

ИССЛЕДОВАНИЕ НОВОГО ИЗЛУЧАТЕЛЯ ВНИИМ ДЛЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ РАДИАЦИОННОЙ ТЕРМОМЕТРИИ

Сильд Ю.А., Матвеев М.С., Походун А.И., Визулайнен Е.В.
Всероссийский научно-исследовательский институт им. Д.И. Менделеева
(ВНИИМ), Санкт-Петербург

1. Введение

В последнее время все большую роль в измерении температуры различных объектов занимают неконтактные средства измерения температуры различных типов, в том числе и высокотемпературные пирометры.

Начиная с 1999 г., наблюдается значительный рост точностных характеристик указанных приборов, применяющихся как рабочие средства измерения температуры (РСИ), и, на сегодняшний день, основная погрешность серийно выпускающихся пирометров находится в пределах от 0,25 до 2 %. К 2008 - 2009 году по различным оценкам, в частности – от производителей пирометров, погрешность серийных приборов может составить от 0,15 до 0,5 % [1]. Кроме того, резко возрос парк и сферы применения этих средств измерений.

Метрологическое обеспечение радиационной термометрии осуществляется в соответствии с Государственной поверочной схемой, которая устанавливает порядок передачи размера единицы температуры вторичным эталонам, образцовым и рабочим средствам измерений [2].

В радиационной термометрии, при температурах выше 700 – 800 °С, в качестве мер для хранения и передачи размера единицы температуры наиболее распространены температурные лампы, которые, как известно, при всех своих положительных качествах, обладают рядом недостатков, главными из которых являются низкий верхний предел температурного диапазона (не более 2100 °С) и селективность излучения по спектру, что при передаче размера единицы температуры приборам с селективной спектральной чувствительностью (каковыми являются большая часть серийно выпускаемых пирометров¹) приводит к необходимости введения корректирующих поправок, зависящих от свойств поверяемых объектов [3]. Это приводит к неоднозначности результатов измерений.

Указанных выше недостатков лишены излучатели с МЧТ, являющиеся наилучшим приближением к «идеальному» излучателю – АЧТ, Однако, широкому применению таких излучателей в высокотемпературной пирометрии препятствует

ограничение по конструкторским материалам, сложность в эксплуатации, трудности определения излучательной способности, а также необходимость использования встроенного СИ, являющимся носителем температурной шкалы.

Важную роль в повышении точности воспроизведения и передачи единицы температуры в широком диапазоне (температурной шкалы) играют излучатели на основе фазовых переходов чистых металлов. В качестве основных реперных точек температурной шкалы МТШ-90 используются значения температуры фазовых переходов чистых металлов – серебра (962,78 °С), золота (1064,18 °С) и меди (1084,62 °С). Кроме этих металлов в неконтактной термометрии, выше точки меди (серебра/золота) используются и, так называемые, вторичные реперные точки температурной шкалы фазовых переходов палладия (1552 °С) и платины (1769 °С) [4]. К сожалению, при практической реализации этих точек возникают трудности, обусловленные отсутствием стойких материалов для тиглей. Практически, при создании тиглей (ампул) удобно использовать графит, но его применение при высоких температурах, в конце концов, ведет к растворению графита в металле, т. е. к появлению металл-углеродных сплавов.

Ввиду вышеописанных сложностей, вторичные реперные точки не нашли широкого применения при воспроизведении и аппроксимации температурной шкалы.

Как показали работы в области термометрии и радиометрии за последние 10 лет, одним из возможных перспективных методов повышения точности передачи размера единицы температуры, может быть использование температур фазовых переходов эвтектических сплавов металл-углерод в качестве реперных точек.

В связи с этим, по рекомендации Консультативного комитета по термометрии, его рабочих групп и Консультативного комитета по фотометрии и радиометрии национальные метрологические институты развитых стран ведут научно-исследовательские работы по созданию новых реперных точек на основе эвтектических сплавов чистых тугоплавких металлов и углерода [5]. Уже проведены международные сличения и запланированы новые сличения ампул (тиглей) с различными эвтектическими сплавами металл-углерод.

