

## Протокол № 3

совместного заседания членов

### Комиссии по метрологии при Научном совете РАН по комплексной проблеме «Теплофизика и теплоэнергетика» и Технического комитета по метрологии «Температурные, теплофизические и dilatометрические измерения» при Управлении метрологии Ростехрегулирования

от 11 ноября 2009 г.

г. Санкт Петербург

#### ПРИСУТСТВОВАЛИ

**Председатель Комиссии и Технического комитета:** Походун А.И. д.т.н., проф. (ВНИИМ им.Д.И.Менделеева), Санкт-Петербург)

**Секретарь:** Компан Т.А. д.т.н. (ВНИИМ им.Д.И.Менделеева), Санкт-Петербург)

**Члены Комиссии и Технического комитета:** Иванов В.А., к.т.н. (Институт физико-технических проблем Севера, г. Якутск); Ражба Я.Е., к.т.н. (ВНИИФТРИ, п. Менделеево); Никоненко В.А., к.т.н. (ОАО НПП «Эталон», г. Омск); Черепанов В.Я., д.т.н. (СНИИМ, г. Новосибирск); Медведев В.А., к.т.н., Ненашев С.Н. (РОСТЕСТ-Москва); Олейников П.П., д.т.н., проф. (НПО «Луч», г. Подольск); Окладников В.М., Полуин С.П., к.т.н (ООО НПП «Элемер», п. Менделеево); Шарков А.В., д.т.н., проф. (Санкт-Петербургский Государственный университет информационных технологий, механики и оптики); Костановский А.В., д.т.н., проф. (Объединенный институт высоких температур РАН (ОИВТ РАН); Лысиков Б.В., к.т.н. (ОАО «НИКИЭИ» Научно-исследовательский и конструкций институт энерготехники им. Н.А.Доллежа-ля); Сергеев С.С. (ООО «Техно-Ас», г. Коломна); Магдеев В.Ш. (ЗАО «Научно-производственная компания «Эталон», г. Волгодонск).

**В обсуждении приняли участие:** Соколов Н.А., д.т.н. (ВНИИМ, Санкт-Петербург); Гивойно В.С., директор (ООО «Поинт», г. Полоцк, Белоруссия); Крылова М.А., ведущий специалист (НПО «Луч», г. Подольск); Студенок Е.С., Потанова Т.В. (ЗАО «УРАЛИНТЕХ», г. Екатеринбург); Патрушев А.В., Копалева Н.В. (ОАО «Красцветмет», г. Красноярск); Ястребов В.А. (ОАО «НПК «Суперметалл», Москва); Попов С.С., Ефимов В.М. (ОАО «Центр энергоресурсосбережения и новых технологий», Республика Саха, г. Якутск);

#### Повестка дня

1. Обсуждение проблемы производства проволоки из платины и ее сплавов для целей термометрии.

2. О состоянии дел по внедрению ГОСТ Р 8.624-2006 и ГОСТ Р 8.625-2006 и перевод их в ранг межгосударственных стандартов.

**Докладчик:** Походун А.И. (ВНИИМ им. Д.И.Менделеева)

3. О состоянии разработки и внедрения новой поверочной схемы для средств измерений температуры.

**Докладчик:** Походун А.И. (ВНИИМ им. Д.И.Менделеева)

## 1. СЛУШАЛИ

**Походун А.И.** «О низком качестве платиновой проволоки и термоэлектродной проволоки из платинородиевых сплавов, необходимых для производства термометров сопротивления и термопар».

## ВЫСТУПИЛИ

**1. Никоненко В.А.** - Проблема с платиной для эталонных ПТС и ТП до 1200 в этом году встала особенно остро. Покупаемая платина не пригодна для работы.

Хотя «УРАЛИНТЕХ» сделал пробную проволоку и сейчас она на исследовании

В настоящее время и для рабочих термопреобразователей до 1600 хорошей платинородиевой проволоки нет. Проволоки ПЛ0 вообще никто не выпускает.

Встает вопрос о производстве и эталонных и рабочих термопреобразователей сопротивления и термоэлектрических термопреобразователей.

ГОСТы на проволоку не соответствуют вообще ничему, методики входного контроля бухты нет, по длине проволока неоднородна.

Взаимное несоответствие стандартов приводит к следующей ситуации.

Согласно ГОСТ Р 52314-2005 («Преобразователи термоэлектрические платинородий-платиновые и платинородий-платинородиевые эталонные 1, 2 и 3 разрядов. Общие технические требования») термоэлектроды термопреобразователей должны быть изготовлены из термоэлектродной проволоки, соответствующей требованиям ГОСТ 10821 «Проволока из платины и платинородиевых сплавов для термоэлектрических преобразователей» и технических условий: ТУ 48-1-419-89 Проволока из платины и платинородиевых сплавов, ТУ 117-1-198 Проволока из сплавов марок ПР-6 и ПР-30.

