

Аппаратура для реализации реперных точек МТШ-90.

Печи реперных точек.

В соответствии с ГОСТ Р 8.611-2005 термомпары первого разряда подлежат обязательной градуировке в реперных точках международной температурной шкалы МТШ-90. Градуировка выполняется в реперных точках меди, алюминия и цинка.

Кроме термомпар первого разряда на территории Российской Федерации широкое распространение получили эталонные термометры сопротивления 2-го и 3-го разрядов типа ЭТС-100, ПТСВ и ТСПВ. Они подлежат ежегодной градуировке в реперных точках МТШ-90. В основном при градуировке используются реперные точки индия, олова, цинка и алюминия.

Важной является задача обеспечения государственных национальных эталонов аппаратурой для воспроизведения реперных точек. Согласно государственной поверочной схеме для средств измерений температуры эта аппаратура применяется на уровне государственных первичных, вторичных эталонов и на уровне рабочих эталонов нулевого и первого разряда.

В течение последних лет значительно усилился интерес к реперным точкам МТШ-90 и аппаратуре для их воспроизведения со стороны ведущих поверочных лабораторий нашей страны. Это такие организации как "РОСТЕСТ-МОСКВА", "Тест-С.Петербург", "УРАЛТЕСТ", "Челябинский ЦСМ", "Тюменский ЦСМ".

Для решения перечисленных выше задач АО "НПП "Эталон" выпускает **печи реперных точек** ПРТ 50-700 и ПРТ 600-1100-2, а также **отжиговую печь** ОП 700-1.

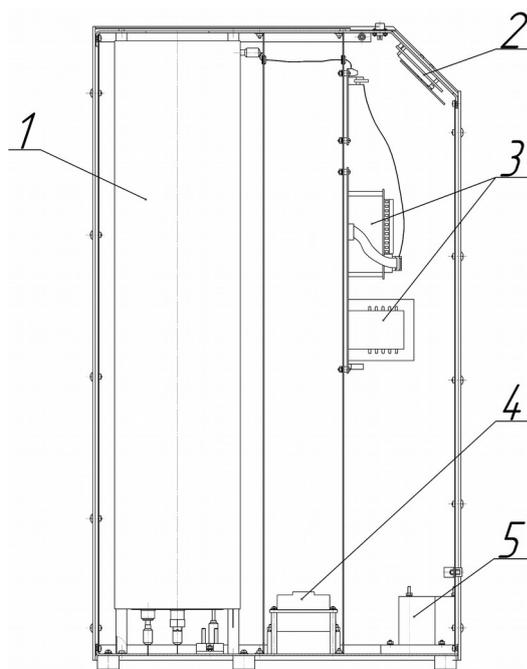
Печь ПРТ 50-700 предназначена для обеспечения температурных режимов плавления и затвердевания при реализации реперных точек индия, олова, цинка и алюминия, печь ПРТ 600-1100-2 для реперных точек серебра и меди, а **отжиговая печь** для снятия эффекта закалки вакансий при градуировке термометров типа ПТС и ВТС в реперных точках алюминия и серебра. Разработка печей велась в период с 2008 по 2014 год под методическим руководством ФГУП "ВНИИМ им. Менделеева".



Наименование характеристики	ПРТ 50-700
Диапазон воспроизведения температур, °С	+50...+700
Нестабильность поддержания температуры, °С/30 мин.	±0,05
Перепад температуры по высоте рабочего пространства печи на длине 200 мм от дна при температуре 700 °С	0,1
Максимальная потребляемая мощность, кВт·А	4,5

Рисунок 1 – внешний вид и характеристики печи ПРТ 50-700

Печь ПРТ 50-700 воспроизводит любую температуру в диапазоне от +50 до +700°C, она имеет моноблочную конструкцию (рисунок 2), то есть в одном корпусе размещаются тепловая башня, цифровой микропроцессорный регулятор температуры, узел индикации и твердотельные реле.

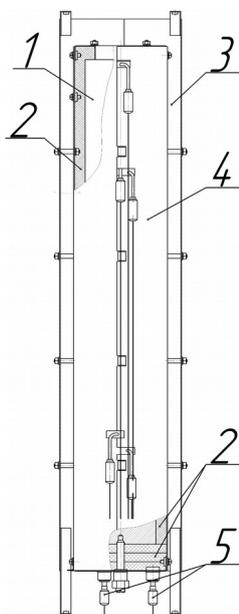


1- тепловая башня, 2 - узел индикации, 3 – регулятор температуры, 4 – твердотельное реле, 5 – автоматический выключатель.

Рисунок 2 – печь ПРТ 50-700

Узлы микропроцессорного регулятора температуры расположены на стальной панели, которая отделена от тепловой башни значительным воздушным зазором, что обеспечивает хорошие условия для работы микроконтроллера и АЦП и существенно повышает надежность печи.

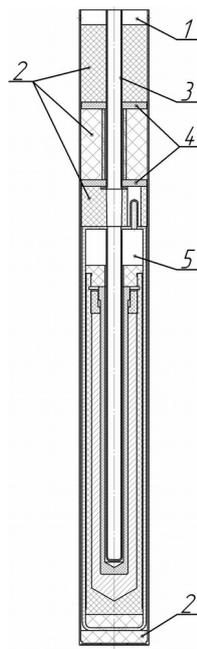
В Тепловую башню (рисунок 3) входят: нагревательная труба, на которой расположены три нагревателя, датчики обратной связи нагревателей, тепловая изоляция, кожух и радиационные экраны.



1 – нагревательная труба, 2 – тепловая изоляция, 3 – радиационные экраны, 4 – кожух, 5 – датчики обратной связи нагревателей.

Рисунок 3 – тепловая башня

Печь ПРТ 50-700 рассчитана на работу с ампулами олова, цинка и алюминия классической конструкции (рисунок 4), которые состоят из ячейки с чистым металлом, защитной арматуры и набора тепловых изоляторов.



1 – защитный кожух, 2 – изоляторы, 3 – канал для термометра,
4 – тепловые затворы, 5 – ячейка с чистым металлом.

