснащение средствами их контроля. Но все это касается только РЭ 1-го и 2-го разрядов.

Ранее разработанных и сейчас успешно эксплуатируемых РЭ 0-го разряда единицы температуры в области радиационной термометрии в Российской Федерации остались считанные единицы. Кроме того, указанные эталоны были разработаны порядка 10-15 лет тому назад, и уже морально и технически подошли к выработке своего ресурса. Хотя технический запас прочности, заложенный при их разработке, на текущий момент позволяет проводить МО возросшего числа РЭ 1-го разряда, любое увеличение нагрузки на них, в том числе обусловленное необходимостью применения их для передачи единицы температуры средствам измерения, может привести к выходу их из строя. Кроме того, заложенные в основу конструкторские решения не позволяют существенно снизить погрешность технических средств, входящих в состав РЭ 0-го разряда единицы температуры, а именно различных типов излучателей АЧТ и пирометров (пирометров-компараторов). Особенно это актуально для РЭ 0-го разряда в диапазоне температур выше точки затвердевания серебра.

Кроме того, в указанной области (выше 961,78 °С) отсутствуют утвержденные вторичные эталоны единицы температуры, роль которых в МО РЭ 0 разряда выполняет ГПЭ.

Таким образом, анализ параметров технических средств существующих РЭ 1 и 2 разряда единицы температуры позволяет утверждать, что они удовлетворяют необходимым требованиям.

Однако выявлена необходимость в повышении точности верхних звеньев поверочной схемы, с целью недопущения возможного отставания в метрологическом обеспечении средств измерений радиационной термометрии с учетом предполагаемого их развития в диапазоне выше затвердевания точки серебра.

1.4 Выбор основных направлений совершенствования системы метрологического обеспечения измерений температуры неконтактными методами в диапазоне выше 961,78 °С.

Для метрологического обеспечения, увеличившегося за последнее время парка СИ радиационной термометрии необходимо поддерживать в надлежащем виде и совершенствовать действующую систему передачи единицы температуры. Особенно это важно для СИ, задействованных в отраслях производства, подпадающих под сферу государственного регулирования обеспечения единства измерений в соответствии с ст. 27 ч.2 Федерального закона от 26 июня 2009 г. №102-ФЗ [29].

Учитывая динамику роста потребностей промышленности и науки, а именно – прогнозируемое повышение точности измерений температуры, с учетом того, что ситуация с метрологическим обеспечением средств измерений в скором времени может измениться, требуется поиск методов дальнейшего повышения точности в части обеспечения средств неконтактной термометрии необходимо осуществлять уже сейчас.

Поэтому, для совершенствования метрологического обеспечения в

области радиационной термометрии, требуется разработка новых средств и методов передачи единицы от верхнего звена к СИ конечного потребителя.

Для этого представляется необходимым:

- разрабатывать новые перспективные методы и средства хранения и передачи единицы температуры от ГПЭ единицы температуры к рабочим эталонам, в том числе с применением высокотемпературных реперных точек. Постоянное совершенствование государственного первичного эталона температуры, в том числе обусловленное переопределением единицы кельвина и требованиями эквивалентности эталона лучшим мировым образцам, характеристики которого за последнее время возросли в разы, требует параллельного роста метрологических характеристик у разрядных рабочих эталонов единицы температуры и совершенствования методов передачи. К сожалению, на текущий момент, такой рост весьма незначителен или отсутствует вовсе;

- с целью обеспечения многократно увеличившегося парка рабочих средств измерений радиационной термометрии и с учетом возросших требований к точности их, требуется разработка новых, совершенствование и модернизация имеющихся разрядных эталонов:

1) излучателей АЧТ, в части расширения диапазона воспроизводимых температур, снижения погрешности, увеличения диаметра выходного отверстия, снижения неравномерности температурного поля и т.д. К сожалению, на текущий момент практически достигнут технический и технологический предел для совершенствования излучателей с переменной температурой. В современных конструкциях указанных технических средств применены высокотехнологичные устройства задания и поддержания теплового режима с возможностью оптимизации, в том числе самооптимизации параметров управления регулирования, за счет применения расчетных моделей снижена неравномерность температурного поля, применение современных покрытий позволяет повысить излучательную способность. Однако, при всех возможностях современных технологий и

материалов, без значительных материальных вложений в разработку конструкции излучателей АЧТ, резко повысить метрологические характеристики не представляется возможным. Например, существенно расширить диапазон воспроизводимых температур без ухудшения других метрологических характеристик не возможно, он, фактически, ограничен рабочим температурным пределом нагревательного устройства сверху, снизу – невозможно достичь необходимой управляемости и поддержания температурного режима.

Одной из основной составляющей погрешности воспроизведения единицы температуры указанных технических средств является погрешность исходного эталона, снизив ее, и погрешность передачи единицы, можно в значительной мере повысить точность излучателя АЧТ. В свою очередь это позволит, создать поле для маневра по улучшению «противоречивых» характеристик излучателя, что, в конечном счете, позволит достичь решения задач по метрологическому обеспечению перспективных СИ.

Применение в составе исходных эталонов единицы температуры (ВЭТ и РЭ 0-го разряда) излучателей на основе ВТРТ позволит достичь необходимых параметров погрешности.

2) прецизионных пирометров, взамен морально устаревших. Указанные пирометры должны иметь высокую воспроизводимость показаний, иметь небольшую зависимость от размера источника. Это позволит значительно снизить основные составляющие погрешности, возникающие как при исходной калибровке (градуировке) средства измерения, так и при передаче единицы температуры. Пирометры должны обладать узкой направленностью (т.е. высоким показателем визирования) и иметь высокую кратковременную и долговременную стабильность, это особенно важно при применении их в качестве компараторов. В конечном счете, указанные средства при соответствующей калибровке будут решать задачи по передаче единицы внутри и частично вне поддиапазонов

температуры воспроизводимых ВТРТ, т.е. выступать в роли интерполяционных приборов.

В России существуют несколько рабочих эталонов 0-го разряда, которые на текущий момент, фактически, обеспечивают передачу единицы температуры нижестоящим эталонам и прецизионным СИ [46].

В диапазоне температуры от 220 К (минус 57 °С) до 1100 °С существующие рабочие эталоны 0-го разряда в полной мере удовлетворяют возросший спрос по метрологическому обеспечению разрядных рабочих эталонов и СИ повышенной точности сейчас и на ближайшую перспективу.

Утвержденные РЭ 0-го разряда единицы температуры выше 961,78, сличаются с ГПЭ единицы температуры, в виду отсутствия утверждённого вторичного эталона (эталона-копии) единицы температуры. Это обстоятельство влечет к увеличению нагрузки на ГПЭ, и снижает срок его службы.

Как отмечалось в разделе 1.3.2, в новую государственную поверочную схему, в часть 3 «Поверочная схема для радиационных термометров» в раздел посвященный вторичным эталонам внесены дополнения, касающиеся их состава и погрешности. Таким образом, в состав вторичных эталонов включены не только излучатели типа «абсолютно черное тело» (АЧТ) на основе температуры фазовых переходов чистых веществ, но и эвтектических сплавов [12].

Таким образом, суммируя результаты анализа, представляется, что необходимо сосредоточиться на разработке вторичного эталона единицы температуры. На основании выполненного анализа, можно предварительно сформулировать основные требования к его метрологическим характеристикам, а именно: суммарное СКО результатов сличения с ГПЭ должно быть не более $(0,12 - 2) \text{ } ^\circ\text{C}$ при температуре $(961,78 \text{ } ^\circ\text{C} - 3200 \text{ } ^\circ\text{C})$.

1.5 Выводы к главе 1

1. Анализ современных требований науки и промышленности к метрологическому обеспечению средств измерений показал необходимость его совершенствования в диапазоне измеряемой температуры от 968,78 °С до 3200 °С.

2. Основными направлениями совершенствования МО являются:

- создание методов и средств передачи единицы температуры в соответствии с ее новым определением;

- расширение диапазона и повышение точности передачи единицы температуры;

- разработка методов и средств метрологического обеспечения стационарных и транспортируемых средств измерений и разрядных рабочих эталонов;

- создание вторичных эталонов для обеспечения возможности передачи единицы температуры от ГПЭ.

3. Перспективным направлением совершенствования метрологического обеспечения является применение высокотемпературных реперных точек и интерполяционного прибора, обеспечивающих возможность интерполяции температурной шкалы выше точки затвердевания серебра.

2 Исследования средств передачи единицы температуры

Существующая тенденция к расширению диапазона средства измерений неконтактной термометрии с одновременным снижением погрешности измерения температуры, требует последовательного, желательно опережающего развития средств их МО. Наиболее перспективным направлением для обеспечения возросших требований по МО разрядных РЭ является применение высокотемпературных реперных точек и интерполяционного прибора, входящих в состав ВЭТ.

На период до конца 2021 г., де-юре, отсутствовали вторичные эталоны для передачи единицы температуры от ГПЭ в высокотемпературной области.

Современное МО в области высоких температур требует применение излучателей АЧТ, обеспечивающих диапазон воспроизводимой температуры до 3000 °С и выше. Указанное оборудование имеет большие масса-габаритные характеристики, хрупкие элементы, что фактически не позволяет транспортировать их до места оказания услуги по передаче единицы температуры. Таким образом, крайне необходимо определить характеристики транспортируемой части

Для определения конкретных требований к средствам передачи единицы температуры с учетом внедрения нового определения кельвина в соответствии с выбранным путем, с целью расширения диапазона и повышение точности передачи единицы температуры разрядным РЭ и СИ, следует провести анализ необходимых требований к указанным средствам.

2.1 Анализ требований, предъявляемых к излучателям с фиксированной температурой фазовых переходов

Как показано в подразделе 1.2, анализ серийно выпускаемых на сегодняшний день высокотемпературных радиационных термометров выявил, что верхний предел измерений большинства из них составляет

2500 °С (3000 °С) и выше. Исходя из этого, прежде чем приступить к определению необходимых параметров излучателя АЧТ для реализации реперных точек на основе чистых металлов и высокотемпературных эвтектических сплавов, выбору его конструкции, необходимо выполнить оценку количества ВТРТ, обеспечивающие температурный диапазон [2].

Разработанные на текущий момент реперные точки представлены на рисунке 2 и в таблице 5, в которой приведены «номинальные» значения термодинамической температуры эвтектик и перитектик.

Таблица 5 - Номинальные температуры эвтектик и перитектик

| Наименование | Температура, К | Температура, °С |
|--------------------------------------|----------------|-----------------|
| Металл-углеродные эвтектики | | |
| Fe-C | 1426 | 1153 |
| Co-C | 1597 | 1324 |
| Ni-C | 1602 | 1329 |
| Pd-C | 1765 | 1492 |
| Rh-C | 1930 | 1657 |
| Pt-C | 2011 | 1738 |
| Ru-C | 2226 | 1953 |
| Ir-C | 2564 | 2291 |
| Re-C | 2747 | 2474 |
| Металл-карбид углеродные эвтектики | | |
| B ₄ C-C | 2659 | 2386 |
| δMoC-C | 2853 | 2580 |
| TiC-C | 3033 | 2760 |
| ZrC-C | 3155 | 2882 |
| HfC-C | 3458 | 3185 |
| Металл-карбид углеродные перитектики | | |
| Mn ₇ C ₃ -C | 1604 | 1331 |
| Cr ₃ C ₂ -C | 2099 | 1826 |
| WC-C | 3022 | 2749 |

Ранее было отмечено, что в документе «Mise en Pratique» [20] приведены ссылки на результаты международных проектов по исследованию ряда ВТРТ эвтектик, в результате которых рекомендованы к принятию значения их термодинамической температуры, а также приписаны значения расширенной неопределенности с коэффициентом охвата $k=2$ в указанных точках. В таблице 6 приведены значения термодинамической температуры (точка перегиба на кривой плавления реперной точки) и их неопределенности для ВТРТ эвтектических сплавов Co-C, Pt-C и Re-C. Результаты

исследований согласованы в качестве окончательных значений термодинамической температуры рабочей группой по бесконтактной термометрии Консультативного комитета по термометрии (CCT WG NCTh), и приняты как рекомендованные значения ВТРТ при реализации условно прямых методов [39].

Таблица 6 – Значения термодинамических температур ВТРТ и их неопределенность

| ВТРТ | Термодинамическая температура, К | Расширенная неопределенность (k=2), К |
|------|----------------------------------|---------------------------------------|
| Co-C | 1597,39 | 0,13 |
| Pt-C | 2011,43 | 0,18 |
| Re-C | 2747,84 | 0,35 |

Следует отметить, что по мере накопления экспериментальных данных, проведения сличений и исследовательских международных работ, указанные значения в таблице 5 могут быть уточнены. Например, забегая вперед, значение воспроизводимой температуры WC-C из состава ГЭТ 34-2020, составляет - 3020,9 К, а значение ВТРТ $\delta\text{MoC-C}$ по результатам исследований выполненных на ГПЭ составило 2580 К.

Таким образом, на текущий момент, определены метрологические характеристики минимум для трех ВТРТ температурного диапазона.

Для любого значения из рассматриваемого диапазона - одной или несколькими «стартовыми» реперными точками могут быть точки МТШ-90 (Ag, Au или Cu) [28].

Соответственно, конструкция излучателей, применяемых для создания необходимого температурного режима с целью реализации фазового перехода реперной точки, должна обеспечивать размещение ампул реперных точек на основе чистых металлов и эвтектических (перитектических) сплавов. Излучатели должны обеспечивать необходимый температурный диапазон, нестабильность поддержания температуры не менее 0,1 °С.

К сожалению, как показало рассмотрение технических характеристик серийно выпускаемых высокотемпературных излучателей, практически все

они не удовлетворяют минимально требуемому диапазону воспроизводимых температур, геометрические параметры полости АЧТ не только не соответствуют требуемым размерам ампул для реализации фазового перехода эвтектических сплавов, но и технически их невозможно разместить внутри полости [6]. Кроме того, присутствует слишком большая температурная неоднородность температурного поля (градиента температур) и ряд других параметров, не позволяющих их применять.

Проведенный анализ высокотемпературных излучателей, обеспечивающих необходимые характеристики, показал, что на текущий момент в Российской Федерации представлены только два типа излучателей АЧТ, оба являются российскими разработками. Других, серийно выпускаемых излучателей АЧТ с фиксированной температурой фазовых переходов, как отечественного, так и иностранного производства, в России не представлено.

Технические характеристики излучателей представлены в таблице 7.

Таблица 7 – Сравнение характеристик высокотемпературных излучателей [3, 47, 48]

| Наименование характеристики | Тип излучателя | |
|---|-----------------|----------------|
| | АЧТ 30/900/2500 | НТВВ 3500 УУ |
| Диапазон воспроизводимой температуры, °С | от 900 до 2500 | от 930 до 3230 |
| Нестабильность поддержания, °С | | |
| - в диапазоне воспроизводимой температуры 2730 °С, вкл. | ±0,1 | ±0,03 |
| - в диапазоне воспроизводимой температуры выше 2730 °С | | ±0,1 |
| Диаметр выходного отверстия излучателя, мм | 30 | 25 |
| Материал нагревателя, мм | графит | пирографит |
| Рабочая среда | аргон | аргон |

Излучатель АТЧ 900/30/2500 [47] с целью обеспечения возможности проведения исследований ампул на основе эвтектических сплавов в институте, а также для удовлетворения потребности различных метрологических лабораторий в высокотемпературном источнике излучения на основе модели черного тела.

Разработанный излучатель представляет собой однозональную графитовую печь сопротивления с системой ручного и автоматического управления с возможностью размещения внутри нагревателя специального держателя (пенала) ампул ВТРГ.

Размещение пенала приведено на рисунке 3.

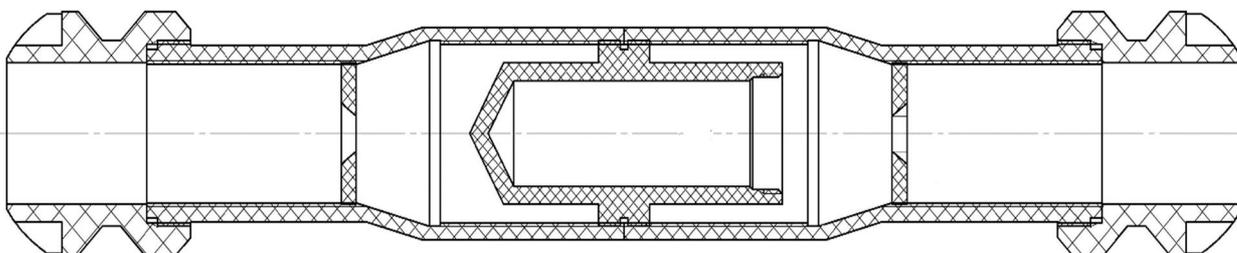


Рисунок 3 – Схематичное изображение нагревателя с ампулой в пенале.

Результаты исследований показали полное их соответствие заявленным характеристикам [3].

В рамках проведения совместных научно-исследовательских работ, разработан излучатель НТВВ 3500 УУ, в основу которого положена конструкция хорошо зарекомендовавших себя в мире излучателей, разработанных во ФГУП «ВНИИОФИ» высокотемпературной модели черного тела типа ВВ3500М и ее более ранних модификаций [48].

Основным элементом излучателя является нагреватель, так называемый «пироэлектрический столб», который представляет собой полый цилиндр, собранный из пирографитовых колец. Кольца соединены между собой механически при помощи пружины с одной стороны торца и жестко закрепленных передним фланцем, с другой стороны. После отжига, проводится измерение колец пирографитового столба, и их расстановка в зависимости от конкретной величины сопротивления для обеспечения максимально равномерного температурного поля в рабочей зоне полости излучателя

Для размещения ампулы с чистым металлом, или эвтектическим (перитектическим) сплавом в конструкции нагревателя предусмотрен специализированный держатель, выполненный из высокочистого графита, как показано на рисунке 4.

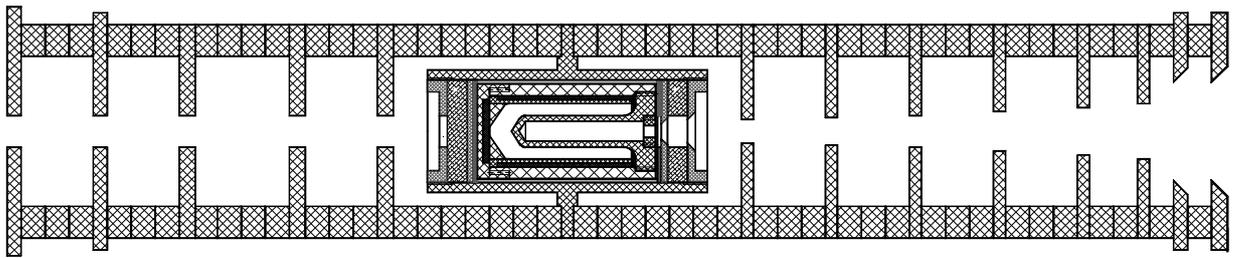


Рисунок 4 – Схематичное изображение нагревателя с ампулой в держателе.

Проведенные совместные исследования показали полное соответствие технических, в том числе и метрологических характеристик излучателя.

Сравнительный анализ двух излучателей показал, что оба излучателя удовлетворяют требованиям для реализации реперных точек, как на основе чистых металлов, так и эвтектических сплавов. Однако, следует отметить, что графитовый излучатель (АЧТ 30/900/2500) обладает худшими метрологическими характеристиками, чем пирографитовый. Он имеет более низкий температурный диапазон, что обусловлено свойствами как самого материала (графита), так технологическими, конструкционными и эксплуатационными ограничениями. Для снижения неравномерности температурного поля излучателя разработаны удлинённые нагревательные элементы, разработаны специальные диафрагмы, которые размещаются внутри полости излучателя посредством резьбового соединения. Кроме того, возможно, с помощью указанного соединения перемещать в небольших пределах пенал, что позволяет снизить неравномерность температурного поля при работе излучателя с ампулами реперных точек.

Для решения задач по выравниванию температурного поля в пирографитовом излучателе (излучатель НТВВ 3500УУ) возможно также перемещать держатель для ампул посредством смены его положения и ближайших к нему колец. Однако, основным способом является изменение температурного поля посредством подбора сопротивления пирографитовых колец и соответствующим их размещением. Кроме того, на выравнивание температурного поля сильно влияют применяемые в конструкции пирографитового столба диафрагмы, их диаметр и месторасположение.

Результаты сравнительных испытаний свидетельствуют, что неравномерность излучателя НТВВ 3500УУ в несколько раз меньше, чем излучателя АЧТ 30/900/2500.

Следует отметить, что для достижения высоких метрологических характеристик в излучателе применен нагрев и управление помощью специализированного блока питания, который является низковольтным источником стабилизированного тока с устройством линейного регулирования тока. Применение низковольтного источника постоянного тока позволяет достичь плавности в регулировке, а также обеспечить более высокий уровень безопасности в эксплуатации излучателя НТВВ 3500УУ, чем АЧТ 30/900/2500.

Однако, при всех преимуществах излучателя НТВВ 3500УУ, по сравнению с АЧТ 30/900/2500, следует отметить, что указанный излучатель более сложен в эксплуатации, требует специально обученного персонала и самое главное, крайне дорог при его приобретении и последующей эксплуатации. Практически, его применение оправдано в составе ГПЭ единицы температуры.

Сравнительный анализ на основе результатов исследований показал, что оба излучателя удовлетворяют требованиям для практической реализации температуры фазовых переходов чистых веществ и эвтектических сплавов. Следует отметить, что для решения задач по передаче единицы температуры до 2500 °С на уровне вторичного эталона достаточно применять излучатель АЧТ 30/900/2500. Для более высокого диапазона воспроизведения единицы температуры и обеспечения необходимого температурного режима для реализации ВТРТ, например, перитектик, требуется применять излучатель НТВВ 3500УУ.

Ампулы реперных точек на основе эвтектических сплавов, в самом простом случае, состоят из тигля, крышки, выполненных из высокочистого графита и рабочего вещества - эвтектического сплава чистого металла и углерода.

Природа и механизм создания эвтектических сплавов различных веществ волновали ученых уже давно. Вопросы о строении и свойствах эвтектических сплавов как в твердом, так и в жидком состоянии, о механизмах и путях создания эвтектических превращений обусловили большой и устойчивый интерес к нему исследователей в разных странах, не ослабевающий уже более 150 лет. Существует ряд фундаментальных работ по проблеме бинарных сплавов, например, данные, приведенные в работах [49-51].

Как известно, любой фазовый переход происходит, когда система переходит из одного термодинамического состояния, в которых вещество имеет единые физические свойства, в другое термодинамическое состояние.

Особый интерес для термометрии являются фазовые переходы первого рода, которые демонстрируют скачкообразное изменение энтальпии, так что система поглощает или высвобождает скрытую теплоту. Поглощение или высвобождение скрытой теплоты – теплоты фазового перехода используется для поддержания системы с постоянной температурой, до полного завершения процесса. Фазовые переходы второго и более высоких порядков могут также использоваться в термометрии, но для их реализации - требуют отдельной измерительной системы для обнаружения изменений в значении физического свойства, в связи с этим они не нашли применения в качестве реперных точек.

Как показал анализ, в бинарной системе возможно порядка восьми типов [49-51], различающиеся по направлению прохождения реакции (нагрев-охлаждение) и в каждой фазе (с участием жидкой: «-тектик», только твердой: «-тектоид») происходит реакция и в качестве реперных точек единицы температуры наиболее часто рассматриваются и как показывает практика нашли свое применение эвтектические и перитектические типы.

Взаимодействие эвтектических фаз обычно рассматриваются и трактуются на диаграмме состояний.

Типичная диаграмма состояния двухкомпонентной системы с неограниченной растворимостью в жидком состоянии и ограниченной растворимостью в твердом состоянии эвтектического типа системы А-В приведена на рисунке 5 [49-51].

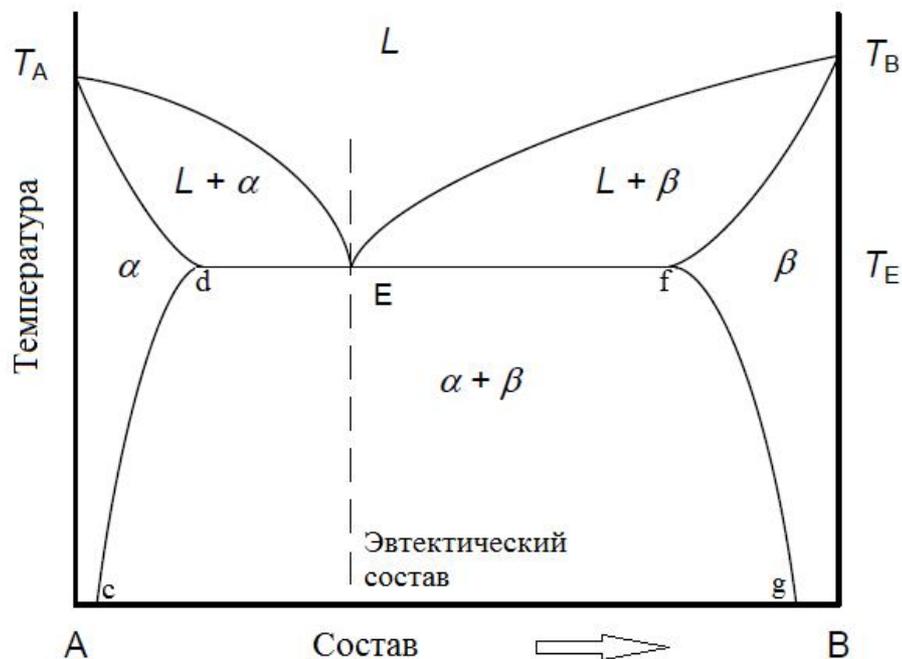


Рисунок 5 - Диаграмма состояния эвтектического типа системы А-В

На рисунке 6 горизонтальная ось показывает, что состав меняется от чистого вещества А к чистому компоненту системы В, обычно выражают в процентах, либо массовой доли или атомной фракции. На вертикальных осях отмечены температуры плавления чистых веществ А и В, которыми являются T_A и T_B , соответственно.

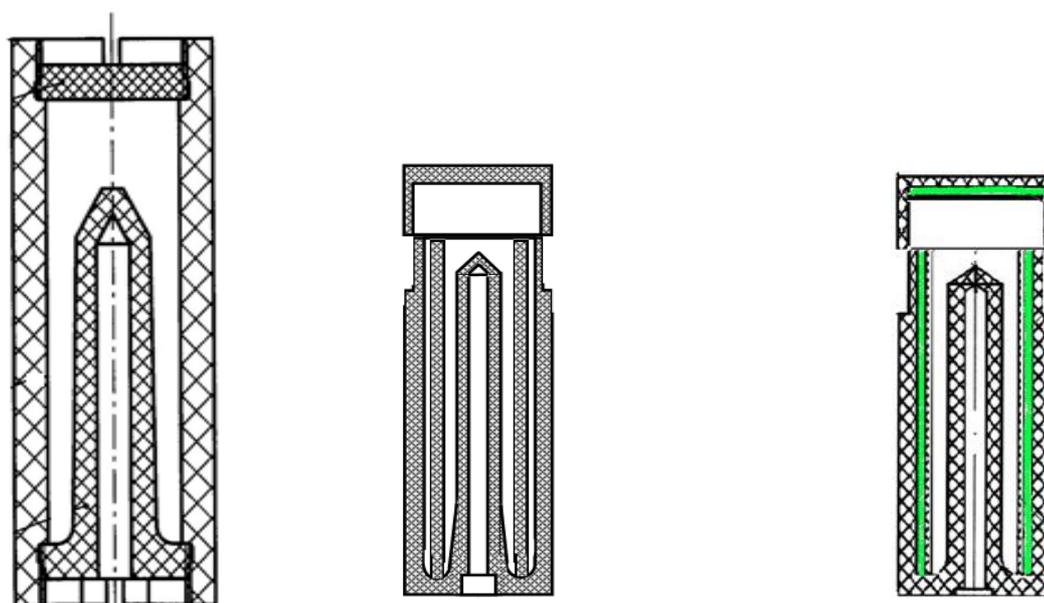
Точка Е указывает точку эвтектики, при которой три фазы находятся в равновесии: твердый раствор α , твердый раствор β и жидкого L. Таким образом, при условии равновесия и при постоянном давлении, эта неизменяемая точка задает уникальную температуру эвтектики T_E .

На практике, фактически, диаграмма состояния позволяет определить с достаточной степенью достоверности необходимый количественный состав компонентов для создания эвтектического сплава. Указанным составом заполняют ампулу реперной точки специальной конструкции.

За прошедшие время конструкции ампул ВТРТ, претерпевали серьезные изменения [52].

Изначально для создания ампул ВТРТ эвтектик применяли немного модернизированную конструкцию по сравнению с ампулами, применяемыми для чистых металлов, а именно: утолщены стенки корпуса тигля и крепления пальца [2], (рисунок 6а).

В связи с тем, что во время проведения экспериментальных исследований ВТРТ, произошло разрушение корпуса тигля, обусловленное активным взаимодействием металла с графитовым стенками тигля, разработана конструкция новой ампулы для реализации реперных точек на основе эвтектических сплавов [2].



а) – Исходная; б) – Новая; с) – Рекомендованная ККТ

Рисунок 6 – Изменение конструкций ампул для реализации реперных точек.

Конструкция этой ампулы, приведена на рисунке 6 б). Она состоит из трех элементов из высокочистого графита. Корпус тигля жестко соединен с пальцем, вместе соединения сделано специальное усиление крепления. Полностью исключено резьбовое соединение пальца с корпусом тигля, это позволило полностью устранить протекание по резьбовому соединению в ее передней ее части. Рассчитанный допуск между крышкой тигля и корпусом

позволяет плотно фиксировать ее. Для устранения контакта металла с графитовыми стенками применяется внутренняя втулка – вкладыш [2].

Ампула указанной конструкции успешно применялась в ходе двусторонних сличений с LNE-INM/CNAM [39]. Достигнуты результаты в ходе проведенных сличений были удовлетворительными, например, различие в средних значениях температуры плавления, полученное в обеих лабораториях, для точки Co-C составило около 0,01 °C [41].

В 2011 г. конструкцию тиглей, привели в соответствие с требованиями, предъявляемыми к ампулам реперных точек при международных сличениях, согласно Плану исследований высокотемпературных реперных точек Рабочей группы 5 ККТ МКМВ [53]. В этой связи в конструкции были уменьшены внешний диаметр тигля и геометрические размеры его полости. Кроме того, для снижения риска преждевременного разрушения внутрь тигля помещены чехол из графитовой ткани ("C/C-sheet") и защитный цилиндр. Таким образом, слиток металл–углерод не контактирует со стенками тигля. Для защиты крышки ампулы и дна тигля также может использоваться подобная прослойка из графитовой ткани (рисунок 7 с).

На сегодняшний день, унифицированы геометрические характеристики ампул реперных точек, значения которых приведены в таблице 8.

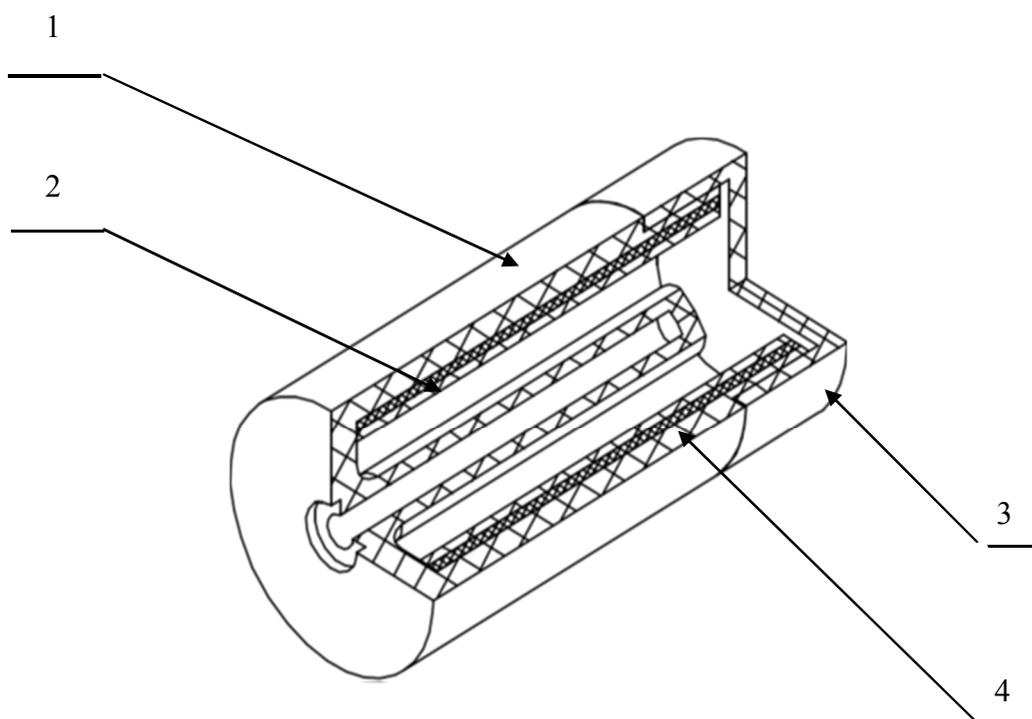
Таблица 8 – Основные геометрические параметры ампул

| Наименование характеристики | Значение |
|---|----------|
| Внешний диаметр ампулы, мм, не более | 24 |
| Длина ампулы, мм, не более | 50 |
| Диаметр выходного отверстия, мм, не менее | 3 |

Небольшие вариации сохранились в диаметре и глубине канала ампулы, что обусловлено конструктивными и технологическими разработками конкретной ампулы, применяемой в национальном метрологическом институте. При этом диаметр выходного отверстия излучающей полости ампулы варьируется посредством диафрагмы.

Пример конструкции современной ампулы реперных точек на основе эвтектических сплавов представлен на рисунке 7. Указанная конструкция (рисунок 7) полностью отвечает современным, передовым требованиям, и включает в себя тигель ампулы (1) с излучающей полостью, вкладыш (2), крышку ампулы (3) и графитовую ткань (4).

На рисунке 7 не приведены элементы, размещенные в крышке: графитовый диск и ткань, а также технологические элементы необходимые для последнего этапа заполнения ампулы.



1 – Тигель ампулы; 2 – Вкладыш; 3 – Крышка; 4 – Графитовая ткань.

Рисунок 7 – Конструкция ампулы реперной точки

В приложении Б представлен эскиз конструкции ампулы реперной точки, с основными размерами элементов: тигель ампулы (а) с излучающей полостью, вкладыш (б) и крышка (в).

Изображение ампулы в сборе приведено на рисунке 8.



Рисунок 8 – Изображение ампулы реперной точки

Разработанные ампулы могут быть размещены в держателе обоих рассмотренных ранее высокотемпературных излучателей (рисунок 9).



а)

а) – Ампула в держателе печи НТВВ 3500 УУ;



б)

б) – Ампула в держателе печи АЧТ 30/900/2500.

Рисунок 9 – Ампула реперной точки, размещенная в держателе излучателей

Таким образом, применение рассмотренных высокотемпературных излучателей вместе с разработанной конструкцией ампул обеспечивает

необходимый режим для создания фазовых переходов реперных точек в соответствии с таблицами 5 и 6, и соответственно, обеспечивает реализацию выбранного направления в части воспроизведения и передачи единицы температуры.

Как отмечалось ранее, для решения задач по передаче единицы в внутри поддиапазонов температуры воспроизводимых ВТРТ и частично вне их, предполагается использовать интерполяционный прибор.

Теоретический анализ и требования, предъявляемые к интерполяционному прибору, в качестве которого предлагается использовать монохроматический пирометр, рассмотрены в следующем подразделе.

2.2 Анализ требований, предъявляемых к интерполяционному прибору

МТШ-90 [28] выше 961,68 °С построена методом экстраполяции на основе закона Планка (формула 1) с использованием только одной из ВТРТ на основе высокочистых металлов: серебра, золота или меди. Это обуславливалось, в том числе и тем, что в тот период времени отсутствовали хорошо изученные и надежные реперные точки выше реперной точки меди. Также отсутствие ВТРТ являлось основным ограничением для применения на практике аппроксимирующих функций для интерполирования и экстраполирования температурной шкалы в высокотемпературной её части.

В связи с появлением ВТРТ на основе эвтектических сплавов ситуация в корне изменилась, и становится возможным развитие условно прямых методов воспроизведения термодинамической температурной шкалы выше точки серебра путем интерполяции между несколькими реперных точек. Применение указанных в таблице 5 реперных точек будет способствовать улучшению передачи единицы температуры еще в большей мере [54].

Передача единицы может осуществляться с использованием ВТРТ эвтектик металл-углерод, метрологические характеристики которых определены на государственном первичном эталоне, а интерполяция внутри

диапазона температур, и экстраполяция в некоторых пределах, может осуществляться с помощью аппроксимирующих функций, в основе которых положены основополагающие законы Планка и Вина.

Кроме того, с развитием вычислительных мощностей, становится возможным проведение расчета температуры в промежутках между высокотемпературными реперными точками на основе фазовых переходов эвтектик металл-углерод с учетом всех корректирующих параметров по закону Планка (формула 1). В этом случае методика по своей сути эквивалентна МТШ-90 [28], где в качестве реперной точки используются значение термодинамической температуры ВТРТ для экстраполирования к другим термодинамическим температурам с учетом относительной спектральной чувствительности. При этом при проведении анализа неопределенности, следует учитывать неопределенность, связанную с термодинамической температурой ВТРТ.