В ТУ 48-1-419-89 для термоэлектродов из платины марки ПЛТ показатель частоты  $W=RO/R100$  не менее 1,3922.

По ГОСТ 10821-2007 «Проволока из платины и платинородиевых сплавов для термоэлектрических преобразователей» должна быть изготовлена из платины марки ПЛТ с величиной значения  $W100$  не менее 1,3910 (п.4.14 этого стандарта). Согласно ГОСТ 10821 проволока Iго класса допуска предназначена для изготовления эталонных платинородий-платинородиевых термопреобразователей (п. 4.17., таблица 4, Примечание), но не оговорено, что  $W100$  должен быть не менее 1,3922. Отсутствуют технические требования на проволоку из сплавов марок ПР-6 и ПР-30 для эталонных термоэлектрических преобразователей типа ПРО, а так-же не приведена таблица НСХ для Iго класса проволоки.

Кроме этого в ГОСТ 10821 (п. 6.5 глава «Методы контроля») значение ТЭДС и отклонение ТЭДС от НСХ определяют по ГОСТ 8.338-2002 «Преобразователи термоэлектрические. Методы поверки». Не понятно, как же можно это требование к термопреобразователям (готовым изделиям) отнести к бухтам проволоки, которые получает потребитель. Стандартная длина бухты проволоки колеблется от 25 до 150 метров, а опыт оценки значений ТЭДС проволоки по этому методу при входном контроле на нашем предприятии у нас отрицательный.

Методы поверки платиновых термопреобразователей 1,2 и 3 разрядов типа ППО изложена в ГОСТ 8.611-2005, разработанной для передачи размера единицы температуры по ГОСТ Р 52314, но почему-то отсутствуют методы поверки эталонных платинородий - платинородиевых преобразователей типа ПРО, которые изложены в МИ 1746-87 и соответственно устарели.

Считаем необходимым срочно провести корректировку всех ГОСТов, убрать все различия и разногласия.

**2. Грачев Н.А.** - ПТС эталонные делать не из чего и пока выпуск остановлен

**3. Полунин С.П.** - Проволока, которую получаем плохого качества. Может использоваться только для термометров сопротивления и термоэлектрических термопреобразователей

3 класса. Платиновой проволоки Пл0 для изготовления эталонных и образцовых термометров нет вообще, т.к. ее надо очень мало и выпускать не выгодно: 300 г в год при диаметре 100 мкм на все заводы.

**4. Олейников П.П.** - Нет эталонных платиновых термометров сопротивления и нам очень трудно работать с высокими температурами, которые необходимы для изготовления топливных элементов тепловыделяющих элементов реакторов, а работать на импортных материалах мы не можем.

У атомщиков каждый термоэлектрический термопреобразователь должен быть откалиброван. По ТУ ресурс термоэлектрических термопреобразователей имеет 30-40 смен. Это очень мало и термоэлектрические термопреобразователи должны быть либо выброшены, либо перекалиброваны.

Просто необходимо законодательно внести ясность в ресурсные вопросы и вопросы калибровки на высокую температуру.

Если идет речь об удорожании эталонных датчиков, мы готовы платить, за то, что нам необходимо.

**5. Ражба Я.Е.** - Нет не только проволоки, но и никто не хочет делать эталонные ПТС и на высокую и на низкую температуру.

**6. Магдеев В.Ш.** - Поддержал ГОСТ на проволоку не стыкуется с ГОСТ Р 8.625-2006. Надо сначала гармонизировать ТУ с ГОСТ Р 8.625-2006, а затем заниматься новым стандартом на платину.

## 2. СЛУШАЛИ

**Председатель комиссии, Походун А.И.,** предложил выступить представителям предприятий, производящих термоэлектродную проволоку и рассказать текущее состояние дел и перспективы возможности решения проблем, затронутых в выступлениях, изложенных выше.

## ВЫСТУПИЛИ

**1. Потанова Т.В. и Студенок Е.С.** - Сделан подробный доклад о предприятии ЗАО «УРАЛИНТЕХ», его возможностях и проблемах. Касаясь вопроса производства проволоки Пл0, необходимой для изготовления отечественных образцовых и эталонных платиновых термометров сопротивления, была отмечена необходимость до оснащения ЗАО «УРАЛИНТЕХ» дорогостоящим оборудованием. Для оценки рентабельности производства проволоки Пл0 необходимо сделать ряд экономических расчетов. В настоящее время ЗАО «УРАЛИНТЕХ» имеет необходимое сырье и технологию для производства платиновой проволоки Пл0, используемой для производства эталонных и образцовых термометров сопротивления, однако отсутствует станок.