Рисунок 4 – ампула реперной **точки олова** (точки цинка, точки алюминия)

Защитная арматура для ячейки с чистым металлом представляет собой контейнер специальной конструкции. Благодаря этому контейнеру в печь ПРТ 50-700 можно помещать как ячейки производства ФГУП ВНИИМ имени Менделеева, так и ячейки производства компании FLUKE.

Внешний вид ячеек олова и цинка представлен на рисунке 3.



Рисунок 5 - Внешний вид ячеек олова и цинка.

При реализации реперных **точек олова**, **точек цинка** или **точек алюминия** печь ПРТ 50-700 работает следующим образом. Оператор самостоятельно устанавливает температурный режим в печи для каждого этапа реализации реперной точки металла. Он задает температуры верхнего, центрального и нижнего нагревателей с учётом настроек градиента для обеспечения изотермичного температурного поля вдоль ампулы реперной точки.

На рисунке 6 показана стабильность поддержания температуры в печи ПРТ 50-700 при режиме 700 °С, т.е. на максимальной рабочей температуре печи. Как видно из графика стабильность не превышает значение $\pm 0,02$ °С. При остальных режимах печь обеспечивает стабильность поддержания температуры не хуже, чем $\pm 0,02$ °С.

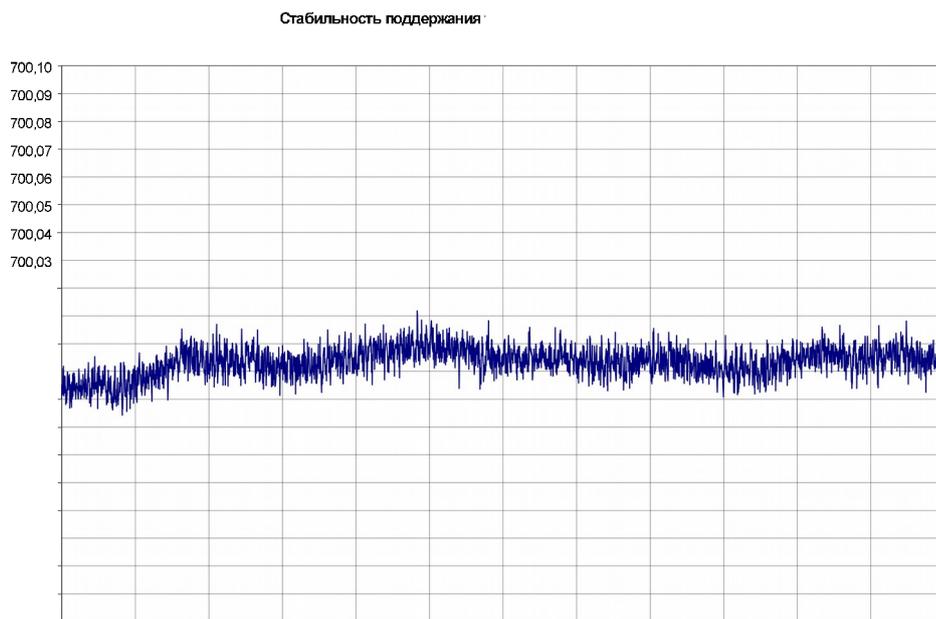


Рисунок 6 - стабильность поддержания температуры в печи ПРТ 50-700 при режиме 700 °С

На рисунке 7 показан вертикальный перепад температуры в печи ПРТ 50-700 при режиме 650 °С. Как видно из графика вертикальный перепад не превысил значение 0,1 °С на длине 200 мм. Измерения выполнялись в выравнивающем блоке.

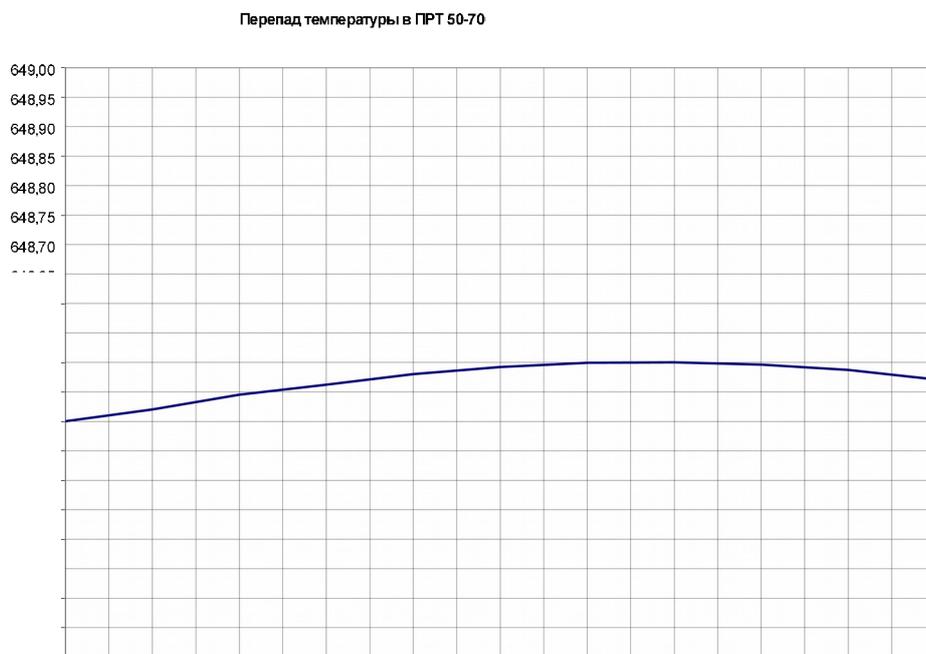


Рисунок 7 - перепад температуры в печи ПРТ 50-700 при режиме 650 °С

На рисунке 8 показан вертикальный перепад температуры при режиме 157,7 °C в ампуле цинка, при температуре близкой к реперной точке индия. Перепад не превысил значение 0,1 °C на длине 150 мм.