К сожалению, ранее разработанные излучатели, по ряду причин не соответствуют современным требованиям для решения задач метрологического обеспечения радиационной термометрии: не удовлетворяют требуемому диапазону воспроизводимых температур, геометрические параметры полости АЧТ не соответствуют требуемым

¹ Исключение составляют пирометры спектрального отношения, которые могут калиброваться по лампам до температур 2500 – 2800 °С, однако лампы должны быть калиброваны в соответствующих парах длин волн.

размерам тиглей для реализации реперных точек чистых металлов и эвтектик металл-углерод, температурная неоднородность по полости слишком велика и т.д.

Поэтому потребовалась разработка нового высокотемпературного излучателя.

2. Разработка высокотемпературного излучателя

На основе анализа литературных данных об высокотемпературных излучателях, применяемых в ведущих национальных институтах мира [6, 7], сформулированы требования к техническим характеристикам разрабатываемого излучателя:

- Диапазон воспроизводимых температур, °С	900...3000
- Диаметр полости излучателя модели черного тела, не менее, мм	30
- Нестабильность поддержания температуры на заданном стационарном температурном режиме, °С	0,3
- Дрейф температуры излучателя, °С/15 мин	0,3

Разрабатываемый излучатель должен быть многофункциональным, т.е. воспроизводить значения температур реперных точек, как чистых металлов, так и эвтектик металл-углерод, а также обеспечивать градуировку, калибровку и поверку рабочих и образцовых неконтактных средств измерения температуры II и I разрядов.

На основании выработанных требований составлено техническое задание на разработку данного излучателя. Выполнение работ по изготовлению излучателя проводилось совместно с Омским НПП «Эталон».

В результате был разработан высокотемпературный излучатель ВЧТ-30/900/2500.

Разработанный излучатель представляет собой однозональную графитовую печь сопротивления прямого нагрева с системой ручного и автоматического управления [8].

Излучатель состоит из печи сопротивления с моделью АЧТ, системы охлаждения, силового шкафа, в котором находится трансформатор, блока управления, пирометра обратной связи ПД4-05 и системы подачи аргона.

Конструкция ВЧТ предусматривает возможные аварийные ситуации, связанные со сбоями сетевого напряжения и водоснабжения, и содержит узлы автоматики, обеспечивающие аварийную блокировку силового питания в случае возникновения недопустимых режимов.

В высокотемпературном излучателе существует возможность использования трех типов нагревателей, применяемых для различных целей – «стандартный нагреватель», «нагреватель с расширенной зоной нагрева», «нагреватель с пеналом под тигли». Конструктивно нагреватели представляют собой два симметричных тубуса. Для

стандартный нагревателя и нагревателя с расширенной зоной нагрева в качестве дна излучающей полости применяется коническая вставка, которая одновременно служит для крепления тубусов, с использованием резьбового соединения. В случае использования нагревателя с пеналом для тигля – крепежным элементом является сам пенал.

Тепловой излучатель выполнен в виде охлаждаемого цилиндрического корпуса с массивными токоподводами. Полость черного тела выполнена в виде трубчатого нагревателя из графита и имеет коэффициент черноты не менее 0,99, который гарантируется ее конструктивным исполнением.

Внутри корпуса вокруг нагревателя размещена теплоизоляция для уменьшения конвекционных тепловых потерь и влияния высоких температур на стенки корпуса и фланцев. Теплоизоляция представляет собой графитовый войлок, помещенный между двумя цилиндрами, выполненными из толстостенного графита.

Силовой шкаф представляет собой фазоимпульсный (ФИМ) источник питания (исполнительный элемент межфазного регулирования), управляемый при помощи внешнего блока управления. Внутри силового шкафа располагаются силовые модули и узлы системы контроля подачи электропитания, водяного и газоснабжения. Для питания излучателя используется силовой трансформатор, на первичную обмотку которого подается две фазы от трехфазной электросети: одна фаза непосредственно, другая через силовой тиристор (твердотельное реле). Управление тиристором осуществляется от блока управления путем подачи импульса, сдвинутого по фазе относительно начала полупериода сетевого напряжения. Угол сдвига определяет уровень подаваемой в нагреватель мощности.