Доклад прилагается (Приложение 1).

**2. Патрушев А.В.** – Рассказал о предприятии ОАО «Красцветмет» (г. Красноярск). Высказал мнение, что Красноярск имеет все возможности для выпуска проволоки Пл0. Однако, объемы выпуска продукции ОАО «Красцветмет» таковы, что производство 300 г проволоки Пл0 в год нерентабельно для предприятия.

**3. Копалева Н.В.** – Как главный метролог рассказала о метрологических проблемах выпуска платиновой проволоки, об организации сертификации и лицензировании на предприятии, сотрудничестве ОАО «Красцветмет» со СНИИМ, а также метрологическими центрами.

Были отмечены проблемы внедрения стандартов и, в частности, ГОСТ Р.8.624-2006.

В 2008 -2009 годах совместно со СНИИМ создана установка по измерению неоднородности проволоки диаметров от 0,2 до 0,6 мм. Разработана соответствующая методика. Установка автоматизирована.

**4. Ястребов В.А.** – Рассказал об ОАО «НПК «Суперметалл» (Москва), а также сделал презентацию на тему контроля качества выпускаемых термоэлектродных материалов. В докладе

было отмечено, что ОАО «НПК «Суперметалл» имеет необходимое технологическое оборудование и может выпускать любой термоэлектродный материал. Однако, предприятие не может осуществлять аффинаж платины и нуждается в поставках сырья для производства термоэлектродной проволоки. Таким поставщиком сырья является ОАО «Красцветмет», который, однако, в поставках отказывает. Таким образом, имея технологические возможности производства платиновой проволоки Пл0, ОАО «НПК «Суперметалл» ее производить не может.

Презентация ОАО «НПК «Суперметалл» прилагается (Приложение 2).

**5. Походун А.И.** – Возможно ли приобрести импортное сырье для производства платиновой проволоки Пл0?

**6. Ястребов В.А.** – Можно пойти двумя путями: заказчику купить сырье или проволоку и отдать нам на переработку.

Касаясь вопроса о качестве нормативных документов, также было отмечено их низкое качество и большое количество нестыковок. Поэтому ОАО «НПК «Суперметалл» пользуется техническими условиями, разработанными ЕЗОЦМ.

**7. Магдеев В.Ш., Олейников П.П.** – Оба отметили, что не имеют права использовать в производстве импортную проволоку.

**8. Патрушев А.В.** – Поддержал Ястребова В.А. по вопросу качества стандартов и предложил разработать новый нормативный документ на базе технических условий, разработанных ЕЗОЦМ.

**9. Студенок Е.С.** – Отметив, что в период ее работы в ЕЗОЦМ, она занималась разработкой стандартов на термоэлектродную проволоку, высказала мнение, что разработка новых стандартов займет около трех лет и поэтому целесообразно выпустить ТУ на базе технических условий ЕЗОЦМ, которые надо согласовать с заказчиками.

**10. Черепанов В.Я.** - Отметив, что стандарты имеют рекомендательный характер, предложил воспользоваться европейскими нормами.

**11. Студенок Е.С.** – Сообщила, что отечественные стандарты гармонизированы с европейскими нормами и не противоречат им..

### 3. СЛУШАЛИ

**Председатель комиссии, Походун А.И.**, обобщил результаты выступлений, отметив, что нет непреодолимых препятствий в решении проблемы обеспечения промышленности термоэлектродными материалами из платины и платинородиевых сплавов. Принципиально проблема может быть решена всеми предприятиями, представители которых участвуют в работе настоящей комиссии. Основными проблемами являются:

1) Отсутствие гармоничной нормативной базы, определяющей требования к термоэлектродным материалам, методы оценки их метрологических характеристик.

2) Необходимость до оснащения высокотехнологичным оборудованием.

3) Нерентабельность производства проволоки высокого качества.

**Походун А.И.** предложил выступить участникам заседания с предложениями, касающимися путей решения этих проблем.

### ВЫСТУПИЛИ

**1. Медведев В.А., Ненашев С.Н.** – Отметили, что метрологическая независимость государства в области термометрии не должна быть потеряна. Новые технологии, включая такие как нанометаллургия, нанопластика и так далее, предъявляют повышенные требования к точности измерения температуры.

По их мнению, государство в лице Ростехрегулирования имеет возможности воздействовать на рыночные структуры через стандартизацию. Повышение требований стандартов средствам измерений в части методов испытаний, поверки, калибровки и обслуживания при эксплуатации неизбежно увеличит стоимость образцовых и эталонных средств измерений. Только потребитель

образцовых и эталонных термопар и термометров сопротивления может оплатить затраты производителей проволоки и термометров и сделать это производство рентабельным. Цена испытаний и поверки таких приборов должна быть высокой, адекватной произведенным затратам.