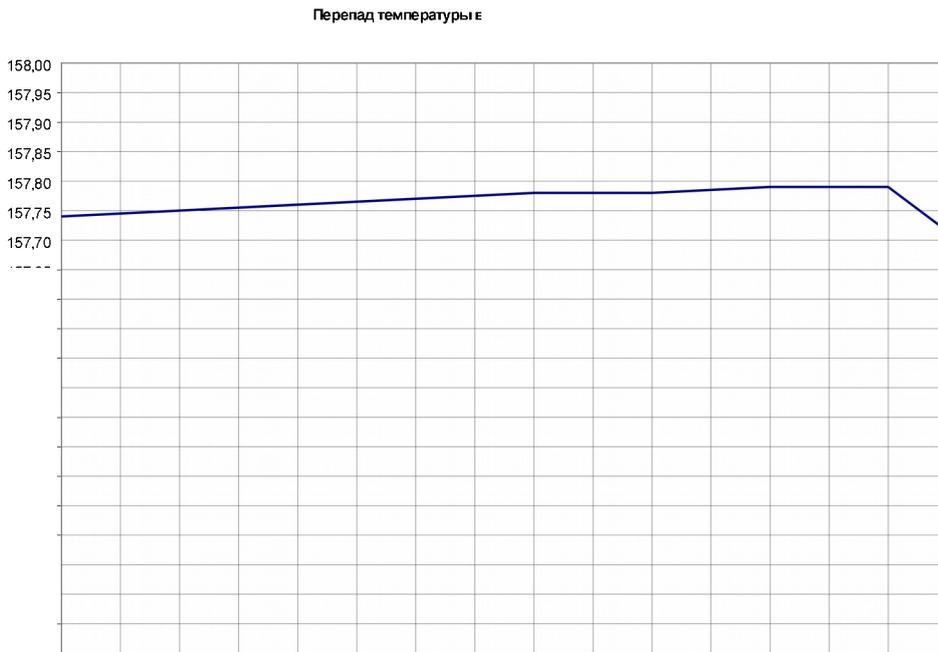


Рисунок 8 - вертикальный перепад температуры при режиме 157,7 °C в ампуле цинка

На рисунке 9 показан вертикальный перепад при режиме 232,9 °C в ампуле цинка, при температуре близкой к реперной точке олова. Перепад так же не превысил значение 0,1 °C на длине 150 мм.

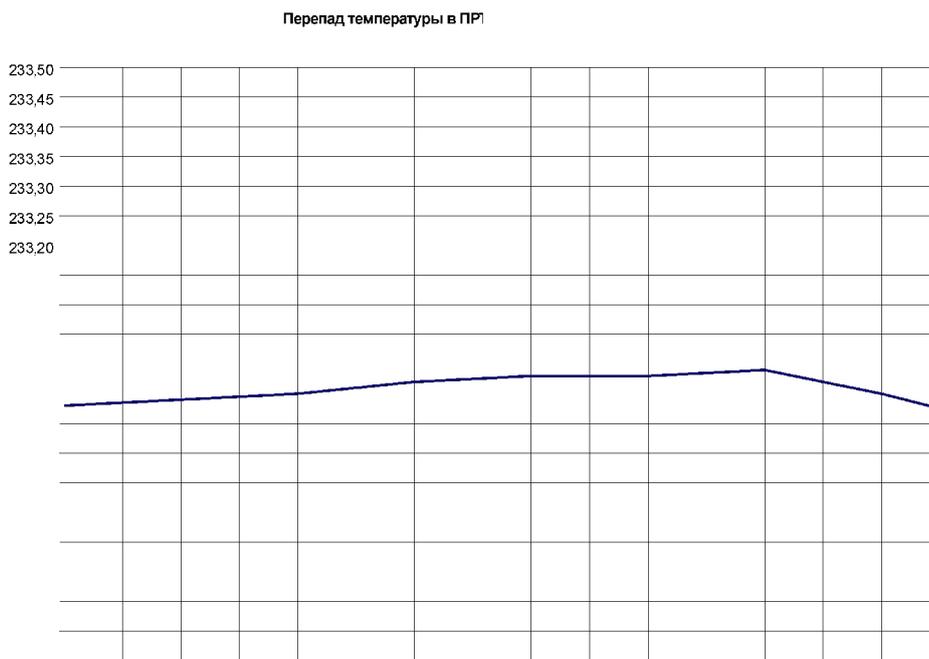


Рисунок 9 - вертикальный перепад при режиме 232,9 °C в ампуле цинка.

На рисунке 10 показан вертикальный перепад температуры при режиме 401 °С в ампуле цинка, при температуре близкой к реперной точке цинка. Перепад так же не превысил значение 0,1 °С на длине 150 мм.

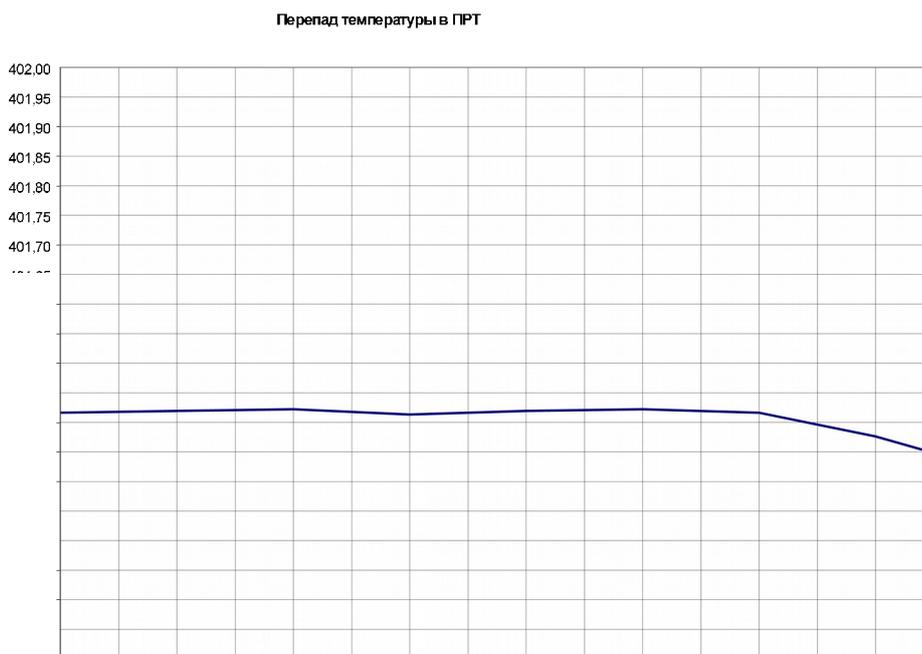


Рисунок 10 - вертикальный перепад температуры при режиме 401 °С в ампуле цинка

Полученные значения градиента и стабильности говорят о том, что печь настроена правильно, и можно уверенно приступать к реализации реперных точек.