Также следует отметить, что при практической реализации методики соотношение между выходным сигналом интерполяционного прибора (пирометра, компаратора яркостей) и температурой черного тела, с развитием компьютерных технологий, может быть довольно достоверно определено, исходя из знаний о спектральных характеристиках фильтра (монокроматора), детектора, оптической схемы и т.д. Однако, на практике, не всегда досконально точно известны эти характеристики, поэтому возникает потребность в использовании интерполяционных уравнений (интерполятора).

Известно, что можно найти степенной многочлен, прошедший точно через произвольные точки на плоскости. Это означает, в частности, что для пар значений выходного сигнала / температура всегда можно найти коэффициенты для степенного полиномиального интерполятора, который проходит точно через измеренные точки. Однако, следует отметить, что даже если известны ошибки в определении каждой пары сигнал / температура и используется принцип максимального правдоподобия (например, метод наименьших квадратов), то нет никакой гарантии, что такая интерполяция

физически правдоподобна или дает наилучшую (в некотором смысле) оценку фактической температуры измеряемого черного тела. Следовательно, интерполятор должен быть основан на физической модели, что означает, что регулируемые параметры должны быть непосредственно связаны со свойствами радиационного термометра.

Проведенный анализ показал, что для решения конкретных задач по калибровке радиационных термометров, производителями разработан ряд эмпирических уравнений, которые успешно использовались для конкретных диапазонов длин волн и температур. Однако, поскольку большинство эмпирических интерполяторов не основаны на общих физических предположениях, то они имеют ограниченные области применимости.

Проведенный анализ показал, что наибольший вклад в разработку интерполяционных уравнений сделали Сакума и Хаттори (F. Sakuma, S. Hattori) [55], Кобаяши (M. Kobayashi) [56] и Саундерс (P. Saunders) [57, 58].

Предложенные уравнения, выражают сигнал радиационного термометра в зависимости от температуры черного тела. Все интерполяционные уравнения включают себя коэффициенты, зависящие от рабочей длины волны приемника излучения пирометра и эффективной спектральной площади кривой пропускания фильтра.

В общем случае, для радиационного термометра, имеющих аппаратную функцию, подчиняющуюся закону Планка $L_b(\lambda, T)$, выходной сигнал пирометра S выражается следующим уравнением:

$$S = a \int_{\lambda_0 - \Delta\lambda / 2}^{\lambda_0 + \Delta\lambda / 2} L_b(\lambda, T), \quad (3)$$

где $L_b(\lambda, T)$ – спектральная плотность яркости АЧТ в длине волны λ ;

λ_0 – центральная длина волны;

$\Delta\lambda$ - ширина полосы пропускания интерполяционного прибора;

T – температура АЧТ;

a – коэффициент передачи.

Авторами разработаны аппроксимирующие функции для различных типов интерполяционных приборов, в том числе ряд формул для монохроматических пирометров.

Для монохроматических (квазимонохроматических) пирометров рекомендуется применять Планковскую форму уравнения Sakuma–Hattori, которая приведена в уравнении (4)

$$S(T) = \frac{C}{\exp\left(\frac{c'_2}{AT+B}\right)-1}, \quad (4)$$

где $c'_2 = c_2/n = hc/kn$;

A , B , C – коэффициенты, которые связаны со спектральной чувствительностью интерполяционного прибора [54-57].

Как только коэффициенты в уравнении Сакума-Хаттори будут найдены, можно вычислить неизвестную температуру, используя измеренный сигнал в обратном уравнении Сакумы-Хаттори.

Важным условием применимости уравнения (4) является соблюдения соотношения $\Delta\lambda/\lambda \ll 0,1$.

В случае если известны данные об относительной функции спектральной чувствительности интерполяционного прибора, для интерполяции минимально необходимыми являются две точки температурного диапазона. Соответствующая неопределенность, связанная с интерполяцией, будет зависеть от температуры используемых точек калибровки и их неопределенности их значений.

В противоположном случае, необходимо применять три или более ВТРТ. В этом случае, возможно наличие колебаний между узлами интерполяции, кроме того экстраполяция за пределы конечных точек интерполяции не рекомендуется. Однако, как было показано в [33], если реперные точки имеют достаточно низкие неопределенности и разница температур между самой высокой точкой калибровки и экстраполированной точкой достаточно мала, неопределенность экстраполяции в определенных

температурах может быть сопоставима с неопределенностью интерполяции в рассматриваемом диапазоне температур.

В случае применения более трех реперных точек позволяет применять для расчета температуры метод наименьших квадратов уравнения к измеренным парам: температуры ВТРТ и выходного сигнала. В этом случае, неопределенность подобна интерполяции по трем точкам. Однако, поскольку компоненты неопределенности, связанные с калибровкой интерполяционного прибора, обычно уменьшаются приблизительно в $\sqrt{n/3}$ раз, где n - число реперных точек, полная неопределенность уменьшается при увеличении числа реперных точек. Избыточность количества высокотемпературных эвтектических точек в методе наименьших квадратов обеспечивает дополнительную безопасность в интерполяции температуры [58].

Для минимизации нелинейной функции нескольких переменных для подгонки кривой наименьших квадратов возможно применение численного метода Левенберга-Марквардта [59], который благодаря своей надежности стал стандартным методом для нелинейных задач наименьших квадратов и используется в различных пакетах численной математики для решения нелинейных задач подгонки кривых. Возможны и другие методы оптимизации, в том числе и для проверки определенных параметров уравнения (4).

Анализ работ по расчету погрешности калибровки интерполяционных приборов (пирометров, компаратора спектральной яркостей) [58], при использовании ВТРТ эвтектик, где в качестве аппроксимирующей функции применялось уравнение (4) и исходными данными являлась неопределенность для всех реперных точек – 0,1 °С, а эффективная длина волны пирометра – 0,65 мкм показал, что применение двух или трех дополнительных реперных точек выше реперной точки меди (например, Co-C, Pt-C и Re-C) достаточно для обеспечения погрешности калибровки монохроматического пирометра в пределах погрешности реперных точек.

При экстраполяции до 3200 °С наблюдается рост погрешности, но он на данном уровне температур незначителен.

Таким образом, применение для решения задач по передаче единицы температуры выше точки затвердевания меди достаточно трех реперных точек на основе металл-углерод, а именно эвтектик Co-C, Pt-C и Re-C, для снижения погрешности калибровки интерполяционного прибора – WC-C (δ Mo-C).

При практической реализации, в качестве самого интерполяционного прибора могут выступать различные технические средства: фотоэлектрические компараторы яркостей (фотоэлектрические спектрокомпараторы), компараторы спектральных яркостей (КСЯ), пирометры, спектрорадиометры, трэп-детекторы, фильтровые радиометры и т.д.

Как показано в первой главе, проведенный анализ характеристик эталонных средств воспроизведения и передачи единицы температуры в целом удовлетворяют требованиям для МО средств измерений и низкоуровневых рабочих эталонов на текущий момент. Однако, выявлена необходимость в повышении точности верхних звеньев поверочной схемы, в том числе рабочих эталонов и вторичных эталонов единицы температуры, с целью недопущения возможного отставания с учетом предполагаемого развития средств радиационной термометрии, в том числе обусловленных новым определением кельвина.

Исторически, для передачи единицы температуры с наивысшей точностью применялись фотоэлектрические компараторы яркостей и компараторы спектральных яркостей. Обычно они входили в состав действующего на тот момент ГПЭ единицы температуры, и обеспечивали передачу единицы методом сличения с компаратором. В их состав входили различные оптические элементы, монохроматоры, приемники излучения и измерительные системы. Описание конструкций, примененные в них технические решения и последующие исследования компараторов,

применяемых в составе ГПЭ подробно описаны в работах [4, 24, 60]. Разработанные и исследованные компараторы в составе ГПЭ обеспечивали наименьшую достижимую погрешность передачи единицы температуры к нижестоящим эталонам. Разработанные конструкции компараторов обладают значительными массогабаритными характеристиками, и требуют размещения в специализированных выделенных помещениях с поддержанием необходимых условий эксплуатации, что, по своей сути делает невозможным транспортирование эталона к месту эксплуатации подчиненных эталонов. Таким образом, фотоэлектрические компараторы яркостей и компараторы спектральных яркостей, являются стационарными средствами и со следующими характеристиками, значения которых не превосходят представленных в таблице:

Таблица 9- Характеристики КСЯ

| Наименование характеристики | Значение |
|---|-------------------|
| Диапазон длин волн, мкм | от 0,5 до 1,0 |
| Погрешность значения длины волны, нм | $\pm 0,01$ |
| НСП от нелинейности, % на декаду, не более | 10^{-3} |
| Дрейф сигнала (НСП), % за 10 мин, не более | $3 \cdot 10^{-3}$ |
| Эффект размера источника (НСП), %, не более | 10^{-4} |
| Рассеянный свет (НСП), %, не более | 10^{-4} |

В свою очередь, прецизионные пирометры нашли более широкое применение, для решения задач по МО СИ.

Указанные пирометры в высокотемпературной области измерений являются монохроматическими или квазимонохроматического типа, в том числе для соблюдения выполнения условия применимости формулы 4. Кроме того, для того чтобы функционально обеспечить возможность сличения с излучателями реперных точек или температурными лампами показатель визирования должен быть не менее $1/350$. Наиболее предпочтительным вариантом является конструкция пирометра, оптическая схема которого обеспечивает на рабочем расстоянии порядка одного метра диаметр пятна порядка 1 - 2 мм.

Это в полной мере относится к пирометрам, которые могут по своим характеристикам соответствовать требованиям таблицы 3 и 5.

Попытки разработки указанных отечественных прецизионных монохроматических пирометров предпринимались неоднократно, однако в полной мере они не были доведены до конца, либо характеристики приборов не удовлетворяли высоким требованиям, либо устройства выходили настолько сложными и трудно изготавливаемыми, и дорогими, что удавалось изготовить их в единственном экземпляре. Например, разработанный совместно институтом метрологии и ФГУП «НПП «Эталон» прецизионный пирометр ПД-4 [61] удовлетворяет по своим метрологическим характеристикам требованиям, предъявляемым к рабочим эталонам 1-го разряда. Однако применение в конструкции стандартных фотообъективов, в связи со снятием их с производства, привело сначала к сокращению выпуска пирометров, а затем к полному прекращению их выпуска.

Во ФГУП «ВНИИОФИ» совместно с ОАО «ЛОМО» и ПАО «Красногорским МЗ» на базе фотодиода Hamamatsu S1337 1010BQ разработан яркостной пирометр TSP [62]. TSP представляет собой квазимонохроматический пирометр с размером визируемой площадки (0,6 × 0,8) мм или Ø3 мм, в зависимости от примененной сменной зеркальной диафрагмы для измерения температурных лампам и (или) АЧТ соответственно, со спектральной полосой пропускания около 20 нм и с длиной волны в максимуме пропускания 650 нм для диапазона измеряемых температур от 900 °С до 2800 °С или 910 нм для диапазона измеряемых температур от 600 °С до 1750 °С [62].

К сожалению, ранее разработанный ФГУП «ВНИИОФИ» радиационный термометр TSP-2, широкого применения не нашел.

Зарубежные пирометры, предназначенные для измерения и передачи единицы температуры на высоком эталонном уровне, фактически являются разработанными под конкретные задачи НМИ. Производство указанных образцов занимает от 1,5 лет, стоимость изготовления составляет порядка 5-6

миллионов рублей. В последнее время появились образцы пирометров время изготовления и стоимость намного меньше, а заявленные характеристики приближаются к лучшим образцам, однако из-за малого срока их применения утверждать о полноценной замене хорошо зарекомендовавших пирометров, говорить пока очень рано. Для их оценки требуется накопление статистических данных, на основе экспериментальных исследований.

В связи в том числе и выше приведенными причинами, был разработан и пирометр модели TS-VN (TS-VN01). Требования к пирометру TS-VN были сформированы на основе анализа технических характеристик, включая метрологические, применяемых пирометров в ведущих зарубежных национальных институтах для передачи единицы температуры от 950 °С. Указанный пирометр на основе совместно разработан специалистами института метрологии и ООО «Инфратест» [63].

В таблице 10 приведены характеристики пирометра.

Таблица 10 - Технические характеристики пирометра TS-VN

| Наименование характеристики | Значение |
|--------------------------------------|---|
| Температурный диапазон | от 950 до 3000 °С |
| Спектральный диапазон, нм | 656 |
| Полуширина на уровне 50 % (FWHM), нм | 10±2 |
| Размер измеряемого пятна к дистанции | 0.35/150 (1/430) 2.35 мм на 1000 мм |
| Измерительная дистанция, мм | 500 - 1500 от переднего среза объектива |
| Рабочее расстояние, мм | 1000 мм |
| Выходной сигнал | RS232 |
| Время выхода на рабочий режим, мин | 20 |
| Питание, В | 230±23 |
| Частота питания, Гц | 55±5 |

Общий вид конструкции пирометра схематично представлен на рисунке 11.

Особенностью конструкции является то, что в основу измерительной системы пирометра положен приемник излучения на основе электрометрического микросхемного преобразователя сигнала.

Приемник излучения разработан ФТИ им. А.Ф. Иоффе. Применение его позволяет сформировать временной сигнал, который обратно

пропорционален яркости излучения от объекта, в дальнейшем его обработать и передать в цифровой форме на компьютер.

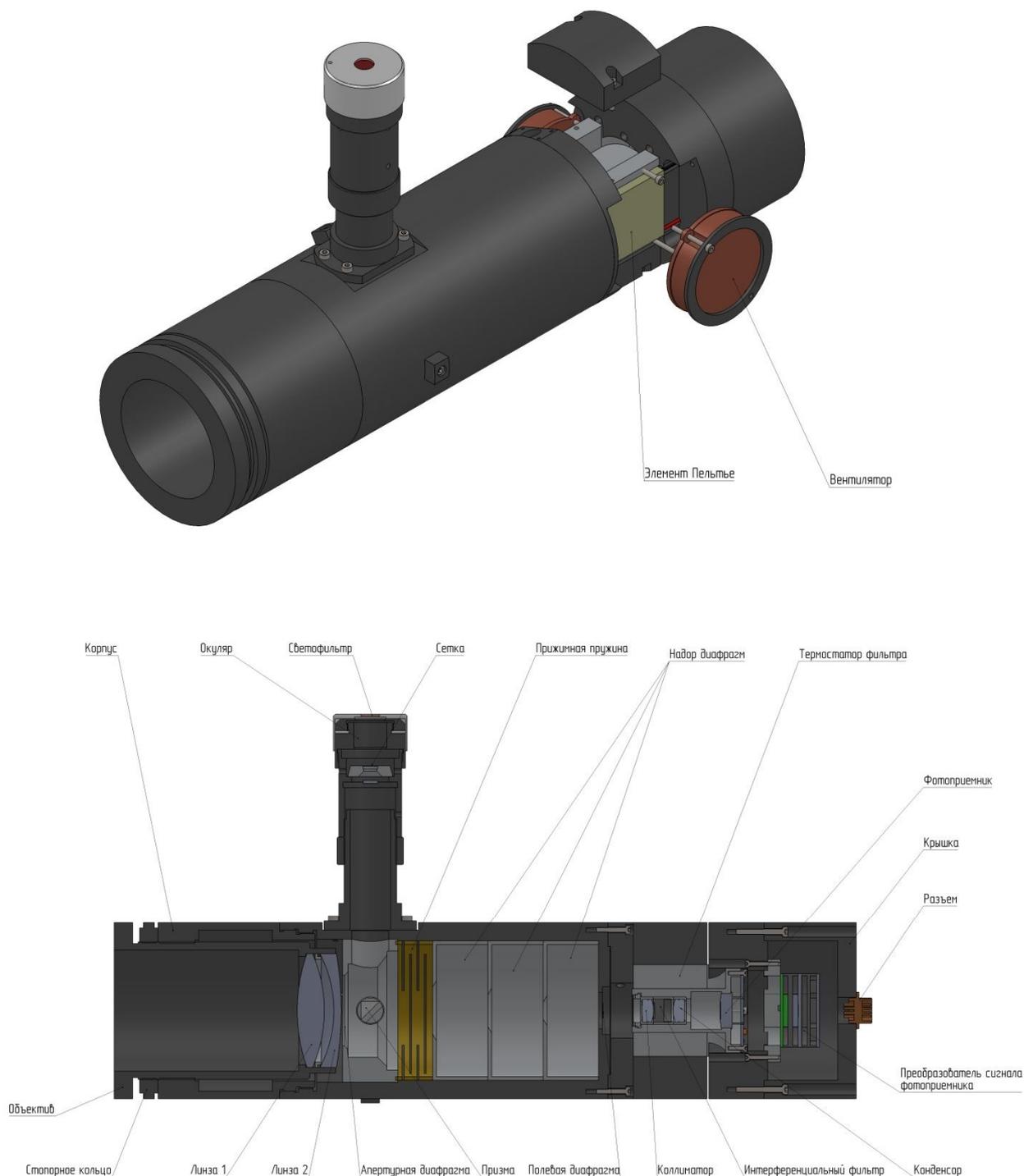


Рисунок 11 - Общий вид конструкции пирометра

Фильтры термостатированы и работают в параллельном пучке. В конструкции оптической системы пирометра применены меры для снижения

влияния ЭРИ, включающие в себя, в том числе меры по минимизации уровня рассеянного излучения рабочего пучка и снижения подсветок и рассеянного излучения, не связанного с полем измерения [63].

На рисунке 12 приведено изображение пирометра TS-VN01.

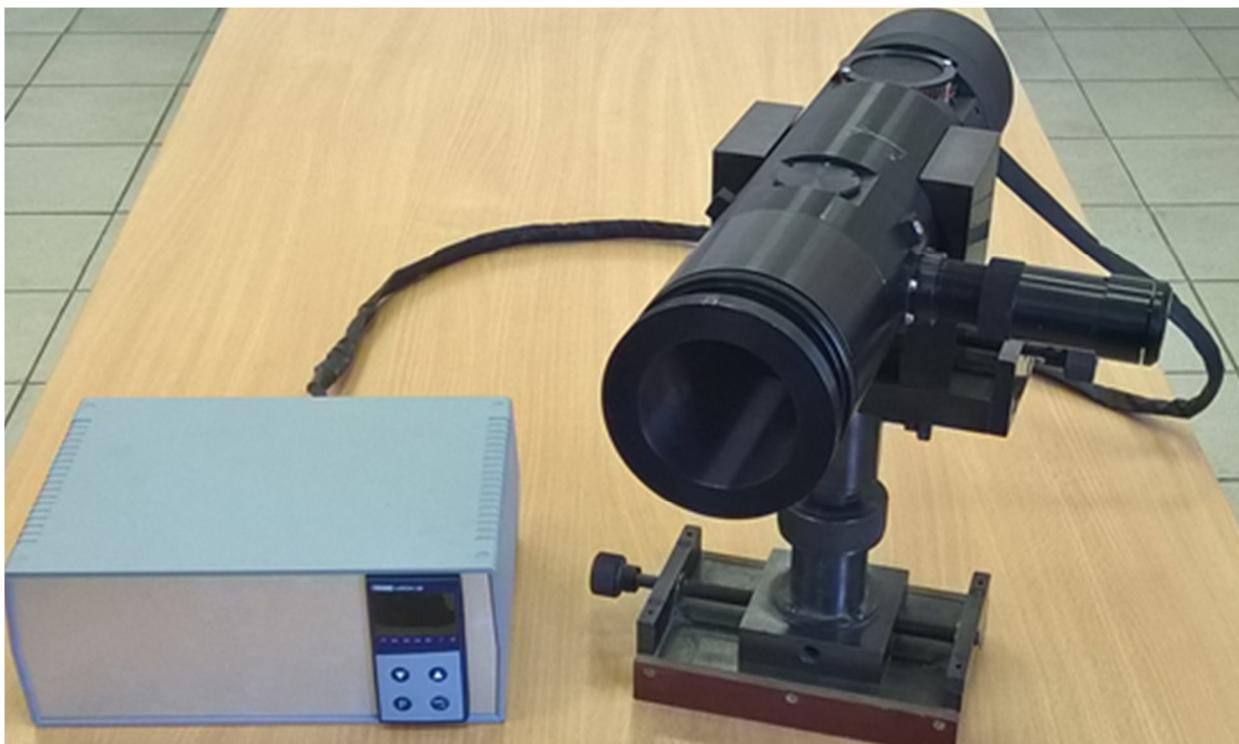


Рисунок 12 - Изображение пирометра TS-VN

В рамках проведения исследований разработанный пирометр был интегрирован в информационную систему высокотемпературного комплекса модернизируемого ГПЭ единицы температуры.

В результате предварительных проведенных исследований определены МХ, установлена высокая сходимость и воспроизводимость показаний. Полученные значения метрологических характеристик пирометра удовлетворяют требованиям, предъявляемым в качестве РЭ 0-го разряда.

Так же, полученные результаты позволяют сделать вывод о возможном применении его в дальнейшем в составе вторичного эталона в качестве пирометра-компаратора в соответствии с требованиями ГПС.

Однако выявлены недостатки, которые существенно снижают его практическую применимость, в том числе обусловленную необходимостью для его работы применять сложную систему обработки выходного сигнала,

так как пирометр не имеет системы внутренней обработки сигнала, отображения и представления измерительной информации.

Для удобства применения и эксплуатации по предполагаемому назначению в качестве средства для передачи единицы температуры, необходимо провести совершенствование указанного пирометра, исследование и определить его метрологические характеристики.

2.3 Выводы к главе 2

1. Анализ требований к средствам передачи единицы температуры позволил определить основные параметры и характеристики к излучателям с фиксированной температурой фазовых переходов эвтектических сплавов металл-углерод и чистых металлов, и к интерполяционному прибору применяемых для метрологического обеспечения средств радиационной термометрии в диапазоне выше точки затвердевания серебра.

2. Исследованные средства передачи единицы температуры позволяют обеспечить:

- расширение диапазона и повышение точности передачи единицы температуры;
- передачу единицы температуры, воспроизводимой в соответствии с ее новым определением;
- метрологическое обеспечение стационарных и транспортируемых средств измерений и разрядных рабочих эталонов.

3. Рассматриваемые средства передачи позволяют решить задачу по созданию вторичных эталонов для обеспечения передачи единицы температуры от ГПЭ в соответствии с требованиями проекта новой поверочной схемы для средств измерения температуры.

3 Исследования фазовых переходов эвтектических сплавов и чистых металлов с целью их использования в качестве реперных точек для передачи единицы температуры

Внедрение и дальнейшее практическое использование, какого-либо инструмента или артефакта, а тем более новых мер температуры требует большого массива экспериментальных исследований, направленных на определение всех влияющих технических характеристик, включая метрологические, необходимых для достижения конечного результата. Разработка самих же новых мер температуры порой требует прохождения всех стадий производства – от проектирования, изготовления, до многократных исследований, иногда очень долговременных.

Все эти стадии потребовались при разработке и создании излучателей на основе фазовых переходов эвтектик металл-углерод, т.е. потребовалось разработать конструкцию ампул, методику их заполнения и соответственно саму методику реализации площадок плавления и затвердевания.

Описание эволюции конструкции ампул для реперных точек на основе эвтектических сплавов приведена в разделе 2.2. Значение необходимого количественного состава для конкретной эвтектики определялась согласно фазовой диаграмме состояния бинарной системы, подобной приведенной на рисунке 6. Следует отметить, что в связи с тем, что при плавлении порошковой смеси в графитовом тигле всегда некоторое количество графита с внутренней стенки тигля вбирается в эвтектический расплав, для заполнения готовится смесь с немного заниженным содержанием графитового порошка.

3.1 Разработка методики заполнения ВТРТ эвтектик и ее апробация

Результаты многочисленных исследований ВТРТ на основе различных эвтектических сплавов, показали, что параметры реализации температуры

фазового перехода зависят от качества заполнения ампулы [2, 34].

Методы заполнения ампул ВТРГ эвтектик можно условно разделить на традиционный, капельный и финишной заправки [64 - 67]. Последний из перечисленных методов не является в полной мере независимым, он может быть применим как дополнение к двум другим указанным методам на заключительной стадии заполнения, однако из-за сложности его реализации, описание метода вынесено отдельно и он будет рассматриваться как независимый метод.

Традиционно ампулы заполняют смесью высокочистого металла с графитом в среде аргона. Для этого применяют боксы из органического стекла, как на рисунке 13.



Рисунок 13 – Изображение бокса из органического стекла

В бокс помещают необходимые инструменты, устройства и принадлежности для создания и заполнения исходным составом ампулы.

При традиционном методе проводят заполнение тигля ампулы, контролируя массу порошка (рисунок 14).



Рисунок 14 – Изображение одной из стадии заполнения

При этом методе заполнения ампулы ВТРТ, после засыпки исходной смеси, ампулу нагревают в печи до ее расплавления (рисунок 15); затем, когда печь остынет, снова досыпают исходную смесь и повторяют эти процедуры до тех пор, пока тигель не заполнится доверху (рисунок 16) [65].



Рисунок 15 - Изображение начального этапа заполнения



Рисунок 16 - Изображение конечного этапа заполнения

Для полного заполнения ампулы необходимо от 14 до 21 циклов заполнения. Иногда, для уменьшения количества циклов исходную смесь предварительно спекают. Небольшую вариацию в этот метод вносит применение удлиняющей насадки на тигель – расширительного цилиндра, применение его позволяет снизить количество раз заполнения.

Основной недостаток традиционного метода связан с образованием пустот (каверн) в эвтектическом слитке вследствие сплавления металла с графитовыми стенками, а не только с графитовым порошком. Это вызывает прилипание металла к стенкам защитного цилиндра или канала, что, в свою очередь, может приводить к их преждевременному истончению. Кроме того, каверны могут возникать из-за оседания избыточного графитового порошка, который не сплавился с металлом. Также, возможно образование пустоты у крышки тигля. В качестве примера, на рисунке 17 приведен рентгеновский снимок ампулы ВТРТ Re-C с образовавшимися внутри ампулы кавернами.

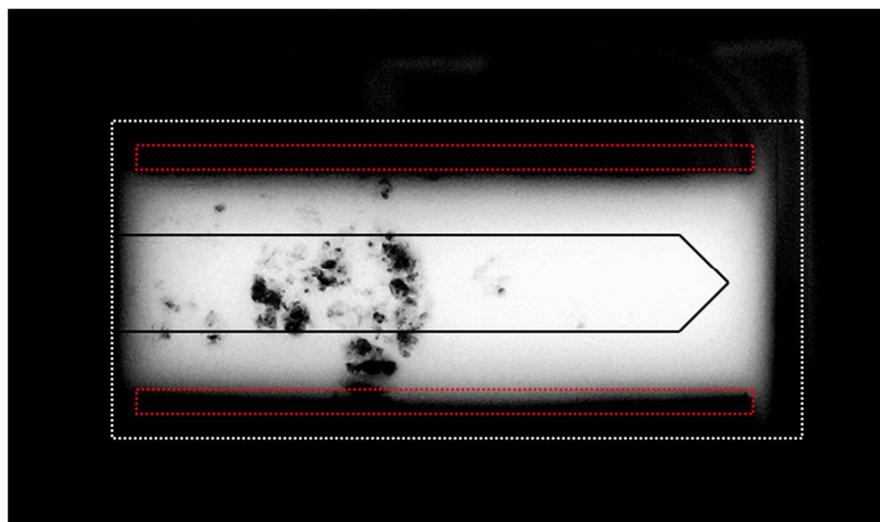


Рисунок 17 - Изображение образовавшихся каверн в ампуле ВТРТ

Как показали результаты работ [41], появление каверн приводит не только ухудшению формы кривой, к снижению номинального воспроизводимого значения температуры, но и к намного худшей воспроизводимости ВТРТ.

Для снижения количества циклов заполнения ампулы, устранения паразитного прилипания и более равномерного заполнения ампулы смесью

металл–углерод применяют капельный метод [64 - 66].

Основная идея его состоит в том, что смесь помещают в расширительный цилиндр, на нижнем торце которого, расположено одно или несколько отверстий (форсунок). Отверстия расположены так, чтобы в вертикальном положении ампулы расплавленная эвтектика капала через них и равномерно заполняла полость между пальцем тигля и защитным цилиндром. Таким образом, снижается вероятность возникновения каверн в рабочем объеме ампулы [64 - 66].

Существуют различные конструкционные исполнения расширительного цилиндра и выходных отверстий. Например, устройства подобные представленному на изображении (рисунке 18) [65].

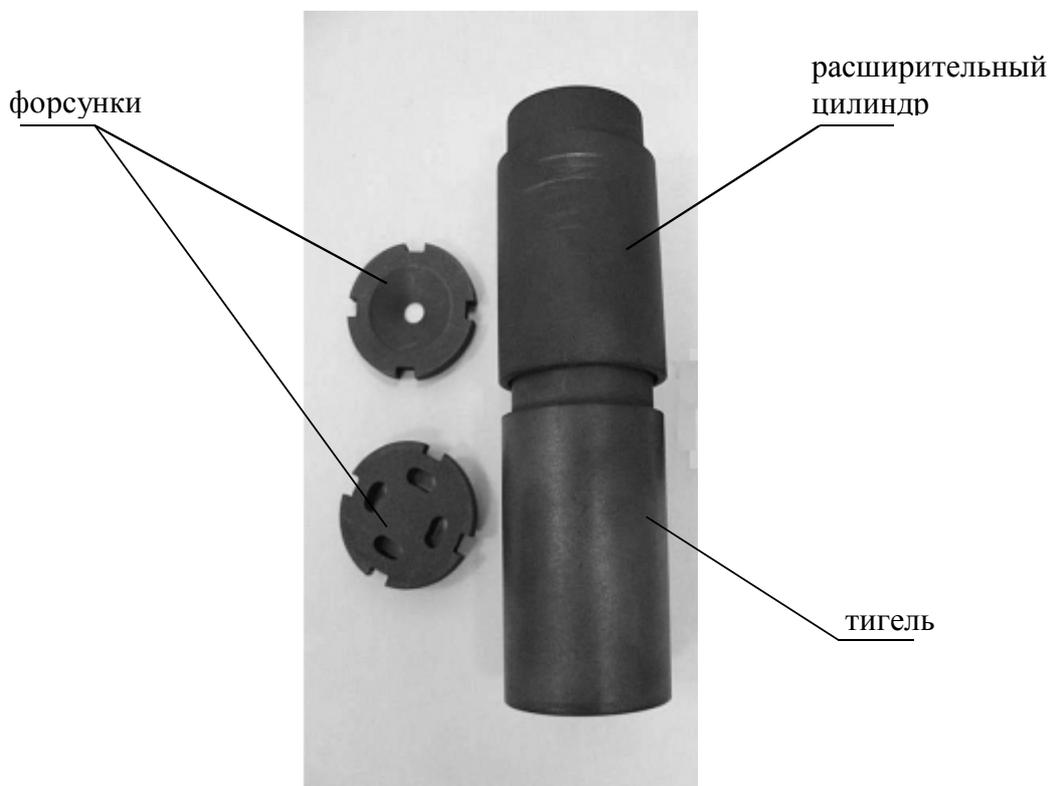


Рисунок 18 - Капельное устройство ВНИИМ.

Для решения задачи полного заполнения тигля при реализации метода финишной заправки применено устройство, которое позволяет полностью заполнить рабочее пространство эвтектикой и удалить появившиеся каверны по всей полости тигля. Разработанная конструкция состоит из пистона, направляющего цилиндра и штока [64, 65].

В собранном виде устройство располагают на верхней части тигля, предварительно доверху заполненного плавленной смесью с небольшим избытком в центральной части, и помещают в печь. При надавливании на шток поршень формирует плотное однородное заполнение внутреннего пространства. Избыток сплава выделяется через отверстие в поршне. В дальнейшем хвостовик поршня с избыточным материалом отрезается при помощи алмазной пилы. Заполненный тигель закрывается крышкой с кружком из графитового войлока или графитовой ткани, и процедура заправки ампулы, таким образом, завершается.

Описанный метод с несущественными вариациями успешно используется во многих национальных институтах при заполнении ампул.

Автором разработан метод подготовки ампул включающий в себя изначальное заполнение ампулы одним из методов: традиционным и (или) капельным и на последнем этапе, применение специализированного метода финишной заправки [65], который позволяет обеспечивать полное заполнение ампулы эвтектической смесью, и не требует механического удаления излишнего металла, т.е. отсутствует возможность в загрязнении металла.

Схема устройства для реализации метода и его изображение приведено на рисунке 19.

Процедура финишной заправки проводится аналогично предыдущей: под давлением на плунжер, жестко соединенный со штоком, поршень при расплаве слитка погружается в тигель на заданную глубину и формирует необходимый объем. В картридж, навинченный на торец штока, выдавливается избыток расплава. Также, в завершающей стадии заполнения ампулы картридж является клапаном. При повороте его, отверстия поршня закрываются. Для осуществления этого конструкцию ампул была модернизирована: для закрепления поршня ампулы на корпусе тигля ампулы ВТРТ расположены технологические выступы, которые впоследствии удаляются.

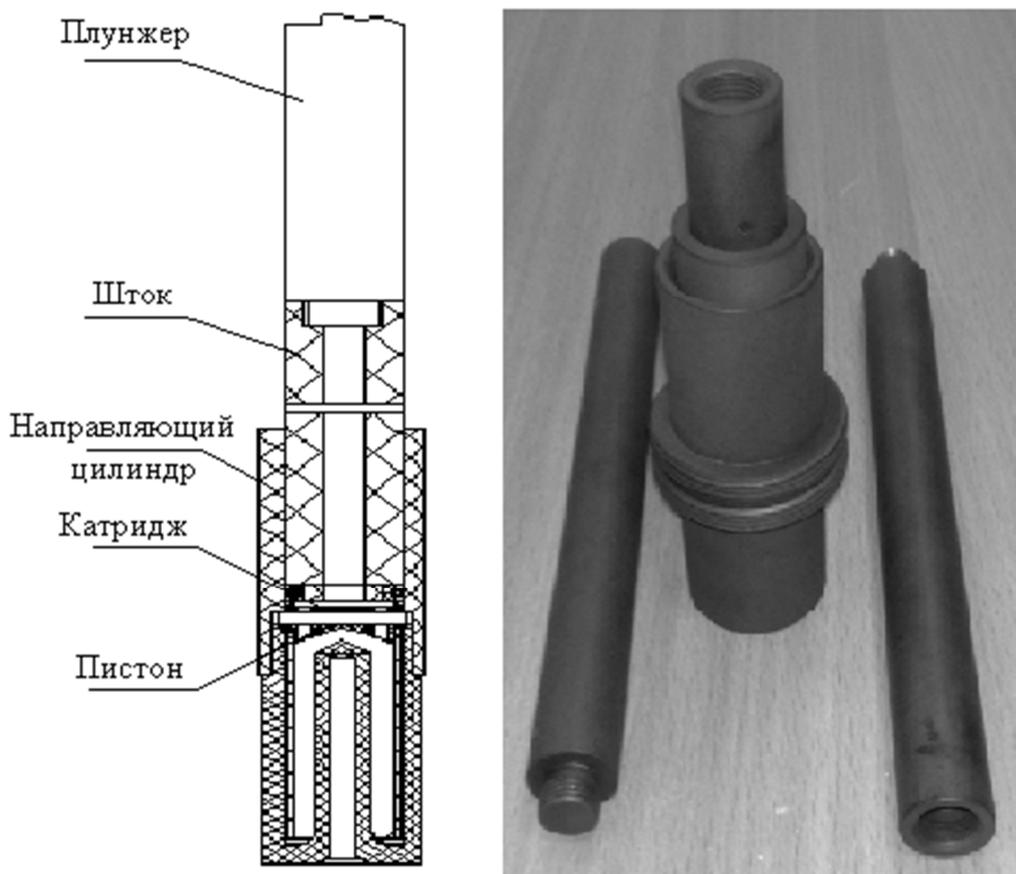


Рисунок 19 - Устройство для реализации метода финишной заливки.

Затем на вплавленный пистон накладываются предохранительные диски из графита и графитовой ткани, а на тигель надевается крышка ампулы. В результате ампула оказывается полностью заполненной требуемым составом для получения искомой эвтектики металл–углерод.

Указанный метод позволяет обеспечивать полное заполнение ампулы эвтектической смесью как и другие методы финишной заливки, но еще полностью исключить загрязнение металла, так как отсутствует необходимость в механическом удалении избыточного металла [65].

Полностью заполненная эвтектическим составом при помощи одного из трех методов ампула, помещается в высокотемпературный излучатель, где уже и проводится реализация реперной точки.

Выполнено заполнение ампул с применением капельного метода и финишной заливки, а именно ВТРТ: Co-C и Re-C. Заполнение ампулы ВТРТ Pt-C проведено традиционным методом, причины этому будут приведены далее при описании процесса её заполнения.

Предварительно все конструкционные элементы ампул ВТРТ на основе эвтектического сплава были отожжены в инертной среде примерно на (50 - 100) °С выше предполагаемой температуры расплава с целью устранения возможных загрязнений полученных при их изготовлении.