Регулирование и поддержание температуры модели АЧТ осуществляется от блока управления, который включает в себя встроенный ПИД-контроллер, блок задатчика и индикации температуры и мощности, систему автоматического управления и контроля. Кроме того, в блоке управления расположен блок питания пирометра обратной связи, регулятор системы аварийного выключения электропитания излучателя (контроль температуры воды) и различные управляющие клавиши.

Пирометрический датчик обратной связи закреплен на кронштейне и через смотровое окно защитного тубуса визирует заднюю часть конической вставки или защитного тубуса, в зависимости от используемого нагревателя. Пирометр обратной связи управляет ПИД-контроллером, который, в свою очередь, позволяет установить требуемое значение температуры излучателя АЧТ.

В качестве обратной связи применяется пирометр частичного излучения ПД 4-05 Омского НПП «Эталон».

Для уменьшения окисления и испарения графита при высоких температурах полость заполняется инертным газом (аргоном). Система подачи аргона состоит из баллона с газом, подающих шлангов и устройств регулирования давления.

3. Исследование излучателя с расширенной зоной нагрева.

Исследование разработанного излучателя с целью определения технических характеристик и параметров проводилось для различных типов нагревательных полостей и на первой стадии для излучателя с нагревателем с расширенной зоной нагрева.

Определение геометрических размеров полости излучателя, времени выхода излучателя на стационарный режим на границах температурного диапазона, определение дрейфа температуры излучателя, времени перехода излучателя с одного стационарного режима на другой, определение погрешности поддержания температуры излучателя, определение поправки к показаниям пирометра аттестуемого излучателя и определение доверительной погрешности аттестуемого излучателя было проведено в соответствии с требованиями и методиками, изложенными в [2] и [9].

В ходе проведенной работы было установлено несоответствие поправки к показаниям пирометра аттестуемого излучателя требованиям [9]. Поэтому была проведена новая калибровка пирометра обратной связи.

Для этого, с одной стороны излучателя был установлен пирометр, отградуированный на ГПЭ единицы температуры, с другой – калибруемый пирометр. При этом, в качестве пирометра обратной связи выступал образцовый пирометр.

Излучатель выводился на заданный нижний стационарный температурный уровень, и после выхода и стабилизации проводилось смещение градуировочной характеристики калибруемого пирометра, в соответствии с показаниями образцового пирометра. Это смещение осуществлялось путем замены кода аналогово-цифрового преобразования в конфигурационном файле программного обеспечения пирометра. Указанная процедура повторялась для всех стационарных режимов работы излучателя. После этого, в соответствии с методикой, описание которой приведено в ГОСТ Р 8.566-96 [9], было заново проведено определение поправки к показаниям термометра аттестуемого излучателя ∇t .

В результате значение поправки ∇t составило $+ 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$ – при температуре $900 \text{ }^\circ\text{C}$ и $+ 2,0 \text{ }^\circ\text{C}$ – при температуре излучателя $2500 \text{ }^\circ\text{C}$.

В итоге проведенной работы были подтверждены метрологические характеристики, представленные в ТЗ на разработку излучателя.

Кроме того, по результатам испытаний были внесены небольшие изменения в конструкцию излучателя, позволяющие улучшить снятие теплового потока с корпуса излучателя.

4. Исследование излучателя с пеналом под ампулу.

Для оценки применимости данной печи в качестве аппаратуры для реализации температур реперных точек на фазовых переходах чистых металлов были проведены исследования с реперной точкой меди.

Выбор данного металла был обусловлен:

- доступностью металла (наличием в лаборатории).
- хорошей изученностью свойств реперной точки.
- возможностью контроля и регистрации площадок плавления и затвердевания, как контактными, так и неконтактными средствами измерения температуры.

Сначала была проведена заправка меди в тигель. Конструкция тигля приведена на рис.1.