Пересмотр (корректировка, а возможно и переработка) стандартов должны быть профинансированы государством.

**2. Магдеев В.Ш.** – В связи с требованиями нового стандарта ГОСТ Р 8.625-2006 к точности и стабильности чувствительных элементов термометров сопротивления необходимо разработать новый нормативный документ (технические условия, стандарт или рекомендацию), который установит требования к платиновой проволоки (взамен ГОСТ 210078).

Новый стандарт ГОСТ Р 8.624-2006 требует при первичной поверке выдавать свидетельство, что неудобно. Целесообразно допустить при первичной поверке ставить штамп поверителя в паспорте термометра сопротивления.

**3. Черепанов В.Я., Гривастов Д.А.** – Точность измерения параметра  $W_{100}$  платиновой проволоки может быть обеспечена только при наличии аттестованной методики выполнения измерений. Каждый результат измерений должен сопровождаться оценкой неопределенности. Пока такой методикой обладает только ОАО «Красцветмет». Необходимо, чтобы такими методиками обладали все производители платиновой проволоки. Только в этом случае становятся эффективными процедуры контроля правильности и точности измерений.

Деление платины на марки по ГОСТ 21007 нуждается в ревизии, гармонизация с действующими стандартами, в частности, с ГОСТ Р 8.625-2006. Необходимо обеспечить однозначность в соответствии марок платины и классов допуска термометров сопротивления.

**4. Ястребов В.А.** – В технические условия необходимо внести методику прямого определения параметра  $W_{100}$  для платиновой проволоки марки ПЛТ.

Организациям, выполняющим поверку термопар необходимо учитывать, что для платинового электрода (ПЛТ) эталонной или образцовой термопары значение параметра  $W_{100}$  должно быть не менее 1,3922.

Кроме того, в перечень обязательных реперных точек для поверки термопреобразователей типа ППО необходимо внести температуру затвердевания олова.

**5. Копалева Н.В.** – Предложила для проверки используемого в ОАО «Красцветмет» метода определения параметра  $W_{100}$  изготовить образец проволоки и аттестовать его по параметру  $W_{100}$  во ВНИИМ.

Для проверки метода определения термоЭДС термопары типа S при 300 °С, провести необходимые исследования во ВНИИМ.

**6. Походун А.И.** – Поддержал предложения Копалевой Н.В. и подтвердил согласие выполнить необходимые работы во ВНИИМ.

**7. Гивойно В.С.** – Предложил ходатайствовать перед руководством ОАО «Красцветмет» о поставках сырья ОАО «НПК «Суперметалл», необходимого для изготовления там платиновой проволоки марки ПЛ0.

**8. Студенок Е.С.** - Выступила со следующими предложениями:

1. Омскому ОАО НПП «Эталон» изыскать возможность модернизации установки, используемой в ЕЗОЦМ для измерения параметра  $W_{100}$  платиновой проволоки диаметром от 0,04 до 0,5 мм. Обеспечить предприятия-изготовители термоэлектродных материалов модернизированными установками.

2. Актуализировать и гармонизировать стандарты: устранить разночтения, внести требования, изложенные в технических условиях ЕЗОЦМ, в текст стандарта так, чтобы они стали доступны производителям термоэлектродных материалов.

3. Обобщить технические условия различных производителей термоэлектродных материалов и актуализировать, при необходимости, стандарт на марки платины для термометров сопротивления.

4. Учитывая, что ЗАО «УРАЛИНТЕХ» имеет опыт производства качественных термоэлектродных материалов, что подтверждено при выпуске термопар на Омском ОАО НПП «Эта-

лон» необходимо рассмотреть возможность финансовой поддержки предприятия для приобретения волоочильного оборудования и оборотных драгметаллов (платины 10 кг, родия 2 кг).

5. Омскому ОАО НПП «Эталон» и ЗАО «УРАЛИНТЕХ» проработать вопрос потребности рынка в высокотемпературных термopарах на основе иридий-родиевых сплавов. При необходимости организовать совместное производство.

6. Предприятиям-производителям термоэлектродных материалов взять на себя решение конкретной проблемы, не распыляя силы на решение всех проблем сразу.

**9. Олейников П.П.** - Судьба эталонных и образцовых термометров сопротивления определяет судьбу метрологической независимости страны в обеспечении единства измерения температуры. Для решения проблемы необходимо:

1. Объединить усилия ОАО «Красцветмет», ЗАО «УРАЛИНТЕХ» и ОАО «НПК «Суперметалл» в решении проблемы обеспечения отечественной промышленности платиновой проволокой и термоэлектродными материалами необходимых марок.