Для всех ампул ВТРТ эвтектик при их заполнении применялись высокочистые материалы - металлы и графит.

Номинальная чистота графитового порошка применяемого для заполнения исходной смесью ВТРТ составила 99,9999% по данным производителя - Alfa Aesar (Великобритания).

Для создания ВТРТ Со-С использовался высокочистый кобальт производства Nippon Mining and Metals (Япония). Кобальт имел форму кубиков, размер которых составлял примерно 2 мм. Заявляемые производителем примеси находятся на уровне менее чем 10 ppm.

Для заполнения ампулы Со-С использовалась предварительно спеченная смесь в следующих массовых пропорциях: кобальта (Со) - 97,4 % и графита (С) - 2,6 %. Заполнение ВТРТ осуществлялось капельным методом с использованием метода финишной заправки.

Спекание порошка исходной смеси проходило в вертикально размещенной высокотемпературной печи из состава излучателя АЧТ 30/900/2500 посредством нагрева ее приблизительно до (40 - 50) °С ниже эвтектической температуры расплава 1324 °С. В течении получаса указанный температурный режим поддерживался. После этого температура в печи снижалась до комнатной, проводилось дозаполнение исходной смесью, и процедура нагрева выполнялась вновь.

После предварительного спекания, подготовленное капельное устройство размещалось в вертикальной печи, проводился нагрев её до температуры порядка (20 - 30) °С для заполнения тигля эвтектическим сплавом. Для заполнения ампулы потребовалось выполнить 4 заправки, после чего с применением устройства (рисунок 20) проведена реализации метода финишной заправки. Из-за большого различия в значениях

коэффициента температурного расширения кобальта и графита требуется тщательный контроль при снижении температуры излучателя, в связи с очень высокой вероятности растрескивания ампулы при кристаллизации и охлаждении расплава.

На рисунке 20 показана заполненная ампула ВТРТ Co-C.



Рисунок 20 - Ампула ВТРТ Co-C

Таким образом, ВТРТ подготовлена к проведению дальнейших измерений.

Для создания реперной точки эвтектического сплава Pt-C, подготовлена исходная смесь из специально очищенного платинового порошка (99,999 %) и высокочистого графитового порошка (99,9999 %) в массовой пропорции последнего 1,2%, что ниже на 0,1% согласно диаграммы состояния. Очистка платины проводилась на Красноярском заводе цветных металлов. Порошок платины представлял собой зернистую пористую структуру, состоящую из зерен различной длины.

Исторически так сложилось, что создание ВТРТ эвтектики Pt-C было первым опытом в институте метрологии по изготовлению ВТРТ на основе эвтектических сплавов, в связи с этим заполнение ампулы ВТРТ проводилось традиционным методом [2]. Было заполнено несколько ВТРТ Pt-C фактически с одинаковым жизненным циклом: из-за ошибок в конструкции

ампул, на определенном этапе измерений, произошло разрушение ампул ВТРТ в месте крепления пальца ампулы. После внесения изменений в конструкцию ампул, ВТРТ Pt-C восстановлены путем «перелива» эвтектического сплава в нее.

На рисунке 21 приведено изображение новой ампулы ВТРТ Pt-C (без крышки и уплотнительного графитового диска) с торца, где расположена крышка ампулы. На рисунке 22 приведено изображение ампулы ВТРТ Pt-C в сборе.



Рисунок 21 - Изображение ВТРТ Pt-C без крышки



Рисунок 22 - Изображение ВТРТ Pt-C

Забегаая вперед, результаты исследований ампулы ВТРТ на основе

эвтектического сплава Pt-C, показали, что для указанных ВТРТ не требуется внесение изменений в конструкцию ампулы, а также их дополнительного заполнения исходной смесью материалов.

Для заполнения ампулы ВТРТ Re-C использовался порошок рения производства ZhuzhouKete Industries (КНДР) с декларированной чистотой 99,995 %.

Заполнение ампулы смесью рения и графита осуществлялось капельным методом с использованием метода финишной заправки. Массовая доля углерода в исходной рений-углеродной смеси составила порядка 1,9%. Заполнение, также как и эвтектики Co-C и Pt-C, Re-C проводилось в вертикально размещенной печи.

Всего было выполнено 4 полных цикла заправки с использованием капельного устройства ВНИИМ. На последнем этапе применено устройство финишной заправки (рисунок 19), с целью устранения появления каверн в полости тигля ампулы ВТРТ и удаление избыточного сплава Re-C.

На рисунке 23 а) показано изображение ампулы ВТРТ на основе эвтектического сплава Re-C после проведения заключительного этапа заполнения ампулы: «финишной заправки».

На рисунке 23 б) показана ампула ВТРТ Re-C в сборе.



а) Изображение деталей ампулы ВТРТ; б) Изображение ВТРТ в сборе

Рисунок 23 - Изображение ВТРТ Re-C

Кроме того, проведено изготовление ампулы реперной точки меди.

Для реперной точки меди была разработана новая конструкция ампулы в основу, которой, положена конструкция приведенная на рисунке 6 а). Разработанная конструкция ампулы позволяет применять ее во всех высокотемпературных излучателях ГПЭ, то есть унифицирована. По расчетам, полученный полезный объем заполненной высокочистой медью ампулы, достаточен для реализации площадок фазового перехода необходимой длительности.

Эскизы деталей разработанной конструкции ампулы реперной точки меди приведены в приложении В. Ампула реперной точки меди включает в себя четыре основных элемента: палец, корпус, крышка и диафрагма.

Эскиз сборочного чертежа представлен на рисунке 24.

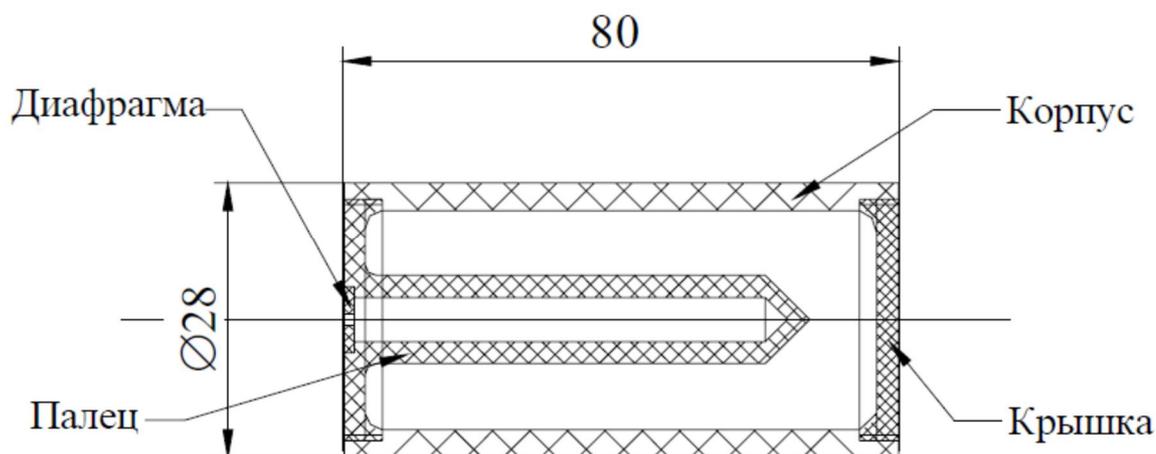


Рисунок 24 - Эскиз сборочного чертежа ампулы реперной точки меди

Дополнительно, для унификации применения в различных излучателях, в том числе из состава ГПЭ, применяются кольца, эскиз одного из них представлен в приложении В.

Материал ампулы реперной точки меди – графит торговой марки «Изостат DE-24».

Для заполнения ампулы применялась медь чистотой 6N имеющая форму цилиндрических гранул, производства Alfa Aesar (Великобритания).

Заполнение ампулы проводилось традиционным методом, с применением расширительного цилиндра. Для снижения количества

заплавков, дополнительно применялась графитовая труба, по которой дополнительно засыпались гранулы металла.

Изображение реперной точки меди приведено на рисунке 26.



Рисунок 26 – Изображение ампулы реперной точки меди

Проведено заполнение ампулы серебра. Для заполнения была применена конструкция ампулы аналогичная используемой в ВТРТ Pt-C, только без вкладыша.

Этапы заполнения приведены на рисунке 27 от заполнения исходным высокочистым серебром до полностью заправленной ампулы

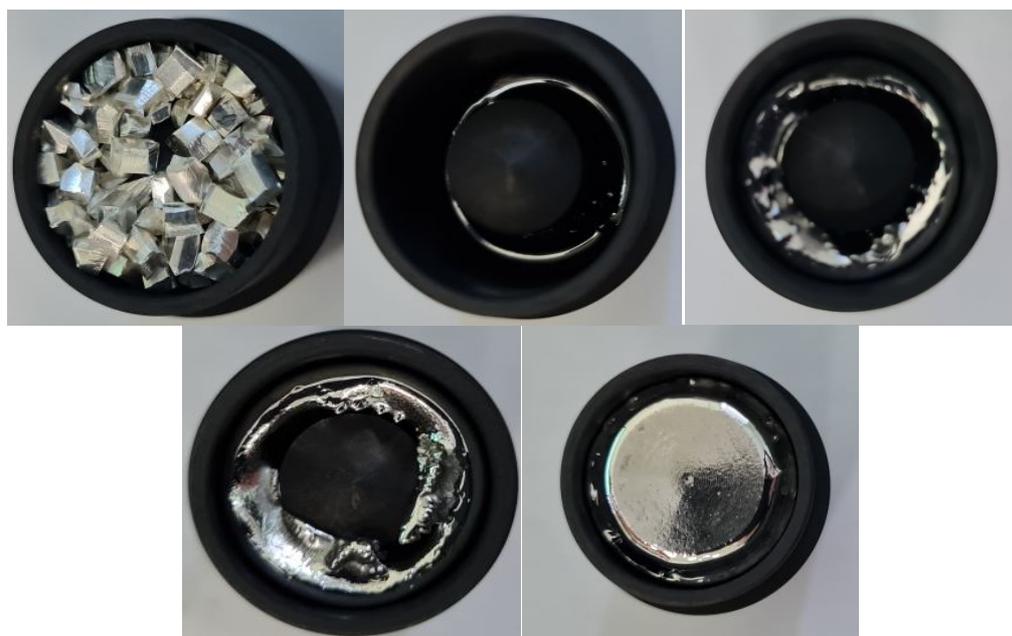


Рисунок 27 – Изображение этапов заполнения ампулы реперной точки серебра

После заполнения ампул ВТРТ на основе эвтектических сплавов, серебра и меди проведено их исследование, с целью установления метрологических характеристик.

3.2 Реализация фазовых переходов высокотемпературных реперных точек

Методика конкретной реализации реперных точек, параметров поддержания и выхода на необходимый режим, зависят как от самой ВТРТ – на основе какого металла она создана, так и от конструкционных и технических параметров используемого высокотемпературного излучателя.

Однако, можно подметить некоторые общие черты. На рисунке 28 приведен график зависимости температуры излучателя от времени при реализации условной ВТРТ. На рисунке температура соответствующая температурам фазовых переходов для примера, принята равной 1324,5 °С. Начальный (предварительный разогрев излучателя) и конечный участок (охлаждение излучателя) цикла реализации высокотемпературных реперной точки, из-за соотношений масштабов температур, на диаграмме не приведен.

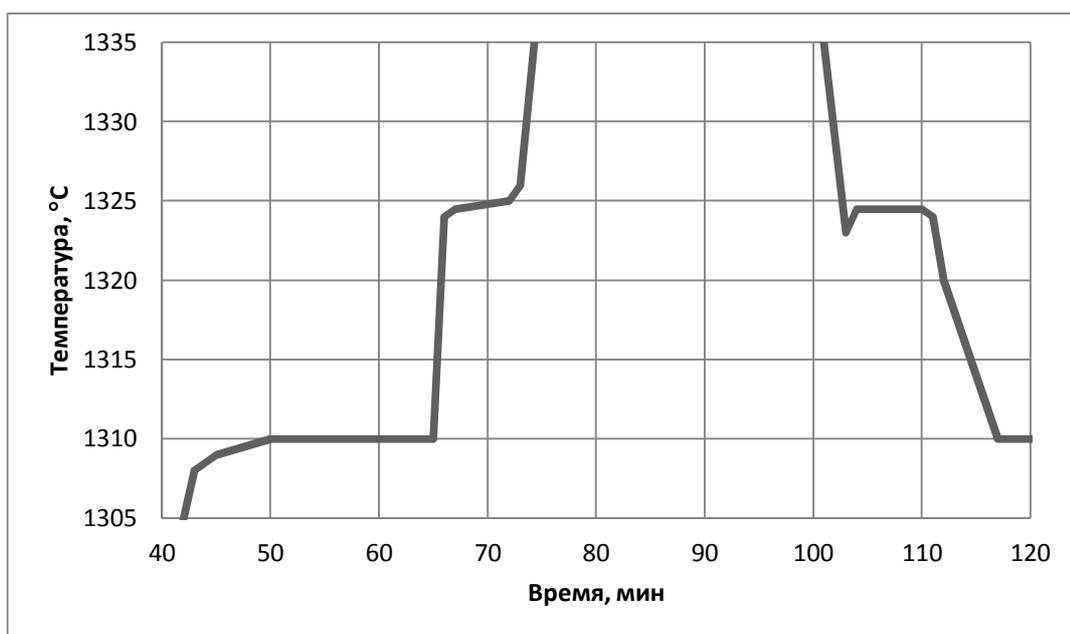


Рисунок 28 - График зависимости температуры излучателя от времени при реализации ВТРТ

На первом этапе, осуществляется медленный разогрев излучателя от комнатной температуры до температуры 900 (1000) °С, с целью избежать тепловых напряжений связанных с резким разогревом. Далее проводится подъем до температуры приблизительно на (15 – 25) °С ниже планируемой температуры плавления эвтектики (рисунок 28). Проводится стабилизация в течении 15 – 30 минут для выравнивания температурного поля [2].

Затем осуществляется разогрев излучателя на (10 – 20) °С выше температуры плавления, во время которого, регистрируется площадка плавления. После прохождения плавления, осуществляется нагрев излучателя, по окончанию которого, проводится стабилизация на стационарном уровне температуры. Указанный уровень, ориентировочно соответствует заданному разогреву, т.е. порядка (10 – 15) °С выше температуры фазового перехода исследуемой эвтектики.

Далее, проводится охлаждение излучателя, в ходе которого, регистрируется площадка затвердевания исследуемой эвтектики. Необходимо дождаться, когда закончится процесс кристаллизации, для этого снизить температуру излучателя до уровня, с которого проходило плавление. В результате, температура излучателя стабилизируется, ориентировочно, на уровне (10 – 20) °С ниже температуры плавления [2].

В случае, если необходимо проведение повторной реализации реперной точки, проводится заново нагрев, если нет – проводится медленное охлаждение излучателя до комнатной температуры, в соответствии с рекомендациями производителя излучателя.

Проводят от 3 до 5 циклов плавления/затвердевания, необходимых для определения температуры фазового перехода реперной точки и ее воспроизводимости. Первый цикл плавления/затвердевания обычно не учитывают, в связи с тем неизвестна предыстория температурного режима реализации предыдущего фазового перехода, также при длительном неиспользовании ампулы ВТРТ возможно перераспределение компонентов эвтектики вследствие диффузии.

По окончании измерений сохраняют файл данных измеренных значений температуры при реализации фазовых переходов ВТРТ.

Используя сохраненный файл данных, строят график зависимости температуры от времени, как для каждого цикла плавления/затвердевания (рисунок 29), так и для всех циклов (рисунок 29, показаны толстыми линиями).

Для каждого цикла определяют начало плавления и его окончание.

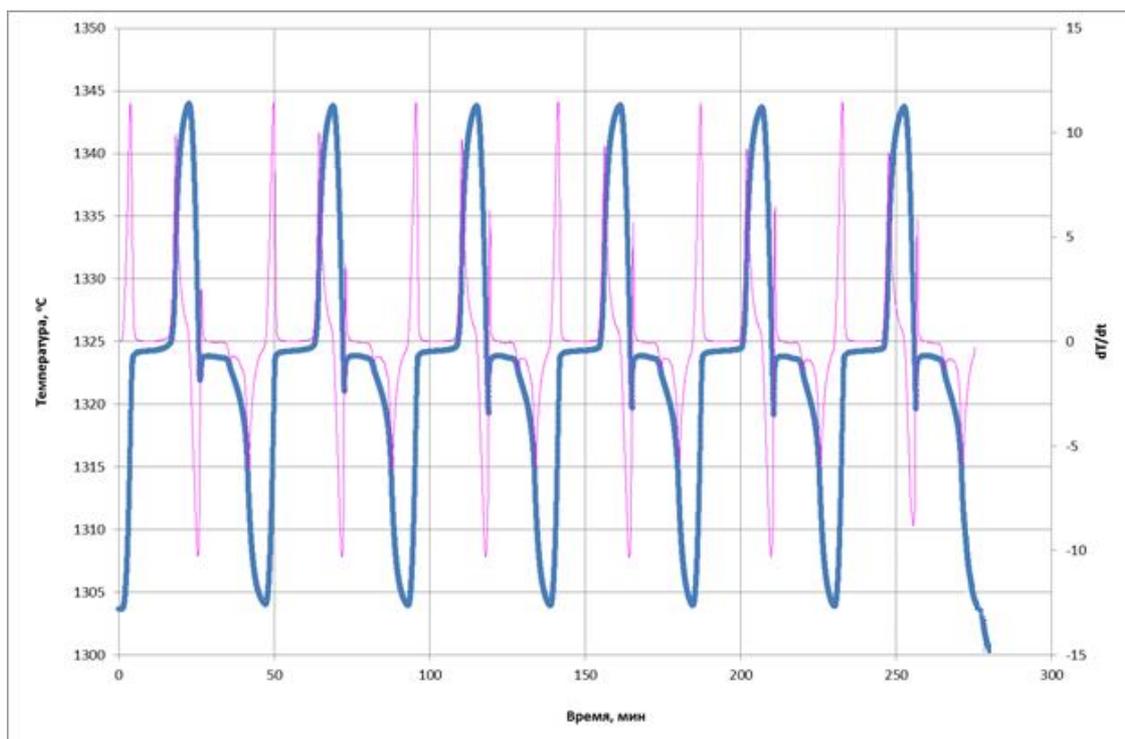


Рисунок 29 - График температуры ВТРТ от времени (толстые линии) и производной (тонкие линии)

Возможно несколько способов расчета температуры фазового перехода, как точки перегиба (POI) на графики фазового перехода (плавления/затвердевания).

Одним из них является способ расчета точки перегиба, который хорошо себя зарекомендовал при проведении международных сличений. В основе него положена методика предложенная ведущим специалистом НФЛ (Великобритания) E.R. Wooliams [38]. Указанная методика позволяет на основе измеренных данных определить «начало расплава» и «конец расплава» как точки, в которых величина первой производной кривой расплава достигает максимума, и аналитически определить точку перегиба из

кубической функции, помещенной в центральную половину площадки плавления. Методика является наиболее полной и имеющая много параметров, однако, имеет ряд особенностей. В частности, для корректной «работы» кубической функции, в некоторых случаях при рассмотрении площадки плавления необходимо сократить ее длину, в связи с тем, что невозможно однозначно определить конечную точку расплава эвтектики. Кроме того, если результаты измерений температуры ВТРТ сильно зашумлены, необходимо «вручную» подгонять начальные и конечные точки процесса. В связи с высокими требованиями к анализу результатов и возникающими в связи с этим сложностями применение указанной методики целесообразно и оправдано для работ, проводимых при исследовании метрологических характеристик ГПЭ и международных сличениях.

Другой методикой является методика определения температуры фазового перехода ВТРТ, разработанная и успешно применённая в рамках выполнения работ по совершенствованию ГПЭ. Для ее реализации используются зарегистрированные значения температуры (выходного сигнала интерполяционного прибора) от времени, которые предварительно усредняются, для снижения шумов (рисунок 30).

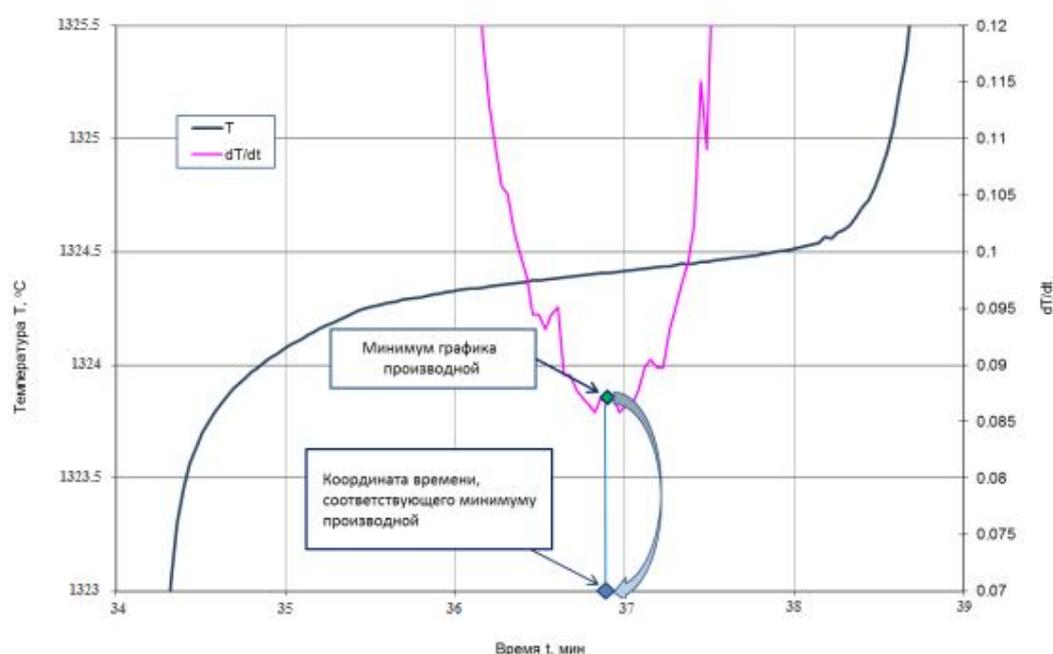


Рисунок 30 – График площадки плавления ВТРТ и кривой производной. Определение координаты времени.

На основе усредненных данных строится график зависимости изменения температуры исследуемой ампулы ВТРТ, как показано на рисунке 30 и рассчитываются значения производной изменения температуры по времени.

Значение температуры плавления ампулы ВТРТ определяется на графике изменения температуры, которое соответствует найденной координате времени (рисунок 31). Эта точка на плато плавления и есть искомая точка перегиба (POI) и, соответственно, искомым значением температуры плавления для данного цикла фазовых переходов исследуемой высокотемпературной реперной точки.

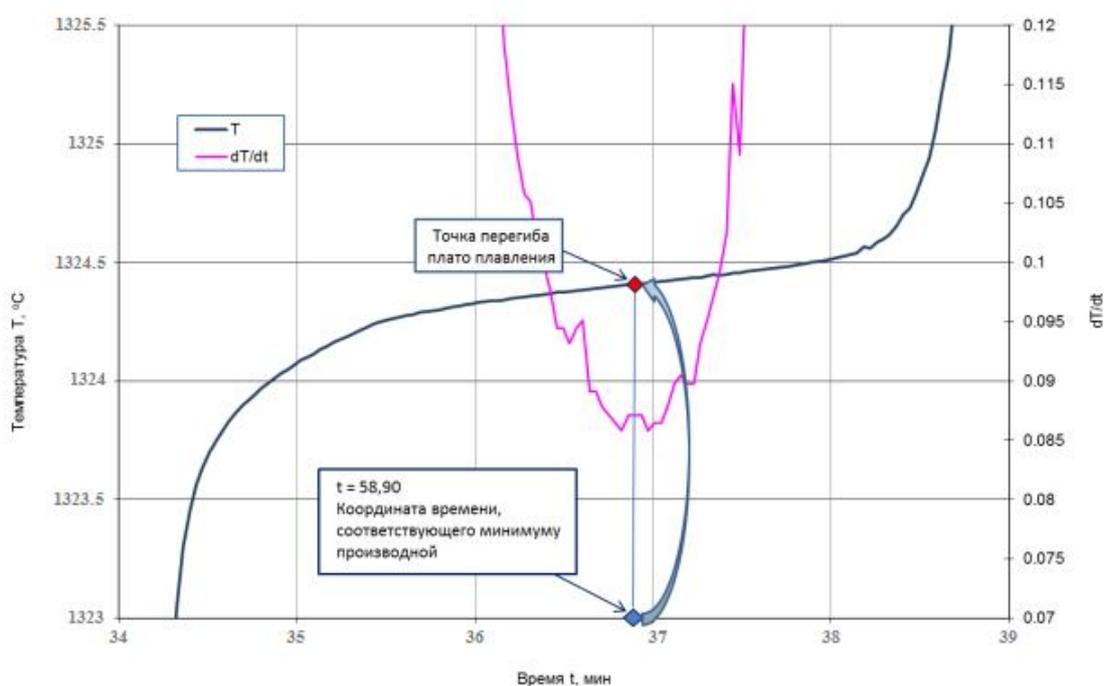


Рисунок 31 – График площадки плавления ВТРТ и кривой производной. Определение POI ВТРТ

В дальнейшем проводится расчет среднеарифметического значения температуры плавления, по формуле (5)

$$\bar{T} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n T_i, \quad (5)$$

где T_i – значение температуры плавления i -го цикла фазовых переходов;

n – общее количество циклов.

Воспроизводимость температуры плавления оценивается как СКО (σ)

ее значений (6)

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (T_i - \bar{T})^2}, \quad (6)$$

Температура затвердевания ВТРТ в виду недостаточной воспроизводимости, не является основной характеристикой температуры ВТРТ эвтектики. Однако, «качество» площадки, ее уровень позволяет косвенно характеризовать ампулу ВТРТ в части чистоты примененных материалов, неравномерности температурного поля используемого излучателя при ее реализации.

Температуру затвердевания для ампул с эвтектикой принято оценивать как максимальной значение на кривой затвердевания (рисунок 32). Обычно указанное значение определяют на оси температур посредством построения касательной к кривой затвердевания.

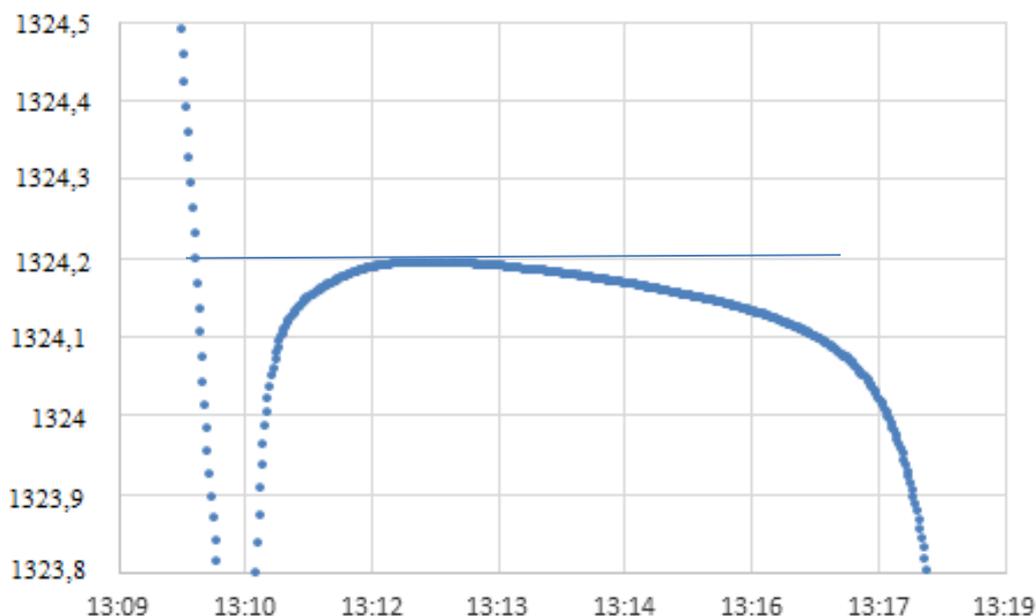


Рисунок 32 - График площадки затвердевания ВТРТ и касательной к кривой

Для реперной точки серебра (меди), в отличие от ВТРТ на основе эвтектических сплавов, основные характеристики определяются на плато затвердевания. Для каждой зарегистрированной площадки затвердевания проводят усреднение и учет влияния темнового сигнала.

Температура реперной точки серебра (меди), определяется как среднее значение температуры на 1/3 участка кривой затвердевания, после выхода из переохлаждения.

Проведены исследования заполненных ампул ВТРТ на основе эвтектических сплавов (Co-C, Pt-C и Re-C), а также ампулы реперной точки на основе высокочистого металла - меди. Исследования включали в себя не только определение температуры фазового перехода, но и определение их воспроизводимости, долговременной стабильности. Кроме того, проведены исследования реализации ВТРТ в высокотемпературных излучателях различной конструкции.

В связи с тем, что выполнения работ по исследованию ВТРТ эвтектических сплавов начались с создания и исследования ВТРТ эвтектики платина-углерод, вначале приведем результаты исследований метрологических характеристик указанной эвтектики.

История создания указанной ампулы, кратко приведена в главе 3.1.1 и более подробно [2]. После операции по перемещению слитка в новую ампулу, изначально площадки фазового перехода эвтектического сплава фактически отсутствовали. При этом, наблюдалась реализация фазового перехода платины (1768 °С). Однако, в ходе многократных попыток реализации ВТРТ - площадки плавления/затвердевания эвтектического сплава платина-углерод восстановились на прежнем уровне. Характерный вид регистрируемых площадок плавления/затвердевания представлен на рисунке 33.

Как и ранее, исследования проводились на аппаратуре высокотемпературной части государственного первичного эталона единицы температуры.

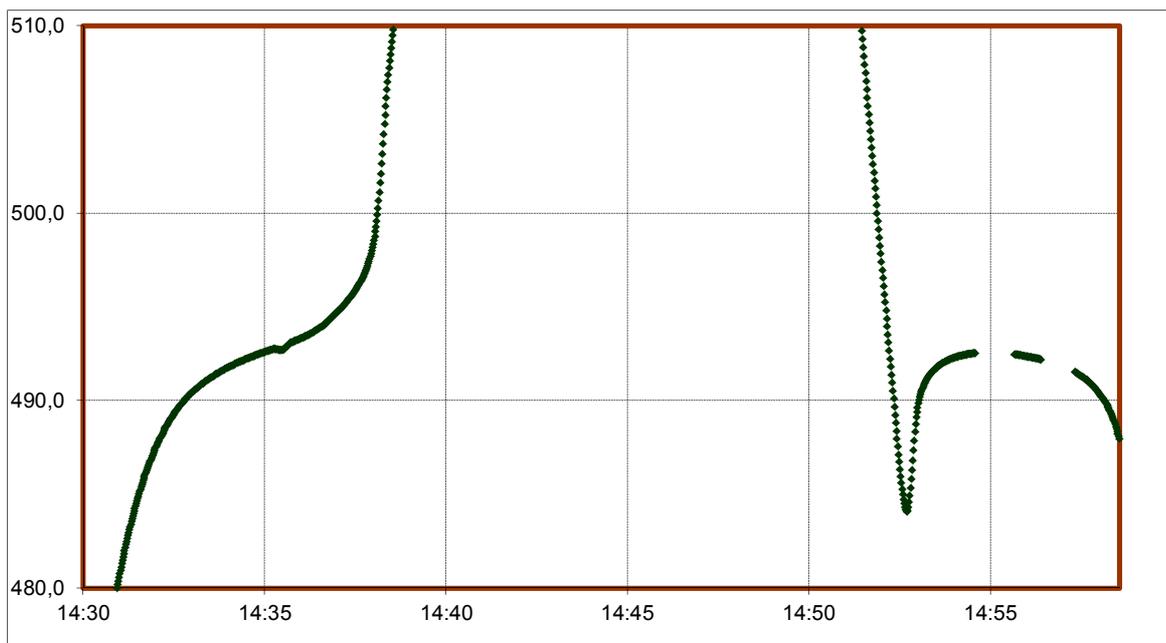


Рисунок 33 - Характерный вид площадок плавления и затвердевания
эвтектики на основе платина-углерод

Ампула ВТРТ Pt-C была помещена в держатель высокотемпературного излучателя НТВВ 3500 УУ. После проведения необходимых подготовительных процедур, разогрева до стартовой температуры в соответствии с руководством по эксплуатации НТВВ 3500 УУ проводились измерения.

Измерения ВТРТ Pt-C проводились с применением компаратора спектральных яркостей методом условной термометрии.

Методика реализации реперной точки Pt-C, была подобна описанной ранее, при этом значения задаваемых уровней переходов для реализации площадки плавления составляли порядка (35 - 40) °С.

При проведении исследований проведена регистрация ряда циклов плавления/затвердевания исследуемой эвтектики (рисунок 34).

На рисунке 34, кроме самих площадок плавления и затвердевания, графика первой производной для определения POI, присутствует кривая второй производной, которая позволяет оценить начало и конец соответствующей площадки.

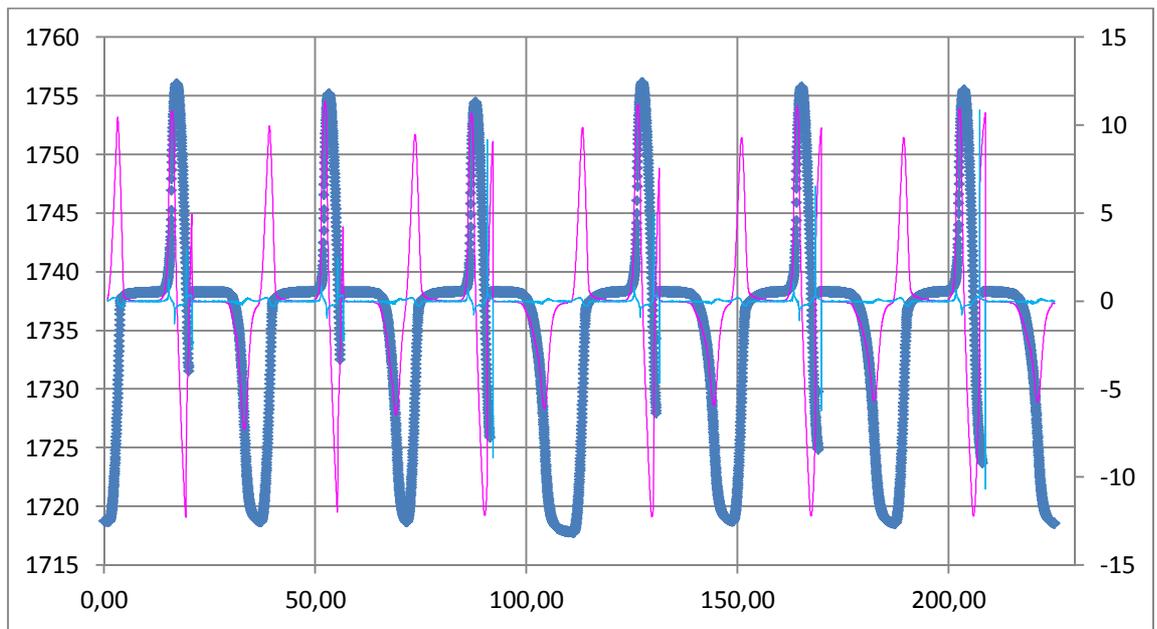


Рисунок 34 - График циклов фазовых переходов ВТРТ Pt-C.

На рисунках 35 - 40 приведены площадки плавления, зарегистрированные в рамках измеренных циклов.

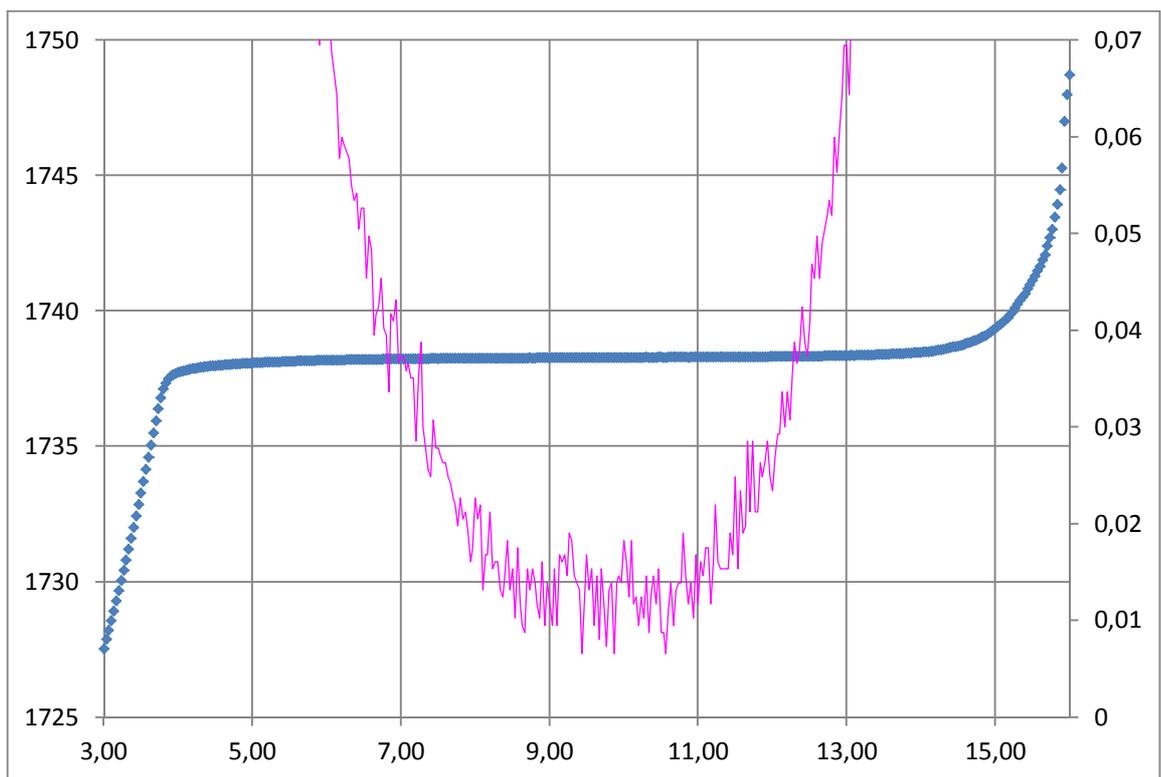


Рисунок 35 - График первой площадки плавления ВТРТ Pt-C.