На рисунке 11 приведена реализация реперной точки затвердевания цинка в печи ПРТ 50-700. Как видно из графика площадка затвердевания цинка продолжается более 3 часов. Окончание площадки вызвано плановым отключением печи в конце рабочего дня.

ПРТ 50-700 точка

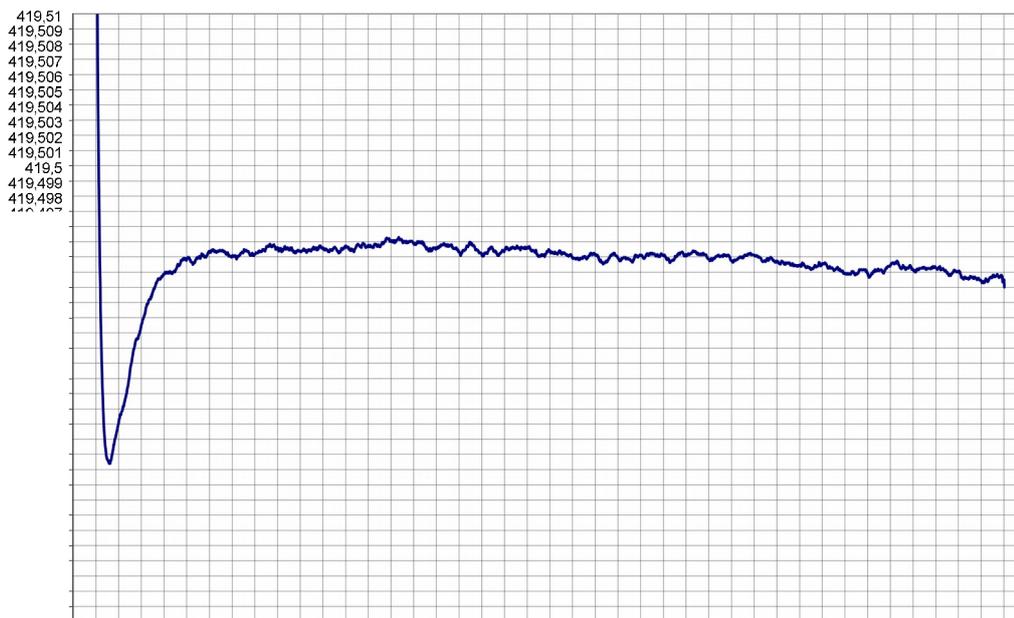


Рисунок 11 - реализация реперной точки затвердевания цинка в печи ПРТ 50-700

На рисунке 12 мы видим площадку затвердевания цинка, реализованную во ФГУП ВНИИМ им. Менделеева в печи ПРТ 50-700. Как видно из графика площадка длится 14 часов. При такой длительности площадки можно выполнить градуировку большого числа термометров.



Рисунок 12 - площадка затвердевания цинка, реализованная во ФГУП ВНИИМ им. Менделеева в печи ПРТ 50-700

Печь ПРТ 600-1100-2 воспроизводит любую температуру в диапазоне от +600 до +1100°C. Она состоит из печи реализации реперных точек, силового узла и блока управления БУ-7 (рисунок 13).

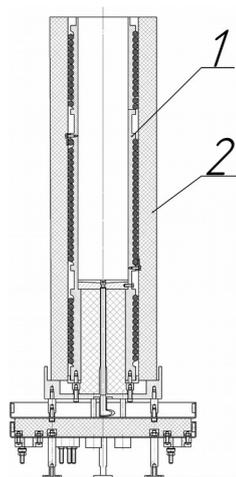


Наименование характеристики	<u>ПРТ 600-1100-2</u>
Диапазон воспроизведения температур, °С	+600...+1100
Нестабильность поддержания температуры, °С/30 мин.	±0,3
Перепад температуры по высоте рабочего пространства печи на длине 300 мм от дна при температуре 1100 °С	0,5
Максимальная потребляемая мощность, кВт·А	4

Рисунок 13 – внешний вид и характеристики печи ПРТ 600-1100-2

Силовой узел печи выполнен в отдельном корпусе и содержит в себе понижающий трансформатор и твердотельные реле. Управление печью осуществляет цифровой микропроцессорный регулятор температуры БУ-7, в котором реализован адаптивный и ПИД-закон регулирования.

На рисунке 14 показана конструкция нагревателя печи реализации реперных точек, входящей в состав ПРТ 600-1100-2. Нагреватель имеет три секции, которые уложены на поверхности никелевой трубы, они питаются пониженным напряжением 36 вольт переменного тока. Поверх нагревателей уложена тепловая изоляция для уменьшения тепловых потерь в печи и защиты атмосферы рабочего помещения от нагрева. Конструкция нагревателя позволяет получать хорошее изотермическое температурное поле в рабочем объеме благодаря тому, что секции нагревателя расположены непосредственно на никелевой трубе.



1 – нагреватель, 2 – теплоизоляция.

Рисунок 14 - печь реализации реперных точек, входящая в состав ПРТ 600-1100-2

При реализации реперных точек серебра и меди печь работает следующим образом. Оператор самостоятельно устанавливает температурный режим в печи для каждого этапа реализации реперной точки металла. Он задает температуры верхнего, центрального и нижнего нагревателей с учётом настроек градиента для обеспечения изотермического температурного поля вдоль ампулы реперной точки.

На рисунке 15 показана стабильность поддержания температуры в печи ПРТ 600-1100-2 при режиме 1050 °С. Как видно из графика стабильность не превышает значение $\pm 0,2$ °С. При остальных режимах печь обеспечивает стабильность поддержания температуры не хуже, чем $\pm 0,2$ °С.