2. Обратиться в РОСТЕХРЕГУЛИРОВАНИЕ, РАН, Миннауки, Росатом, Министерство обороны РФ для возможного совместного решения этого вопроса.

3. Как можно быстрее решить вопрос о гармонизации и актуализации нормативной документации. Эта работа должна быть выполнена в РОСТЕХРЕГУЛИРОВАНИИ.

## ПОСТАНОВИЛИ

1. ВНИИМ им.Д.И.Менделеева совместно с ОАО «Красцветмет», ЗАО «УРАЛИНТЕХ» и ОАО «НПК «Суперметалл» решить вопрос об актуализации и гармонизации нормативной документации, необходимой для производства платиновой проволоки и термоэлектродных материалов, используемых при изготовлении образцовых и эталонных средств измерений температуры.

2. Рекомендовать ОАО «Красцветмет», ЗАО «УРАЛИНТЕХ» и ОАО «НПК «Суперметалл» рассмотреть возможность кооперации в решении проблемы обеспечения отечественной промышленности платиновой проволокой и термоэлектродными материалами необходимых марок.

3. Обратиться в РОСТЕХРЕГУЛИРОВАНИЕ, РАН, Миннауки, Росатом, Министерство обороны РФ с предложением совместного решения вопроса обеспечения отечественной промышленности платиновой проволокой и термоэлектродными материалами необходимыми для производства прецизионных датчиков температуры и эталонных средств измерений.

4. ОАО «Красцветмет» изготовить образец проволоки и аттестовать его по параметру  $W_{100}$  во ВНИИМ.

Для проверки метода определения термоЭДС термopары типа S при 300 °С, провести необходимые исследования во ВНИИМ.

Председатель комиссии, д.т.н., проф.

А.И.Походун

Секретарь, д.т.н.

Т.А.Компан

## ДОКЛАД О ПРЕДПРИЯТИИ ЗАО «УРАЛИНТЕХ»

Студенок Е.С., Потанова Т.В.  
ЗАО «УРАЛИНТЕХ», Екатеринбург

ЗАО «УРАЛИНТЕХ» первоначально под названием «Сотрудничество» был зарегистрирован в 2004 году, активное же развитие предприятия началось с января 2008 года. Руководство, ведущие специалисты, основные рабочие УРАЛИНТЕХа – выходцы из ОАО «ЕЗОЦМ», имеющие большой опыт работы в драгметалльной отрасли, которые передают свои знания перспективным молодым сотрудникам, в основном, выпускникам УГТУ-УПИ.

Уже к январю 2009 года мы: построили новый корпус завода, переместили туда все производственные площадки и испытательную лабораторию, укомплектовали штат сотрудников на 90% от планового, завершили на 95% закупку необходимого оборудования, в том числе испытательного (разрывная машина, твердомеры, микроскопы), создали аналитическую лабораторию, укомплектовали ее всем необходимым, начали разработку и аттестацию методик КХА. При этом выпускали более 2-х тонн продукции в месяц.

К ноябрю 2009 года мы вышли на уровень производства изделий из ДМ свыше 3-х тонн в месяц, получили статус аффинажного завода, создали участок гидро-металлургических процессов, где помимо производства солей МПГ, отработали технологию аффинажа платины, палладия, золота, иридия, аккредитовали предприятие на право осуществления калибровочных работ, проведение метрологической экспертизы технической документации и методик КХА, разработали и аттестовали 20 методик КХА, начали осваивать производство термоэлектродных материалов, получили разрешение Минздрава РФ на производство заготовок стоматологических сплавов на основе кобальта и никеля для металлокерамического протезирования. Активно развиваем освоение производства наукоемкой продукции: дисков, проволоки и тиглей из иридия (освоили горячую ротационную ковку, горячее волочение и прокат), аморфных золотых припоев, полос и дисков из сплава СрПд 80-20, используемых для изготовления корпусов конденсаторов, совместно с заказчиком разработали и изготовили фильерные питатели для производства стекловолокна. У нас создан участок плазموкерамики, который производит тигли для внутреннего потребления, трубы различных диаметров, новое направление – тигли с резистивным слоем – основа для разработки дешевых вакуумных отжиговых печей, изделия из металлоплазموкерамики (платиновые тигли с керамическим напылением), которые прошли успешные испытания на «Лыткаринском заводе оптического стекла». До конца года мы планируем пройти сертификационный аудит СМК предприятия, фор-аудит успешно состоялся 5-6 ноября 2009 г., а в начале 2010 года мы планируем аккредитовать аналитическую лабораторию, работа по подготовке пакета документов практически завершена, для соответствия заявленной области аккредитации осталось разработать 3 методики КХА.