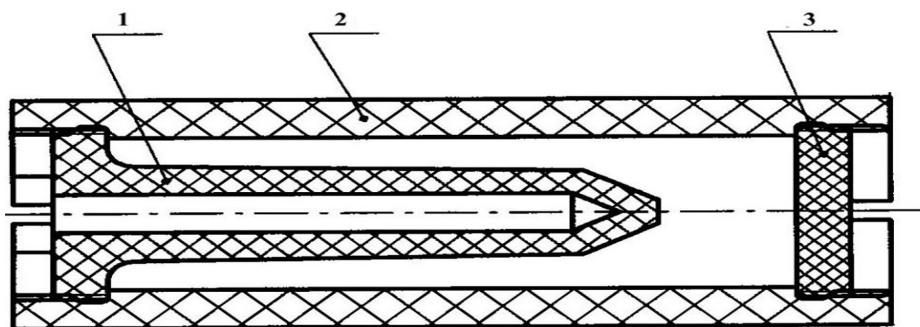


Рис. 1. Конструкция тигля.

1- Палец; 2- Корпус; 3- Крышка

Конструктивно тигель состоит из следующих элементов:

- палец (1), который представляет собой полость с цилиндрическим каналом диаметром 4 мм, являющимся моделью черного тела,
- корпус (2) внешним диаметром 24 мм, имеющий резьбу М24Х1 для соединения с крышкой и пальцем.
- крышка (3).

Для предотвращения «отрыва» пальца, в разработанной конструкции тигля предусмотрено коническое утолщение в месте крепления пальца к крышке. Все конструктивные элементы тигля изготовлены из графита высокой чистоты марки Изостат DE-24.

Для проведения заправки меди в тигель высокотемпературный излучатель был размещен вертикально. Для этого, внесены изменения в конструкцию крепления излучателя, с целью закрепления излучателя на боковой поверхности силового шкафа и изготовлены усиливающие элементы крепления и узлы для юстировки излучателя. Проведена замена токоподводов из-за недостаточной длины проводов.

После вертикального размещения излучателя и его юстировки в нагреватель с пеналом был помещен тигель с мелко нарубленной и специально очищенной медью.

Регулятором температуры устанавливали значение температуры на 30 °С выше номинального значения температуры плавления меди (1084,62 °С). После выхода и стабилизации излучателя на данной температуре, стационарный режим поддерживался около 20-30 минут для «окончательного» расплава металла. Затем излучатель остужался до комнатной температуры, в течении часа. Такой интервал вызван необходимостью защиты графитового тигля от теплового удара. После этого, тигель вынимался из пенала, в тигель добавлялась чистая медь, и процедура заправки повторялась заново.

Окончательный этап заправки тигля проводился с использованием графитовой трубки и переходника, который ввинчивался вместо крышки тигля.

В результате после приведенных выше процедур, масса заплавленной в тигле меди составила 125 грамм. На рис. 2. приведена фотография пальца заплавленного медью тигля.



Рис. 2. Палец тигля реперной точки меди с наплавленной на него медью

В дальнейшем, для реализации реперной точки меди, был проведен подбор значений параметров регулятора излучателя, при этом в качестве регистрирующего прибора применялся образцовый пирометр I-го разряда ПД4-06.

Заплавленный тигель, помещался в пенал нагревателя печи. Осуществлялась юстировка и фокусирование пирометра на входное отверстие тигля. В дальнейшем, в ходе проведения работ, также осуществлялся контроль соблюдения параметров визирования пирометра.

Для подбора и улучшения параметров регулирования, сначала потребовалось определить «условный температурный уровень», на котором происходит плавление или затвердевание металла.

Это было сделано следующим образом:

После установления стационарного режима поддержания температуры излучателя, задавался перегрев, ориентировочно на 5 °С выше температуры плавления. Контроль площадки плавления осуществлялся с использованием разработанной для пирометра программы непрерывной регистрации сигнала.

После прохождения плавления, характеризуемого характерной кривой, дожидались установления стационарного значения температуры излучателя.

По истечении 10 – 15 минут на регуляторе температуры устанавливалось значение температуры на 5 – 7 °С ниже точки затвердевания меди. По мере остывания печи проводилась запись площадки затвердевания. Затем, после окончания площадки, излучатель остужался до нижнего стационарного значения температуры (ориентировочно на 10 – 15 °С ниже уровня температуры плавления меди).

После оценки «условного температурного уровня» площадок плавления и затвердевания, проводились серии более тщательного подбора режимов нагрева и охлаждения с целью улучшения параметров площадок плавления и затвердевания (увеличение длительности, уменьшение наклона и т.д.).