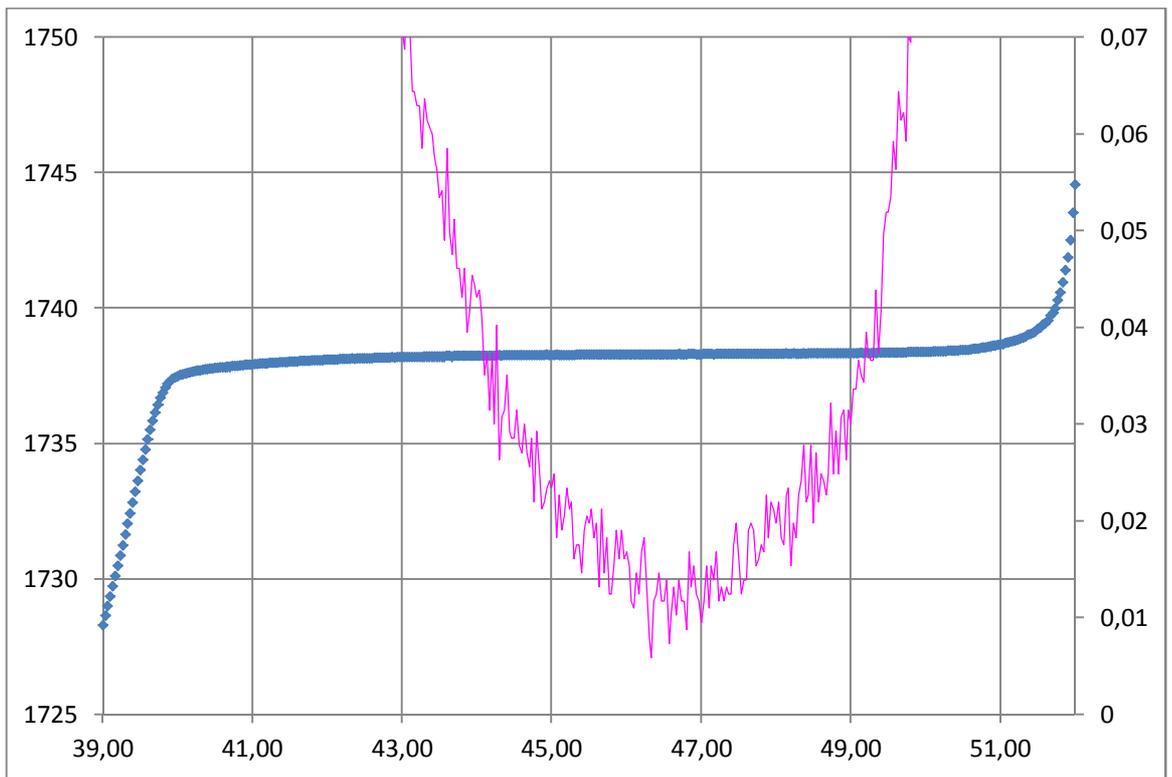


Рисунок 36 - График второй площадки плавления ВТРТ Pt-C.

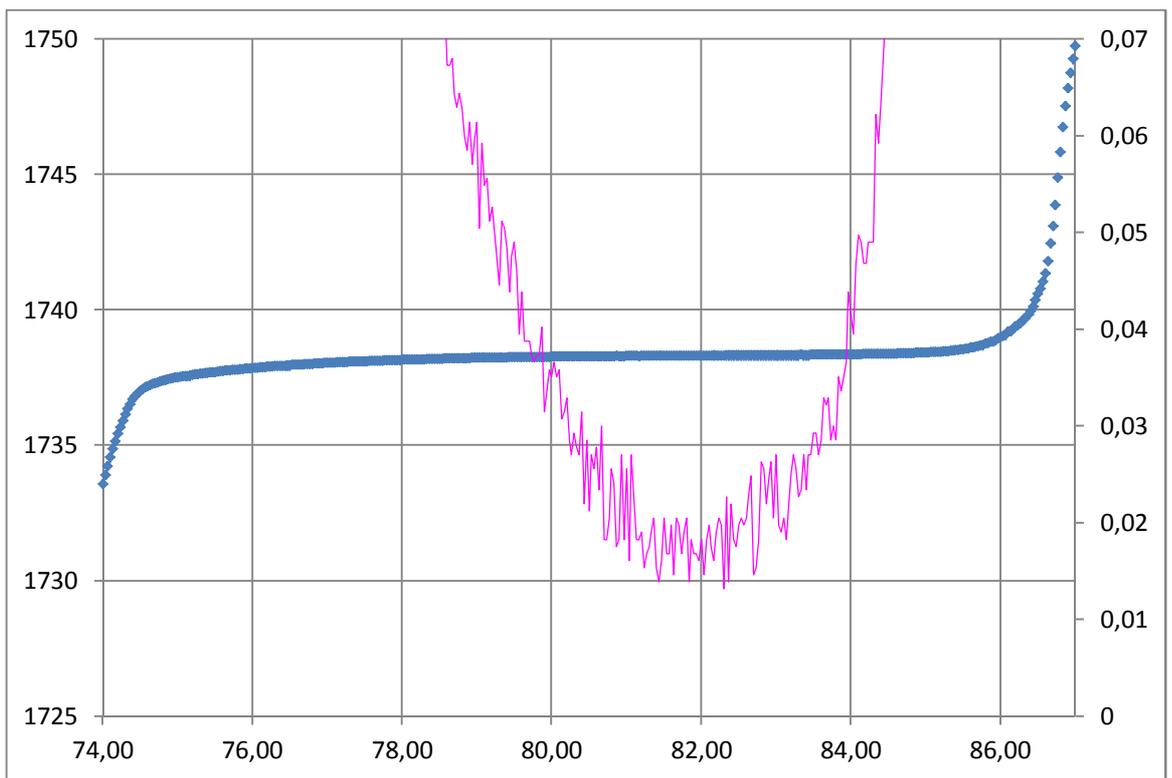


Рисунок 37 - График третьей площадки плавления ВТРТ Pt-C.

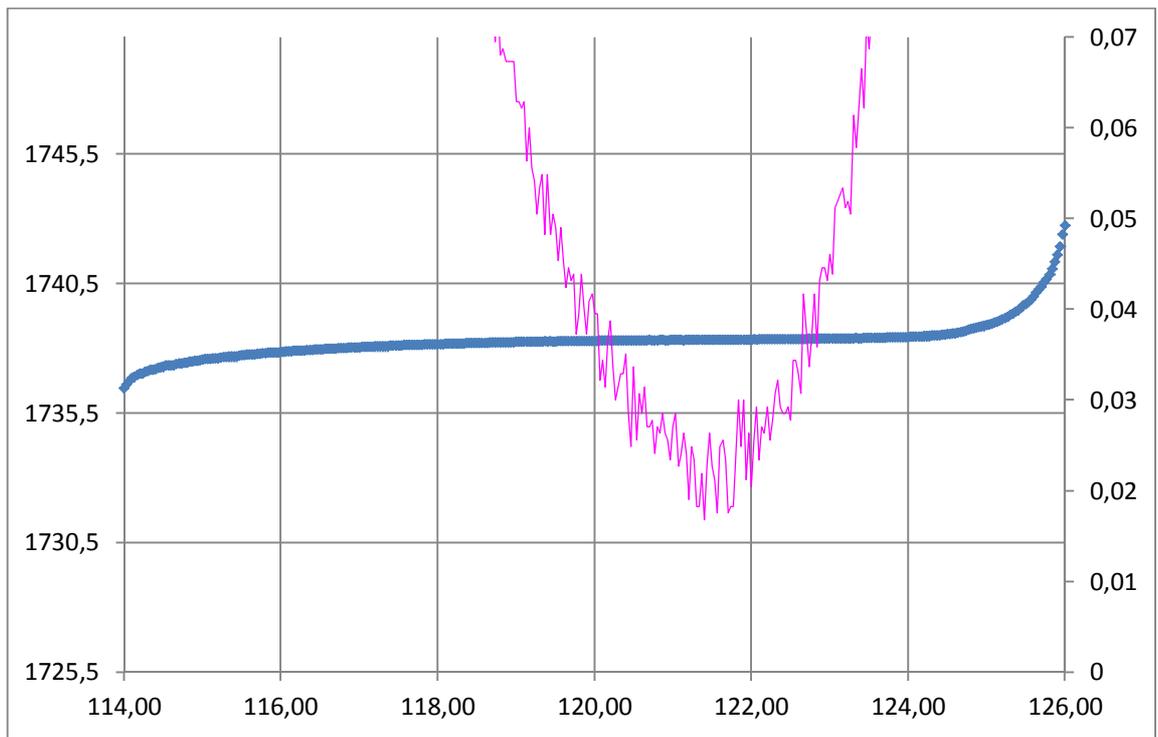


Рисунок 38 - График четвертой площадки плавления ВТРТ Pt-C.

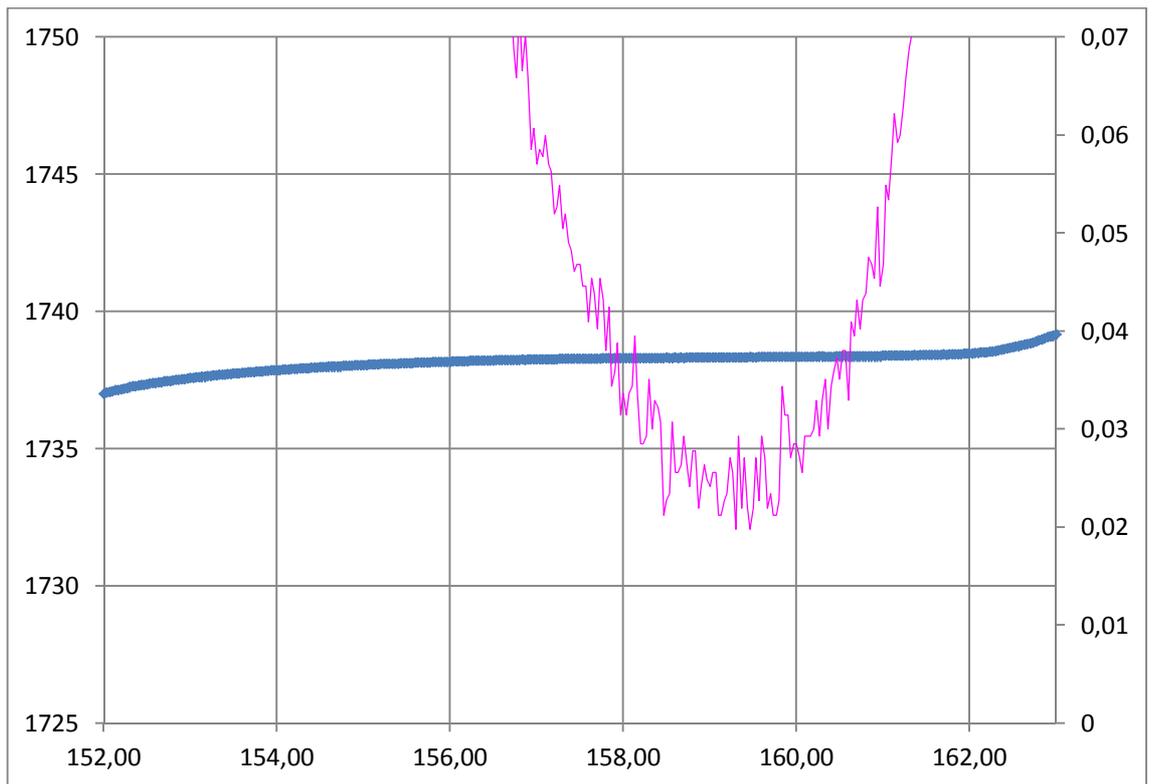


Рисунок 39 - График пятой площадки плавления ВТРТ Pt-C.

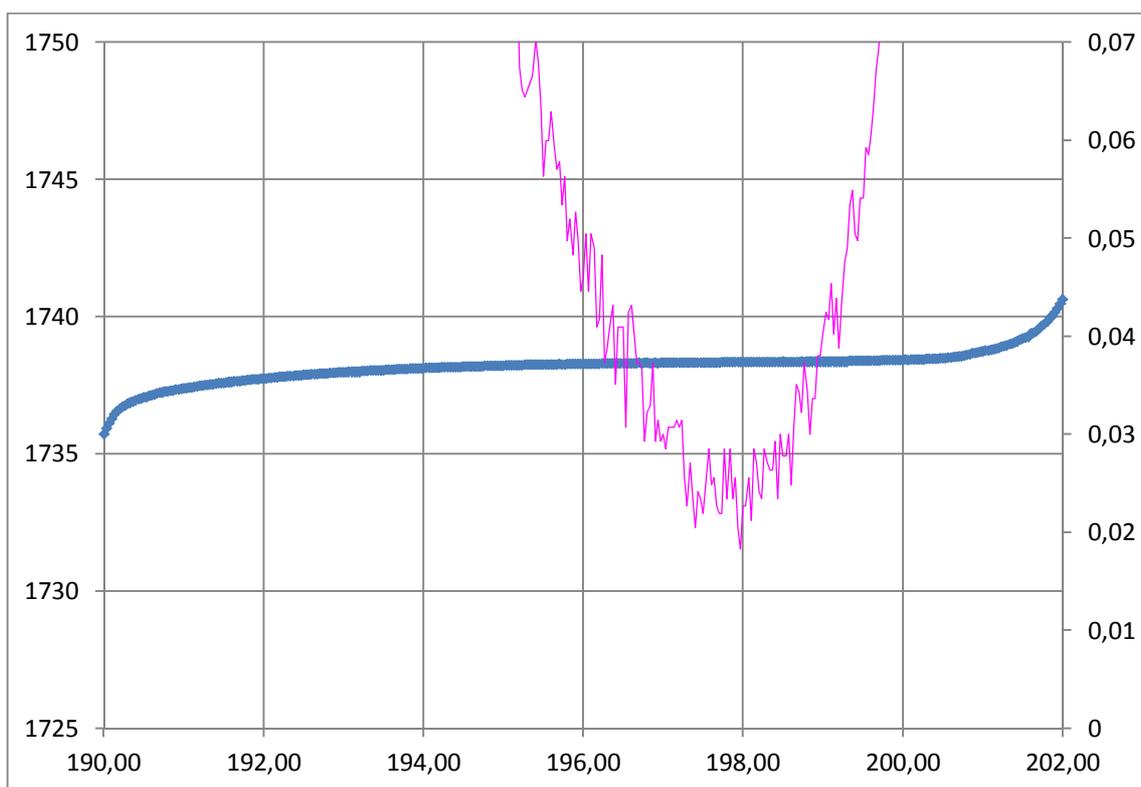


Рисунок 40 - График шестой площадки плавления ВТРТ Pt-C.

В ходе приведенного исследования получены следующие результаты (таблица 11).

Таблица 11 - Температура плавления ВТРТ Pt-C

| Номер площадки плавления | Значение температуры плавления, °С |
|--------------------------|------------------------------------|
| 1 | 1738,25 |
| 2 | 1738,33 |
| 3 | 1738,37 |
| 4 | 1738,26 |
| 5 | 1738,39 |
| 6 | 1738,29 |
| Среднее значение | 1738,32 |
| СКО | 0,022 |

Длительность площадок составила порядка 11 - 12 минут, наклон площадок плавления не превосходил 0,3 °С.

Полученное значение температуры плавления лежит в пределах неопределенности в соответствии с [39].

Для исследования воспроизводимости температуры плавления ВТРТ Со-С в течение одного дня было выполнено 5 циклов плавления/затвердевания ячейки ВТРТ Со-С. График выходного сигнала

приемника компаратора спектральных яркостей от времени, демонстрирующий реализацию циклов фазовых переходов ячейки, приведен на рисунке 41 (первый два цикла измерений на рисунке не приведены).

В соответствии с калибровочной характеристикой соотношения выходного сигнала и температуры, на рисунке 41 показан один из зарегистрированных циклов данной ячейки.

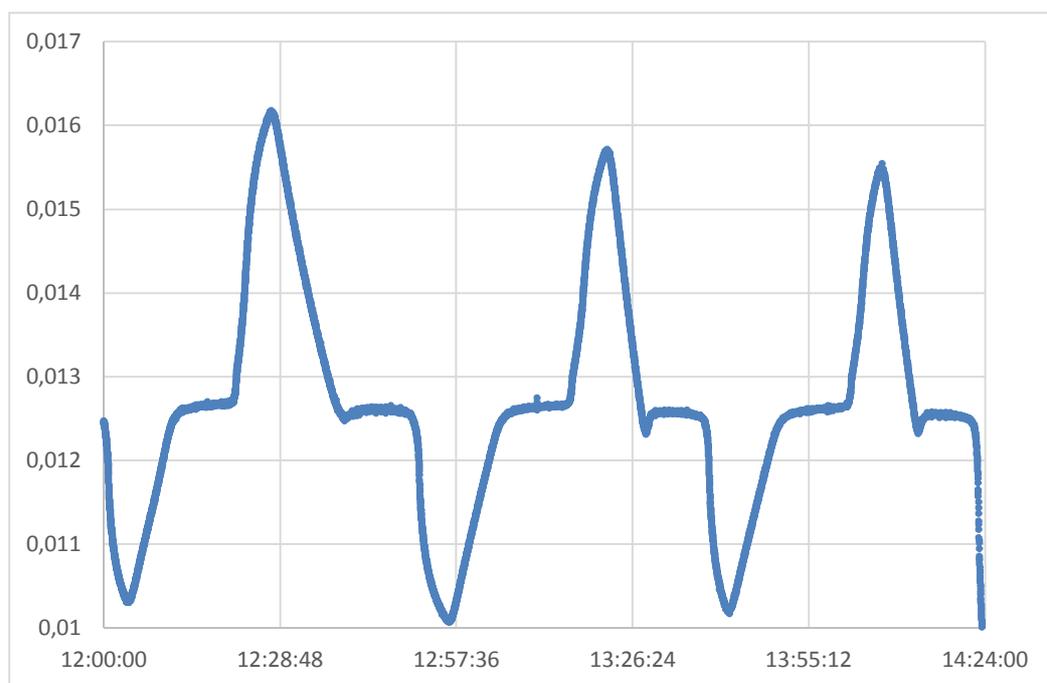


Рисунок 41 - График циклов фазовых переходов ВТРТ Со-С

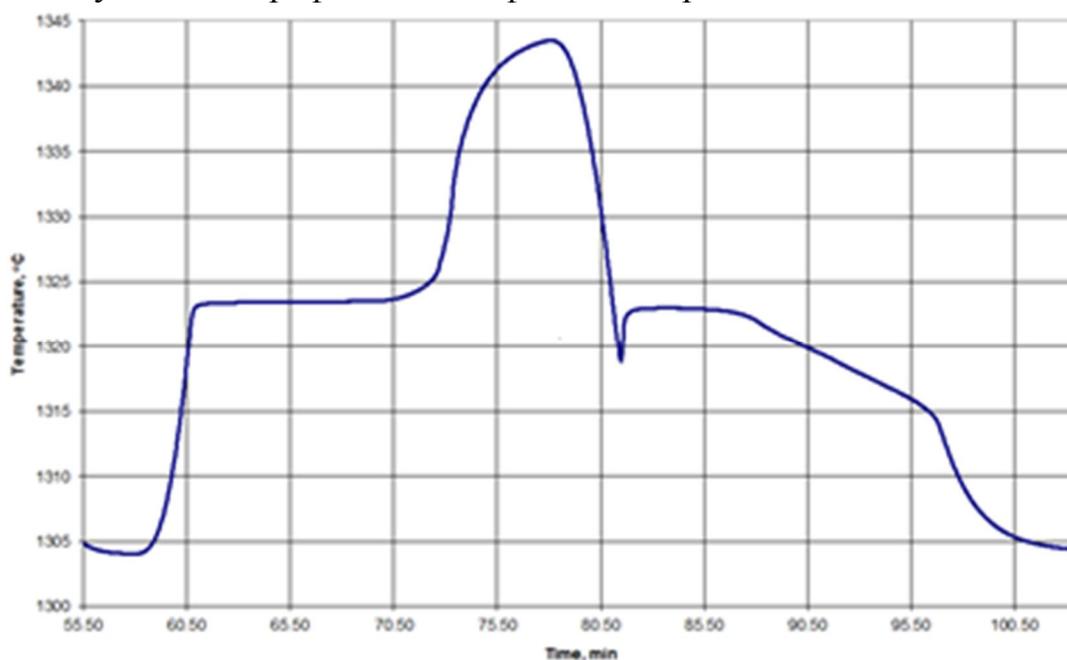


Рисунок 42 - График площадок плавления/затвердевания ВТРТ Со-С

На рисунке 43 приведена характерная площадка плавления исследуемой ампулы ВТРТ Со-С.

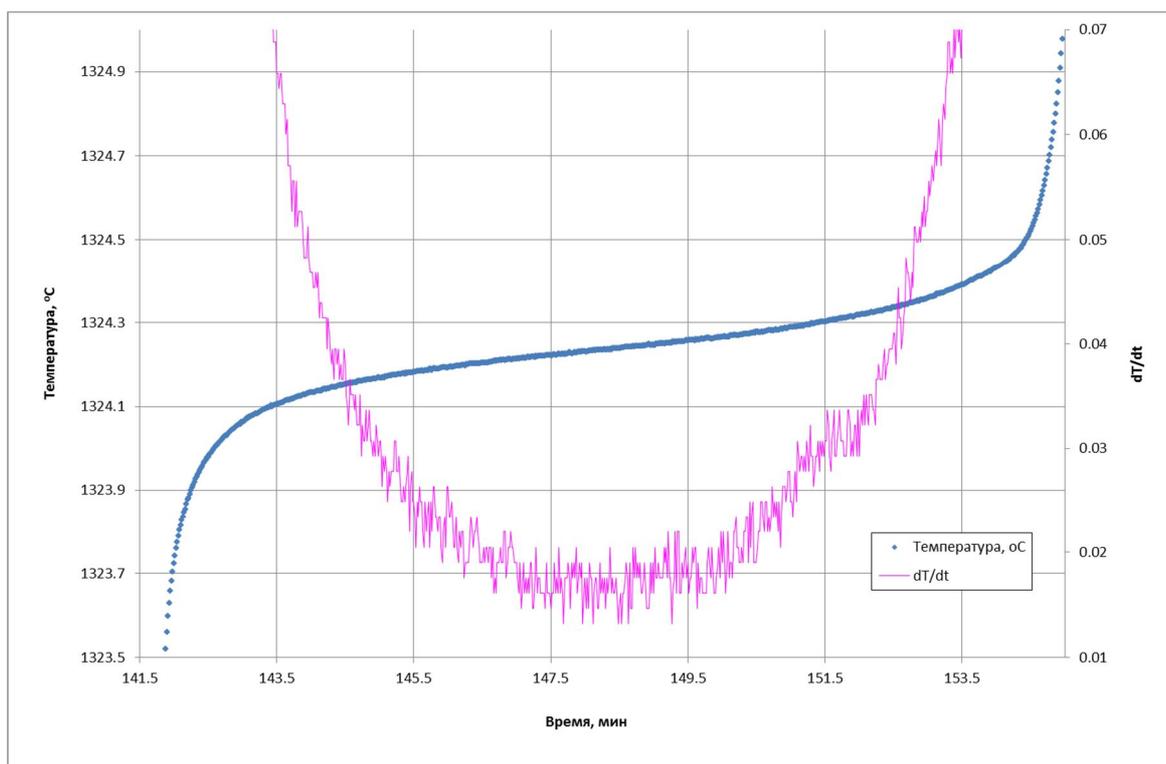


Рисунок 43 - Плато плавления исследуемой ампулы ВТРТ Со-С

Данные значений температуры плавления, их среднее значение и СКО приведены в таблице 12.

Таблица 12 – Результаты измерений температуры плавления ВТРТ Со-С

| Номер площадки плавления | Значение температуры плавления, °С |
|--------------------------|------------------------------------|
| 1 | 1324,20 |
| 2 | 1324,27 |
| 3 | 1324,23 |
| 4 | 1324,25 |
| 5 | 1324,18 |
| Среднее значение | 1324,23 |
| СКО | 0,011 |

Кроме того, было проведено сравнительные исследования ампулы Со-С при реализации фазового перехода плавления в излучателях – АЧТ 30/900/2500 и НТВВ 3500 УУ.

Исследования проводились следующим образом. Приготовленная ампула помещалась в держатель, проводилась сборка, юстировка и запуск излучателя, выход на режим с последующей реализацией фазового перехода, т.е. регистрации площадки плавления/затвердевания.

С учетом установленных параметров регулирования излучателя, были получены результаты, характерные кривые которых приведены на рисунке 44.

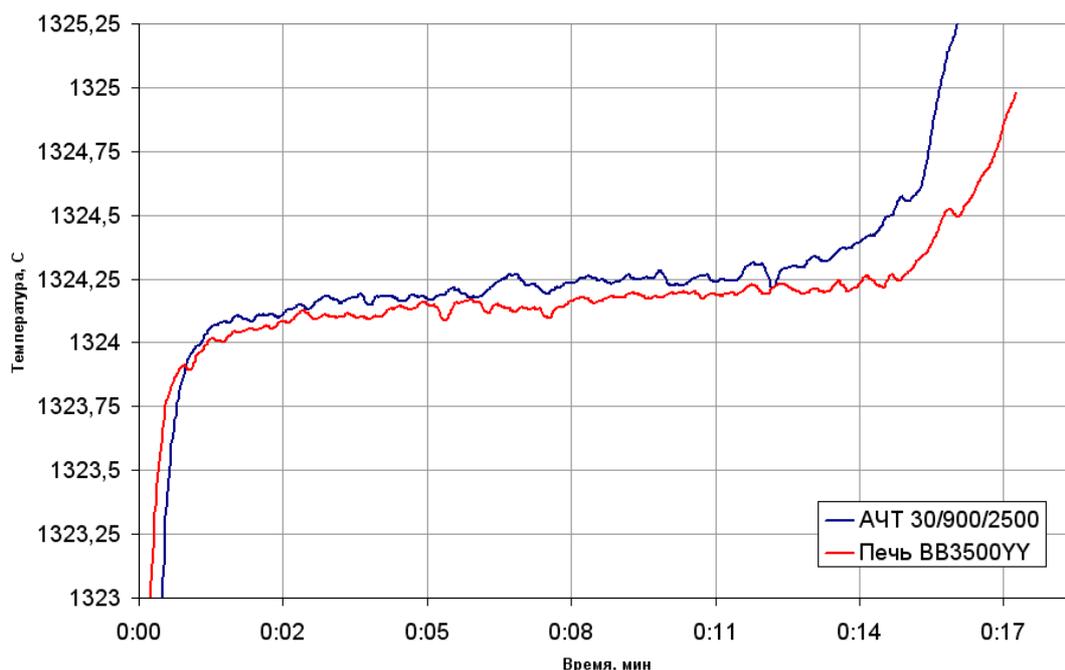


Рисунок 44 - Сравнительные исследования ячейки Co-C при реализации фазового перехода плавления в излучателях.

На рисунке представлено сравнение площадок плавления, полученных на одной и той же ампуле в разных печах. Анализ полученных результатов показал, что для реализации реперной точки Co-C подходят оба излучателя, приведенных в разделе 2.1 настоящей пояснительной записки, существенного улучшения по продолжительности или наклону площадки фазового перехода при использовании одной либо другой отмечено не было. Несущественная разница абсолютного значения температуры обуславливается эффектом влияния размера источника.

Исследование ВТРТ на основе эвтектического сплава Re-C проводилось на аппаратуре ГПЭ единицы температуры.

Методика исследований и анализ результатов измерений высокотемпературной точки на основе эвтектики Re-C соответствует описанной выше методике исследований ВТРТ.

Заполненная ампула ВТРТ размещалась в держателе излучателя НТВВ 3500 УУ. В соответствии методикой исследований ВТРТ для проведения оценки воспроизводимости температуры плавления ВТРТ Re-C в

течение одного дня было выполнено семи циклов плавления/затвердевания ячейки ВТРТ Re-C. График температурно-временной зависимости, демонстрирующий реализацию циклов фазовых переходов ячейки, приведен на рисунке 45.

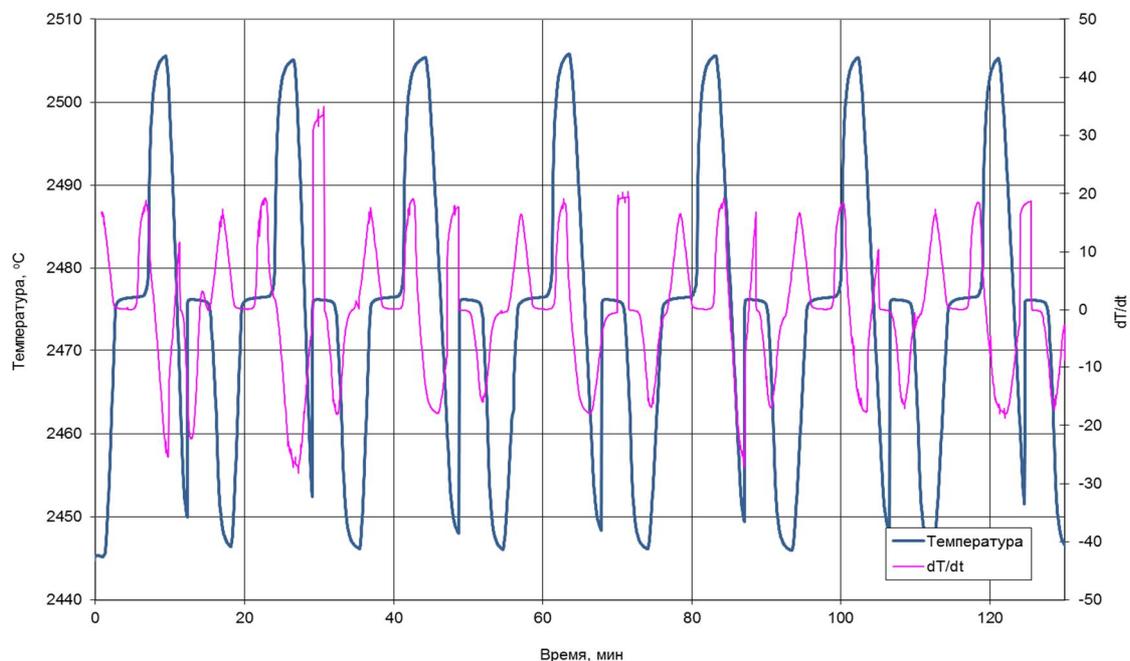


Рисунок 45 - Температурно-временная зависимость, демонстрирующая реализацию циклов фазовых переходов ВТРТ Re-C

На рисунке 46 показано характерное плато плавления/затвердевание данной ячейки.

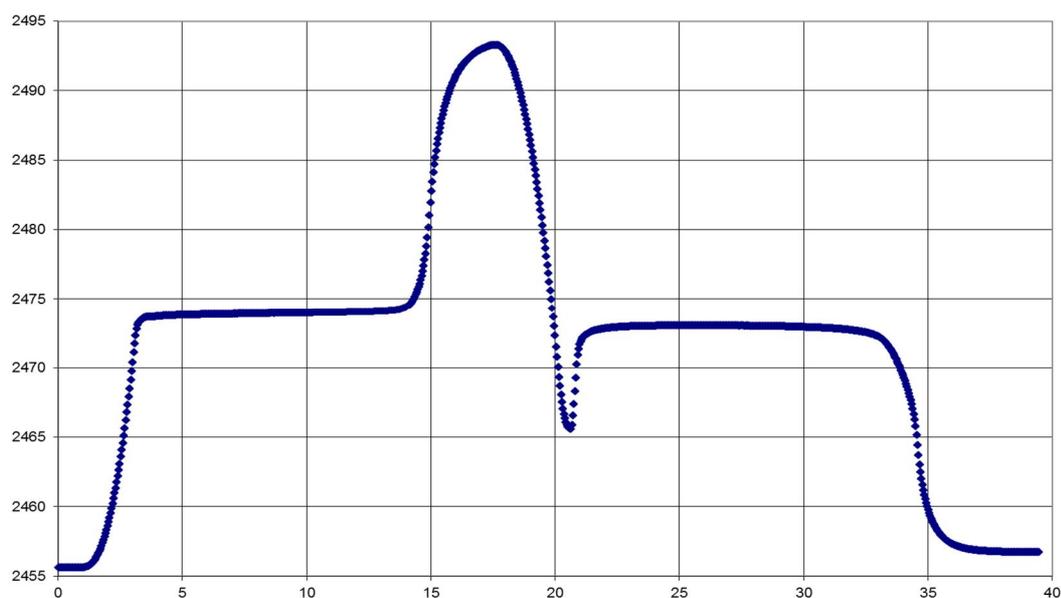


Рисунок 46 - Характерные кривые плавления/затвердевания ампулы Re-C

На рисунке 47 приведена температурная зависимость зарегистрированной площадки плавления и ее первая производная.

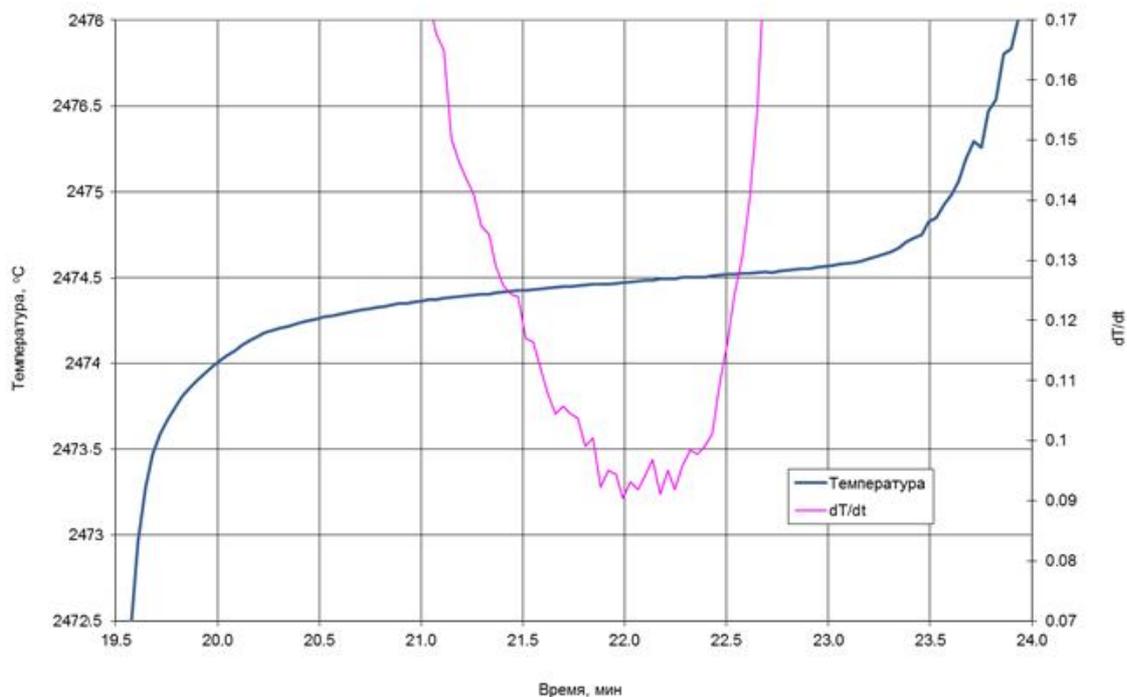


Рисунок 47 - Характерное плато плавления ячейки ВТРТ Re-C

В таблице 13 приведены результаты исследований ВТРТ Re-C.

Таблица 13 – Результаты исследований ВТРТ Re-C

| Номер площадки плавления | Значение температуры плавления, °C |
|--------------------------|------------------------------------|
| 1 | 2474,43 |
| 2 | 2474,51 |
| 3 | 2474,62 |
| 4 | 2474,46 |
| 5 | 2474,61 |
| 6 | 2474,37 |
| 7 | 2474,66 |
| Среднее значение | 2474,52 |
| СКО | 0,041 |

Аналогично проведенным исследованиям ВТРТ Co-C, проведены сравнительные измерения ампулы ВТРТ Re-C в двух излучателях (рисунок 48).

