УДК 528.71:528.8

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ВЕРТИКАЛЬНОГО ГРАДИЕНТА ТЕМПЕРАТУРЫНА ВОСПРОИЗВОДИМОСТЬ РЕПЕРНЫХ ТОЧЕК ТЕМПЕРАТУРЫ ЗАТВЕРДЕВАНИЯ МЕТАЛЛОВ

Антон Анатольевич Горбылев
Сибирская государственная геодезическая академия (СГГА), 630108, г. Новосибирск, ул. Плахотного, 10, аспирант, тел. (923)149-63-42, e-mail: anton.gorbylev@mail.ru

В статье приводятся результаты исследования влияния вертикального градиента температуры на границу раздела фаз внутри ампул реперных точек температуры затвердевания металлов на примере реперной точки затвердевания индия.

Ключевые слова: эталон температуры, ампулы реперных точек затвердевания металлов.

RESEARH VERTIVAL TEMPERATURE GRADIENT INFLUENCE AT REPRODUCIBILITY OF TEMPERATURE OF FIXED POINTS OF METAL FREEZING

Anton A. Gorbylev
Siberian State Academy of Geodesy (SSGA) 10 Plakhotnogo UI., Novosibirsk, 630108. Russian Federation, graduate student, tel. +7(923)149-63-42, e-mail: anton.gorbylev@mail.ru

This article is about results of the research vertical temperature gradient influence at liquid-solid interface inside fixed point cells of freezing metal for example fixed point of freezing indium.

Key words: temperature standard, fixed point cells of metal freezing.

На базе ФГУП «СНИИМ» функционирует вторичный эталон единицы температуры ВЭТ 34-27-99, модернизация которого продолжается с 2009 года. В рамках модернизации был разработан программно-аппаратный комплекс ПТК-РТ, предназначенный для управления эталонами тепловых величин, в том числе для воспроизведения реперных точек затвердевания металлов.

В этом комплексе реализован новый алгоритм, который управляет нагревателями печи с учетом градиента температуры по высоте ампулы. На всех этапах реализации алгоритм работает таким образом, чтобы градиент стремился к нулю. В данной статье приводятся результаты исследований влияния разных величин вертикального градиента температуры по высоте ампулы на границу раздела фаз при воспроизведении реперных точек температуры затвердевания металлов.

В печи комплекса ПТК-РТ градиент температуры по высоте ампулы постоянно измеряется двумя датчиками, расположенными вблизи нижнего и верхнего торцов ампулы. Эти датчики были добавлены в систему после того, как было выяснено, что одинаковая температура нагревателей не гарантирует отсутствия температурного градиента внутри жаровой трубы. Как правило, в районе нижнего нагревателя температура всегда выше, т.к. снизу нет отвода

тепла. Поведение градиента температуры по высоте при одинаковой температуре нагревателей проиллюстрировано на рис. 1.

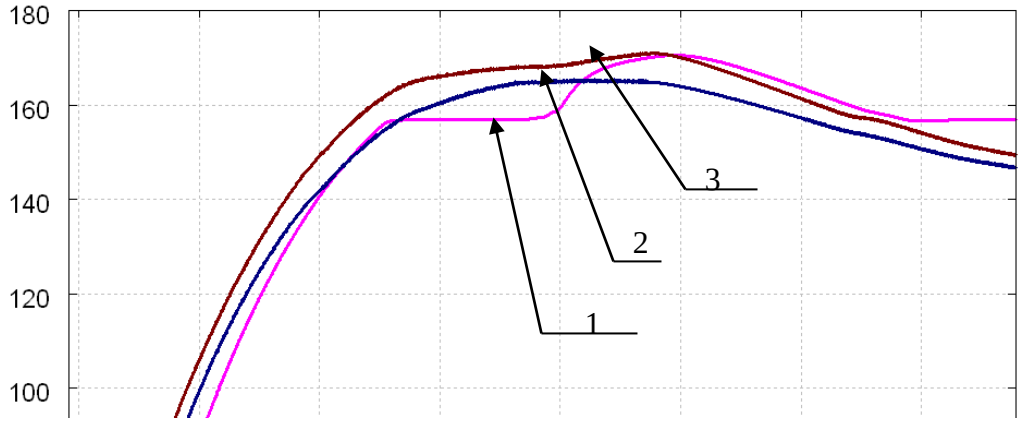


Рис. 1. Показания градиентных и контрольного датчиков при реализации реперной точки затвердевания индия в режиме одинаковой температуры нагревателей

Здесь цифра 1 обозначает график контрольного датчика температуры, цифра 2 – график датчика верхнего градиента и цифра 3 – график датчика нижнего градиента.