Подбор на регуляторе значения температуры «предплавления», соответствующего стационарному режиму температуры излучателя, осуществлялся таким образом, чтобы данная температура была как можно ближе к установленному значению уровня плавления меди. Для устранения забросов температуры при регулировании была проведена оптимизация коэффициентов ПИД-регулятора, с использованием соответствующего разработанного программного обеспечения. Окончательное значение уровня температуры стабилизации печи перед плавлением было определено с неопределенностью, вызванной наличием неравномерности температурного поля по длине тигля, около 2 – 4 °С.

После стабилизации на найденном уровне температуры в течение 5 – 7 минут на задатчике устанавливалось значение на 5 °С выше температуры плавления и в ходе нагрева печи осуществлялся процесс плавления.

Когда происходил «срыв» площадки, для «окончательного» расплава металла, температура излучателя устанавливалась на 7 – 10 °С выше уровня плавления.

Для получения площадки затвердевания, подбиралось значение температуры «предзатвердевания» излучателя как можно ближе к установленному уровню площадки затвердевания. После стабилизации при этой температуре, на регуляторе устанавливалось

значение температуры ниже затвердевания металла, приблизительно, на 5°C. После регистрации площадки температура полости излучателя понижалась еще на 10 °C для окончательного затвердевания.

По описанным процедурам в разные дни выполнено 10 серий из 5 – 7 циклов «нагрев-плавление-охлаждение-затвердевание» в каждой серии. В процессе каждого цикла регистрировались площадки плавления и затвердевания при разных устанавливаемых температурах «предплавления» и «предохлаждения». Иллюстрация характерных кривых площадок приведена на рис. 3 и 4.