Как видно на представленном рисунке 48, реализация фазового перехода эвтектического сплава Re-C в излучателе НТВВ 3500 УУ существенно более удобна при практической деятельности. Неравномерность, наклон площадки существенно ниже, чем в простом

графитовом излучателе, также следует отметить большую длительность площадки. Однако, как показали результаты исследований, реализацию фазового перехода эвтектики Re-C возможно проводить в обоих излучателях.

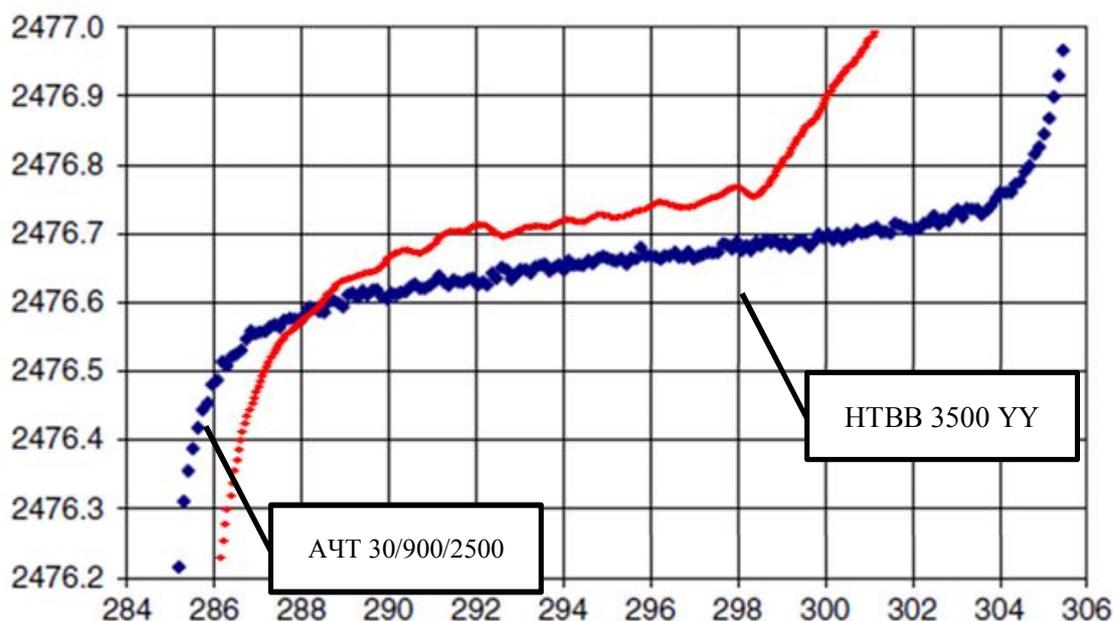


Рисунок 48 - Сравнительные исследования ВТВТ Re-C при реализации фазового перехода плавления в излучателях

Фактическая методика реализации реперной точки меди в излучателе из состава ГПЭ аналогична методике реализации ВТРТ на основе эвтектических сплавов. Регистрация площадок плавления/затвердевания также осуществляется с применением компаратора спектральных яркостей. Оценка результатов измерений, включая определение температуры затвердевания реперной точки меди, приведено в начале настоящего подраздела.

В рамках исследований реперной точки меди зарегистрировано несколько циклов плавления/затвердевания, подобных приведенных на рисунке 49.

На рисунке 49, где приведена площадка затвердевания - потери в сигнале, обуславливались контролем и проверкой юстировки оптической системы компаратора спектральных яркостей.

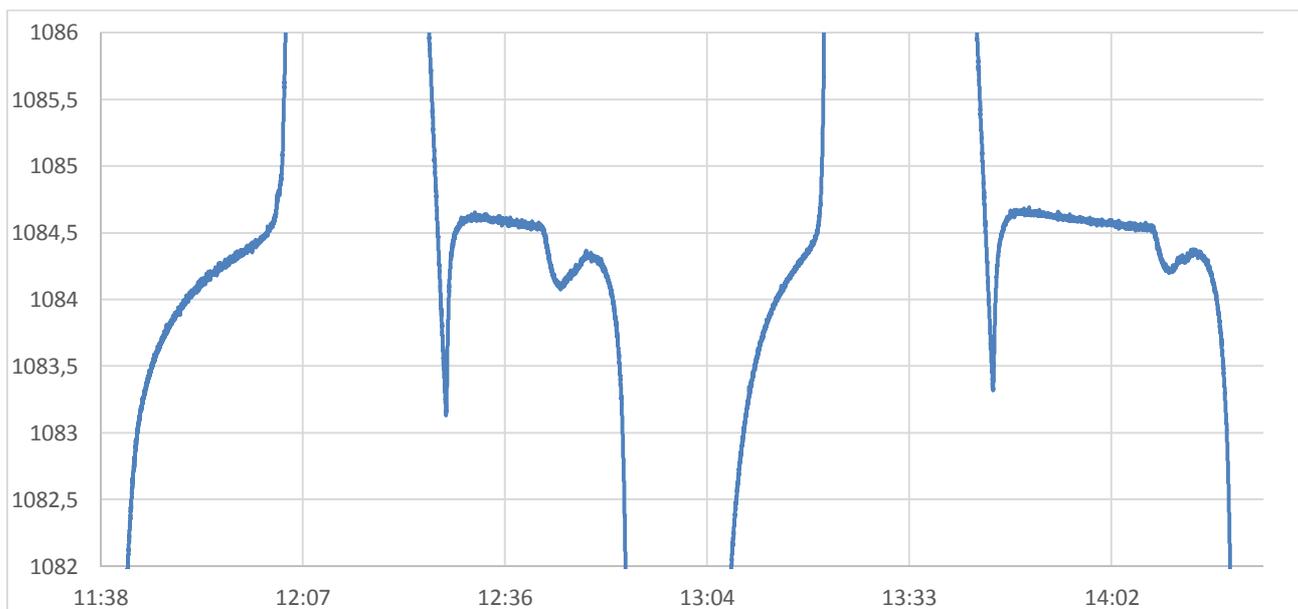


Рисунок 49 – Фазовые переходы реперной точки меди

Проведённый анализ результатов показал, что значение температуры, определенное среднее значение температуры на первой трети площадки затвердевания реперной точки меди, соответствует 1084,62 °С, СКО - 0,014 °С.

Кроме того, на ГПЭ 34-2020 проведены исследования реперной точки серебра. На рисунке 50 приведен пример зарегистрированного фазового перехода.



Рисунок 50 - Фазовый переход реперной точки серебра

Проведённый анализ результатов показал, что значение температуры, определенное среднее значение температуры на первой трети площадки затвердевания реперной точки серебра, соответствует 961,74 °С, СКО - 0,012 °С.

3.3 Анализ бюджета погрешности ВТРТ

В соответствии с приведенной в разделе 3.2 методикой реализации фазовых переходов ВТРТ и согласно п. 3.5.1 документа «Правила содержания и применения государственного первичного эталона единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °С ГЭТ 34-2020. Часть 2. Комплекс аппаратуры для воспроизведения и передачи единицы температуры в диапазоне от 961,78 до 3200 °С», проведены исследования реперных точек серебра, меди, эвтектик Co-C, Pt-C и Re-C.

Расчет суммарного СКО результатов сличения с ГПЭ 34-2020 проводился в соответствии с (7)

$$S_{\Sigma} = \sqrt{S_{\epsilon}^2 + S_{\theta}^2}, \quad (7)$$

где S_{ϵ} - случайная составляющая погрешности воспроизведения температуры ВТРТ;

S_{θ} - неисключённая составляющая погрешности.

Случайная составляющая погрешности воспроизведения температуры ВТРТ определялась по формуле (8)

$$S_{\epsilon} = \sqrt{\sum_{i=1}^n \frac{(T_i - \bar{T})^2}{n(n-1)}}, \quad (8)$$

T_i - значение воспроизводимой температуры, полученное для реализации фазового перехода ВТРТ металлов и эвтектик в течении одного цикла измерений.

\bar{T} - среднее значение воспроизводимой температуры, полученное для реализации фазового перехода ВТРТ металлов и эвтектик в течении одного цикла измерений

$$S_{\theta} = \sqrt{\frac{1}{3} \sum_{i=1}^n \theta_i^2}, \quad (9)$$

При расчете НСП воспроизведения температуры учитываются следующие составляющие (таблица 14):

Таблица 14 – Составляющие НСП

| Обозначение | Источник погрешности |
|-------------|---|
| θ_1 | Погрешность воспроизведения единицы температуры ГПЭ |
| θ_2 | Сток температуры полости излучателя реперной точки |
| θ_3 | Погрешность, обусловленная уровнем нахождения площадки фазового перехода |
| θ_4 | Показатель преломления воздуха |
| θ_5 | Погрешность, обусловленная влиянием примесей |
| θ_6 | Погрешность, обусловленная несовершенством применяемого метода |
| θ_7 | Погрешность, обусловленная неточностью определения излучательной способности излучателя реперной точки. |

В свою очередь погрешность исходного эталона θ_1 , включает в себя следующие основные составляющие:

- нелинейность показаний компаратора спектральных яркостей;
- измерение фототока компаратора спектральных яркостей;
- измерение темнового тока компаратора спектральных яркостей;
- сток температуры полости черного тела;
- ЭРИ и рассеянный свет;
- внеполосовое пропускание компаратора спектральных яркостей;
- чувствительность эталонного детектора излучения;
- идентификация площадки эталонной ВТРТ;
- интерполяция и экстраполяция;
- дрейф, нестабильность компаратора спектральных яркостей;
- показатель преломления воздуха;
- длина волны компаратора спектральных яркостей;
- полоса спектра пропускания компаратора спектральных яркостей.

Составляющие погрешности были исследованы в рамках совершенствования ГПЭ, значение НСП ГПЭ приведены в паспорте эталона.

Наибольший вклад в погрешность, обусловленную стоком температуры полости излучателя реперной точки θ_2 , вносит неопределенность значения теплопроводности графита и, частично,

неопределенность толщины дна полости. Проведенные исследования Х. МакЭвоя, Г. Мачина [68] показали, что в случае отсутствия необходимости в знании точного значения теплопроводности графита, которое лучше всего измерить его непосредственно вдоль интересующего направления, чтобы предотвратить ошибки из-за анизотропии при требуемой температуре, возможно, принять оценочное значения из литературных данных или из спецификаций производителя графита. При этом показано, что значения теплопроводности также могут быть экстраполированы на различные температуры с использованием типичной зависимости теплопроводности/температуры. Оценку величины стока температуры полости излучателя реперной точки $\Delta_{\text{сток}}$, можно сделать по формуле [69]

$$\Delta_{\text{сток}} = \varepsilon_{\text{tot}} \cdot \sigma T^4 \cdot (d/\lambda_b) \cdot (r/L)^2, \quad (10)$$

где: ε_{tot} - полная эффективная излучательная способность графита;

d - толщина графитового дна;

σ - константа Стефана-Больцмана;

T - температура;

λ_b - теплопроводность графита;

r - радиус выходного отверстия полости;

L - глубина полости.

Составляющая НСП θ_2 , обусловленная стоком температуры полости излучателя реперной точки не превосходит, как правило, сотых долей градусов при температуре порядка 2500 °С.

Значение составляющей погрешности, обусловленной уровнем нахождения площадки фазового перехода θ_3 определено в соответствии по (11) [69,70].

$$\theta_3 = \frac{|\overline{T_{nl}} - (T_{nl})_{\text{max}}|}{3}, \quad (11)$$

где $\overline{T_{nl}}$ - среднее значение температуры участке площадки от 25 % до 75 % её длительности;

$(T_{nl})_{\max}$ - максимальное значение температуры на участке площадки.

Составляющая неисключенной погрешности, связанная с изменением показателя преломления воздуха, не значительна, и обычно ей пренебрегают, в виду того, что влияния среды на поток излучения, попадающего в пирометр из-за вариаций показателя преломления от температуры, давления и влажности крайне мало. Границы значений показателя преломления при предельных изменениях всех влияющих факторов можно определить в соответствии с ГОСТ 28869-90 [71].

Погрешность, связанную с показателем преломления воздуха, вычисляют по формуле:

$$\theta_4 = T(n_{\epsilon}) - T(n_{\epsilon} - \Delta n_{\epsilon}), \quad (12)$$

где $T(n_{\epsilon})$ - температура, определённая в соответствии с законом Планка для значения показателя преломления воздуха, определенного для измеренной температуры и давления окружающего воздуха;

$T(n_{\epsilon} - \Delta n_{\epsilon})$ - температура, определённая в соответствии с законом Планка для значения показателя преломления воздуха, уменьшенного на значение соответствующее максимальной ошибке, вызванной неопределенностью измерений температуры и давления окружающего воздуха.

Погрешность, обусловленная влиянием примесей θ_5 , по имеющимся данным ранее проведенных исследований, приведенных в [69] при использовании материалов, чистота которых составляет 99,9999 % (6 N), фактически зависит от природы и распределения примесей внутри образца и не превосходит значения 0,001 °С.

Погрешность, обусловленная несовершенством применяемого метода (θ_6) определена в соответствии с требованиями государственной поверочной схемы.

Составляющая НСП, обусловленная неточностью определения излучательной способности излучателя реперной точки θ_7 , является много компонентной и включает в себя следующие основные составляющие [72-78]:

- неточное знание излучательной способности графита;

- несовершенство вершины конического дна;
- некорректные данные о значении угла конуса дна.
- неравномерность температуры полости;
- ошибка в данных о значении глубины полости;
- не знание диффузности стенок [72-78];

Как видно часть указанных составляющих обусловлены несовершенством конструкции, часть обусловлена свойствами материала ампулы ВТРТ, часть – примененному излучателю для задания необходимого температурного режима.

Определение значений компонентов и самой погрешности, обусловленной неточностью определения излучательной способности излучателя реперной точки, выполнено в рамках выполнения работ по совершенствованию ГПЭ. Ввиду того, что применяются аналогичные по конструкции ампулы и излучатели для задания теплового режима, что и в ГПЭ, значение составляющей НСП используемое в расчетах далее взято из результатов этих работ.

Результаты экспериментальных исследований и последующей обработки результатов для каждой ВТРТ приведены далее:

1) ВТРТ серебра

Таблица 15 – Результаты измерений ВТРТ серебра

| № цикла измерений | Измеренное значение, °С |
|----------------------|-------------------------|
| 1 | 961,82 |
| 2 | 961,82 |
| 3 | 961,84 |
| 4 | 961,81 |
| 5 | 961,80 |
| Среднее значение, °С | 961,82 |

$$S_g = 0,01 \text{ °С}$$

Составляющие НСП приведены в таблице 16.

Таблица 16 - Значение составляющих НСП ВТРТ серебра

| Обозначение | Значение НСП, °С |
|-------------|------------------|
| 1 | 2 |
| θ_1 | 0,12 |
| θ_2 | 0,01 |

Продолжение таблицы 16

| 1 | 2 |
|------------|-------|
| θ_3 | 0,006 |
| θ_4 | 0,001 |
| θ_5 | 0,001 |
| θ_6 | 0,050 |
| θ_7 | 0,015 |

$S_\theta = 0,09$ °С.

Суммарное СКО результатов сличения с ГПЭ 34-2020, $S_\Sigma = 0,09$ °С.

2) ВТРТ меди

Таблица 17 – Результаты измерений ВТРТ меди

| № цикла измерений | Измеренное значение, °С |
|----------------------|-------------------------|
| 1 | 1084,64 |
| 2 | 1084,53 |
| 3 | 1084,59 |
| 4 | 1084,58 |
| 5 | 1084,64 |
| Среднее значение, °С | 1084,60 |

$S_\theta = 0,018$ °С

Составляющие НСП приведены в таблице 18.

Таблица 18 - Значение составляющих НСП ВТРТ меди

| Обозначение | Значение НСП, °С |
|-------------|------------------|
| θ_1 | 0,210 |
| θ_2 | 0,012 |
| θ_3 | 0,006 |
| θ_4 | 0,001 |
| θ_5 | 0,001 |
| θ_6 | 0,060 |
| θ_7 | 0,017 |

$S_\theta = 0,13$ °С.

Суммарное СКО результатов сличения с ГПЭ 34-2020, $S_\Sigma = 0,13$ °С.

2) ВТРТ эвтектики Со-С

Таблица 19 – Результаты измерений ВТРТ эвтектики Со-С

| № цикла измерений | Измеренное значение, °С |
|----------------------|-------------------------|
| 1 | 1324,19 |
| 2 | 1324,22 |
| 3 | 1324,26 |
| 4 | 1324,17 |
| 5 | 1324,20 |
| Среднее значение, °С | 1324,21 |

$S_\theta = 0,014$ °С.

Составляющие НСП приведены в таблице 20.

Таблица 20 - Значение составляющих НСП ВТРТ Со-С

| Обозначение | Значение НСП, °С |
|-------------|------------------|
| θ_1 | 0,33 |
| θ_2 | 0,016 |
| θ_3 | 0,005 |
| θ_4 | 0,002 |
| θ_5 | 0,001 |
| θ_6 | 0,07 |
| θ_7 | 0,04 |

$$S_{\theta} = 0,2 \text{ °С.}$$

Суммарное СКО результатов сличения с ГПЭ 34-2020, $S_{\Sigma} = 0,2 \text{ °С.}$

3) ВТРТ этектики Pt-С

Таблица 21 – Результаты измерений ВТРТ этектики Pt-С

| № цикла измерений | Измеренное значение, °С |
|----------------------|-------------------------|
| 1 | 1738,18 |
| 2 | 1738,23 |
| 3 | 1738,31 |
| 4 | 1738,43 |
| 5 | 1738,23 |
| Среднее значение, °С | 1738,28 |

$$S_{\theta} = 0,04 \text{ °С}$$

Составляющие НСП приведены в таблице 22.

Таблица 22 - Значение составляющих НСП ВТРТ Pt-С

| Обозначение | НСП, °С |
|-------------|---------|
| θ_1 | 0,550 |
| θ_2 | 0,020 |
| θ_3 | 0,013 |
| θ_4 | 0,002 |
| θ_5 | 0,001 |
| θ_6 | 0,100 |
| θ_7 | 0,048 |

$$S_{\theta} = 0,32 \text{ °С.}$$

Суммарное СКО результатов сличения с ГПЭ 34-2020, $S_{\Sigma} = 0,33 \text{ °С.}$

4) ВТРТ этектики Re-С

Таблица 23 – Результаты измерений ВТРТ этектики Re-С

| № цикла измерений | Измеренное значение, °С |
|----------------------|-------------------------|
| 1 | 2474,85 |
| 2 | 2474,38 |
| 3 | 2474,77 |
| 4 | 2474,65 |
| 5 | 2474,35 |
| Среднее значение, °С | 2474,60 |

$$S_{\theta} = 0,09 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

Составляющие НСП приведены в таблице 24.

Таблица 24 - Значение составляющих НСП ВТРТ Re-C

| Обозначение | НСП, $^{\circ}\text{C}$ |
|-------------|-------------------------|
| θ_1 | 0,93 |
| θ_2 | 0,034 |
| θ_3 | 0,026 |
| θ_4 | 0,002 |
| θ_5 | 0,001 |
| θ_6 | 0,15 |
| θ_7 | 0,072 |

$$S_{\theta} = 0,55 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

Суммарное СКО результатов сличения с ГПЭ 34-2020, $S_{\Sigma} = 0,56 \text{ }^{\circ}\text{C}$.

Полученные значения обработки результатов исследований ВТРТ позволяют утверждать, что характеристики ВТРТ удовлетворяют требованиям, предъявляемым к вторичным эталонам единицы температуры в соответствии с ГПС.

3.4 Выводы к главе 3

1. Исследования фазовых переходов эвтектических сплавов и чистых металлов, что применение ВТРТ на их основе обеспечивает передачу единицы температуры, воспроизводимой в соответствии с новым определением методом условной первичной термометрии, и снижает погрешность передачи единицы.

2. Результаты исследований ВТРТ позволяют утверждать, что их метрологические характеристики полностью удовлетворяют требованиям, предъявляемым к вторичным эталонам единицы температуры в соответствии с поверочной схемой.

3. Результаты измерения температуры затвердевания/плавлений ВТРТ находятся в пределах согласованных значений расширенных неопределенностей результатов измерений, выполненных ведущими национальными метрологическими институтами.

4 Исследования интерполяционного прибора

4.1 Исследование стационарного интерполяционного прибора

Анализ требований, предъявляемых к стационарному интерполяционному прибору, показал, что фактически на уровне ГВЭТ, в качестве них выступают КСЯ, ранее входившие в состав ГЭТ единицы температуры в диапазоне выше точки затвердевания серебра.

Ранее исследования КСЯ проводили в рамках создания ГЭТ 32-2007, ПМР, в рамках выполнения НИР, ОКР и других исследовательских работ.

Проведенные исследования подтверждали соответствие заявленных метрологических характеристик КСЯ.

После утверждения в конце 2020 года нового государственного первичного эталона единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °С, исследования комплекса аппаратуры, включающего в себя КСЯ, коллективом ученых не были прекращены.

Исследования характеристик КСЯ проводятся в соответствии с разработанным документом при создании и исследовании ГЭТ 34-2007: «Государственный первичный эталон единицы температуры. Программа и методика исследований. Часть 2. Температура, определяемая по излучению неконтактным методом в диапазоне от 961,78 до 3000 °С».

В результате выполнения исследований подтверждено соответствие характеристик приведенных в таблице 10.

При применении в качестве компаратора, погрешность при передаче единицы определяется его шумами и чувствительностью. Шумы компаратора складываются из шумов приемника, усилителя, АЦП, и других электронных и электроизмерительных систем компаратора.

Шум $\delta_{ш}$ определяется как среднее квадратическое отклонение результата измерений по формуле:

$$\delta_w = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - \bar{t})^2}{n-1}}, \quad (13)$$

где t_i - выходной сигнал компаратора, °С;

\bar{t} - среднее арифметическое значение выходного сигнала, °С;

n - число измерений, не менее 30.

Чувствительность компаратора на заданном стационарном режиме температурном режиме (обычно для определения выбираются нижний и верхний предел температурного диапазона) определяют, посредством регистрации не менее 10 значений выходного сигнала компаратора t_1 и t_2 и расчёта средних арифметических значений \bar{t}_1 и \bar{t}_2 сигналов и (по формуле)

$$R_k = \frac{\bar{t}_1 - \bar{t}_2}{t_{31} - t_{32}}, \quad (14)$$

где t_{31} и t_{32} - значение температуры, соответствующей заданному температурному режиму.

Погрешность передачи единицы температуры $S_{\Sigma 0}$, обеспечиваемую компаратором рассчитывают по (15):

$$S_{\Sigma 0} = \frac{1}{R_k} \delta_w, \quad (15)$$

Результаты определения $S_{\Sigma 0}$ приведены в приложении Д к настоящей квалификационной работе.

По результатам исследований установлено, что погрешность передачи единицы температуры не превосходит значений 0,1 °С до 0,4 °С, что полностью удовлетворяет требованиям ГПС.

4.2 Исследование транспортируемого интерполяционного прибора

Разработанный по техническому заданию ВНИИМ и изготовленный совместно с ООО «Инфратест» интерполяционный прибор - прецизионный пирометр TS-VN01 (рисунок 53), как отмечалось ранее в разделе 2.3, в целом удовлетворял требуемым параметрам.

Выявленные существенные недостатки, в практической деятельности, не позволяют применять его в качестве интерполяционного прибора, а также использовать его в качестве транспортируемого эталона. Также необходимо провести исследования основных влияющих характеристик погрешности измерений.

4.2.1 Исследования алгоритмов обработки выходного сигнала пирометра

Изначально, в разработанном интерполяционном приборе (рисунок 51) отсутствовал заложенный алгоритм, позволяющий однозначно интерпретировать выходной измеренный сигнал к температуре.

Выходной сигнал по интерфейсу стандарта RS232 обрабатывался посредством стандартной программы HyperTerminal операционной системы не выше Windows 95/NT/98/2000/Me/XP [63].

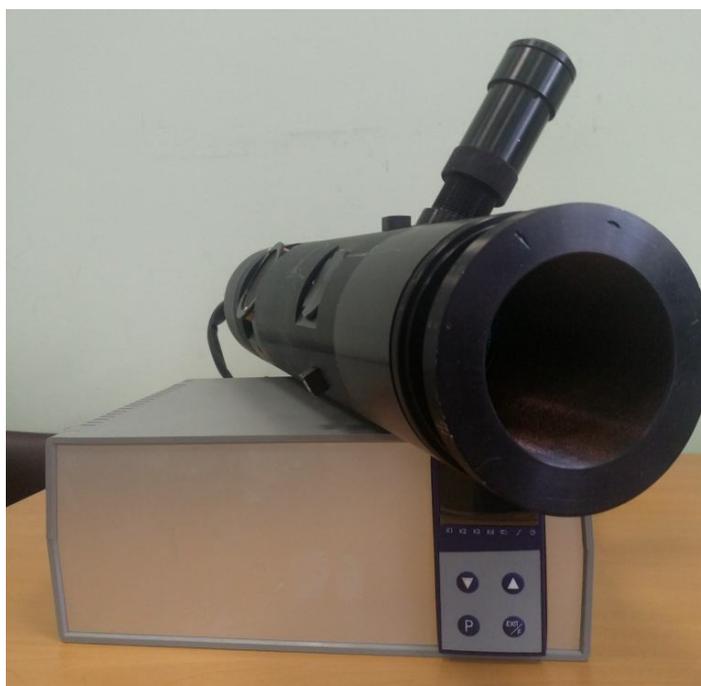


Рисунок 51 - Пирометр TS-VN01

Полученная последовательность, включающая в себя измеренный сигнал (длительность периода измерений, количество импульсов в периоде измерений) и сведения о температуре внутри корпуса пирометра, сохранялась в текстовый файл, данные которого, посредством программы из

пакета офисных программ, обрабатывались с целью получения цифрового выходного сигнала пропорционального измеренной температуре за время измерений. Для определения действительного значения измеренной температуры необходимо по ранее полученной зависимости (результатов предварительной калибровки) провести расчет температуры по входному сигналу, т.е. в пирометре отсутствовала функциональная возможность вывода измерительной информации.

Таким образом, необходима длительная процедура обработки для получения измеренного сигнала, что для решения задач по измерению температуры источников излучения при её передаче фактически не допустимо.

В связи с этим потребовалось разработка новых алгоритмов обработки выходного сигнала на основе специализированного программного обеспечения.

Для этих целей, на первом этапе, в рамках проведенных исследований, в том числе на ГПЭ единицы температуры, разработано программное обеспечение, позволяющее проводить сбор и регистрацию измерительной информации.

Данное программное обеспечение создано в кроссплатформенной среде разработки программ LabView (National Instruments), на графическом языке программирования «G».

Разработанное программное обеспечение позволяет не только регистрировать и отображать выходной сигнал, как в цифровой, так и в графической форме, но и сопоставлять входной сигнал с измеренной температурой в соответствии с законом Планка (формула 1), где в качестве основной реперной точки может выступать реперная точка серебра, золота или меди. Градуировочная характеристика пирометра строится в соответствии с соотношением (16):

$$T_i = \frac{\lambda}{c_2} \cdot \ln \left[\frac{S_{\text{пр}}}{S} \cdot \left(e^{\frac{c_2}{\lambda \cdot T_{\text{пр}}}} - 1 \right) + 1 \right], \quad (16)$$

где:

$\ln [\dots]$ – натуральный логарифм выражения в квадратных скобках;

S_{PT} – среднее значение выходного сигнала, полученное при измерениях температуры одной из реперных точек;

S – среднее значение выходного сигнала, полученное при измерениях температуры;

T_{PT} - температура фазового перехода реперной точки, К.

Также в программе реализована, в случае необходимости, возможность реализации внесения поправочных данных.

На рисунках 52-54 представлены скриншоты программы, представляющие внешний вид реализованных вкладок программы.

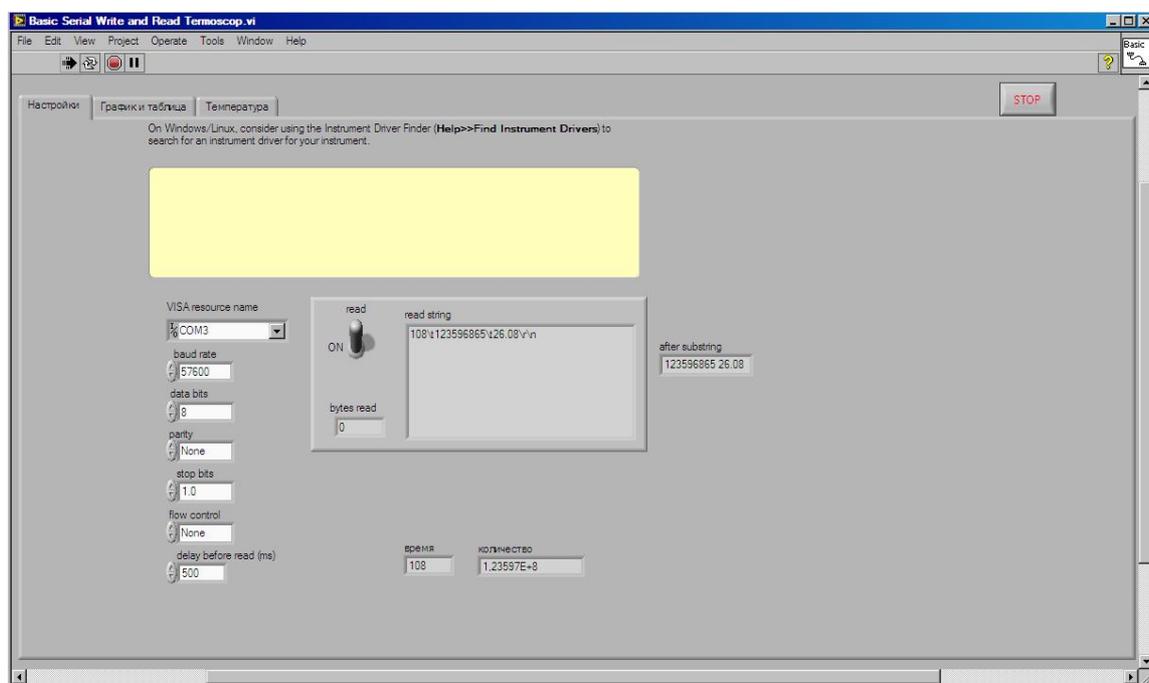


Рисунок 52 - Скриншот программы пирометра. Вкладка «Настройка»

В разработанном программном обеспечении на вкладке настройка проводится установка (выбор) COM - порта, параметров передачи данных, формы считывания входного цифрового сигнала, а также осуществляется вывод контрольных данных.

На вкладке «График и таблица» отображается измеренный (зарегистрированный) выходной сигнал от пирометра как в графической форме, так и в табличной. Также, приведено имя созданного (автоматически)

файла, в который проводится запись измеренных значений выходного сигнала.

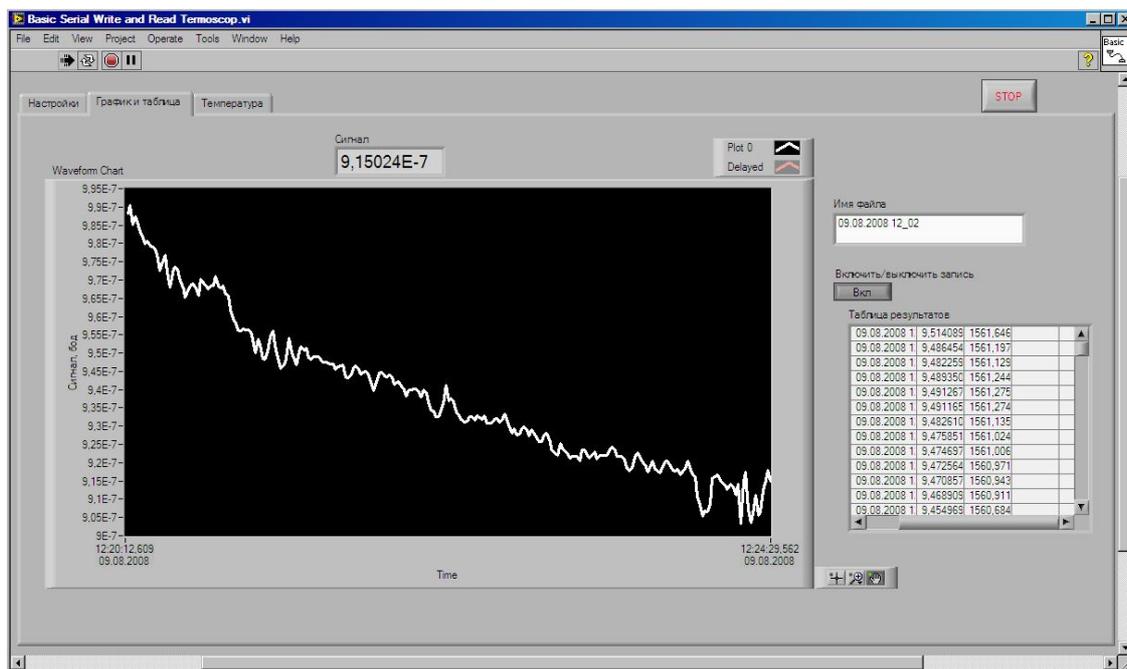


Рисунок 53 - Скриншот программы пирометра. Вкладка «График и таблица»

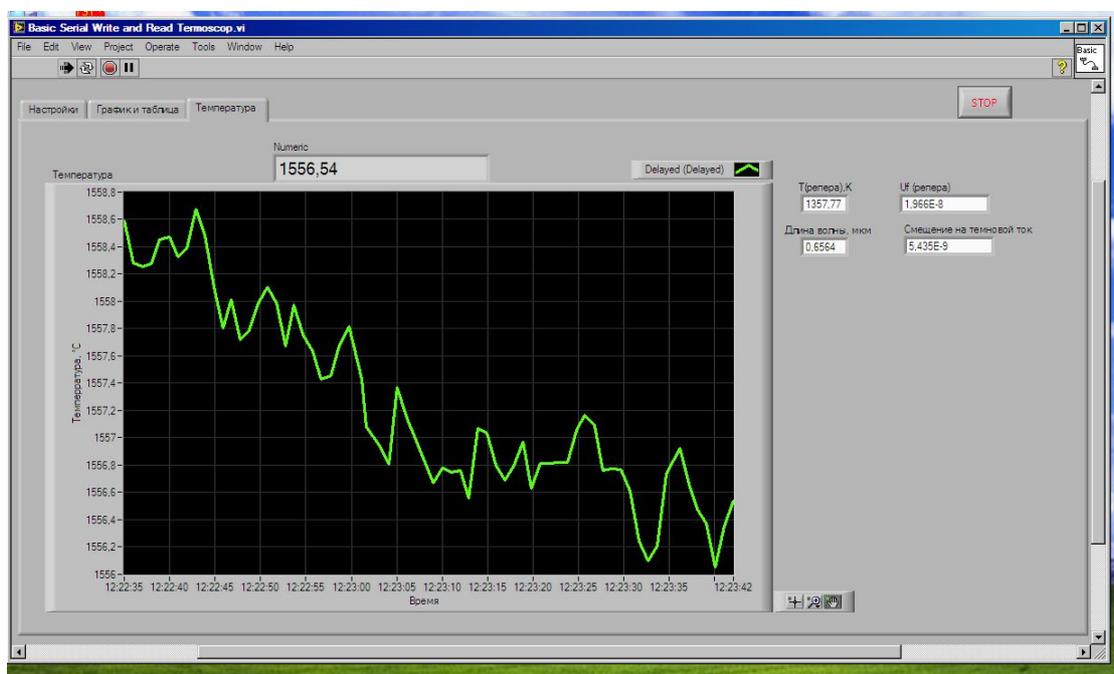


Рисунок 54 - Скриншот программы пирометра. Вкладка «Температура».

На вкладке «График и таблица» отображается измеренный (зарегистрированный) выходной сигнал от пирометра в температуре, в соответствии с градуировочной характеристикой и поправочными данными.

Разработанная программа решает задачу по калибровке пирометра, измерению и записи полученных результатов, что в дальнейшем позволяет проводить анализ измеренных результатов и сильно упрощает работу с пирометром. Однако программа требует серьезных вычислительных мощностей, наличие специальных аппаратных средств для подключения пирометра к компьютеру.

В связи с выше изложенным, для практического применения его в качестве компаратора для передачи единицы температуры, необходимо внести изменения в конструкцию пирометра, провести его калибровку, т.е. установить соответствие выходного сигнала и температуры, а также оценить его метрологические характеристики.

Для этого конструкцию пирометр необходимо доработать в части системы обработки выходного сигнала, разработать новую систему отображения и представления измерительной информации.

С целью расширения функциональных возможностей, разработана физико-математическая модель процесса преобразования входного сигнала в основе которой, положено аппроксимирующее уравнение Sakuma–Hattori в Планковской форме (формула 4).

Для технической реализации разработанной модели разработан программно-аппаратный комплекс - узел обработки сигнала, который был внедрен в пирометр. Для управления доработанной системы разработано соответствующее программное обеспечение.