По рисунку видно, что в процессе плавления градиент температуры постепенно растет вместе с увеличением температуры внутри печи. В процессе плавления градиент постепенно выравнивается, в процессе перегрева снова растет и на площадке затвердевания опять уменьшается. На рисунке четко видно, что нижний конец ампулы всегда горячее верхнего. На практике величина градиента во многом зависит от конфигурации нагревателей, положения ампулы относительно них и тепловой изоляции.

Согласно документу Supplementary Information for ITS-90, в процессе реализации реперных точек затвердевания металлов, также как и в процессе реализации тройной точки воды, необходимо наличие двух границ раздела фаз – внешней и внутренней. Внешняя граница формируется за счет понижения температуры нагревателей ниже температуры затвердевания. Внутренняя граница формируется, например, за счет охлаждения канала ампулы погруженным термометром, за счет теплоотвода по подводящим проводам и за счет конвенции внутри измерительного канала.

Наличие обеих границ обязательно для стабильной площадки затвердевания. В процессе воспроизведения реперной точки движение внутренней границы обуславливается постоянным теплоотводом по поверяемому или контрольному термометру. Кроме того, в процессе поверки внутрь канала опускаются термометры с температурой ниже площадки затвердевания, что ускоряет движение внутренней границы. Чтобы увеличить длительность площадки затвердевания, необходимо максимально снизить скорость движения внешней границы раздела фаз. Это достигается за счет

поддержания температуры нагревателей, максимально близкой к температуре затвердевания.

Наличие градиента может спровоцировать смещение внешней границы раздела фаз таким образом, что металл с одного конца ампулы уже затвердеет полностью, в то время как с другого конца будет находиться в расплавленном состоянии. Такое смещение приведет к возникновению существенного градиента температуры внутри измерительного канала, что может привнести погрешность при поверке платиновых термометров сопротивления, у которых есть требование к минимальной глубине погружения.

Смещение границ влияет также и на повторяемость площадки затвердевания, т.к. со временем поведение нагревателей и теплоизоляции меняется, что приводит к изменению градиента температуры по высоте ампулы в процессе реализации.

Важным моментом является то, что ампулы чистых металлов получают размер единицы на оборудовании ВНИИМ, т. е. в отрыве от оборудования для реализации, в котором используются эти ампулы. Ампула может пройти поверку, но при неверном алгоритме реализации температура реперной точки может не соответствовать той, что указана в свидетельстве на ампулу.

В любом случае, использование алгоритма управления по градиенту температуры по высоте ампулы существенно увеличивает длительность площадки затвердевания за счет того, что границы раздела фаз двигаются параллельно друг другу.

Чтобы проследить влияние градиента на площадку затвердевания, необходимо непрерывно измерять температуру внутри измерительного канала на разной высоте. Для этого были использованы четыре малогабаритных платиновых термометра Pt100 Heraeus M220 Class B, предназначенные для измерения температуры в диапазоне от -70 до +500 °C. Для измерения сопротивления и преобразования сопротивления в температуру использовался специализированный многоканальный измеритель температуры ТМ-4.

Перед началом исследований термометры вместе с прибором были отградуированы сначала в тройной точке воды, потом в точке затвердевания индия, после этого еще раз в тройной точке воды, для проверки стабильности.

В процессе градуировки было выяснено, что датчики обладают отличной стабильностью. Прибор ТМ-4 имеет постоянное смещение измеряемой температуры между каналами в диапазоне от – 0,1 °C до + 0,1 °C. Однако это смещение постоянно для каждого из датчиков, а значит оно не может повлиять на результаты исследования.

Так как в процессе измерения датчики в любом случае проходят через этап площадки затвердевания, мы всегда можем в реальном времени оценить погрешность измерения температуры каждым датчиком. В любом случае, в данном исследовании наибольшую ценность представляет на абсолютное значение температуры, измеряемое каждым датчиком, а градиент температуры внутри измерительного канала, т.е. смещение температуры относительно контрольного датчика.