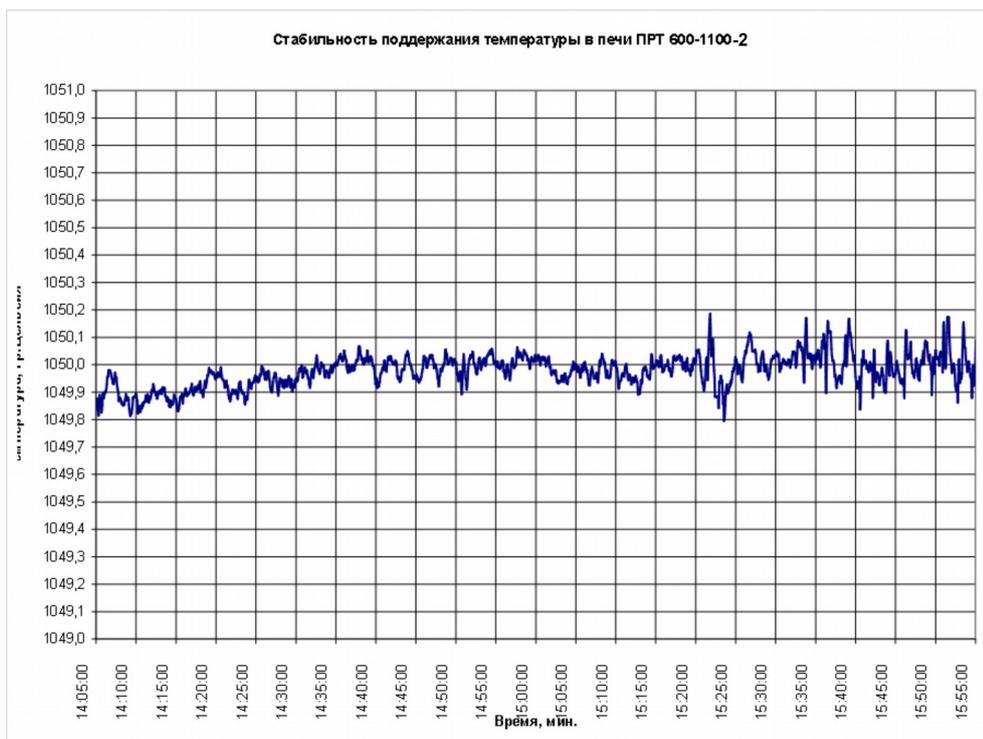


Рисунок 15 - стабильность поддержания температуры в печи ПРТ 600-1100-2 при режиме 1050 °С.

На рисунке 16 приведен вертикальный перепад температуры в ПРТ 600-1100-2 при режиме 1075 °С. Измерения выполнялись в выравнивающем блоке при помощи термоэлектрического термопреобразователя типа ППО 2 разряда и мультиметра универсально прецизионного В7-99 производства АО "НПП "Эталон". Как видно из графика перепад не превысил значение 0,3 °С на длине 300 мм.

Вертикальный перепад температуры в ПРТ 600-1100-2

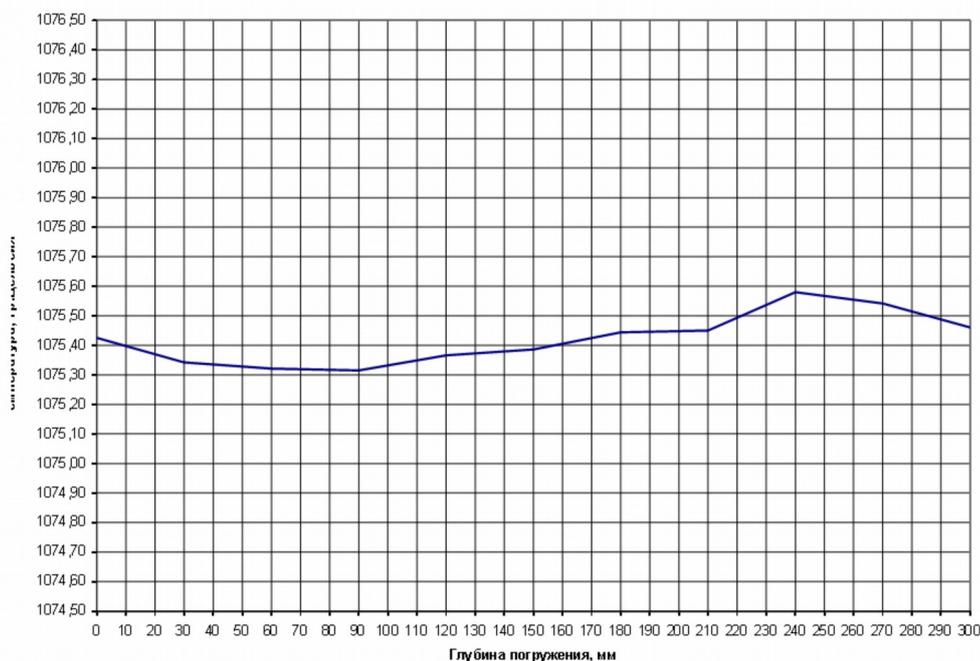


Рисунок 16 - вертикальный перепад температуры в ПРТ 600-1100-2 при режиме 1075 °С

На рисунке 17 приведен вертикальный перепад температуры в ампуле реперной точки меди в печи ПРТ 600-1100-2 при режиме 1075 °С. При этом режиме металл в ампуле не расплавлен, и ампула имеет свойства близкие к металлическому выравнивающему блоку. Как видно из графика вертикальный перепад не превысил значение 0,1 °С на длине 100 мм. Измерения так же выполнялись при помощи ППО 2 разряда и измерителя В7-99.