Изначально, в ходе проведенного анализа компонентной элементной базы, был сделан выбор в пользу серийно выпускаемых модулей, в основе которых положена платформа для разработки электронных устройств - Arduino []. Указанная платформа широко используется и применяется во многих электронных устройствах во всем мире благодаря открытой архитектуре и программному коду.

Программное обеспечение является доступным и бесплатным, язык программирования для устройств Arduino изначально основан на C/C++.

Также следует отметить, что исходные чертежи схем, схемные решения, библиотеки, модули являются общедоступными и применяются разработчиком по своему усмотрению.

Сердцем разработанной системы является аппаратная часть UNO, построенная на хорошо зарекомендовавшем себя микроконтроллере Atmel ATmega328. UNO имеет стандартный порт USB, что позволяет обеспечивать современный протокол обмен данными при программировании базовой платформы. Для передачи на аппаратную часть измеренного выходного цифрового сигнала пирометра, преобразовании его в машинный код для дальнейшей работы с ним, используется стандартный модуль – контролер последовательного входа RS232.

Для вывода измеренной информации (температуры) используется дисплей.

На рисунке 55 приведены все компоненты необходимой элементной базы, без соединительных элементов (проводов, жгутов).

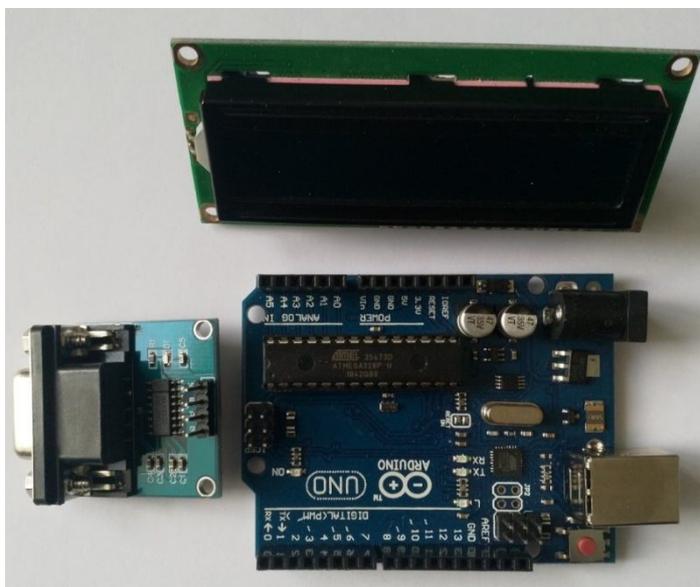


Рисунок 55 – Элементы программно-аппаратный комплекса.

Указанные устройства должны быть размещены и закреплены в корпусе блока электроники пирометра и позволять обеспечивать необходимые для работы функции. Для этих целей, разработаны эскизы передней и задней панели, а также монтажная плата, которые обеспечивают размещение и закрепление аппаратной части (приложение Г).

Компоненты были смонтированы в корпусе блока электроники пирометра. На рисунке 56 приведено изображение пирометра с новым корпусом блока электроники.



Рисунок 56 - Изображение пирометра.

Для программирования пирометра необходимо получить калибровочную характеристику, т.е. установить соответствие выходного цифрового сигнала и измеренной температуры посредством применения аппроксимирующей функции.

Инверсная форма аппроксимирующей функции для монохроматического пирометра, выраженная в Планковской форме (уравнение 4) уравнения Сакума-Хаттори (Sakuma–Hattori) приведена в уравнении (17)

$$T(S) = \frac{c_2}{A \cdot \ln\left(\frac{S}{C} + 1\right)} - \frac{B}{A}, \quad (17)$$

Как было отмечено в разделе 2.3 параметры (коэффициенты) A , B и C могут быть найдены однозначно, если измерения проводятся как минимум для трех температур. Для трех температур кривая, выражающая уравнение Сакума-Хаттори, будет проходить через контрольные точки; если имеется

более трех контрольных точек и применен метод наименьших квадратов, то кривая будет построена таким образом, что сумма квадратов разницы между точками кривой будет минимальной, в соответствии с уравнением 15.

$$\chi^2 = \sum_1^n [T_i - T(S_i, A, B, C)]^2, \quad (18)$$

Сходимость решения будет сильно зависеть от начальных условий.

С.Р. Сондерс и Р. Д. Уайт [57] предложили начальные предположения для параметров А, В и С, которые основаны на концепции эффективной длины волны пирометра, что позволяет значительно улучшить сходимость решений.

$$A = \lambda_0 \left(1 - \frac{\Delta\lambda^2}{2\lambda_0^2}\right), \quad (19)$$

$$B = \frac{c_2 \Delta\lambda^2}{24\lambda_0^2}, \quad (20)$$

Для построения градуировочной характеристики на основе аппроксимирующей функции (уравнения 4 и 17) на первой стадии проведены исследования направленные на установление зависимости исходного выходного цифрового сигнала и измеряемой температуры.

Для этого проведены измерения выходного сигнала в зависимости от температуры источника, в качестве которого использовался комплект температурных ламп из состава ГПЭ единицы температуры. Измерения зависимости выходного сигнала от температуры проводилось для диапазона от 961,68 °С до 2000 °С.

Для каждой температуры, воспроизводимой температурной лампой, регистрировались значения выходного сигнала. Количество значений зарегистрированного выходного сигнала в каждой серии измерений температуры составило от 1500 до 4000.

Результаты измерений проведенные в течении одного дня представлены на рисунке 57.

Как видно на представленном рисунке, форма кривой зависимости выходного сигнала от температуры представляет собой обратную экспоненциальную (Планковскую) форму.

Измерения зависимости выходного сигнала от температуры были продолжены, в том числе с целью установления воспроизводимости.

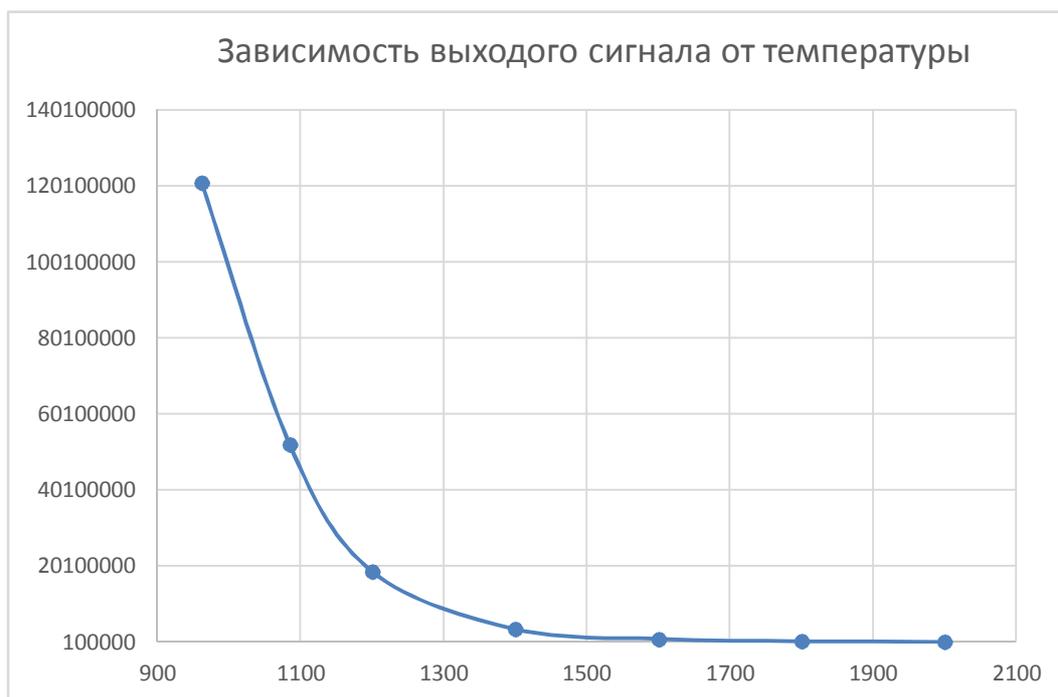


Рисунок 57 - Пример результатов измерений выходного сигнала от температуры.

По результатам исследований были получены необходимые соотношения выходного сигнала в зависимости от температуры для диапазона температур от 961,68 °C до 2000 °C.

Результаты измерений приведены в таблице 25, где S – осредненное значение выходного сигнала пирометра в течении дня и по дням измерений при соответствующей температуре T .

Таблица 25 - Результаты измерений

| $T, ^\circ\text{C}$ | S |
|---------------------|-----------|
| 961,68 | 120920544 |
| 1084,62 | 52122565 |
| 1200 | 18624397 |
| 1400 | 3485760 |
| 1600 | 839350 |
| 1800 | 271410 |
| 2000 | 107101 |

Для уточнения зависимости $S(T)$ в диапазоне от 900 °C до 1500 °C проведены измерения температуры на серийно выпускаемых излучателях

типа ОИ АЧТ 50/1500 модификаций ОИ АЧТ «Электра» и ОИ АЧТ «Гелиос».

Результаты измерений приведены в таблице 26.

Таблица 26 - Результаты измерений

| $T, ^\circ C$ | S |
|---------------|-----------|
| 897 | 865220021 |
| 993 | 220757941 |
| 1092 | 64754401 |
| 1190 | 22093298 |
| 1483 | 1776388 |

На рисунке 58 приведен график объединённых результатов измерений. Для удобства рассмотрения зависимость $S(T)$ представлена в логарифмическом виде.

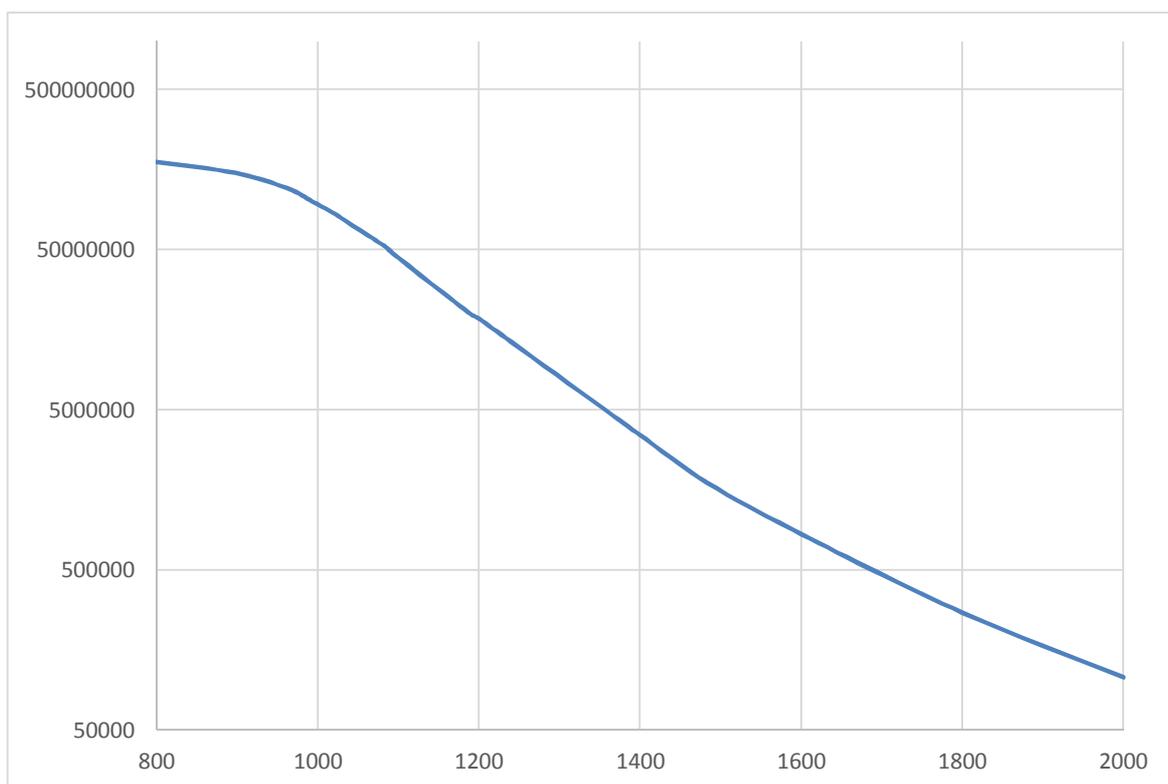


Рисунок 58 - Зависимость выходного сигнала от температуры.

Как видно из представленного рисунка прослеживается однозначная зависимость выходного сигнала от температуры в соответствии с законом Планка.

Далее, полученная зависимость выходного сигнала от температуры, внесена в программу, скомпилирована и загружена в память

микропроцессора, разработанной новой системы обработки выходного сигнала, его отображения и представления.

Однако, в ходе контрольных измерений было выявлено расхождение измеренного выходного сигнала от температуры от измеренного ранее. В начале диапазона измерений температуры пирометра, его выходной сигнал был аналогичен представленному на рисунке 57. Далее, при прохождении участка температурного диапазона, соответствующего примерно уровню 1500 °С происходил скачкообразный провал характеристики выходного сигнала от температуры, после прохождения которого, форма зависимости выходного сигнала становилась также подобной приведенному на рисунке 57, но линейно смещенной. Зарегистрированная форма выходного сигнала, представлена на рисунке 59.

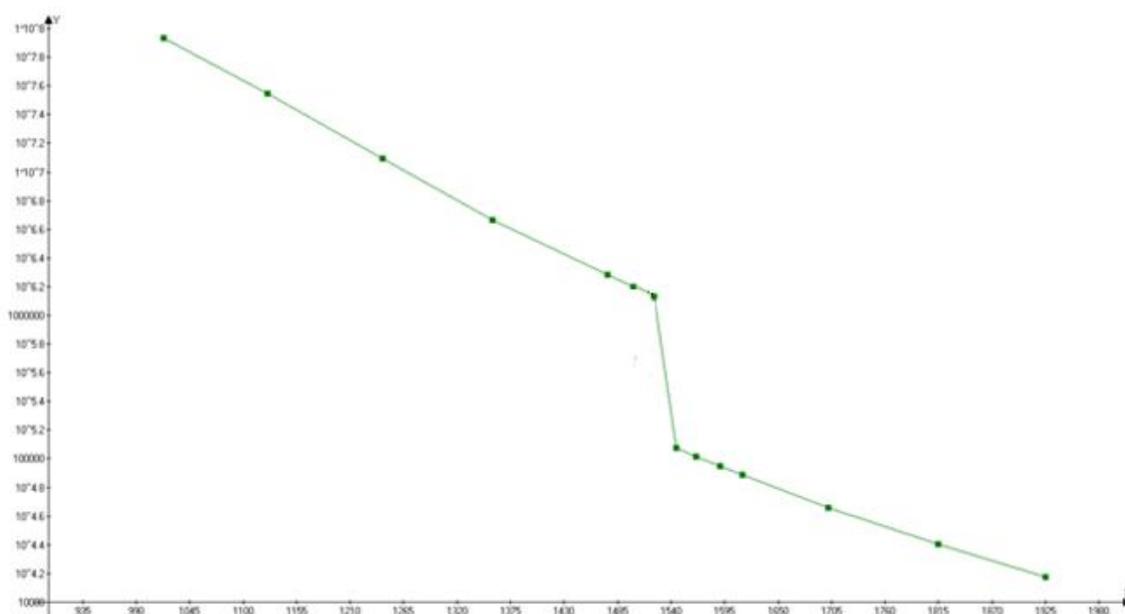


Рисунок 59 - Зарегистрированная форма выходного сигнала

Аналогичная зависимость была получена при измерениях температуры с верхнего предела к нижнему пределу измерений. Фактически, различие было только в температуре, при которой происходил скачек, в данном случае выходной характеристики от температуры, которое составляло порядка 1,5 °С, что при динамическом изменении температуры излучателя АЧТ (переходном режиме), погрешности измерения и т.д. можно считать одной той же температурой.

Для выявления причины появления представленной характеристики выходного сигнала (рисунок 59), было дополнительно проанализирована программная обработка измеренного сигнала.

Как отмечалось ранее, указанный цифровой сигнал представляет собой строковую переменную, в которой зашифровано длительность периода измерений, количество импульсов в периоде измерений, а также информация о температуре поддержания заданного режима внутри корпуса.

При работе с внешним ПО, таким как HyperTerminal, зарегистрированные результаты измерения пирометром сохраняются в текстовый файл. Пример формы записи приведен на рисунке 60.

| | | |
|----|-----------|-------|
| 46 | 123656591 | 26.14 |
| 46 | 123681457 | 26.14 |
| 46 | 123622469 | 26.14 |
| 45 | 120988188 | 26.14 |
| 46 | 123744173 | 26.14 |
| 46 | 123650970 | 26.14 |
| 46 | 123657070 | 26.14 |
| 46 | 123732831 | 26.14 |
| 46 | 123676994 | 26.14 |
| 46 | 123599025 | 26.14 |
| 45 | 120882856 | 26.14 |
| 46 | 123644725 | 26.14 |
| 46 | 123683974 | 26.14 |
| 46 | 123688739 | 26.14 |
| 46 | 123670667 | 26.14 |
| 46 | 123706982 | 26.14 |
| 46 | 123703546 | 26.14 |

Рисунок 60 – Форма записи с применением стандартного ПО

Как видно, представленные результаты измерений разделены на столбцы с цифровыми значениями, что позволяет в дальнейшем проводить стандартную обработку в любом программном продукте для работы с электронными таблицами.

При работе с новым встроенным программным обеспечением считываемый цифровой входной сигнал на входе разработанного устройства

является текстовой строкой. В виду того, что используемый язык программирования в среде Arduino, не позволяет работать с текстовыми переменными, например, проводить сравнение текстовой переменной (или его кода ASCII) с кодом ASCII разделителя в строке, поэтому, для определения длительности периода измерений и количества импульсов в периоде измерений, необходимо было применить сложный алгоритм по их нахождению. Кроме того, программное обеспечение Arduino IDE не позволяет хранить тип данных «int» (целочисленный тип данных), больше значений 32767, а для корректной обработки требуется хранение массивов данных более 1000000 необходимо для разделения (определения) количества импульсов в периоде измерений внедрения в программный код специального цикла.

В результате проверки разработанного алгоритма обнаружена некорректная запись условия, вводящая ограничение для определения разделителя массива данных.

Уточненный алгоритм обработки входного цифрового сигнала, его краткое описание приведено ниже:

Изначально проводится считывание исходных данных с помощью протокола UART микроконтроллера Arduino.

Начало работы протокола задаем посредством однократного вызова функции функцию «Serial.begin();». Для получения целостного набор данных, делаем небольшую паузу при считывании:

```
«while (!Serial.available()) delay(20);  
delay(200);»
```

Поступившие данные считываем посредством следующей строки

```
«Var = Var + (char)(Serial.read());»
```

В виду того, что иногда данные приходят не целиком, проблема, которая присутствует во многих приборах передающих цифровой сигнал по RS232/RS485 протоколу или приименной библиотеки, необходимо проверять целостность и размер (длину) полученной строки. Для этого, задаем

следующее условие: если полученная строка длиной больше 18 символов – записываем ее, если нет – опрашиваем заново.

```
«if (Var.length() > 18) {  
    Serial.print ("Var:");  
    Serial.print(" ");  
    Serial.print(Var);  
    Serial.print(" ");  
}  
else {  
    goto label;  
}»
```

Для определения длительности периода измерения и их количества необходимо преобразовать полученную строку на отдельные числа. Для этого изначально задаем первое число, которое может быть по результатам предварительных измерений лежать в диапазоне от 1 до 10^3 :

```
«First = Var.substring(0, 3);  
int First_Int = First.toInt();»
```

Согласно размеру первого числа задаем ряд условий для преобразования оставшейся строки в числа:

Если число меньше 10

```
«Secend1 = Var.substring(2, 7);  
    Secend2 = Var.substring(7, 11);  
}»
```

Если больше 10 но меньше 100

```
«Secend1 = Var.substring(3, 8);  
    Secend2 = Var.substring(8, 12);  
}»
```

Если больше 100 но меньше 1000

```
«Secend1 = Var.substring(4, 9);  
    Secend2 = Var.substring(9, 13);
```

```
}»
```

Если больше 1000

```
«{
```

```
    Secend1 = Var.substring(5, 10); Вырезаем из полученной строки  
необходимые элементы
```

```
    Secend2 = Var.substring(10, 14);
```

```
}»
```

Далее, преобразуем вырезанные строки в числа:

```
«double First_Double = First_Int;
```

```
int Secend1_Int = Secend1.toInt();
```

```
int Secend2_Int = Secend2.toInt();
```

```
double Secend1_Double = Secend1_Int;
```

```
double Secend2_Double = Secend2_Int;
```

```
double Secend_Double = Secend1_Double * 10000 + Secend2_Double;»
```

Таким образом, выделяются необходимые значения длительности периода измерений и количества импульсов в периоде измерений. Оставшиеся строковые символы, характеризующие температуру статирования внутри корпуса пирометра, носят информационный характер и не используются в дальнейших преобразованиях входного сигнала в измеренную температуру.

Затем вычисляются отношения зарегистрированных значений длительности периода измерений и количества импульсов в периоде измерений. В результате чего мы имеем значение сигнала зарегистрированного пирометром пропорциональное измеряемой температуре.

Далее необходимо ввести в разрабатываемое ПО функцию преобразования в температуру. В основе её положено уравнение (17).

Для этого, после получения зависимости, проведения осреднения результатов, получены пары выходного цифрового сигнала и температуры, которые легли в основу определения коэффициентов А, В и С.

После определения их методом наименьших квадратов получены следующие результаты: $A = 0,6562238$; $B = 0,1391823$; $C = 149,67549$.

Используя полученные в результате определения коэффициенты A , B и C в соответствии с Планковской формой уравнения Сакума-Хаттори проводится расчет температуры (интерполяция) в зависимости от измеренного входного сигнала – яркости объекта измерения. Указанный расчет осуществляется фактически без потери времени, заложенных мощностей достаточно для обработки и расчета результата измерений температуры, а также их выдачи на дисплей.

В результате разработана программа для управления примененными устройствами Arduino. Скриншот листинга программы приведен на рисунке 61.



```
Terмоскоп | Arduino 1.8.5
Файл Правка Скетч Инструменты Помощь

Terмоскоп
#include <Wire.h>
#include <LiquidCrystal_I2C.h>
LiquidCrystal_I2C lcd(0x3F, 16, 2); // Устанавливаем дисплей

double Temp;

void setup() {

  lcd.init();
  lcd.backlight(); // Включаем подсветку дисплея
  lcd.clear();

  Serial.begin(57600);
}

void loop() {
  String Var=""; //переменная для приема строки
  String First="";
  String Secend1="";
  String Secend2="";
  while (!Serial.available()) delay(20); //пока нет данных строка
  delay(200); //опиаем прием всей строки
  while (Serial.available()) //пока есть данные, читаем
  Var = Var + (char)(Serial.read());
  Serial.print(Var);
  Serial.print("\n");
  Secend1 = Var.substring(2,7);
  Secend2 = Var.substring(7,11);
  First = Var.substring(1,3);
  int First_Int = First.toInt();
  double First_Double = First_Int;
  int Secend1_Int = Secend1.toInt();
  int Secend2_Int = Secend2.toInt();
  double Secend1_Double = Secend1_Int;
  double Secend2_Double = Secend2_Int;
  double Secend_Double = Secend1_Double*10000+Secend2_Double;
  Serial.print(First_Double);
}

Печатать завершена
Arduino/Genuino Uno на COM3
16:28
```

Рисунок 61 – Скриншот программы управления

После того, как разработанное программное обеспечение записано в микропроцессор, проведены измерения температуры фазовых переходов реперной точки меди и ВТРТ на основе эвтектических сплавов: Co-C, Pt-C и Re-C. Результаты измерений приведены в разделе 4.2.5.

Кроме того, проведены исследования наиболее важных составляющих источников погрешности пирометра.

4.2.2 Исследование влияния эффекта размера источника пирометра

В рамках исследования характеристик пирометра, проведена оценка влияния эффекта размера источника: оценка коррекции на ЭРИ и соответствующей погрешности от эффекта размера источника.

Как было ранее отмечено, размер эффекта источника может оказать значительное неблагоприятное влияние на точность измерений, в том числе при сличении источников излучения имеющих значительно различающееся геометрию излучающих поверхностей, полостей. На текущий момент разработано много методов и средств оценки ЭРИ [4,62,79 - 84].

Внесение поправки на ЭРИ необходимы для корректировки калибровки пирометра на величину соответствующую паразитному излучению от используемого источника излучения. На практике, в зависимости от фактического диаметра выходного отверстия излучателя, от диаметра канала ампулы реперной точки и от распределения температуры, поправки на ЭРИ могут, как увеличить значение выходного сигнала, так и уменьшить его.

Поэтому, изначально, на этапе проектирования снижению влияния было уделено особое внимание.

Для этого были предприняты технические шаги по минимизации ЭРИ на стадии расчета и проектирования оптической системы пирометра, включая компьютерное моделирование эффектов рассеивания, поглощения, переотражения и т.д. на элементах и узлах оптической системы в основе которого, положены алгоритмы расчета, основанные на статистическом методе. В ходе которого были оптимизированы параметры линз объектива, промежуточных и полевых диафрагм пирометра и т.д.

Однако, указанные действия по минимизации ЭРИ выходят за рамки настоящего документа, поэтому рассматриваются только примененные методы и результаты измерения ЭРИ.

При проведении исследований пирометра ЭРИ был измерен с использованием нескольких методов: методом непосредственного измерения или прямым методом и методом непрозрачного экрана [4, 62, 79].

В первом методе – прямым методом измерения, проведены измерения зависимости выходного сигнала от размера источника излучения, посредством изменения диаметра ирисовой диафрагмы хорошего качества, которая размещена сразу после выходного отверстия излучателя. Изначальный диаметр диафрагмы был больше, чем область визирования. Соответственно, посредством изменения диаметра ирисовой диафрагмы, получена искомая зависимость – ЭРИ (рисунок 62).

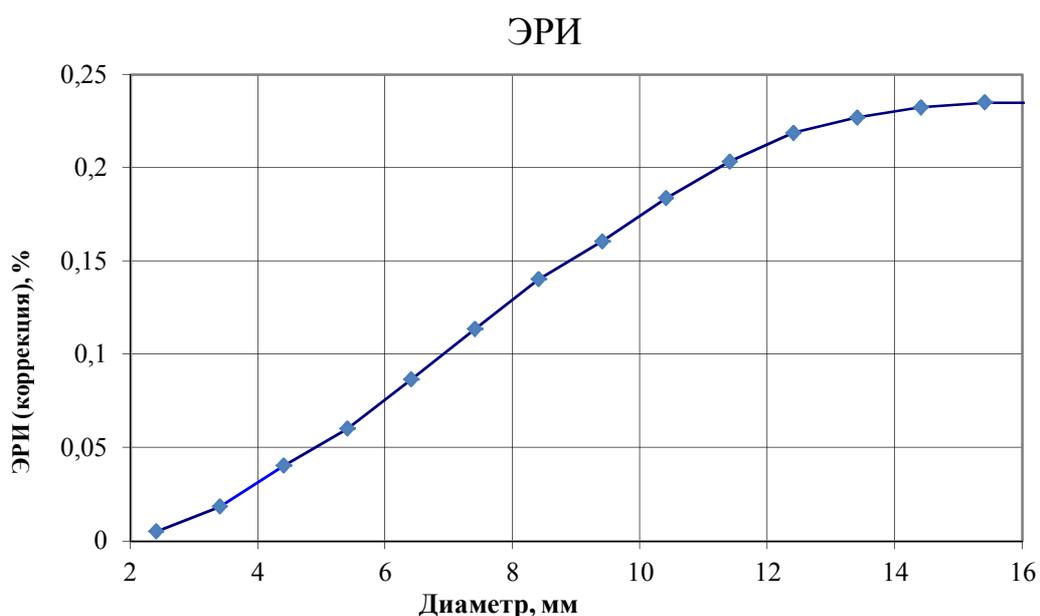


Рисунок 62 – Диаграмма коррекции из-за эффекта размера источника

Во втором методе – применен непрозрачный экран, в виде нанесенного покрытия диаметром 2,4 мм, соответствующий номинальной области визирования пирометра, закрывающее центральную часть источника, и пропускающая все остальное излучение, которое в идеале должно давать нулевой вклад в сигнал.

По результатам измерений, в основе которых положен второй метод - коррекция ЭРИ составила порядка 0,23 % при измерении излучателя черного тела с выходной апертурой более 25 мм.

В результате исследований установлено, что поправка ЭРИ не превосходит относительных значений 0,23 %.

4.2.3 Исследование относительной спектральной чувствительности пирометра

Относительная спектральная чувствительность пирометра в общем случае является величиной определяемой различными компонентами системы пирометра: оптической системы, интерференционного фильтра, приемника и других. В конкретном пирометре, основным элементом, определяющим его спектральную чувствительность является интерференционный фильтр типа 65716, производства Edmund Optics® [85]. Характеристики интерференционного фильтра приведены в таблице 27, его относительная спектральная чувствительности – на рисунке 63.

Таблица 27 – Характеристики интерференционного фильтра типа 65716

| Наименование | Значение |
|--|-------------|
| Оптическая плотность | ≥ 3 |
| Центральная длина волны, нм | 656 ± 2 |
| Полная ширина на уровне половины высоты (FWHM), нм | 10 ± 2 |
| Минимальный уровень пропускания, % | ≥ 50 |

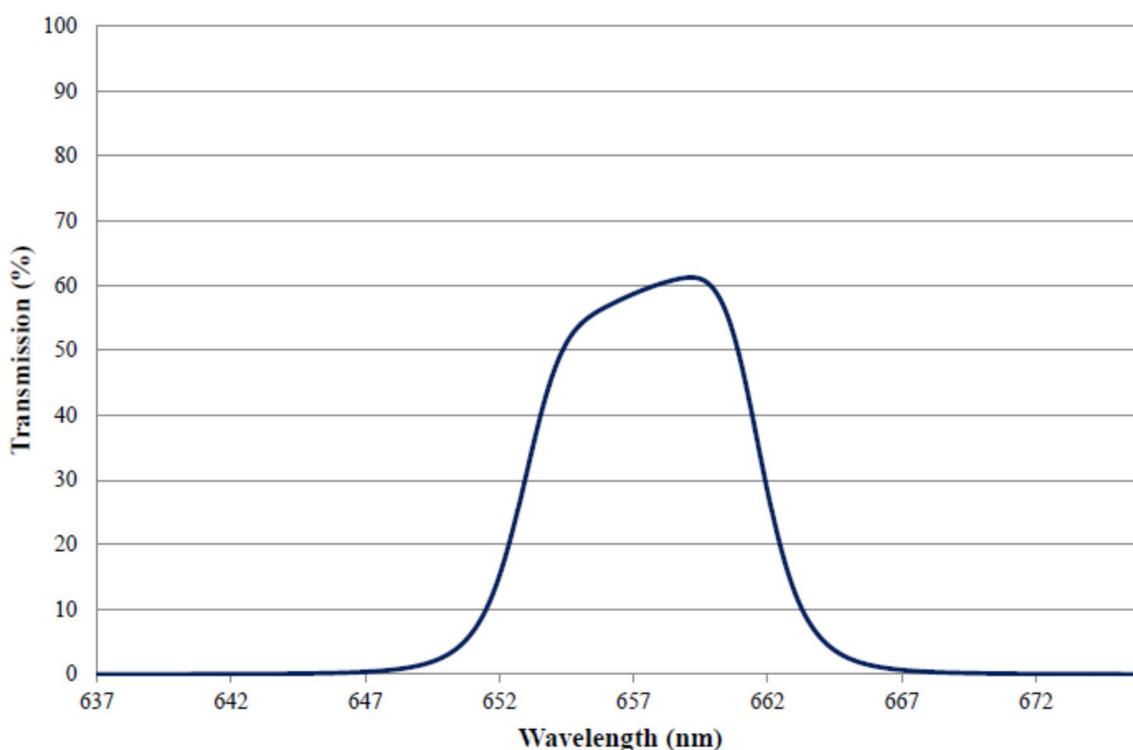


Рисунок 63 - Относительная спектральная чувствительности интерференционного фильтра пирометра

Проведены исследования пирометра с целью определения относительной спектральной чувствительности (рисунок 64) с использованием ГПЭ.

Для этого, на рабочем расстоянии от интегральной сферы размещен пирометр, таким образом, что бы исходящее из неё равномерное излучение (фактически, близкий к Ламбертову источнику излучения) полностью попадало в объектив пирометра. В качестве источника излучения применен лазер «Supercontinuum SuperK EVO-04» с системой стабилизации излучения и оптико-акустическим туннельным фильтром «SuperK VARIA» с перестраиваемой длиной волны, шириной полосы и регулируемым уровнем пропускания излучения.

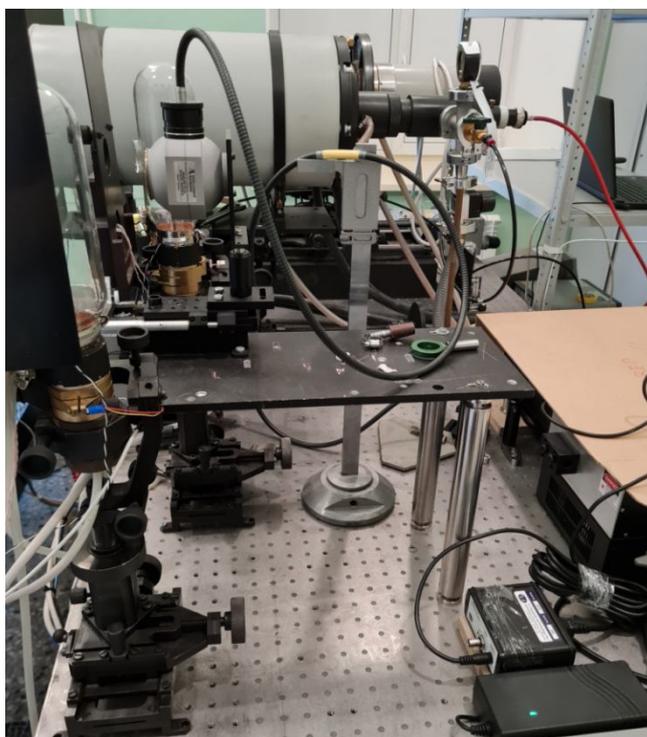


Рисунок 64 – Аппаратура из состава ГПЭ для определения спектральной чувствительности

Сканирование осуществлялось при помощи программного обеспечения, входящего в состав акустического туннельным фильтром «SuperK VARIA» (рисунок 65). Для этого в ПО заданы значения центральной длины волны, её ширина и значения длины волн начала и окончания сканирования.



Рисунок 65 – Изображение вкладки ПО

Ниже приведен рисунок 66, на котором представлен график, иллюстрирующий результирующий спектральный профиль пирометра.

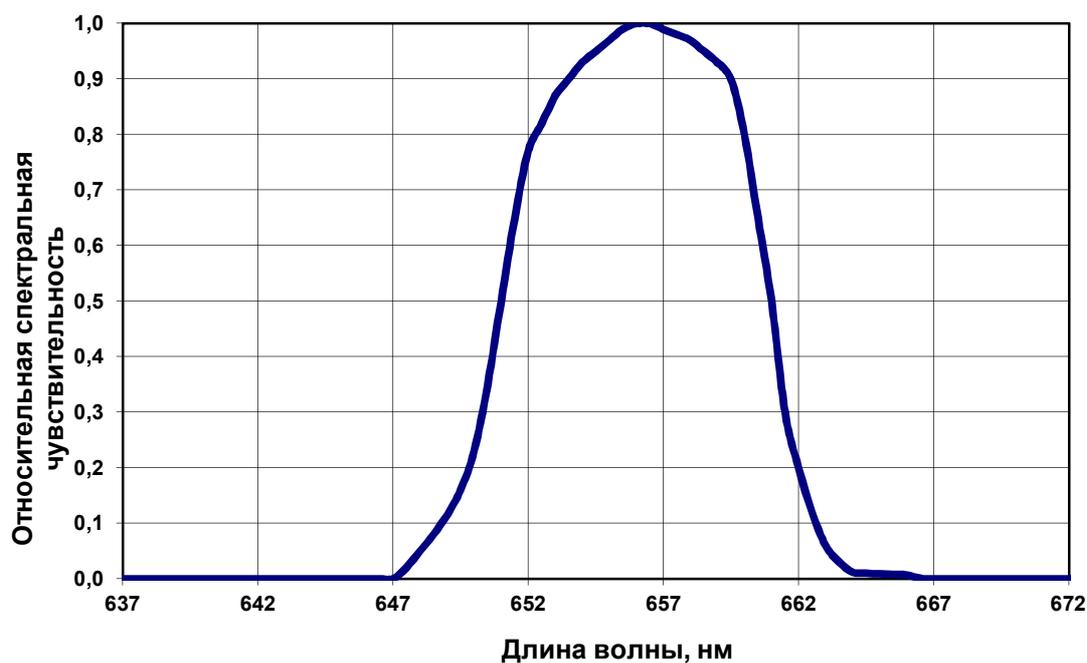


Рисунок 66 – Результирующий спектральный профиль пирометра

Как видно на представленном рисунке результирующая характеристика относительной спектральной чувствительность полностью подобна характеристике фирмы производителя.