Датчики были помещены в стеклянную пробирку, засыпанную мелкодисперсным порошком оксида алюминия (имитатор термометра). Датчики были расположены на расстоянии 5,5 см друг от друга так, как показано на рис. 2.

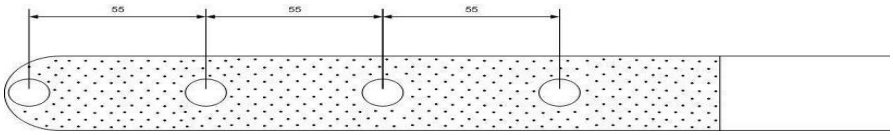


Рис. 2. Положение датчиков температуры внутри пробирки

Высота измерительного канала в ампуле индия составляет 200 мм, расстояние между крайними датчиками – 165 мм. Благодаря такому расположению возможно получить информацию о поведении границы раздела фаз в процессе фазового перехода.

В процессе исследования было выполнено 4 эксперимента – 2 с минимальным градиентом температуры, 1 с градиентом 7 градусов при горячем нижнем конце ампулы и 1 с градиентом 7 градусов при горячем верхнем конце ампулы. Во всех экспериментах средняя температура градиентных датчиков поддерживалась одинаковой.

Ниже представлены графики экспериментов. На всех графиках цифра 1 – это самый нижний датчик, цифра 2 – на расстоянии 55 мм от первого, цифра 3 – на расстоянии 55 мм от второго и цифра 4 – на расстоянии 55 мм от третьего, который расположен ближе всех к концу измерительного канала.

По оси X отложена ось времени, по оси Y – температура.

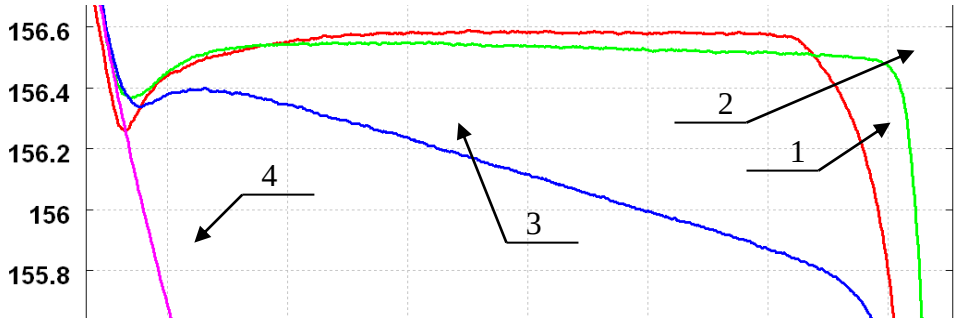


Рис. 3. Эксперимент 1 с минимальным градиентом (28.02.2012)

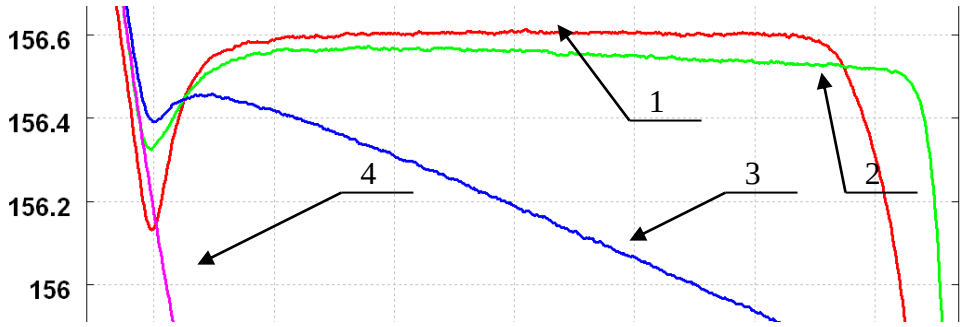


Рис. 4. Эксперимент 2 с минимальным градиентом (05.03.2012)

По рис. 3 и 4 видно, что площадка затвердевания держится стабильно по всей длительности площадки на расстоянии как минимум 60 мм от дна измерительного канала.