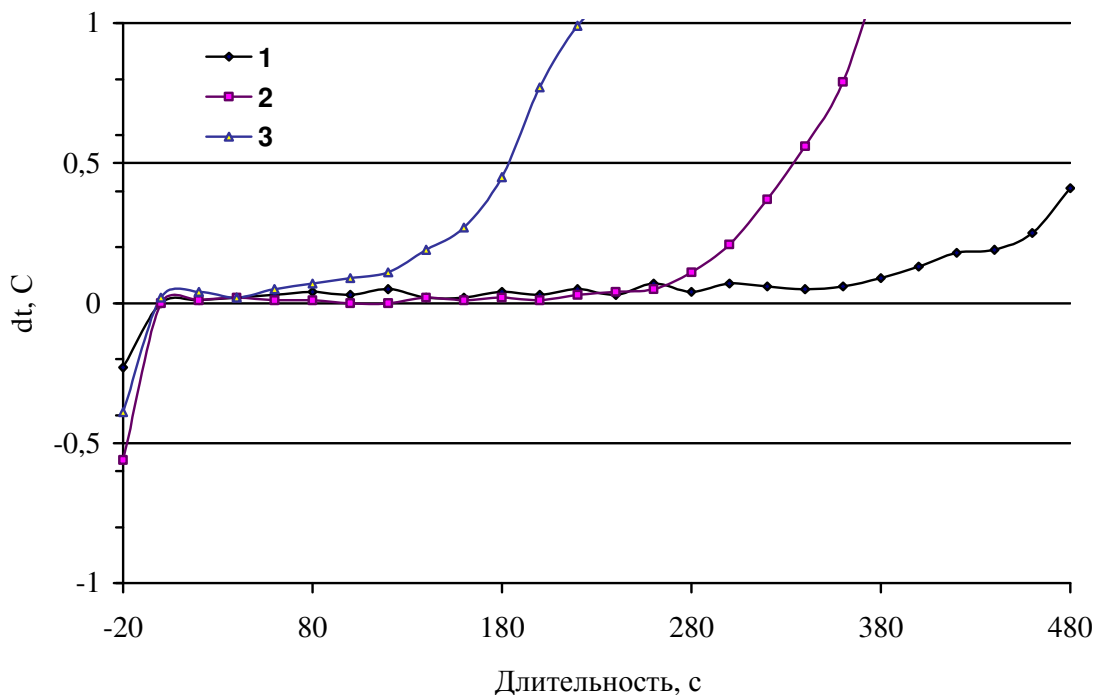


Рис. 3. Характерные кривые площадок плавления меди

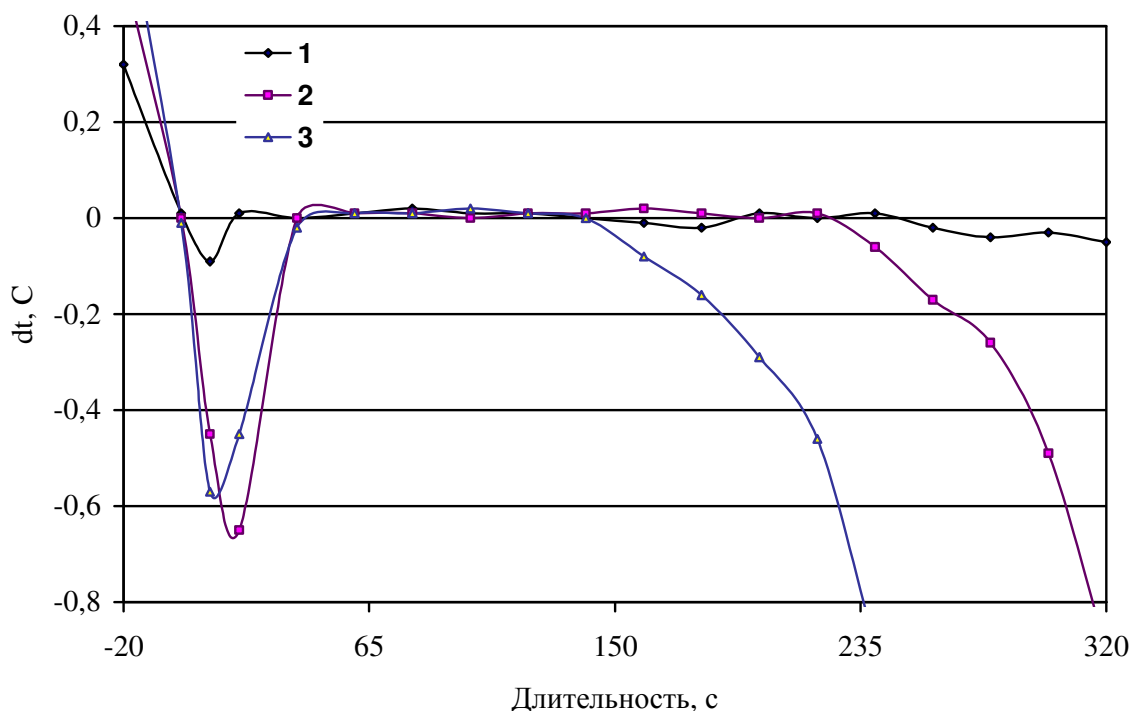


Рис. 4. Характерные кривые площадок затвердевания меди

Формы кривых плавления и затвердевания, приведенные на рис. 3 и рис. 4, иллюстрируют характерные зависимости от установленных значений температурных «уровней переходов». То есть, в случае, когда установлен большой уровень перехода (около 6 – 7,5 °С), форма кривой площадок соответствует третьей (см. рис 3 и 4). Это обуславливается большой скоростью нагрева или охлаждения полости излучателя, когда нагрев или охлаждение более 8 °С площадки практически не наблюдаются. В противоположном случае, когда данный переход мал и составляет около 1,5 – 2,5 °С, возникает ситуация, при которой индицируется не «чистая» площадка плавления или затвердевания, а площадка с «подкачкой» регулятора температуры – формы таких кривых приведены под первым номером (см. рис. 3 и 4). Кроме того, в случае, когда идет затвердевание, переохлаждение очень мало или отсутствует.

Исходя из вышесказанного, были определены параметры регулятора, для получения формы кривой представленной на рис. 3 и 4 под номером два, т. е. определен температурный «уровень перехода», при котором была максимально возможная длительность и минимальный наклон площадки. Для этого проводили измерения температур площадок, а также распределение температур вдоль канала тигля с

использованием контактного средства измерений температуры – образцового термоэлектрического термометра I-го разряда (платинородий-платинородиевой термопары типа ПР30/6 – тип В по международной классификации термопар, имеющей индивидуальную градуировку). В качестве вторичного прибора для измерения термоЭДС использовался преобразователь сигналов «Теркон», позволяющий в цифровом и графическом виде отображать на дисплее и сохранять результаты измерения в памяти персонального компьютера.