4.2.4 Исследование влияния шума пирометра

При разработке любого эталонного пирометра, минимизация шума должна начинаться с подробного анализа всех источников шума, которые вносят вклад в шум его выходного сигнала. При этом источники шума предпочтительно разделять на основные источники, которых нельзя избежать, и источники, которые возникают из-за неидеальных технических элементов в цепи измерения. Идеальный пирометр должен иметь уровень шума, который не должен значительно превышать уровень шума от основных источников. Все эти положения были учтены при проектировании и разработке пирометра TS-VN.

Основными источниками шума в последовательности появления при обработке сигналов являются:

- поглощение света в детекторе как статистический квантовый процесс;
- генерация и рекомбинация носителей заряда в обедненном слое фотодиода;
- шум Джонсона / Найквиста шунтирующего сопротивления фотодиода;
- дробовой шум фототока, который генерируется в фотодиоде;
- шум микропроцессорного преобразователя, включая его опорное напряжения.

Как видно часть источников шума обусловлены квантовой природой излучения, часть присуща приемнику излучения – фотодиоду, остальная часть – обработки выходного сигнала с фотодиода.

В основу принципа работы приемника пирометра положена выработка временного сигнала, обратно пропорционального излучению измеряемого объекта, за счет применения интегральной схемы электрометрического преобразователя сигналов (ЭМПС) с внешним контролем температуры. Далее сигнал преобразуется в цифровую форму и передается по последовательному интерфейсу RS232 на ПК.

Отсутствие необходимости первичного аналого-цифрового

преобразования, необходимости применения дополнительных усилителей сигнала, применения «длинных связей» позволило значительно снизить шумы по сравнению с пирометрами, в которых применена схема измерений в основе, которой лежат «классические» фотодиоды, усилители и аналого-цифровые преобразователи.

Отклонения показаний температуры, вызванные шумом сигнала, очень важны для практического применения пирометра. Поскольку время многих измерений ограничено, например, при регистрации фазовых переходов излучателя реперных точек, улучшение, которое может быть получено с помощью усреднения, на практике очень ограничено. Следовательно, шум - стандартное отклонение показаний температуры имеет важное влияние на прогноз ошибок измерений.

Кроме того, погрешность передачи единицы температуры при применении пирометра в качестве компаратора, определяется его шумами и чувствительностью.

Определения шумов пирометра проводилось следующим образом: после выхода излучателя реперной точки меди на рабочий режим, на рабочем участке плато затвердевания в течении 15 минут зарегистрированы измеренные значения (рисунок 67).

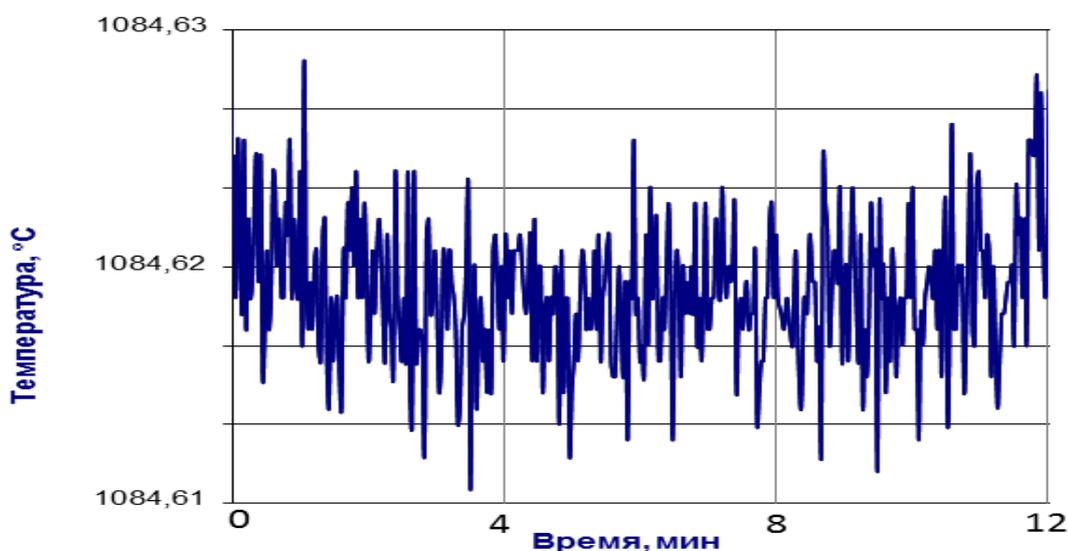


Рисунок 67 - Шумы пирометра

По результатам измерений рассчитан шум δ как СКО результата измерений по формуле:

$$\delta = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - \bar{t})^2}{n-1}}, \quad (21)$$

где t_i - выходной сигнал компаратора, °С;

\bar{t} - среднее арифметическое значение выходного сигнала, °С;

n - число измерений.

По результатам исследований шум пирометра не превысил значений $2,77 \cdot 10^{-3} \%$.

4.2.5 Исследование воспроизводимости измерений пирометра

Проведена оценка воспроизводимости показаний пирометра. Оценка проводилась как СКО результатов измерения площадок плавления/затвердевания реперных точек.

В качестве примера, на рисунке 68 представлены зарегистрированные в течении дня площадки плавления /затвердевания эвтектики Re-C

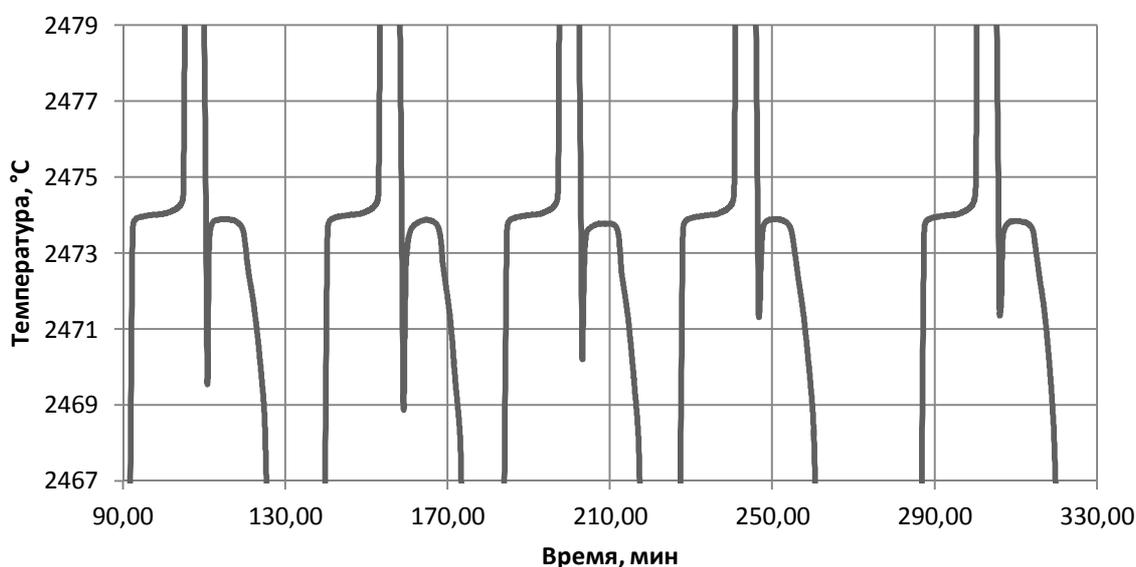


Рисунок 68 - Кривые плавления/затвердевания реперной точки Re-C

Измеренные значения температуры фазовых переходов и воспроизводимость показаний приведены в таблице 28.

Таблица 28 – Результаты измерений ВТРТ

| Наименование реперной точки | Значение, °С | СКО, °С |
|-----------------------------|--------------|---------|
| Cu | 1084,62 | 0,06 |
| Co-C | 1324,25 | 0,07 |
| Re-C | 2474,54 | 0,18 |

Как показали проведенные исследования, поправка к показаниям пирометра при измерении ВТРТ не превосходит 0,2 °С от значений, приведенных в таблице 6.

4.2.6 Анализ бюджета погрешности пирометра

Суммарное СКО результатов сличения с ГПЭ 34-2020 оценивается в соответствии с (22)

$$S_{\Sigma n} = \sqrt{S_{cl}^2 + S_{ш}^2 + S_{\theta n}^2}, \quad (22)$$

где S_{cl} - случайная составляющая погрешности измерения температуры;

$$S_{cl} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (T_i - \bar{T})^2}{n(n-1)}}, \quad (23)$$

n – количество измерений пирометром

(\bar{T}) – среднее арифметические значения температуры

$$\bar{T} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n T_i, \quad (24)$$

где T_i - i значение температуры, измеренное пирометром.

$S_{ш}$ – составляющая погрешности, обусловленная шумом сигнала.

Вклад этого источника погрешности значительно больший при измерении вблизи нижнего предела температурного диапазона. Также сигнал может стать шумным из-за ошибки квантования сигнала. Оценка влияния шума пирометра приведена в разделе 4.2.4.

$S_{\theta n}$ - неисключенная составляющая погрешности, расчет её проводится аналогично по формуле (15).

Наиболее полно составляющие погрешности, определяющие бюджет погрешности (неопределённости) пирометра отражены в документах рабочей

группы 5 ККТ [69, 70].

Составляющие НСП $\theta_j(T_i)$ в любой из точек температурного диапазона, измеряемого пирометром определены с помощью отношения [69,70] в Планковской форме (22):

$$\theta_j(T_i) = \frac{\lambda_{T_i} T_i^2 [1 - \exp(-c_2 / \lambda_{T_i} T_i)] \theta_j(S_i)}{c_2 S_i}, \quad (25)$$

Расчет проводится в предположении, что все составляющие НСП, не коррелированы между собой.

Погрешность значений, входящих в расчет констант, не учитывается из-за их малости; также принимается, что за время проведения измерений значения дрейфа, нелинейность приемника излучения пирометра, изменения коэффициентов пропускания и окружающих условий (температуры, влажности и т.п.) не вносят существенного вклада в погрешность и не учитываются. Вклад и влияние неравномерности температурного поля в том числе на излучательную способность излучателя из состава ГПЭ считается учтенным в его метрологических характеристиках.

Составляющие неопределенности приведены в таблице 29.

Таблица 29 – Составляющие НСП

| Обозначение | Наименование источника погрешности |
|-------------|--|
| θ_1 | Погрешность исходного эталона |
| θ_2 | Погрешность, обусловленная ЭРИ и рассеянным светом |
| θ_3 | Погрешность, обусловленная разрешающей способностью дисплея |
| θ_4 | Погрешность, обусловленная поглощением в атмосфере (влияние пропускания среды) |
| θ_5 | Погрешность, обусловленная фоновым излучением |
| θ_6 | Погрешность, обусловленная ошибкой интерполяции и экстраполяции |
| θ_7 | Погрешность, обусловленная спектральной чувствительностью пирометра |
| θ_8 | Погрешность, обусловленная влиянием температуры окружающей среды |

θ_1 – погрешность исходного эталона. Погрешность температуры эталона (излучателя из состава эталона) в общем случае включает в себя неопределенность калибровки датчика температуры; нестабильность датчика температуры; нестабильность поддержания температуры; погрешность,

обусловленную особенностями применения датчика температуры; неопределенность измерительных приборов; погрешность значения эффективной излучательной способности; неопределенность, возникающая из-за различия температур по излучающей поверхности; погрешность, обусловленная разрешающей способностью дисплея (индикатора) калибруемого излучателя; неопределенность, обусловленная пропусканием среды; погрешность, обусловленную влиянием окружающих условий (температуры окружающей среды и фонового излучения).

В соответствии с паспортом эталона ГЭТ34-2020 в диапазоне температуры от 961,78 °С до 3200 °С θ_1 лежит в пределах 0,094 °С до 1,0 °С

θ_2 – составляющая погрешности, обусловленная ЭРИ

Оценка влияния ЭРИ приведена в разделе 4.2 настоящей пояснительной записки.

Таким образом,

$$\theta_2(T_i) = 0,0023 \cdot \frac{\lambda_{T_i} T_i^2 [1 - \exp(-c_2 / \lambda_{T_i} T_i)]}{c_2}, \quad (26)$$

θ_3 – составляющая погрешности, обусловленная разрешающей способностью дисплея калибруемого пирометра, вычисляется по (24):

$$\theta_3 = \frac{y}{2}, \quad (27)$$

где y – единица младшего разряда дисплея пирометра.

θ_4 – составляющая погрешности, обусловленная поглощением в атмосфере (влиянием пропускания среды).

Поскольку измерения проводятся на рабочих расстояниях не более 1-го метра в лабораторных условиях за короткий промежуток времени, влияние пропускания среды пренебрежимо мало. В соответствии с [69] значение этой величины не превышает 0,0003;

$$\theta_4(T_i) = 0,0003 \frac{\lambda_{T_i} T_i^2 [1 - \exp(-c_2 / \lambda_{T_i} T_i)]}{c_2}, \quad (28)$$

θ_5 – составляющая погрешности, обусловленная фоновым излучением.

При измерении, малая часть измеренной яркости является результатом излучения фона, при этом площадь излучателя можно рассматривать как диффузный рефлектор с коэффициентом отражения, равным $(1 - \varepsilon_{изл})$, где $\varepsilon_{изл}$ – эффективная излучательная способность излучателя.

Составляющая погрешности θ_7 , обусловлена, в основном, погрешностью эффективной излучательной способности, оценка которой приведена в предыдущем разделе.

$$\theta_5 = \frac{\lambda_{T_i} T_i^2 [1 - \exp(-c_2 / \lambda_{T_i} T_i)] S(T_a) \theta_\varepsilon}{c_2 S(T_i) \varepsilon_{изл}^2}, \quad (29)$$

θ_6 – составляющая погрешности, обусловленная ошибкой интерполяции и экстраполяции. Ошибка интерполяции описывает разницу между температурой, определенной с помощью уравнения интерполяции, например, погрешности интерполяции формулы Планка при применении уравнения Сакума–Хаттори и температурой, которая может быть вычислена путем интегрирования закона Планка по спектральной чувствительности термометра.

Для рассматриваемого пирометра, оценку составляющей погрешности, обусловленной ошибкой интерполяции и экстраполяции для центральной длины волны (λ_T) 655 мкм, диапазона измеряемых температур от 1050 °С до 3000 °С и для значения температуры середины диапазона в котором проведена калибровка пирометра (T_c) - 1300 °С (1573 К), можно определить по выражениям приведенными в [69,70].

$$\theta_6 = \frac{\lambda_T^2 T_D^3}{36} \left| \frac{c_2^2}{12 \cdot \lambda_T \cdot T_c} \cdot \left[1 - \frac{1}{[1 - \exp(-c_2 / \lambda_T T_c)]^2} \right] \right|, \quad (30)$$

где T_D – диапазон измеряемых температур.

В результате расчета: $\theta_6 = 2,38 \cdot 10^{-3}$

θ_7 – составляющая погрешности, обусловленная спектральной чувствительностью пирометра.

Определение спектральной чувствительностью пирометра приведено в разделе 4.3 настоящей пояснительной записки. В соответствии с [69], с учетом параметров погрешности определения длины волны, составляющая погрешности θ_7 не превосходит значения 0,15 °С при температуре 3000 °С.

θ_8 – составляющая погрешности, обусловленная влиянием температуры окружающей среды. При поддержании и контроле температуры окружающей среды во время измерений на уровне ± 1 °С в соответствии с [69] $\frac{\theta_8(S_i)}{S_i} = 0,00011$.

$$\theta_8(T_i) = 0,00011 \frac{\lambda_{T_i} T_i^2 [1 - \exp(-c_2 / \lambda_{T_i} T_i)]}{c_2}, \quad (31)$$

В результате проведенных расчетов, бюджет погрешности пирометра составил (таблица 30):

Таблица 30 - Значения составляющих погрешностей

| Обозначение | Значение погрешностей, °С в точках температурного диапазона | | | | |
|--------------|---|---------|---------|---------|---------|
| | 1084,62 | 1324,24 | 1700,00 | 2474,69 | 2747,75 |
| S_{cl} | 0,045 | 0,018 | 0,037 | 0,097 | 0,105 |
| S_{iu} | 0,030 | 0,037 | 0,047 | 0,069 | 0,076 |
| θ_1 | 0,254 | 0,351 | 0,503 | 0,817 | 0,928 |
| θ_2 | 0,193 | 0,268 | 0,408 | 0,792 | 0,956 |
| θ_3 | 0,003 | 0,003 | 0,003 | 0,003 | 0,003 |
| θ_4 | 0,025 | 0,035 | 0,053 | 0,103 | 0,125 |
| θ_5 | 0,000 | 0,000 | 0,000 | 0,000 | 0,000 |
| θ_6 | 0,002 | 0,002 | 0,002 | 0,002 | 0,002 |
| θ_7 | 0,150 | 0,150 | 0,150 | 0,150 | 0,150 |
| θ_8 | 0,009 | 0,013 | 0,020 | 0,038 | 0,046 |
| S_{Σ} | 0,211 | 0,273 | 0,390 | 0,676 | 0,789 |

Проведена оценка погрешности передачи единицы температуры, аналогично как и ранее для КСЯ (приложение Д).

В результате установлено, что полученные значения полностью удовлетворяет требованиям ГПС и позволяют применять пирометр в качестве компаратора в составе вторичного эталона единицы температуры.

4.3 Выводы к главе 4

1. Исследования интерполяционных приборов показали, что применение их позволит обеспечить расширение диапазона и повышение точности передачи единицы температуры.

2. Применение транспортируемого интерполяционного прибора решит проблему по передаче единицы температуры стационарным рабочим эталонам.

3. Характеристики интерполяционных приборов, полученные в рамках исследований, позволяют применять их в качестве компаратора в составе вторичного эталона для обеспечения передачи единицы температуры от ГПЭ в соответствии с требованиями поверочной схемы для средств измерения температуры.

5 Разработка, создание и исследование вторичных эталонов единицы температуры

Для построения вторичных эталонов единицы температуры на основе нового определения кельвина разработаны и апробированы научно-методические принципы, в основу которых положен анализ необходимости, потребности в создании эталона с определением необходимых метрологических характеристик, с оценкой последующей его загрузки после создания, при необходимости включая расчет экономической эффективности. На основании определенных метрологических характеристик, осуществляется выбор составных частей эталона, при необходимости проводится их разработка включая разработку необходимой технической и конструкторской документации. Выполняются исследования метрологических характеристик, в случае их соответствия необходимым требованиям, проводится разработка документации для последующего утверждения вторичного эталона единицы температуры в необходимом диапазоне в соответствии с действующими требованиями законодательства Российской Федерации.

Проведённый анализ, выполненный в рамках диссертационной работы выявил необходимость создания вторичного диапазона, выполненные исследования ВТРТ этектик и чистых металлов, интерполяционных приборов, подтвердили высокие метрологические характеристики и возможность их применения в качестве вторичных эталонов единицы температуры в соответствии с требованиями ч.3 ГПС.

В соответствии с требованиями федерального законодательства, в период с 2021 по 2022 года были созданы два государственных вторичных эталона.

5.1 Разработка, создание и исследование государственного вторичного эталона (эталона-копии) единицы температуры номинальных значений 1084,62 °С; 1324,24 °С; 1738,34 °С; 2474,69 °С

На основе анализа определен необходимый состав вторичного эталона единицы температуры. В основной состав, которого вошли следующие ранее исследованные средства передачи: излучатели на основе реперных точек (Cu, Co-C, Pt-C и Re-C) и компаратор - пирометр TS-VN.

Для задания и поддержания необходимого температурного режима при реализации фазового перехода ампул реперных точек чистого металла и эвтектических сплавов применен излучатель АЧТ-30/900/3000. Технические характеристики его схожи с излучателем приведенными в разделе 2.1. Различие между излучателями в элементной базе для управления, задания и поддержания необходимого температурного режима, а также систем снятия паразитного теплового потока и прокачки инертного газа.

Разработанный государственный вторичный эталон единицы температуры номинальных значений 1084,62 °С; 1324,24 °С; 1738,34 °С; 2474,69 °С предназначен для воспроизведения, хранения и передачи единицы температуры РЭ 0-го разряда методом прямых измерений и сличением с компаратором в соответствии с частью 3 ГПС.

В соответствии с требованиями постановления Правительства Российской Федерации от 21 октября 2019 г. №1355 «О внесении изменений в Положение об эталонах единиц величин, используемых в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений» [86] и во исполнении приказа от 11.02.2020 № 456 [87] разработан комплект документов для регистрации и включения в реестр эталонов

По результатам исследований ВТРТ и компаратора, входящих в состав эталона, оформлен протокол аттестации. Также в нем отражено:

- результаты оценки полноты предоставленной документации;

- оценка полноты проведенных исследований метрологических характеристик и выполнения критерия соответствия эталона;
- результаты контроля выполнения технического обслуживания эталона и их технической инфраструктуры;
- результаты соответствия средств контроля за соблюдением требований к условиям содержания и применения эталонов;
- сведения о прослеживаемости эталона;
- рекомендованный межаттестационный интервал.

Подготовлено заключение по результатам проверки материалов первичной аттестации эталона, в котором установлено, что обеспечена прослеживаемость к ГПЭ единицы температуры и эталон соответствует обязательным требованиям ГПС, комплектность и оформление представленных документов соответствуют требованиям, установленным приказом Минпромторга России от 11.02.2020 № 456 [87].

Приказом Росстандарта № 2448 от 01.11.2021 утвержден Государственный вторичный эталон (эталон-копия) единицы температуры номинальных значений 1084,62 °С; 1324,24 °С; 1738,34 °С; 2474,69 °С, рег. №2.1.ZZB.0406.2021.

5.2 Разработка, создание и исследование государственного вторичного эталона (эталона-копии) единицы температуры в диапазоне значений от 961,78 °С до 3200 °С

В 2022 году разработан государственный вторичный эталон (ГВЭТ) обеспечивающий воспроизведение, хранение и передачу единицы температуры в диапазоне от 961,78 °С до 3200 °С рабочим разрядным эталонам и высокоточным СИ методом прямых измерений и сличением с компаратором.

В основной состав, ГВЭТ вошли излучатели на основе реперных точек (Ag, Cu, Co-C, Re-C и δMoC-C) и компаратор.

Компаратор состоит из стационарного комплекта - фотоэлектрический компаратор яркостей и транспортируемого - пирометра TS-VN.

Также, в основной состав эталона входят температурные лампы, различных типов.

В вспомогательное оборудование входят несколько типов стабилизированных источников питания, а также высокотемпературная модель черного тела ВВ3500 - предназначенная для реализации заданного температурного режима.

В соответствии с требованиями постановления Правительства Российской Федерации от 21 октября 2019 г. №1355 «О внесении изменений в Положение об эталонах единиц величин, используемых в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений» [86] и во исполнении приказа от 11.02.2020 № 456 [87] разработан комплект документов для регистрации и включения в реестр эталонов - включающий в себя:

Паспорт эталона № 2412-0249;

Прс 2.1.ZZB.0430.2022 «Государственный вторичный эталон (эталон-копия) единицы температуры в диапазоне значений от 961,78 °С до 3200 °С. Правила содержания и применения»;

МПА 2412-039-2021 «Государственный вторичный эталон (эталон-копия) единицы температуры в диапазоне значений от 961,78 °С до 3200 °С. Методика аттестации»;

МА 2412-039-2022 «Государственный вторичный эталон (эталон-копия) единицы температуры в диапазоне значений от 961,78 °С до 3200 °С. Методика периодической аттестации»;

Приказом Росстандарта № 2931 от 21.11.2022 утвержден государственный вторичный эталон (эталон-копия) единицы температуры в диапазоне значений от 961,78 °С до 3200 °С, рег. №2.1.ZZB.0430.2022 [88].

5.3 Выводы к главе 5

1. Впервые созданные государственные вторичные эталоны единицы температуры обеспечивают передачу единицы от ГПЭ в соответствии с требованиями государственной поверочной схемы.

2. Созданные ГВЭТ в области радиационной термометрии позволяют обеспечить:

- расширение диапазона до 3200 °С и повышение точности передачи единицы температуры;

- передачу единицы температуры, воспроизводимой в соответствии с ее новым определением;

- метрологическое обеспечение стационарных и транспортируемых средств измерений и разрядных рабочих эталонов.

6 Заключение

Выполненная работа посвящена метрологическому обеспечению радиационной термометрии на основе нового определения единицы температуры в диапазоне выше 961,78 °С.

Основные результаты теоритических и экспериментальных работ:

1. Проведен комплексный анализ состояния метрологического обеспечения радиационной термометрии в диапазоне от 961,78 °С до 3200 °С, включающий в себя:

- анализ современных требований науки и промышленности к диапазону и точности измерений температуры неконтактными методами и соответствия существующего парка неконтактных средств измерений современным и перспективным требованиям науки и промышленности выявил растущие требования, предъявляемые к диапазону измеряемых температур и к точности указанных средств измерений температуры.

- анализ современного состояния МО измерений температуры неконтактными методами и перспективы его совершенствования, в том числе с учетом нового определения кельвина, удовлетворяющие по метрологическим характеристикам современным и перспективным требованиям науки и промышленности определил основные направления совершенствования методов и средств передачи единицы температуры, в качестве которых выступают излучатели с фиксированной температурой фазовых переходов эвтектических сплавов металл-углерод и интерполяционный прибор.

2. Выполнена разработка и проведено совершенствование методов и средств передачи единицы температуры на основе ВТРТ и интерполяционного прибора, что позволило обеспечить передачу единицы температуры, воспроизводимой в соответствии с ее новым определением и расширить диапазон передачи единицы температуры, вплоть до 3200 °С. В рамках решения поставленной задачи разработан метод заполнения ампулы ВТРТ, который позволил устранить неоднородность при ее заполнении рабочим веществом и появление каверн в слитке, которые приводят к

ухудшению формы кривой фазового перехода, к снижению номинального воспроизводимого значения температуры и не воспроизводимости ВТРТ и составляющей погрешности, обусловленной загрязнением рабочего вещества при заполнении ампулы. Реализована физико-математическая модель процесса преобразования входного сигнала в программно-аппаратном комплексе пирометра по реализации алгоритма обработки выходного сигнала, позволяющего реализовать интерполяцию и экстраполяцию градуировочной характеристики с учетом спектрального диапазона пирометра, что позволило обеспечить передачу единицы на месте эксплуатации рабочих эталонов 0-го разряда единицы температуры.

3. Проведены экспериментальные исследования метрологических характеристик разработанных средств, включая оценку составляющих погрешности. Результаты исследований показали, что погрешность передачи единицы температуры при применении ВТРТ снижена в 1,5-3 раза по сравнению с используемыми классическими средствами передачи на текущий момент.

4. Созданы и исследованы вторичные эталоны единицы температуры в соответствии с новым определением кельвина на основе разработанных средств передачи температуры. Утвержденные государственные вторичные эталоны в соответствии с требованиями приказа Минпромторга от 11.02.2020 № 456, обеспечивают передачу единицы температуры от ГПЭ единицы температуры в диапазоне от 961,78 °С до 3200 °С.

Сделаны предложения по схеме передачи единицы температуры от ГПЭ средства измерения, которые вошли в новую ГПС для средств измерений температуры.

Таким образом, при выполнении диссертационной работы, создана основа для обеспечения единства измерений в области радиационной термометрии на основе нового определения кельвина выше 961,78 °С и удовлетворения перспективных требований науки и промышленности в метрологическом обеспечении средств измерений радиационной термометрии.

7 Список используемых источников

1. Сильд Ю.А. Метрологическое обеспечение рабочих средств измерений температуры в радиационной термометрии/ Сильд Ю.А.// - Текст : непосредственный// Приборы. - 2002 - № 3. - С. 70-72.

2. Сильд Ю.А. Реализация высокотемпературной реперной точки на основе эвтектического сплава "Pt-C"/ Сильд Ю.А., Матвеев М.С., Походун А.И. - Текст : непосредственный// Приборы. - 2007 - № 7. - С. 53-59.

3. Никоненко В.А. Метрологическое обеспечение в радиационной термометрии: проблемы и их решения/ Никоненко В.А., Походун А.И., Матвеев М.С., Сильд Ю.А., Неделько А.Ю. - Текст : непосредственный// Приборы. - 2008 - № 10. - С. 12-26.

4. Фуксов В.М. Исследование государственного первичного эталона единицы температуры в диапазоне выше 961,78°C с целью улучшения его метрологических характеристик : автореферат диссертации кандидата технических наук : 05.11.01 / Фуксов Виктор Маркович; [Место защиты: Всерос. науч.-исслед. ин-т метрологии им. Д.И. Менделеева]. - Санкт-Петербург, 2011. - 23 с.- Текст : непосредственный

5. Прогноз потребностей экономики и общества в измерениях на 2020 – 2025 годы [Электронный ресурс] // Мониторинг и прогнозирование состояние системы ОЕИ // Информационный портал ФГБУ ВНИИМС //URL: <https://www.vniims.ru/upload/docs/New%20Folder/%D0%9F%D1%80%D0%BE%D0%B3%D0%BD%D0%BE%D0%B7%20%D0%BF%D0%BE%D1%82%D1%80%D0%B5%D0%B1%D0%BD%D0%BE%D1%81%D1%82%D0%B5%D0%B9%20%D0%B2%20%D0%B8%D0%B7%D0%BC%D0%B5%D1%80%D0%B5%D0%BD%D0%B8%D1%8F%D1%85.pdf> (дата обращения: 07.07.2022).

6. Сильд Ю.А. Исследование нового излучателя ВНИИМ для метрологического обеспечения радиационной термометрии/ Сильд Ю.А., Матвеев М.С., Походун А.И., Визулайнен Е.В. - Текст : непосредственный// Приборы. - 2008 - № 10. - С. 46-52.

7. Олейник Б.Н. Приборы и методы температурных измерений: Учебное пособие для учащихся средних специальных учебных заведений по специальности «Электротеплотехнические измерения»/ Олейник Б.Н., Лаздина С.И. и др. - Текст : непосредственный //М: Изд-во стандартов. - 1987. -296 с., с илл.

8. ASTM E2758. Standard Guide for Selection and Use of Wideband, Low Temperature Infrared Thermometers //2010// URL: <https://www.astm.org/catalogsearch/result/?q=E2758> (дата обращения: 05.08.2018)

9. ASTM E2758-22. Standard Guide for Selection and Use of Infrared Thermometers// 2022// URL: <https://www.astm.org/catalogsearch/result/?q=E2758> (дата обращения: 11.11.2022)

10. Сильд Ю.А. Разработка и исследование низкотемпературного излучателя на основе тепловой трубы/ Сильд Ю.А., Визулайнен Е.В., Походун А.И. - Текст : непосредственный// Приборы. - 2007. - №12.- С. 26-30

11. ГОСТ 8.558-2009. Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений температуры. - Текст : непосредственный // М: ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ». -2012.

12. Государственная поверочная схема для средств измерения температуры// Приказ Росстандарта от 23.12.2022 №3253// 2022 //URL: <https://www.gost.ru/portal/gost/home/activity/documents/orders#/order/394724> (дата обращения: 09.01.2023)

13. J. Fischer. Preparative Steps Towards the New Definition of the Kelvin in Terms of the Boltzmann Constant/ 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// Springer Science+Business Media, LLC 2007. - 2007. - Текст : непосредственный

14. D. C. Ripple. The Roles of the *Mise en Pratique* for the Definition of the Kelvin/D. C. Ripple, R. Davis, B. Fellmuth, J. Fischer, G. Machin, T. Quinn, P.

Steur, O. Tamura, D. R. White// International Journal of Thermophysics. - 2010. - V.31. - P. 1975-1808. - Текст : непосредственный.

15. G. Machin. Practical implementation of the mise en pratique for the definition of the kelvin above the silver point/ G. Machin, P. Bloembergen, K. Anhalt, J. Hartmann, M. Sadli, P. Saunders, E. Woolliams, E. Yamada, H. Yoon// International Journal of Thermophysics. - 2010. - V.31. - P. 1779-1788. - Текст : непосредственный.

16. J. Hartmann. Absolute radiometry for the MeP: the irradiance measurement method/ J. Hartmann, K. Anhalt, D.R Taubert, J. Hollandt// International Journal of Thermophysics. -2011. - V.32. - P. 1707-1718. - Текст : непосредственный.

17. E. R. Woolliams. Primary radiometry for the mise-en-pratique for the definition of the kelvin: the hybrid method/ E. R. Woolliams, M. R. Dury, T. A. Burnitt, P. E. R. Alexander, R. Winkler, W. S. Hartree, S. G. R. Salim, G. Machin// International Journal of Thermophysics. - 2011. - V.32. - P. 1-11. - Текст : непосредственный.

18. H. W. Yoon. Thermodynamic radiation thermometry using radiometers calibrated for radiance responsivity/ H. W. Yoon, C. E. Gibson, G. P. Eppeldauer, A. W. Smith, S. W. Brown & K. R. Lykke// International Journal of Thermophysics. - 2011. - V.32. - P. 2217-2229. - Текст : непосредственный.

19. A. Prokhorov. Alternative Methods of Blackbody Thermodynamic Temperature Measurement Above Silver Point/ A. Prokhorov, V. Sapritsky, B. Khlevnoy and V. Gavrilov // International Journal of Thermophysics. - 2015. - V. 36. - P. 252–266.

20. Mise en pratique for the definition of the kelvin (2019)// SI Brochure – Appendix 2// Practical realization of the definition of some important units// BIPM// URL: <https://www.bipm.org/en/publications/mises-en-pratique> (дата обращения: 17.04.2020)

21. Патент № RU 2718727 C1 Российская Федерация. МПК G01J 5/54 (2006.01). Устройство для измерения яркостной температуры : 2019133112 :

заявл. 16.10.2019 : опубл. 14.04.2020 / Ходунков В.П., Походун А. И., Сильд Ю.А., Фуксов В.М. : заявитель ФГУП "ВНИИМ им. Д.И. Менделеева". — 3 с.: ил. — Текст : непосредственный

22. Походун А.И. Переопределение кельвина и его последствия в практике измерений температуры/ Походун А.И, Осадчий С.М. - Текст : непосредственный// Законодательная и прикладная метрология.-2019.- № 3. - С 3-7.

23. Matveyev M.S. Experience of construction and study of Pt-C eutectic in VNIIM and cooperation with LNE-INM/ Matveyev M.S., Sild Yu.A., Pokhodun A.I., Sadli M., Bourson F.// International Journal of Thermophysics.- 2009. - V. 30. - Issue 1. - P. 47-58. - Текст : непосредственный.

24. Походун А.И. Государственный первичный эталон единицы температуры в диапазоне 0 - 3200 °С ГЭТ 34-2020: практическая реализация нового определения кельвина/ Походун А.И., Фуксов В.М., Сильд Ю.А., Мазанов М.А., Матвеев М.С. - Текст : непосредственный// Измерительная техника. - 2021. - № 7. - С. 13-21

25. Киренков И.И. Метрологические основы оптической пирометрии/ Киренков И.И. - Текст : непосредственный// М: Изд-во стандартов. - 1976. -140 с., с илл.

26. Гордов А. Н. Основы пирометрии/ Гордов А. Н. - Текст : непосредственный// М: Металлургия. - 1971. - 445 с. , с илл.

27. Prokhorov A. Effective emissivities of isothermal blackbody cavities calculated by the Monte Carlo method using the three-component BRDF Model/ Prokhorov A. // Appl. Opt. - 2012. - V. 51. - P 2322–2332. - Текст : непосредственный.

28. Preston-Thomas H. The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90)/ Preston-Thomas H.// Metrologia. -1990. -V. 27. - P 3–10, <https://doi.org/10.1088/0026-1394/27/1/002>. - Текст : непосредственный.

29. Федеральный закон от 26.06.2008 N 102-ФЗ, от 26.06.2008 (ред. от 11.06.2021) «Об обеспечении единства измерений» (с изм. и доп., вступ. в

силу с 29.12.2021)// КонсультантПлюс : справ. правовая система// URL: http://www.consultant.ru/document/cons_doc_LAW_77904 (дата обращения: 15.01.2022)

29. Битюков В. К. Метрологическое обеспечение отечественной пирометрии/ Битюков В. К., Горбунов Р. А., Марьин С. В., Симачков Д. С., Фрунзе А. В. - Текст : непосредственный// Учебный эксперимент в образовании. - 2018. -№1. - С. 53-76.

30. The International System of Units (SI) // BIPM// URL: <https://www.bipm.org/en/publications/si-brochure/> (дата обращения: 17.04.2020)

31. Yamada Y. Radiometric observation of melting and freezing plateaus for a series of metal-carbon eutectic points in the range 1330 °C to 1950 °C/ Yamada Y., Sakate H., Sakuma F. and Ono A// Metrologia.- 1999.- V. 36. - P. 207-209. - Текст : непосредственный.

32. Yamada Y. High-temperature fixed points in the range 1150 °C to 2500 °C using metal-carbon eutectics/ Yamada Y., Sakate H., Sakuma F., Ono A.// Metrologia. - 2001.- V 38. -P. 213-221. Текст : непосредственный.

33. Yamada Y Realizing fixed points above the copper point up to 2500 °C using metal-graphite eutectics/ Yamada Y., Sasajima N., Sakuma F., Ono A// Proceedings TEMPMEKO 2001, edited by Fellmuth B., Siedel J. and Scholz G. - Berlin.- 2002. - P. 19-26. - Текст : непосредственный.