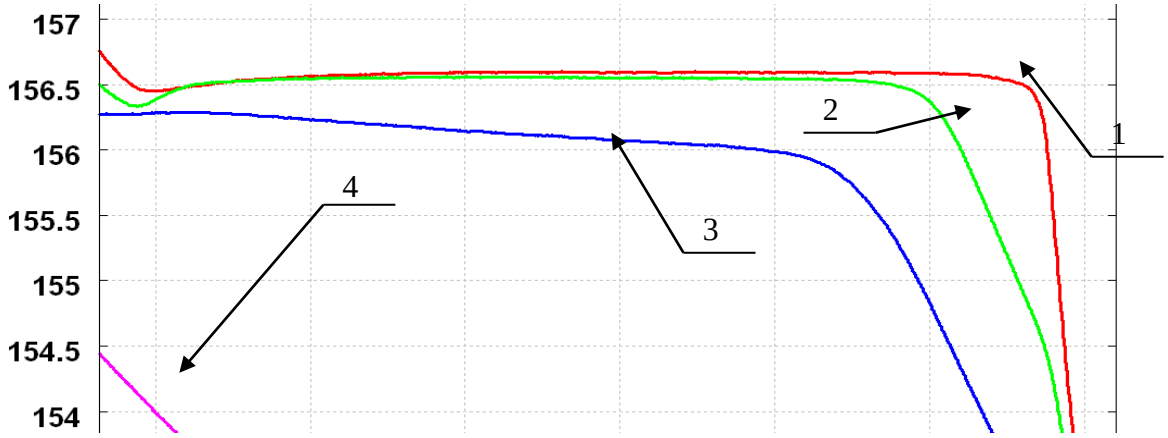


Рис. 5. Эксперимент 3 с градиентом 7 градусов с более горячей нижней частью (29.02.2012)

На рис. 5 видно, что уже к началу площадки затвердевания датчик 4 имеет температуру на 2 градуса ниже температуры площадки. Кажется, что площадка затвердевания на этом графике длится дольше (если судить по датчику 1), но на самом деле это не так – длительность площадки меньше на 1-1,5 часа. Кроме того, если поместить один и тот же ПТС 1-го разряда в начале и в конце площадки, он покажет разные значения температуры из-за того, что затвердевание в верхнем конце ампулы закончится раньше.

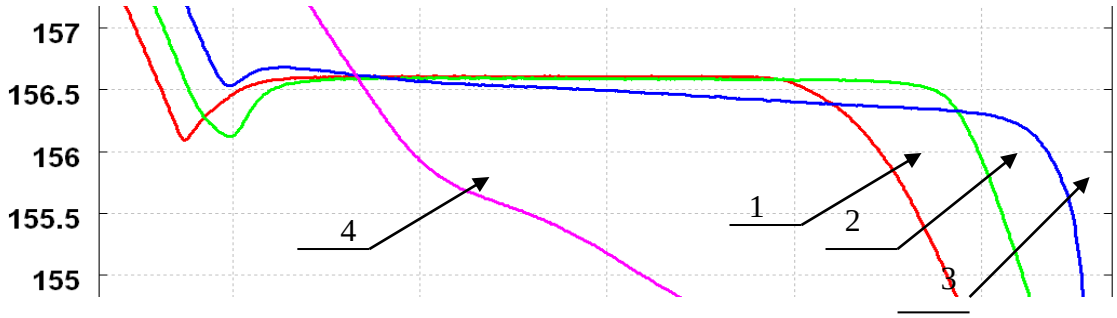


Рис. 6. Эксперимент 4 с градиентом в 7 градусов с более горячей верхней частью (01.03.2012)

На рис. 6 видно, что площадка затвердевания на дне измерительного канала кончается значительно раньше, чем в верхней его части, к началу площадки затвердевания температура датчика 4 выше температуры площадки на 2 градуса.

Представленные графики подтверждают существенное влияние градиента температуры по высоте ампулы на границу раздела фаз и, как следствие, на градиент температуры внутри измерительного канала. Существенное влияние оказывается и на длительность площадки затвердевания.

Данные эксперименты проводились при градиенте 7 градусов, т.к. такой градиент был зафиксирован в печи при работе «классического» алгоритма – поддержании одинаковой температуры на всех нагревателях. В другой печи при этих же условиях градиент может быть значительно выше, особенно при высоких температурах. В дальнейшем эти исследования будут продолжены на реперных точках затвердевания металлов олова, цинка и алюминия.

© А.А. Горбылев, 2012