Вертикальный перепад темп

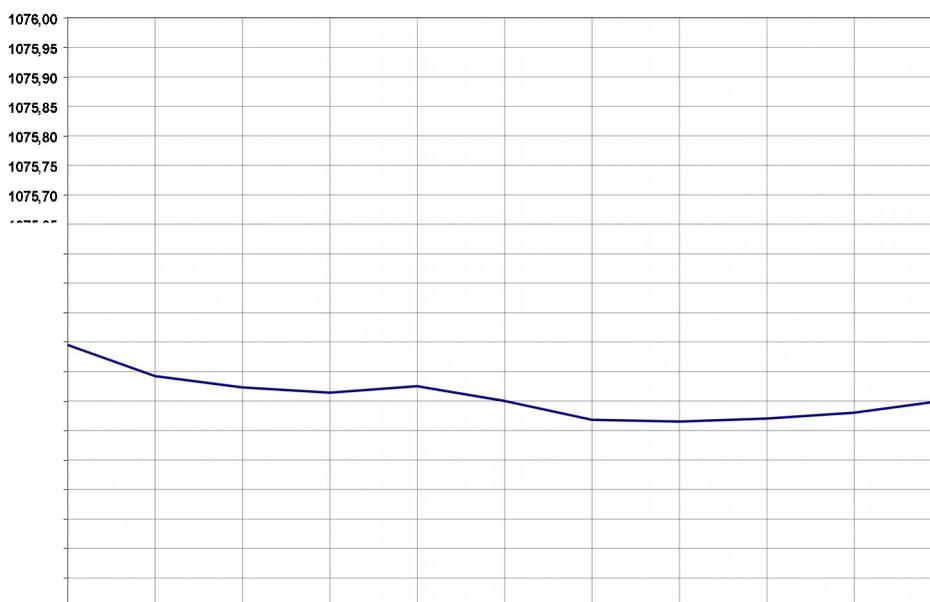


Рисунок 17 вертикальный перепад температуры в ампуле реперной точки меди в печи ПРТ 600-1100-2 при режиме 1075 °С

Полученные значения градиента и стабильности говорят о том, что печь настроена правильно, и можно приступать к реализации реперных точек.

На рисунке 18 приведена площадка плавления реперной точки меди в печи ПРТ 600-1100-2, реализованная во ФГУП ВНИИМ им. Менделеева. Как видно из графика плавление меди длится 120 минут. Это говорит о том, что в печи обеспечено изотермичное тепловое поле, благодаря которому металл равномерно плавится без резких ударных переходных процессов. Такое медленное плавление металла гарантирует исправность ампулы и исключает ее разрушение из-за неправильного нагрева.

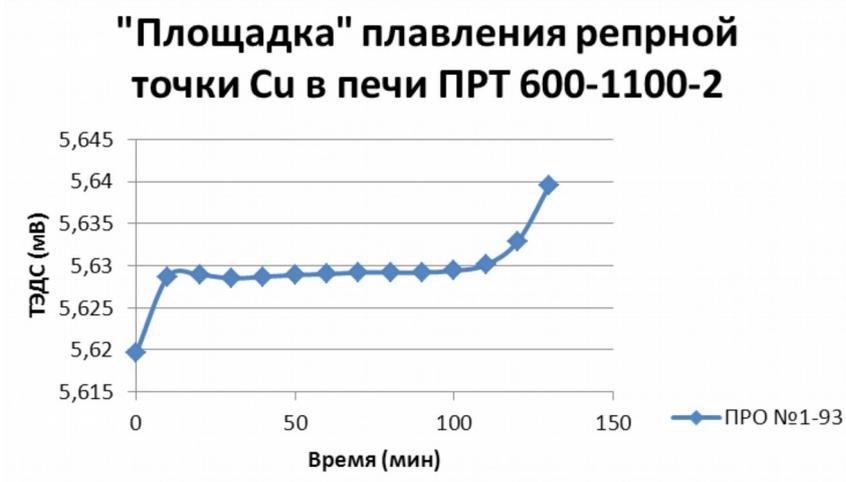


Рисунок 18 - площадка плавления реперной точки меди в печи ПРТ 600-1100-2

На рисунке 19 мы видим площадку затвердевания реперной точки меди в печи ПРТ 600-1100-2, реализованную во ФГУП ВНИИМ им. Менделеева. Площадка была зафиксирована при помощи аппаратуры, входящей в состав Государственного вторичного эталона единицы температуры (эталон-копии). Состав аппаратуры - это преобразователь термоэлектрический платинородий-платинородиевый типа ПРО эталон 1-ого разряда и мультиметр «KEITHLEY 2002». Длительность площадки составила 1 час 15 минут.



Рисунок 19 - площадка затвердевания реперной точки меди в печи ПРТ 600-1100-2

На рисунке 20 показана еще одна площадка затвердевания реперной точки меди в печи ПРТ 600-1100-2 также реализованная во ФГУП ВНИИМ им. Менделеева и зафиксированная аппаратурой того же эталона, только вместо ПРО был использован преобразователь термоэлектрический платинородий-платинородиевый типа ППО эталон 1-ого разряда. Длительность площадки составила 1 час 30 минут. Такая длительность площадки затвердевания позволяет отградуировать 8 термопреобразователей, если они были предварительно подогреты или 4 термопреобразователя без подогрева. Этой производительности вполне достаточно для обеспечения нужд метрологических лабораторий или метрологических институтов.

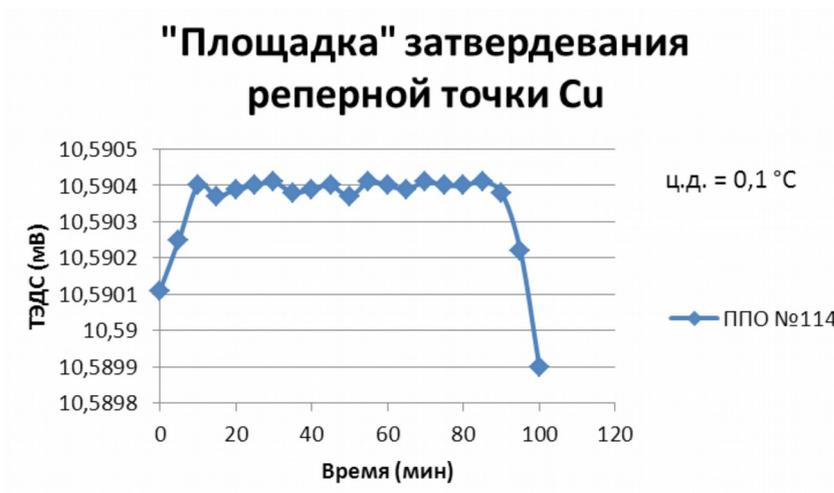


Рисунок 20 - площадка затвердевания реперной точки меди в печи ПРТ 600-1100-2

Отжиговая печь ОП 700-1 предназначена для снятия эффекта закалки вакансий в кристаллической решетке платины при быстром охлаждении термометров от температур, превышающих 500 °C. Закалка может привести к росту сопротивления термометра в тройной точке воды на 10-20 мК (при охлаждении от 960 °C) и 2-5 мК (при охлаждении от 660 °C). Для устранения эффекта закалки термометры дополнительно отжигают при температуре 660 °C не менее 3 ч с последующим медленным охлаждением в печи за 3,5 ч до 450 °C и выводом из печи при этой температуре.