34. Yamada Y. On the properties of hyper-eutectic metal-carbon fixed points/ Yamada Y., Bloembergen P.// AIST BULLETIN of metrology. - 2006. - V.5. -P. 157-162/ Текст : непосредственный.

35. R.P. Madden. A method of realizing spectral-radiance and irradiance scales based on comparison of synchrotron and high-temperature black-body radiation/ R.P. Madden, T.R. O'Brian, A.C. Parr, R.D. Saunders, V.I. Sapritsky// Metrologia. - 1995/96.- V. 32. -P 425-429. - Текст : непосредственный.

36. Хлевной Б. Б. Разработка параметрического ряда эталонных графитовых высокотемпературных черных тел и исследования их метрологических характеристик : диссертация ... кандидата технических наук

: 05.11.15. - Москва, 2000. - 122 с.

37. Lowe D.H. The equilibrium liquidus temperatures of rhenium-carbon, platinum-carbon and cobalt-carbon eutectic alloys/ Lowe D.H., et al. // Metrologia. - 2017. -V. 54. - P 390–398. - Текст : непосредственный.

38. Woolliams E. Thermodynamic temperature assignment to the point of inflection of the melting curve of high temperature fixed points/ Woolliams E., et al.// Phil. Trans R.Soc. A. - 2016. - V.374. // URL: <http://dx.doi.org/10.1098/rsta.2015.0044> (дата обращения 11.03.2020)

39. Machin G. MeP-K relative primary radiometric thermometry (Edition 2017)/ Machin G., et al. // ResearchGate// URL: https://www.researchgate.net/publication/338407144_mep-k_relative_primary_radiometric_thermometry_edition_2017 (дата обращения 17.03.2020)

40. Dong W. Investigation of the furnace effect in cobalt-carbon high-temperature fixed-point cells// Dong W., Lowe D., Machin G., Bloembergen P., Wang T., Lu X.// Measurement.-2017.-V.106. -P. 88-94 - Текст : непосредственный.

41. Sadli M. Comparison of pyrometric Co-C and Re-C eutectic-point cells between VNIIM and LNE-CNAM/ Sadli M., Bourson F., Matveyev M., Fuksov V., Sild Y.A., Pokhodun A.I. //International Journal of Thermophysics. - 2011. - V. 32. - Issue 11-12. -P. 2657-2670. - Текст : непосредственный.

42. Хлевной Б.Б. Сравнительные исследования ампул реперной точки плавления эвтектики кобальт-углерод, созданных во ВНИИМ и ВНИИОФИ/ Хлевной Б.Б., Сильд Ю.А., Матвеев М.С., Григорьева И.А., Фуксов В.М. - Текст : непосредственный// Измерительная техника. - 2013. - № 1. - С. 49-53.

43. Сильд Ю.А. Совместное исследование реперной точки на основе эвтектики Со-С, выполненные во ВНИИМ и ФГБУ «ГНМЦ» Минобороны России/ Сильд Ю.А., Шарганов К.А. - Текст : непосредственный // Материалы XLII научно-технической конференции молодых ученых-военных метрологов. Актуальные задачи военной метрологии. Сборник КМУ-2017.- г. Мытищи.- 2017. - С.113-115.

44. Сильд Ю.А. Метрологическое обеспечение радиационной термометрии на основе нового определения единицы температуры/ Сильд Ю.А. - Текст : непосредственный// Материалы всероссийской научно-практической конференции «Метрологическое обеспечение промышленности - 2018». Сборник тезисов к докладам. ФГУП «ВНИИМС». - 2018. - г. Москва. - УДК: 006.90.01.13. - ISBN 978-5-6040190-2-3.

45. Шарганов К.А. Метод воспроизведения, хранения и передачи единицы температуры неконтактным способом/ Шарганов К.А., Сильд Ю.А., Визулайнен Е.В. - Текст : непосредственный// Вестник метролога - 2017. - ВМ 2/2017. - г. Мытищи - С. 19-22.

46. Шарганов К.А. Состояние и направления развития вторичного эталона единиц энергетической яркости и температуры по инфракрасному излучению/ Шарганов К.А., Шкуркин А.П., Сильд Ю.А., Визулайнен Е.В. - Текст : непосредственный// Измерительная техника. - 2014. - № 11. - С. 34-36.

47. Описание типа «Излучатели в виде модели абсолютно черного тела АЧТ-30/900/2500» // Номер в госреестре 38818-08//ФГИС «Аршин»// URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/348657> (дата обращения 15.02.2019).

48. Ogarev S.A. High-temperature blackbody models for use in photometry, radiometry, and radiation thermometry/ Khlevnoi B.B., Samoilov M.L., Otryaskin D.A., Grigor'eva I.A., Solodilov M.V., Sapritskii V.I// Measurement Techniques. - 2016. - V. 58. - Issue 11. -P. 1255-1260.- Текст : непосредственный.

49. Бочвар А. А. Исследование механизма и кинетики кристаллизации сплавов эвтектического типа/ Бочвар А. А . - Текст : непосредственный//, Ленинград : Онти. Глав. ред. лит-ры по цветной металлургии (Л. : тип. им. Бухарина). - 1935. -82 с., с илл.

50. Okamoto H. Phase diagrams for binary allows/ Okamoto H.// ASM International, Second ed. - 2010. P. 181. - Текст : непосредственный.

51. Липин А. Б. Фазовые диаграммы: учеб. пособие» // Липин А. Б., Липин В. А. - Текст : непосредственный // СПб.: СПбГТУРП. - 2015. - 106 с.

52. Yamada Y. Evaluation and Selection of High-Temperature Fixed-Point Cells for Thermodynamic Temperature Assignment/ Yamada Y., Anhalt K., Battuello M., Bloembergen P., Khlevnoy B., Machin G., Matveyev M., Sadli M., Todd A. and Wang T.// Int. J. Thermophys. - 2015. - V.36. -P. 1834-1847. - Текст : непосредственный.

53. Machin G. M(C)–C eutectic research plan – the next steps/ Machin G., Yamada Y., and Bloembergen P.// URL: www.bipm.org/wg/CCT/CCTWG5/Allowed/Miscellaneous/CCT-WG5-docs-01.pdf (дата обращения 17.07.2015).

54. Bloembergen, P. Realising the high-temperature part of a future ITS with the aid of eutectic metal-carbon fixed points/ Bloembergen, P., Yamada, Y., Yamamoto, N., Hatrmann, J.// In: Temperature its measurement and control in science and industry. - 2003. - V. 7 part 1. -P. 291-296. - Текст : непосредственный.

55. Sakuma F. Establishing a practical temperature standard by using a narrow-band radiation thermometer with a silicon detector/ Sakuma F., Hattori S.// In Schooley, J. F. (ed.). Temperature: Its Measurement and Control in Science and Industry. - 1983. - V. 5. - P. 421–427. - Текст : непосредственный.

56. Sakuma F, Kobayashi M., «Interpolation equations of scales of radiation thermometers»/ Sakuma F, Kobayashi M.// Proceedings of TEMPMEKO 1996. - 1996. - P. 305–310. - Текст : непосредственный.

57. Saunders P. Interpolation errors for radiation thermometry/ Saunders P., White D. R. // Metrologia. - 2004. V. 41. - P. 41–46. - Текст : непосредственный.

58. Saunders P. Physical basis of interpolation equations for radiation thermometry/ Saunders P., White D. R. // Metrologia. -2003. -V.40. - P. 195–203- Текст : непосредственный.

59. Гилл Ф. Практическая оптимизация. / Гилл Ф., Мюррей У., Райт М.//М.: Мир. -1985. - 509 с.

60. Матвеев М.С. Фотоэлектрический спектрокомпаратор нового поколения для прецизионных измерений в области радиационной

термометрии/ Матвеев М.С., Походун А. И., Сильд Ю.А., Фуксов В.М., Цорин В.Г., [Никитин Ю.В.] - Текст : непосредственный// Приборы. - 2008 - № 10. - С. 30-38.

61. Описание типа «Пирометры прецизионные ПД-4» // Номер в госреестре 29468-05/ /ФГИС «Аршин»// URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/4/items/336795> (дата обращения 15.02.2019).

62. Samoylov M. L. High Accuracy Radiation TSP-type Thermometers for Radiometric Scale Realization in the Temperature Range from 600 to 3200 °C/ Samoylov M. L., Ogarev S. A., Khlevnoy B. B., Khromchenko V. B., Mekhontsev S. N., and Sapritsky V. I.// AIP Conference Proceedings. - 2003. - P.583-588

63. Yu. A. Sild The Reference monochromatic thermometer for the HTFPs investigation/ Yu. A. Sild, A. I. Pokhodun, M. S. Matveyev, E. V. Vizulainen, O. V. Verhovskaya, V. M. Fuksov, A. A. Polepishin, S. A. Byriakov// Abstracts XIII International Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science. ТЕММЕКО 2016.- 2016. - P. 116-117.- ISBN: 978-83-939559-7-8. - Текст : непосредственный.

64. Khlevnoy B.B. New Method of Filling of High-Temperature Fixed-Point Cells Based on Metal-Carbon Eutectics/ Peritectics/ Khlevnoy B.B., Grigoryeva I.A., Ibragimov N.A.// Int. J. Thermophys.- 2011. - V. 32. P. 1763-1772. - Текст : непосредственный.

65. Сильд Ю.А. Методы заполнения ампул высокотемпературных реперных точек на основе эвтектических сплавов/ Сильд Ю.А. - Текст : непосредственный// Измерительная техника. - 2012. - № 8. - С. 57-59.

66. Khlevnoy B. New method of filling of HTFP cells/ Khlevnoy B., Grigoryeva I., and Ibragimov N.// High Temperature Fixed Points Solutions for Research and Industry (HTFP 2008): Int. Workshop, KRISS, Daejeon, Korea. - 2008. - P. 16. - Текст : непосредственный..

67. Bourson F. Development around the Co–C eutectic point at LNE-INM/Cnam/Bourson F. et al./ Acta Metrol. Sinica. - 2008. - V.29. - Issue 4A . -

Текст : непосредственный.

68. McEvoy H. Report on the thermal conductivity of graphite, produced for CCT WG5/ McEvoy H., Machin G// CCT WG5 Working document . - 2001. - P 11. - Текст : непосредственный.

69. J. Fischer CCT-WG5 on Radiation Thermometry, Uncertainty Budgets for Realisation of Scales by Radiation Thermometry/ J. Fischer, M. Battuello, M. Sadli, M. Ballico, S.N. Park, P. Saunders, Y. Zundong, B. Carol Johnson, E. van der Ham, W. Li, F. Sakuma, G. Machin, N. Fox, S. Ugur, M. Matveyev// CCT Working document CCT/03-03// BIPM, Sèvres Cedex - 2003. - Текст : непосредственный.

70. Fischer, J. Uncertainty Budgets for Realization of ITS-90 by Radiation Thermometry/ Fischer, J., Sadli, M., Ballico, M., Battuello, M., Park, S. N., Saunders, P., Zundong, Y., Johnson, B. C., van der Ham, E., Sakuma, F., Machin, G., Fox, N., Li, W., Ugar, S., Matveyev, M.// Temperature: Its Measurement and Control in Science and Industry.- 2003., V. 7. - P. 631 – 638. - Текст : непосредственный.

71. ГОСТ 8.558-2009. Материалы оптические. Методы измерений показателя преломления - Текст : непосредственный// М: ИПК Издательство Стандартов. - 2005

72. Prokhorov A. Effective emissivities of isothermal blackbody cavities calculated by the Monte Carlo method using the three-component BRDF Model/ Prokhorov A. // Appl. Opt.- 2012.- V. 51. P. 2322–2332. - Текст : непосредственный.

73. Sapritsky V.I. Calculation of the Effective Emissivities of Specular-Diffuse Cavities by the Monte Carlo Method/ Sapritsky V.I. and Prokhorov A.V// Metrologia. - 1992. - V. 29. - P. 9-14. - Текст : непосредственный.

74. Yikun Zhao. Comparative Study on Radiation Properties of Blackbody Cavity Model Based on Monte Carlo Method/ Yikun Zhao, Jinghui Wang, Guangwen Feng, Biaobing Cao// International Journal of Thermophysics. - 2020. -V. 41. - Issue 71. - Текст : непосредственный.

75. Bedford R.E. Emissivities of diffuse cavities : Isothermal and nonisothermal cones and cylinders: I./ Bedford R.E., Ma C.K.// JOSA. -1974. - V.64. - P. 339-349. - Текст : непосредственный.

76. Bedford R.E. Emissivities of diffuse cavities : Isothermal and nonisothermal cones and cylinders: II./ Bedford R.E., Ma C.K.// JOSA. -1975, -V. 65. - P. 565-572. - Текст : непосредственный.

77. Bedford R.E. Emissivities of diffuse cavities : Isothermal and nonisothermal cones and cylinders: III./ Bedford R.E., Ma C.K.// JOSA. -1976. -V. 66. - P. 724-730. - Текст : непосредственный.

78. Khlevnoy B.B. Realization of high-temperature reference point of the temperature scale for the phase transition of a $\delta\text{Mo-C}$ metal-carbon compound/ Khlevnoy B.B., Grigorieva I.A., Ivashin E.A., Ogarev S.A., Sapritsky V.I.// Measurement Techniques. - 2019. -V. 61. Issue 12. - P. 1159-1165. - Текст : непосредственный.

79. Matveyev M. New Method for Measure of a Size-of-Source-Effect in a Standard Radiation Thermometry/ Matveyev M. // Proc. of TEMPMEKO 2001, Berlin. - 2002. - P. 167-171. - Текст : непосредственный.

80. Sakuma F. Distance effect and Size-of-Source effect of radiation thermometers/ Sakuma F., Ma L., Yuan Z.// Proceedings of TEMPMEKO 2001, Berlin. - 2002. - P. 161-166. - Текст : непосредственный.

81. Pushnik I. System for the determination of the size-of-source effect of radiation thermometers with the direct reading of temperature/ Pushnik I., Grgic G. and Drnovsek J.// Meas. Sci. Technol. -2006. -V. 17. - P1330–1336. /- Текст : непосредственный

82. Bloembergen P. On the uncertainty in the correction for the size-of-source effect/ Bloembergen P.// Metrologia. - 2009. - V.46. -P. 544–553.

83. Yuan Z. The Size-of-Source Effect Correction under Eccentric Aiming»/ Yuan Z., Guo L.// AIP Conf. Proc. Temperature: Its Measurement and Control in Science and Industry. - 2013. - V.8. - Issue 1552. - P. 637 – 640. - Текст : непосредственный.

84. Liebmann F. Radiation Thermometer Size-of-Source Effect Testing Using Aperture/ Liebmann F., Kolat T.// AIP Conf. Proc. Temperature: Its Measurement and Control in Science and Industry. - 2013. - V.8. - Issue 1552. - P. 613 – 618. - Текст : непосредственный.

85. Официальный сайт компании Edmund Optics Inc.// URL:<https://www.edmundoptics.com/search/?criteria=65716&SearchPartNumbers=false&Tab=Products> (дата обращения: 21.09.2021).

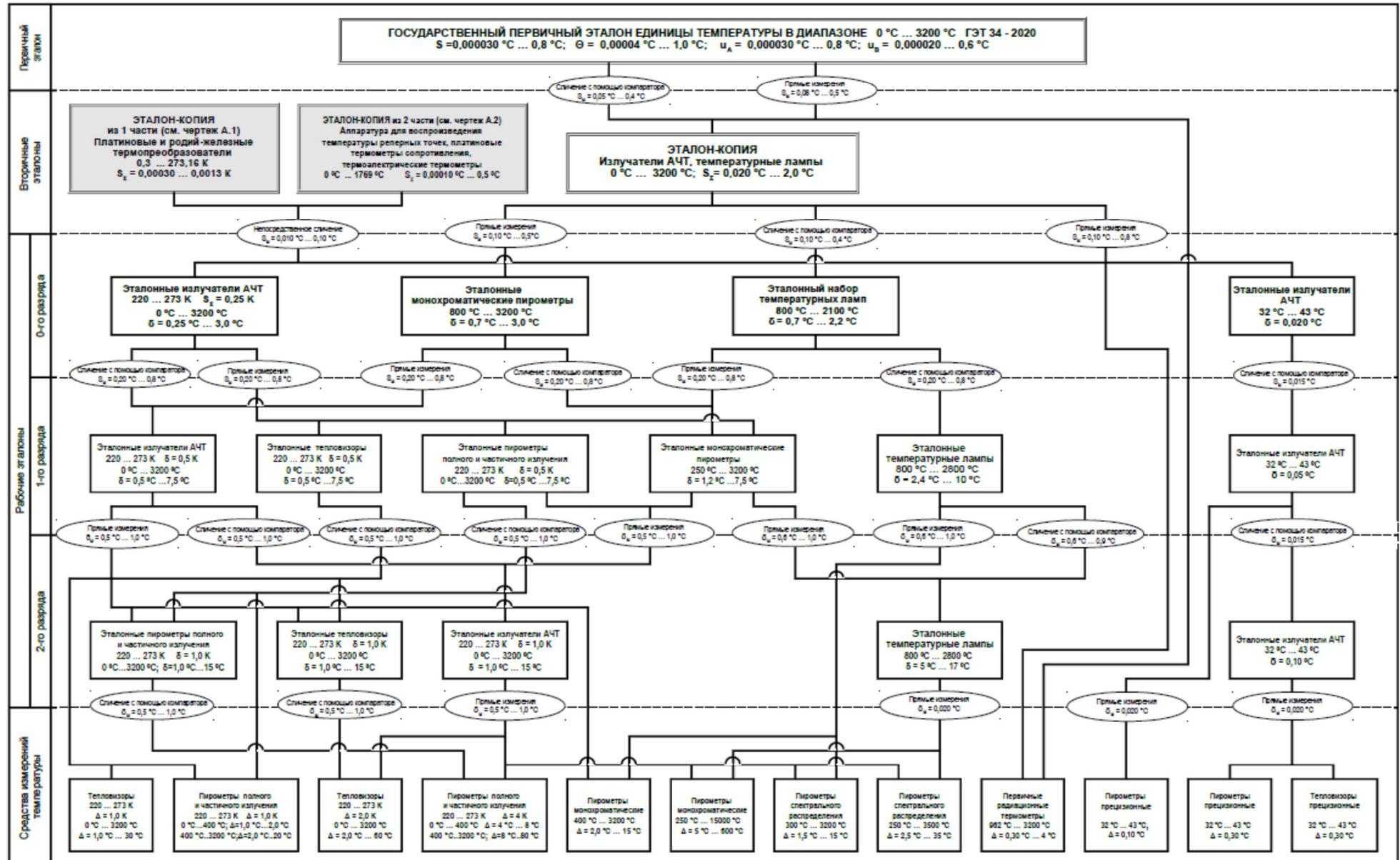
86. Постановление правительства РФ от 21 октября 2019 г. N 1355 «О внесении изменений в положение об эталонах единиц величин, используемых в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений)»// КонсультантПлюс : справ. правовая система// URL: <https://rulaws.ru/government/Postanovlenie-Pravitelstva-RF-ot-21.10.2019-N-1355/> (дата обращения: 17.10.2021).

87. Приказ Минпромторга России от 11.02.2020 N 456 "Об утверждении требований к содержанию и построению государственных поверочных схем и локальных поверочных схем, в том числе к их разработке, утверждению и изменению, требований к оформлению материалов первичной аттестации и периодической аттестации эталонов единиц величин, используемых в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, формы свидетельства об аттестации эталона единицы величины, требований к оформлению правил содержания и применения эталона единицы величины, формы извещения о непригодности эталона единицы величины к его применению" (Зарегистрировано в Минюсте России 24.08.2020 N 59419)// КонсультантПлюс : справ. правовая система// URL: http://www.consultant.ru/document/cons_doc_LAW_360581/ (дата обращения: 17.10.2021).

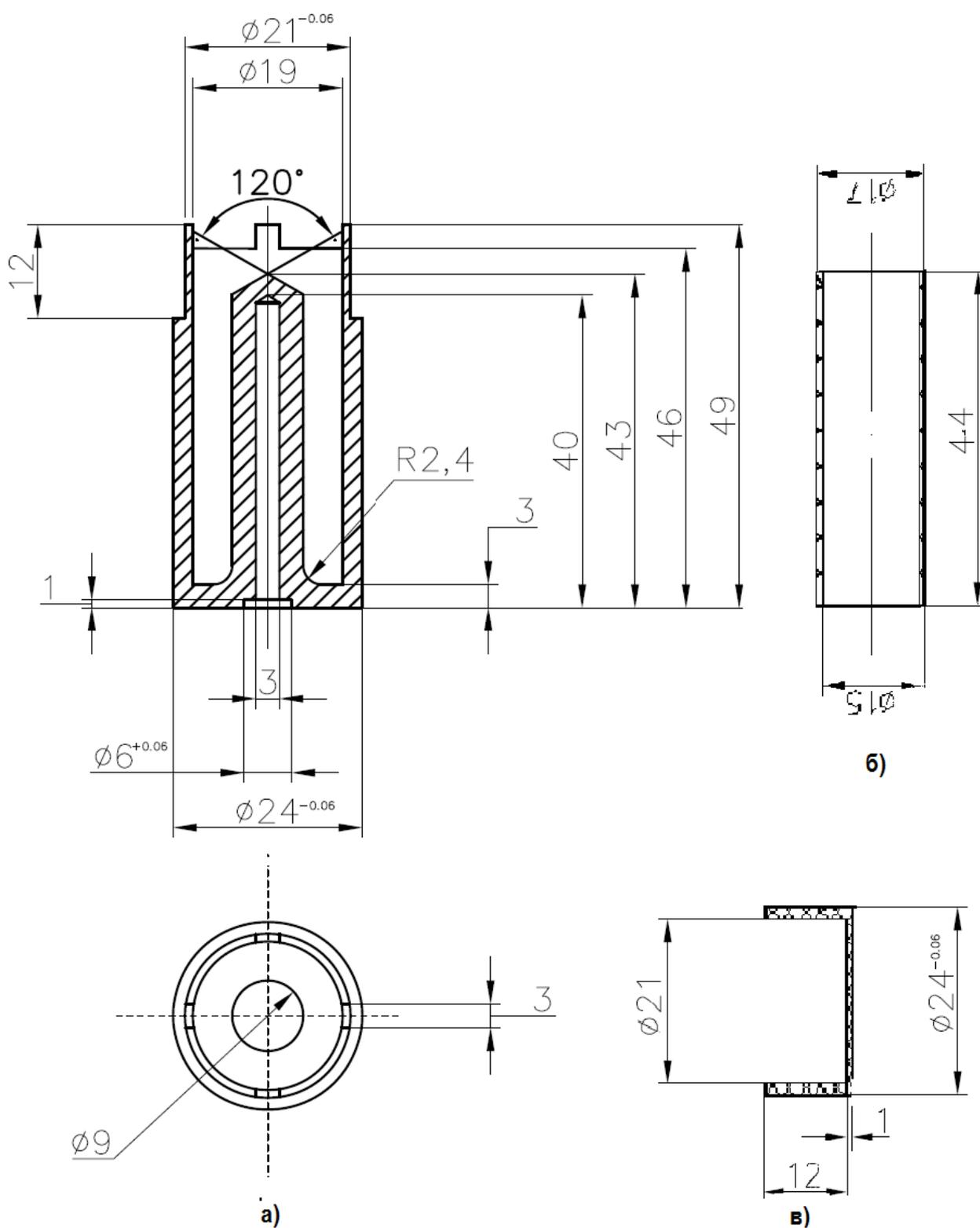
88. Сильд Ю.А. Обеспечение единства измерений в области радиационной термометрии на основе нового определения единицы температуры/ Сильд Ю.А.// - Текст : непосредственный// Эталоны. Стандартные образцы. - 2023 - № 19., Т.4 - С. 7-15.

Приложение А. Графическое изображение ч.3 ГПС для средств измерений температуры

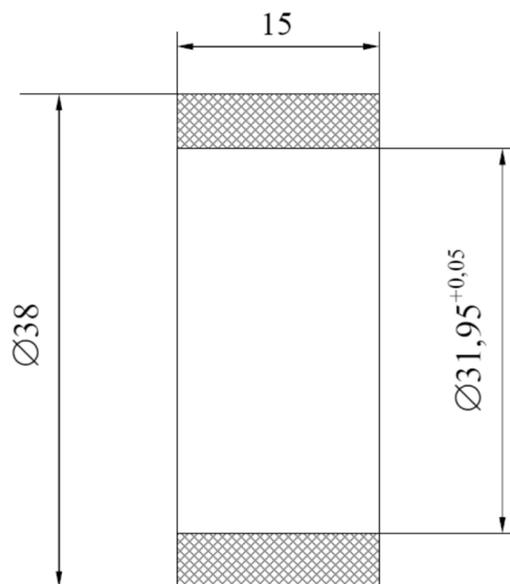
Государственная поверочная схема для неконтактных (радиационных) термометров



Приложение Б. Эскиз конструкции ампулы реперной точки

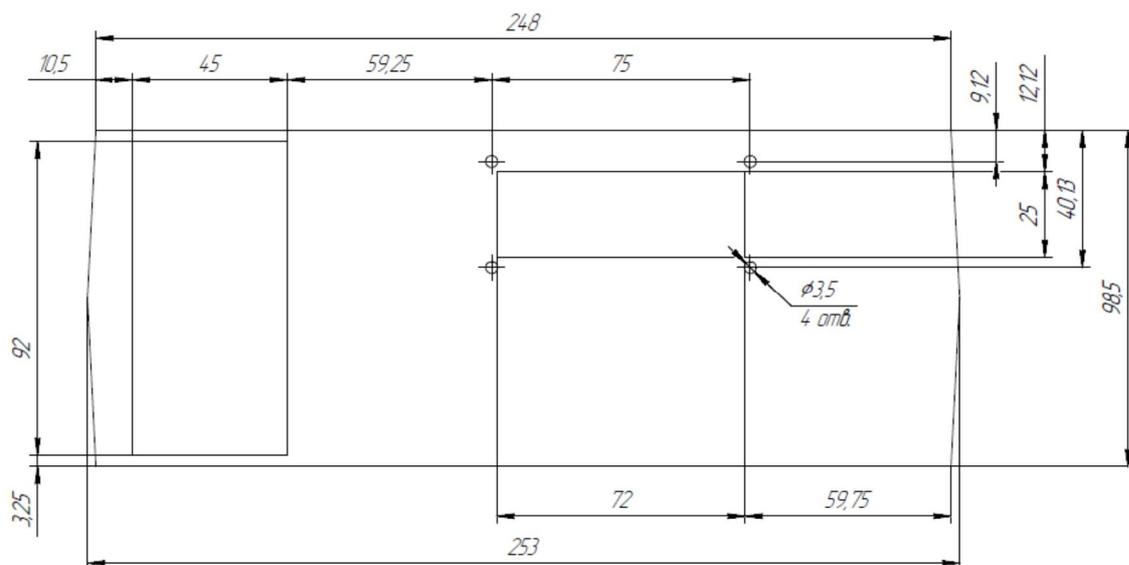


а) Тигель; б) Вкладыш; в) Крышка

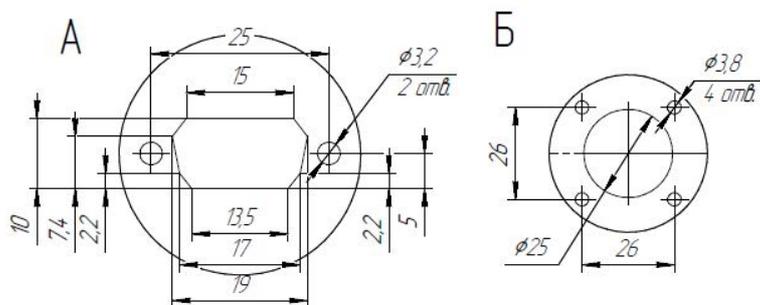
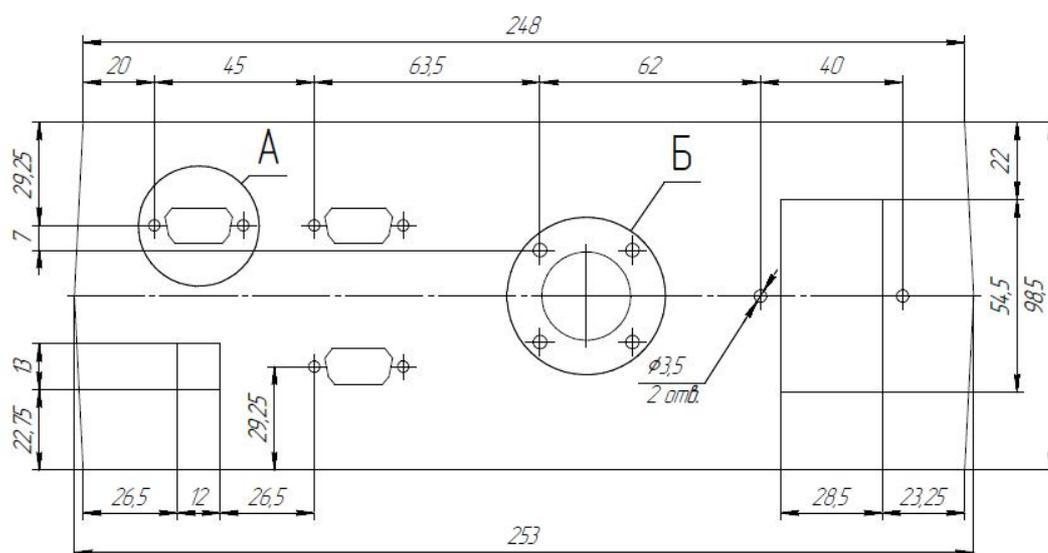


Эскиз кольца

Приложение Г Эскизы панелей корпуса блока электроники пирометра



Эскиз передней панели



Эскиз задней панели

Приложение Д Определение погрешности передачи единицы температуры компараторами

Исследование погрешности передачи при температуре затвердевания реперной точки серебра

| Время, с. | Выходной сигнал, °С | |
|-----------|---------------------------------------|----------------|
| | Фотоэлектрический компаратор яркостей | Пирометр TS-VN |
| 1 | 2 | 3 |
| 0 | 961,75 | 961,71 |
| 2 | 961,77 | 961,89 |
| 4 | 961,86 | 961,99 |
| 6 | 961,93 | 961,88 |
| 8 | 961,87 | 961,63 |
| 10 | 961,67 | 961,65 |
| 12 | 961,88 | 961,94 |
| 14 | 961,92 | 961,79 |
| 16 | 961,82 | 961,88 |
| 18 | 961,84 | 961,82 |
| 20 | 961,95 | 961,64 |
| 22 | 961,78 | 961,71 |
| 24 | 961,62 | 961,65 |
| 26 | 961,79 | 961,75 |
| 28 | 961,73 | 961,93 |
| 30 | 961,75 | 961,78 |
| 32 | 961,74 | 961,72 |
| 34 | 961,82 | 961,79 |
| 36 | 961,73 | 961,89 |
| 38 | 961,81 | 961,95 |
| 40 | 961,89 | 961,69 |
| 42 | 961,78 | 961,55 |
| 44 | 961,81 | 961,82 |
| 46 | 961,95 | 961,68 |
| 48 | 962,04 | 961,78 |
| 50 | 961,95 | 961,71 |
| 52 | 961,83 | 961,78 |
| 54 | 961,74 | 961,82 |
| 56 | 961,67 | 961,83 |
| 58 | 961,78 | 961,77 |
| 60 | 961,73 | 961,82 |

Среднее значение выходного сигнала, °С:

- фотоэлектрического компаратора яркостей

961,78

- пирометра TS-VN

961,81

Шум, °С:

- фотоэлектрического компаратора яркостей составил 0,107

- пирометра TS-VN составил 0,095

Исследование погрешности передачи при температуре 3200 °С

| Время, с. | Выходной сигнал, °С | |
|-----------|---------------------------------------|----------------|
| | Фотоэлектрический компаратор яркостей | Пирометр TS-VN |
| 0 | 3199,67 | 3200,49 |
| 2 | 3200,12 | 3200,74 |
| 4 | 3200,28 | 3200,52 |
| 6 | 3200,36 | 3200,23 |
| 8 | 3200,09 | 3200,69 |
| 10 | 3200,23 | 3200,45 |
| 12 | 3200,15 | 3200,57 |
| 14 | 3199,95 | 3200,56 |
| 16 | 3199,89 | 3200,59 |
| 18 | 3200,03 | 3200,58 |
| 20 | 3200,12 | 3200,55 |
| 22 | 3200,09 | 3200,23 |
| 24 | 3200,02 | 3200,55 |
| 26 | 3200,19 | 3200,58 |
| 28 | 3200,15 | 3200,88 |
| 30 | 3200,09 | 3200,54 |
| 32 | 3199,89 | 3200,38 |
| 34 | 3200,25 | 3200,19 |
| 36 | 3199,88 | 3200,57 |
| 38 | 3199,95 | 3200,79 |
| 40 | 3200,02 | 3200,85 |
| 42 | 3200,18 | 3200,89 |
| 44 | 3200,33 | 3200,61 |
| 46 | 3200,09 | 3200,91 |
| 48 | 3200,11 | 3200,61 |
| 50 | 3200,25 | 3200,59 |
| 52 | 3200,19 | 3200,47 |
| 54 | 3200,06 | 3200,28 |
| 56 | 3199,95 | 3200,48 |
| 58 | 3199,91 | 3200,18 |
| 60 | 3200,04 | 3200,61 |

Среднее значение выходного сигнала, °С:

- фотоэлектрического компаратора яркостей 3200,08

- пирометра TS-VN 3200,55

Шум:, °С:

- фотоэлектрического компаратора яркостей составил 0,151
- пирометра TS-VN составил 0,198

Результаты измерения выходного сигнала компаратора при температурах 962 °С и 967 °С

Результаты измерений выходного сигнала при температуре излучателя 962 °С

| Время, с. | Выходной сигнал, °С | |
|-----------|---------------------------------------|----------------|
| | Фотоэлектрический компаратор яркостей | Пирометр TS-VN |
| 0 | 961,95 | 961,88 |
| 2 | 962,11 | 961,78 |
| 4 | 962,11 | 961,73 |
| 6 | 961,81 | 961,77 |
| 8 | 961,79 | 961,79 |
| 10 | 962,13 | 961,72 |
| 12 | 961,96 | 961,93 |

Среднее значение выходного сигнала, °С:

- фотоэлектрического компаратора яркостей 961,80
- пирометра TS-VN 961,98

Результаты измерений выходного сигнала компаратора при изменении температуры источника на 5 °С

| Время, с. | Выходной сигнал, °С | |
|-----------|---------------------------------------|----------------|
| | Фотоэлектрический компаратор яркостей | Пирометр TS-VN |
| 0 | 967,05 | 967,11 |
| 2 | 967,11 | 967,22 |
| 4 | 967,18 | 967,25 |
| 6 | 967,04 | 967,29 |
| 8 | 966,93 | 967,09 |
| 10 | 966,99 | 967,02 |
| 12 | 967,07 | 967,28 |

Среднее значение выходного сигнала, °С:

- фотоэлектрического компаратора яркостей 967,05
- пирометра TS-VN 967,18

Чувствительность компаратора:

- фотоэлектрического компаратора яркостей 1,08
- пирометра TS-VN 1,01

Погрешность передачи единицы температуры (при температуре затвердевания серебра): для фотоэлектрического компаратора яркостей составила 0,094 °С и 0,099 °С для пирометра TS-VN.

Результаты измерения выходного сигнала компаратора при температурах 3195 °С и 3200 °С

Результаты измерений выходного сигнала при температуре излучателя 3195 °С

| Время, с. | Выходной сигнал, °С | |
|-----------|---------------------------------------|----------------|
| | Фотоэлектрический компаратор яркостей | Пирометр TS-VN |
| 0 | 3195,18 | 3194,89 |
| 2 | 3195,11 | 3195,23 |
| 4 | 3195,09 | 3195,31 |
| 6 | 3195,13 | 3194,99 |
| 8 | 3195,07 | 3194,78 |
| 10 | 3195,07 | 3195,01 |
| 12 | 3195,05 | 3195,21 |

Среднее значение выходного сигнала, °С:

- фотоэлектрического компаратора яркостей 3195,06
- пирометра TS-VN 3195,10

Результаты измерений выходного сигнала компаратора при изменении температуры источника на 5 °С

| Время, с. | Выходной сигнал, °С | |
|-----------|---------------------------------------|----------------|
| | Фотоэлектрический компаратор яркостей | Пирометр TS-VN |
| 0 | 3200,15 | 3200,51 |
| 2 | 3200,21 | 3200,44 |
| 4 | 3200,08 | 3200,12 |
| 6 | 3200,14 | 3199,95 |
| 8 | 3200,08 | 3200,21 |
| 10 | 3200,01 | 3200,47 |
| 12 | 3199,91 | 3200,63 |

Среднее значение выходного сигнала, °С:

- фотоэлектрического компаратора яркостей 3200,08
- пирометра TS-VN 3200,33

Чувствительность компаратора:

- фотоэлектрического компаратора яркостей 1,00
- пирометра TS-VN 1,06

Погрешность передачи единицы температуры (при температуре 3200 °С) для фотоэлектрического компаратора яркостей составила 0,151 °С и 0,187 °С для пирометра TS-VN