Мы отправляем свою продукцию в Гермагию, Китай, США, Японию, Италию, Швейцарию, работаем с предприятиями Минатома (Элеконд - Сарапул, Оксид - Новосибирск, Лесной), предприятиями стекловолокна (СтеклоНит – Уфа), «ЛЗОС», НИИАР г. Димитровград, ИРМ г. Заречный (диски из иридия).

Производство термоэлектродных материалов

Испытательная лаборатория, которая занимается аттестацией материалов для термометрии и выпуском бескорпусных термопреобразователей, была создана еще в начале 2007 года под руководством Сасиновой Риммы Александровны – одного из лучших специалистов-практиков в области термометрии с более чем 45-летним стажем работы в этой области. В апреле 2008 года лаборатория получила лицензию на выпуск СИ и сертификат аккредитации в этой области. Лаборатория укомплектована всем необходимым оборудованием для производства СИ и аттестации

ТЭП. Первоначально мы занимались аттестацией проволоки, произведенной другими предприятиями.

К августу 2009 года мы укомплектовались волочильным оборудованием и начали освоение производства ТЭП на действующем оборудовании с учетом нашего богатого опыта и знаний в этой области. По заказу Омского предприятия «Эталон» мы занялись производством проволок для изготовления эталонных термопар типа ППО.

Повышенным требованием к платине для эталонных термопар является ее чистота, соответствующая интегральной характеристике  $W_{100}$  не ниже 1,3922. Однако эта интегральная характеристика не учитывает поэлементный состав примесей.

Ранее нами было проведено исследование влияния отдельных элементов микропримесей на  $W_{100}$  платины. Было показано, что наиболее существенное влияние на изменение  $W_{100}$  платины оказывают легкоплавкие микропримеси: медь, кремний, алюминий, и др., которые понижают  $W_{100}$  платины в 10-20 раз эффективнее, чем родий; железо, никель и молибден – в 5-10 раз эффективнее родия. Все металлы платиновой группы понижают  $W_{100}$  платины аналогично родию.

Было показано также, что перераспределение этих более легкоплавких, чем платина, примесей при длительных высокотемпературных выдержках приводит к еще большему снижению ее  $W_{100}$ , то есть при эксплуатации это приводит к сокращению ресурса стабильной работы СИ. Кроме того, эти же примеси затрудняют расчетное легирование платины родием для достижения требуемой комплектности термоэлектродов, так как при переплаве они частично отшлаковываются, что существенно меняет примесный состав основы, по которой и был сделан расчет шихты.

Таким образом, перед нами стояла первая задача - рафинировать платину именно от легкоплавких элементов и обеспечить требуемый уровень  $W_{100}$  не ниже 1,3922. В работу была взята платина массой 1600 г с  $W_{100}$  1,3919, которая содержала порядка 40 ppm различных микропримесей, не входящих в состав МПГ. После проведения пирометаллургического рафинирования общее содержание этих микропримесей снизилось до 30 ppm, что позволило повысить  $W_{100}$  платины до 1,3922.

Платиновый слиток был разделен на две части, сделан расчет шихты для сплава ПР-10 с учетом  $W_{100}$  платины. Плавился сплав в вакуумной индукционной печи. Аттестация проволок показала, что они комплектны по первому классу, однако при 300°C и 600°C отклонение от НСХ находится на пределе допустимого.

**Таблица 1 - Результаты определения термоэлектрических свойств проволоки**

Металл, сплав	Проба	Т отжига, °С	$W_{100}$	ТЭДС, мкВ при температурах °С				Полнота отжига
				300	600	900	1200	
ПлТ	930472	1000 <sup>0</sup> /30'	1,3922	±0	+1	+1	+3	1
ПР-10	930521	1060 <sup>0</sup> /30'		-2	-5	-5	-5	2
Отклонения комплектной пары ПР-10/ПлТ от НСХ по ГОСТ 8.585-2001				-9	-10	-2	+4	
Регламент ГОСТ 10821-2007				±9	±10	±11	±16	

Дополнительно были определены градуировочные характеристики изготовленных термопреобразователей прямым сличением вблизи температур реперных точек цинка, алюминия и меди.

#### **Градуировка термоэлектрических преобразователей ТПП(S)**

Однородность платиновой проволоки по всей ее длине (170м) была оценена по ГОСТ 10821 (через каждые 5 м) и составила 5 мкВ (допустимо 7 мкВ), платинородиевой проволоки (170 м) – 12 мкВ (допустимо -15 мкВ)

Все испытания проводились на отожженной проволоке:

Платина 1000° С, 30 мин.

ПР-10 1060° С, 30 мин.