Контактные измерения проводились по следующей методике:

Термопара погружалась в канал тигля. При достижении заданной температуры проводилась регистрация кривой плавления. После окончания площадки плавления, задавался дополнительный перегрев для окончательного расплава меди, и после стабилизации на регуляторе задавались требуемые параметры для реализации площадки затвердевания меди. Проводилась регистрация данной площадки. После окончания площадки устанавливалась температура ниже точки затвердевания для окончательного затвердевания металла.

Описанная выше процедура была выполнена многократно (более 20 раз).

По полученным данным была рассчитана воспроизводимость (СКО) результатов измерения температуры площадок плавления и затвердевания меди, которая составила около 0,09 °С.

С использованием того СИ проводилось измерение распределения температуры по глубине канала тигля. Из-за малой длительности площадок, невозможно было оценить градиент температуры во время прохождения плавления или затвердевания. Поэтому, измерение температуры полости тигля проводилось в стационарных режимах до расплава/затвердевания и после. Результаты приведены в таблице 1, где за ноль по отклонению была принята точка, которая расположена в середине канала тигля.

Как видно из таблицы, максимальный перепад температур на выходе из тигля (столбец с координатой 25) относительно центра тигля составил 0,9 °С, что, по-видимому, объясняется большой теплопотерей излучением с выходной плоскости тигля и уносом части тепла аргоном, а занижение температуры на конце канала (столбец с координатой - 25) – недостаточным подводом тепла и оттоком его по толщине графитового пенала. Измеренный перегрев в центральной точке канала, вероятно, обусловлен подводом дополнительного тепла по крепежу пенала.

Таблица 1. Распределение температуры по длине канала тигля.

Время	Координата, мм			
	-25	-10	10	25
Перед расплавом	-0,6	-0,3	0,5	0,9
После расплава	-0,4	-0,2	0,4	0,6
Перед затвердеванием	-0,3	-0,2	0,2	0,6
После затвердевания	-0,5	-0,3	0,4	0,8

Для снижения неоднородности температуры в полость нагревателя и пенала были помещены дополнительные диафрагмы, при этом были скорректированы коэффициенты регулирования ПИД-регулятора. Кроме того, проведена оптимизация обдува полости аргоном.

В результате принятых мер было выровнено температурное поле по длине тигля, при этом максимальное отклонение составило около 0,3-0,4 °С.

После проведения данных экспериментов, с учетом полученных результатов был определен уровень перехода, для получения кривой приведенной на рис. 3, 4 под номером 2 и он составил около 4 – 5,5 °С в зависимости от степени выгорания графитового нагревателя и скорости обдува аргоном полости излучателя.

С этими значениями задатчика регулятора длительность площадки плавления составила около 4-6,5 минут, а затвердевания – около 4,5-7 минут, при наклоне кривых с перепадом температур около $\pm (0,02 - 0,04)$ °С.

После определения требуемых параметров регулирования излучателя проведено воспроизведение реперной точки меди с использованием аппаратуры Государственного первичного эталона единицы температуры с целью определения действительных метрологических характеристик этой точки.

Сличение ампулы реперной точки меди проводилось с вакуумной температурной лампой № 67, входящей в состав ГПЭ. Регистрация площадок плавления и затвердевания осуществлялась с помощью одноканального спектрокомпаратора, с оптической системой и монохроматором, выделяющими излучение с площадки размером 0,7 × 0,7 мм в узком участке спектра (около 4,5 нм) при эффективной длине волны 656,3 нм, с приемником излучения S6204-01 – кремниевым фотодиодом фирмы «Hamamatsu» со встроенными операционным усилителем и термостатом на термоэлектрических элементах Пельтье, оснащенный контроллером температуры С1103-04.

На рис. 5 приведена одна из полученных кривых плавления и затвердевания меди. Зарегистрированные кривые плавления, подобные отображенной на рис. 5, имели несущественный рост, у кривых затвердевания наблюдалось наличие существенного переохлаждения.