Наименование характеристики	ОП 700-1
Диапазон воспроизведения температур, °C	+60...+700
Нестабильность поддержания температуры, °C/30 мин.	±0,3
Перепад температуры по высоте рабочего пространства печи на длине 50 мм от дна при температуре 700 °C	2
Максимальная потребляемая мощность, кВт·А	4,5

Рисунок 21 – внешний вид и характеристики печи ОП 700-1

Отжиговая печь состоит из термоблока, блока управления БУ-7 и комплекта кабелей. Термоблок выполнен в отдельном корпусе и состоит из вертикального трубчатого нагревателя, тепловой изоляции и датчика обратной связи для блока управления.

Блок управления БУ-7 является одноканальным микропроцессорным регулятором температуры, который осуществляет измерение, индикацию и регулирование температуры в термоблоке по ПИД-закону. Оператор имеет возможность изменять и задавать любые параметры температурного профиля для процесса отжига.

Отжиг термометров осуществляется следующим образом. При помощи блока управления оператор задает температурный профиль: температуру отжига, температуру стабилизации термометров, время отжига при высокой температуре в минутах и время стабилизации так же в минутах. Далее оператор запускает процесс отжига, и блок управления автоматически осуществляет нагрев и остывание печи в соответствии с заданным температурным профилем. При достижении температуры стабилизации (450 °С) блок управления начнет издавать звуковой сигнал, и поддерживать температуру стабилизации до выключения печи.

На рисунке 22 приведен график стабильности поддержания температуры в отжиговой печи при режиме 675 °С. Как мы видим стабильность не превышает значение $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$ за 30 минут работы.

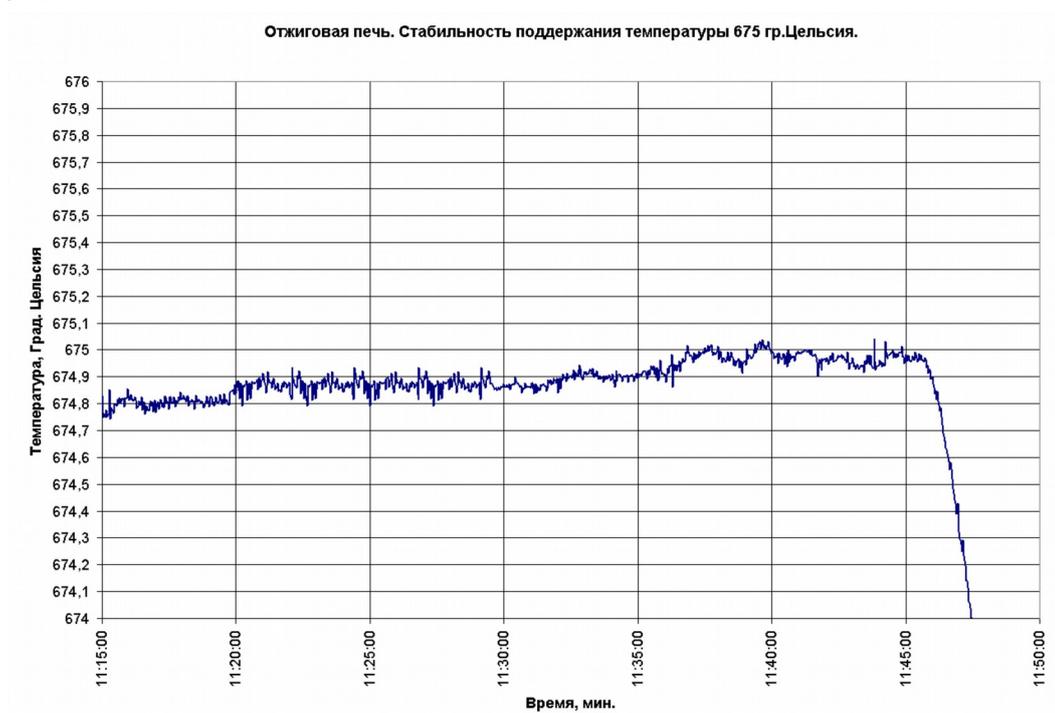


Рисунок 22 - график стабильности поддержания температуры в отжиговой печи при режиме 675 °С

На рисунке 23 показан график работы отжиговой печи в процессе отжига. Сначала был выполнен нагрев, затем отжиг при высокой температуре, после этого остывание за заданное время до температуры стабилизации термометров и последующее поддержание этой температуры.

Отжиговая печь. Процесс отжига.