Оценена полнота отжига (Таблица 2), которая составила для платиновой проволоки 1 мкВ, для платинородиевой – 2 мкВ (допустимо 7 мкВ и 10 мкВ, соответственно).

Механические свойства проволок также соответствуют требованиям ГОСТ 10821:

Предел прочности:

платиновой проволоки – 14 кгс/мм<sup>2</sup> (допустимо 14 кгс/мм<sup>2</sup>)

платинородиевой – 32 кгс/мм<sup>2</sup> (допустимо 32 кгс/мм<sup>2</sup>).

Партия проволок по 5 м каждого сплава была поставлена на “Эталон” для испытания.

Неоднородность платиновой проволоки опытной поставки, измеренная через 1 м, составила 0 мкВ, платинородиевой проволоки – 1 мкВ.

Таблица 2 - Полнота отжига проволоки

Термоэлектроды						№ термопары	ТЭДС, мкВ при температурах, °С						
Положительный			Отрицательный				300	420,047	599,8	660,03	899,9	1084,283	1200,2
Сплав	Проба	d, мм	Сплав	Проба	d, мм								
ПР-10	930521	0,5	ПлТ	930472	0,5	1	2314	3443	5227	5847	8442	10566	11952
						2	2314	3444	5228	5848	8446	10572	11959
ГОСТ 8.585-2001 НСХ							2323	3451	5237	5857	8448	10570	11953
Отклонения от ГОСТ 8.585-2001						1	- 9	- 8	- 10	- 10	- 6	- 4	- 1
						2	- 9	- 7	- 9	- 9	- 2	+ 2	+ 6
Регламент ГОСТ 10821							± 9	± 10	± 10	± 10	± 11	± 12	± 16



Сертификат качества продукции № 300

Проволока из платины марки Плт и платинородиевого сплава марки ПР – 10  
для термоэлектрических преобразователей ГОСТ 10821-2007

Номер отгрузочной партии - 642/643

Марка металла, сплава											Суммарная масса скомплекто- ванных мотков ПР-10/Плт, г
Плт					ПР – 10						
Проба 910472					Проба 910521						
Диаметр, мм 0,5					Диаметр, мм 0,5						
Количество мотков, шт 1					Количество мотков, шт 1						
№ мотка	Длина проволоки, м	Масса, г	Неоднородность, мкВ	$\sigma_B$ , кгс/мм <sup>2</sup>	$W_{100}$	№ мотка	Длина проволоки, м	Масса, г	Неоднородность, мкВ	$\sigma_B$ , кгс/мм	
1	5,0	21,14	0	14	1,3922	1	5,0	19,75	1	32	40,89

Отклонение ТЭДС (мкВ) скомплектованных пар от НСХ ГОСТ Р 8.585 – 2001 при контрольных температурах, °С			
300°С	600°С	900°С	1200°С
-9	-10	-2	+4

Следует отметить, что процесс производства ТЭП требует высокого уровня производственной гигиены, чтобы исключить загрязнение поверхности проволок и вызванное этим изменение их электрических характеристик. Помимо того, что у нас производственная гигиена на высоте, мы еще дополнительно после некоторых технологических операций проваривали металл в растворе кислот, это обеспечило достижение свойств готовой продукции, первоначально измеренных на образцах, изготовленных в стерильных лабораторных условиях.

При производстве ТЭП мы исчерпали далеко не все имеющиеся у нас резервы очистки платины от примесей:

- мы не использовали зонную очистку металла (на установке плавят иридий, в начале 2010 года ее ждет реконструкция),
- очень хорошие результаты уже получены при аффинаже платины: по результатам химического анализа содержание микропримесей в платиновой губке порядка 20 ppm, - однако мы не успели оценить  $W_{100}$  аффинированной платины;
- опробованы далеко не все возможные режимы открытой и вакуумной индукционных плавов. Эта работа продолжается.

Следующий этап, который нам предстоит освоить, это жгутирование термоэлектродных проволок, которое выравнивает химический, в том числе примесный состав материалов, что гарантирует высокую однородность электрических свойств по всей длине термоэлектродов, облегчает их комплектацию, повышает гарантию качества продукции. Кроме того, жгутирование повышает предел прочности сплавов. Мы надеемся получить первые результаты этой работы уже в ноябре 2009 г.

До конца этого года мы планируем также приступить к освоению производства проволок из сплавов ПР-6 и ПР-30.

На имеющемся оборудовании мы можем в месяц производить до 6 кг ТЭП.

В 2010 году мы приобретаем многократный волочильный стан, что расширит наши возможности производить до 15 кг ТЭП в месяц.