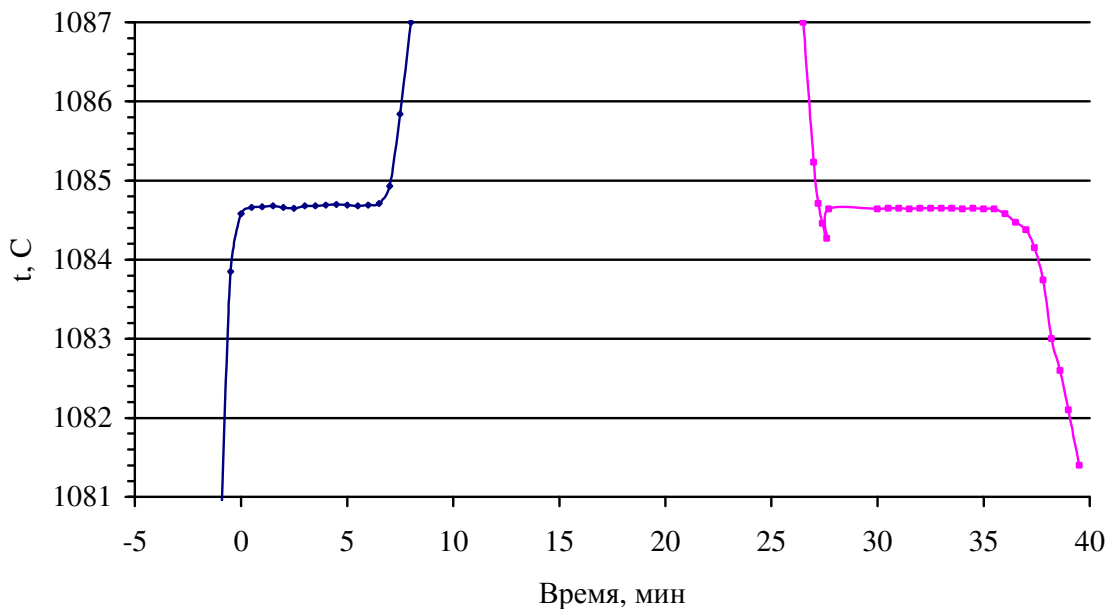


Рис. 5. Кривая плавления и затвердевания реперной точки меди

В результате обработки полученных результатов установлено:

- значение температуры затвердевания меди составило 1084,66 °C
- СКО результатов измерений составило 0,09 °C

Отклонение значения температуры реперной точки меди от значения, принятого в МТШ-90 (+0,04 °C), не превышает значения НСП Государственного первичного эталона единицы температуры ГЭТ 34-92 (0,13 °C) и его можно объяснить наличием примесей металла, неизотермичностью полости и эффектом размера источника у оптической системы спектрокомпаратора.

Таким образом, было установлено соответствие технических характеристик разработанного излучателя для решения задачи метрологического обеспечения радиационной термометрии.

5. Список использованных источников

1. (www.raytek.com) - веб-страница фирмы «Raytek –A Fluke Company».
2. ГОСТ 8.558-93 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений температуры».

3. Куинн Т., «Температура», М., Изд. «Мир», 1985
4. Доклад 15-й сессии Консультативного Комитета по Термометрии Международного Бюро Мер и Весов, 1984
5. Recommendation T2 (2005) to the CIPM, CCT, 2005
6. Yamada Y., Sasajima N., Gomi H., Sugai T., «High-temperature furnace systems for realizing metal-carbon eutectic fixed points», AIP Conference Proceedings 684, pp. 985-990, 2003
7. Sapritsky V., Ogarev S., Khlevnoy B., Samoylov M., Khromchenko V. «Development of metal-carbon high-temperature fixed-point blackbodies for precision photometry and radiometry», Metrologia, 40(1), 2003, pp. S128-S131
8. Излучатель высокотемпературный в виде модели абсолютно черного тела ВЧТ-30/900/2500. Руководство по эксплуатации., ДДШ 2.979.006 РЭ., 2004
9. ГОСТ Р 8.566-96 «ГСИ. Излучатели эталонные (образцовые) в виде моделей абсолютно черного тела для диапазона температур от минус 50 до плюс 2500 °С. Методика аттестации и поверки». Госстандарт, 1996