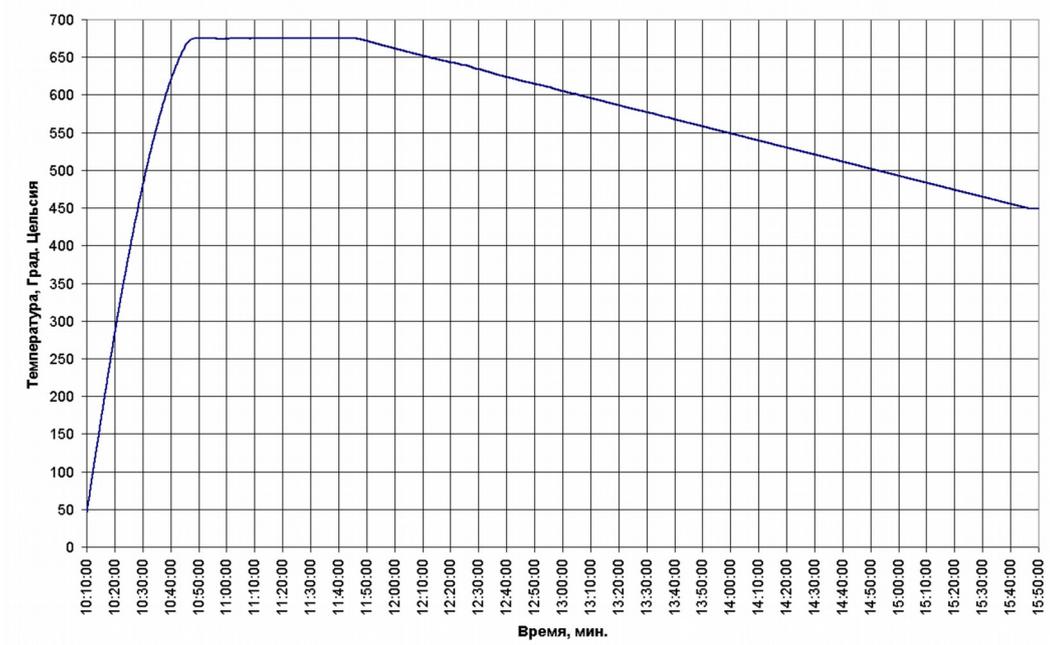


Рисунок 23 - график работы отжиговой печи в процессе отжига

На рисунке 24 для сравнения приведены основные технические характеристики печей реперных точек зарубежного и отечественного производства. В Российских организациях из зарубежных производителей чаще всего встречается продукция компании FLUKE, а из отечественных производителей НПП "Элемер". В таблице представлены три печи на диапазон от +50 до +700 °С и две печи на диапазон от +550 до +1100 °С. Для печей реперных точек главной технической характеристикой является вертикальный градиент температуры, чем меньше градиент, тем дольше будет длительность площадки затвердевания или плавления металла. Как видим из таблицы печи ПРТ 50-700 и ПРТ 600-1100-2 по этой характеристике не уступают зарубежным и отечественным аналогам.

Печи реперных точек

27.10.2015

Технические характеристики	ПРТ 50-700	КТ-650-Н	Печь 9114	ПРТ 600-1100	Печь 9116А
	ОАО НПП "Эталон" Омск	"Элемер" Москва	"FLUKE" США	ОАО НПП "Эталон" Омск	"FLUKE" США
Диапазон температур, °С	+50 +700	+50 +680	+100 +680	+600 +1100	+550 +1100
Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности, °С	-	±0,254 (при t= 680 °С)	±0,5	-	±3
Нестабильность поддержания темп-ры, °С	±0,05 (при t= 700 °С)	±0,047 (при t=680 °С)	±0,03	±0,3	±0,5
Высота изотермической зоны в рабочем пространстве, мм	300	-	-	300	-
Вертикальный градиент температуры по высоте изотермической зоны, °С / см.	0,02 (при t= 700 °С)	0,1 (при t=680 °С)	менее ±0,3	0,02	0,05
Диаметр / глубина рабочего пространства, мм/мм	Ø55 / 450	Ø60 / 515	-	Ø55 / 540	-
Потребляемая мощность, Вт	3200	2500	3500	4000	2500
Температура окружающего воздуха, °С	15 - 25	10 - 35	10 - 35	15 - 25	10 - 35
Габариты (ДхШхВ), мм	230x420x815	360x255x690	400x610x838	450x450x850	406x610x838
Масса, кг	25	39	92,5	40	62

Примечания: Информация взята из каталогов (сайтов) фирм-производителей. Знаком "*" отмечена неуказанная в каталогах информация.

Рисунок 24 - основные технические характеристики печей реперных точек зарубежного и отечественного производства

Основные достоинства печей ПРТ 50-700 и ПРТ 600-1100-2:

1. совместимость с ампулами производства ФГУП "ВНИИМ им. Менделеева", ампулами советского производства и ампулами корпорации "FLUKE".

Универсальная конструкция печи ПРТ 50-700 и ПРТ 600-1100-2 позволяет работать с ампулами чистых металлов производства ФГУП "ВНИИМ", с ампулами старого советского образца, а так же с ампулами производства компании "FLUKE",

2. хорошие теплофизические параметры, позволяющие реализовывать длительные площадки реперных точек.

Печи ПРТ 50-700 и ПРТ 600-1100-2 обеспечивают хорошее изотермическое поле, которое позволяет получать длительные плато затвердевания или плавления металлов. Длительность плато затвердевания таких металлов как индий, олово, цинк и алюминий составляет не менее 3 часов, а длительность плато затвердевания меди не менее 1 часа.

3. надёжная конструкция печей, позволяющая эксплуатировать их длительное время без ремонта.

Надежность конструкции и управляющей электроники печей подтверждается длительными испытаниями и успешной опытной эксплуатацией печей во ФГУП "ВНИИМ". Печь ПРТ 600-1100-2 успешно эксплуатируется во ФГУП "ВНИИМ" с 2009 года и обеспечивает воспроизведение реперной точки затвердевания меди в составе государственного эталона температуры. Печь ПРТ 50-700 неоднократно применялась во ФГУП "ВНИИМ" для аттестации ампул реперных точек как Российского, так и зарубежного производства.

Таким образом, можно уверенно сказать, что печи ПРТ 50-700 и ПРТ 600-1100-2 хорошо зарекомендовали себя в качестве аппаратуры для воспроизведения реперных точек в составе государственного эталона температуры, имеют хорошие теплофизические характеристики и способны удовлетворить потребность в аппаратуре для воспроизведения реперных точек как в поверочных лабораториях, так и в метрологических институтах.

Ключевые слова: метрология, поверка, температура, печь, международная температурная шкала, МТШ-90, ПРТ 50-700, ПРТ 600-1100-2, ОП 700-1, градуировка в реперных точках, реперные точки, точка индия, точка олова, точка цинка, точка алюминия, снятие эффекта закалки.