Перед производителями термоэлектродных материалов стоит первоочередная задача произвести проволоку марки Пл0 диаметром 0,1 мм для эталонных термометров сопротивления. Ранее нами была проведена большая работа по изучению причин снижения  $W_{100}$  платины в процессе производства проволок тонкого диаметра менее 0,1 мм. Было показано, что при волочении инородные металлы, которыми может быть загрязнена поверхность проволоки при проведении технологических операций, диффундируют в платину под воздействием высоких степеней деформаций поверхностных слоев металла и высоких температур, характерных для очага деформации. С уменьшением диаметра проволоки возрастает объем загрязненного металла. Начиная с диаметра 0,1 мм и меньше это загрязнение становится ощутимо и приводит к уменьшению  $W_{100}$  платины на (0,0001-0,0003) единицы, что не позволяет получить платину марки Пл0. Для получения платины такой марки необходимо проводить ее волочение в стерильных условиях, добавляя проварку проволоки в кислотах после некоторых этапов волочения. Технология эта нами отработана. С учетом того, что мы разработали и технологию аффинажа платины, после приобретения многократного волочильного стана (см. выше) мы готовы заняться изготовлением проволоки для эталонных термометров сопротивления.

Мы могли бы освоить также выпуск термопар из иридий-родиевых сплавов, используемых для измерения температур свыше 2000°C. Для этого необходимо:

- иметь сведения о потребности рынка;
- укомплектовать испытательную лабораторию печью на 2500°C и подходящим средством измерения этой температуры, обеспечивающим необходимую погрешность.

Основная технологическая операция – горячее волочение иридиевых проволок – у нас уже освоена.

## **ВЫВОДЫ**

1. На ЗАО «УРАЛИНТЕХ» создана испытательная лаборатория, которая имеет лицензию на выпуск бескорпусных термопреобразователей и аккредитацию в этой области. Предприятие аккредитовано также на проведение калибровки СИ.
2. Выпущена опытная партия ТЭП, аттестованных по 1 классу, для производства эталонных СИ для Омского предприятия «Эталон».
3. Разработана технология аффинажа платины.
4. Разработана технология пирометаллургического рафинирования платины.
5. Разработана технология производства ТЭП состава платины и ПР-10, обеспечивающая сохранение исходных электрических характеристик материалов, измеренных на лабораторных образцах.
6. Предприятие имеет аттестованную методику КХА на определение примесей в платине. Анализ примесей необходим при выборе платины для производства ТЭП.
7. Предприятие готово заняться освоением выпуска платиновой проволоки марки Пл0 для эталонных термометров сопротивления и иридиевых термопар для измерения температур свыше 2000 °С.

**Презентация ОАО «НПК «Суперметалл»  
Ястребов В.А., Москва**

**SUPERMETAL** 

## **Проблемы качества термоэлектродов**



# Эталонные термопары

Требования к чистоте платинового электрода

$$W_{100} \geq 1,3920$$

ГОСТ 8.611-2005  
Методика поверки

$$W_{100} \geq 1,3922 \text{ (ПлТ)}$$

ГОСТ Р 52314-2005  
Технические требования

$$W_{100} \geq 1,3920 \text{ (Пл электрод)}$$

$$W_{\text{пов.}} = W_{\text{отп.}} - K * \Delta E_{\text{пл}}$$

Au !

# Реперные точки и градуировка ТП

Реперные температуры (для ППО) :

- 1084,62;
- 660,323;
- 419,527

Диапазон температур применения :

- 300-1100 °С – 1 разряд;
- 300-1200 °С – 2,3 разряды

## Расчет градуировки эталона

$T, ^\circ\text{C}$	419,53	660,32	1084,62
$\Delta E_{\text{НСХ}}, \mu\text{V}$	-10	-9	-10

$T, ^\circ\text{C}$	300	600	900	1100	1200
$\Delta E_{\text{НСХ}}, \mu\text{V}$	-12	-11	-8	-9	-9

## Расчет градуировки РОС

$T, ^\circ\text{C}$	419,53	660,32	1084,62
$\Delta E_{\text{НСХ}}, \mu\text{V}$	-9	-7	-8

$T, ^\circ\text{C}$	300	600	900	1100	1200
$\Delta E_{\text{НСХ}}, \mu\text{V}$	-14	-8	-5	-8	-10

Прямые измерения  $E$  при  $\sim 300^\circ\text{C}$ ,  
контроль температуры – эталонным ТС

- Эталон -  $\Delta E_{\text{нсx}}=0$  (расчетное значение: - 12  $\mu\text{V}$ );
- РОС -  $\Delta E_{\text{нсx}}=2$  (расчетное значение: - 14  $\mu\text{V}$ );

# Что делать

- Методика определения  $W_{100}$  для эталонных ТП с использованием ТС
- Введение в перечень реперных точек для эталонных ТП ППО – точку затвердевания олова