

Новые методы и средства поверки термоэлектрических термометров в диапазоне температур 300÷1100°С

**Авторы: Белевцев А.В., Каржавин А.В., Коломбет С.В., Улановский А.А.,
Производственная компания «ТЕСЕЙ», г.Обнинск**

Требования по повышению точности измерений температуры с помощью термопар постоянно растут, и наличие эталонных средств измерения температуры высокой точности уже актуально не только для территориальных органов Госстандарта, но для метрологических лабораторий многих промышленных предприятий. Внедрение систем качества и стандартов ИСО-9000 на металлургических производствах требует применения рабочих средств измерений, в т.ч. платиновых термопар, прошедших первичную проверку. Эти же требования переадресуются изготовителям платиновых термопар.

Однако при поверке платиновых термоэлектрических термометров возникает странная ситуация, когда рабочую платиновую термопару 1 класса согласно государственной поверочной схеме измерений можно поверить методом прямого сличения только по эталонной платиновой термопаре 1 разряда. Эталонные термопары 2 и 3 разрядов не имеют необходимого метрологического запаса по допускаемой погрешности (см. табл.1).

Изготовитель платиновых термопар вынужден производить поверку по платиновой термопаре 1 разряда, для того чтобы иметь возможность разделить рабочие термопары по классам точности: 1 или 2. Большой объем поверительных работ ведет к быстрому метрологическому износу высокоточных эталонных термопар, которые производятся в очень небольших количествах. Единственный способ поверки эталонной термопары 1-ого разряда – по реперным точкам температурной шкалы МТШ-90. Но этот метод слишком трудоемок и дорогостоящ. При этом аппаратура и печи для воспроизведения реперных точек температурной шкалы в России пока, по нашим сведениям, не выпускаются.

Такая же проблема существует при поверке технических термопар ХА, НН, ХК, ЖК в диапазоне 300-1100°C, но она осложняется тем, что эталонные платиновые термопары 2-3 разрядов, кроме частого термоциклирования, подвергаются еще и загрязнению различными примесями, перешедшими с термоэлектродов или защитной арматуры технических термопар. Для поверки обычных термопар желательны менее дорогие эталонные средства измерений.

Предлагается организовать серийное производство эталонных платиновых термопар 2 разряда с погрешностью, не превышающей 0,6°C. Такую точность можно обеспечить методом непосредственного сличения термопар с эталонным высокотемпературным термометром сопротивления ВТС 1-го разряда, имеющим погрешность 0,1°C на уровне 1100°C. Этот метод вносит дополнительную линию связи между элементами Государственной поверочной схемы, но не противоречит ее основным принципам по точности и структуре.

Для поверки технических термопар, не содержащих драгоценные металлы, в диапазоне 300-1100°C предлагается использовать кабельную термопару нихросил-нисил как образцовое средство измерения 3 разряда с пределом допускаемой погрешности не более 3,0°C. Как показывают результаты первых исследований, термопара нихросил-нисил имеет хорошую стабильность в течение 40-50 термоциклов и может быть использована в качестве образцового средства измерения температуры в пределах назначенного рабочего ресурса.

Проведенные авторами градуировки платиновых термопар по эталонному термометру сопротивления типа ВТС 1-го разряда в диапазоне температур 300-1100°C и анализ погрешностей показали хорошую точность этого метода и пригодность его для производства высокоточных эталонных платиновых термопар 2 разряда. Присвоение поверенным термопарам 2-ого разряда обусловлено требованиями государственной поверочной схемы, согласно которой поверяемому средству измерения присваивается следующий разряд после разряда эталонного средства измерения.

Таблица 1

№	Тип термо-преобразователя	Класс СИ	Предел допускаемой погрешности в точке плавления меди ($\cong 1085^{\circ}\text{C}$)	Допустимый дрейф термо-э.д.с., в $^{\circ}\text{C}$, за межповерочный интервал
1.	ТПП, тип S	эталонная 1-ого разряда	$\pm 0,60$	0,42
2.	ТПП, тип S	эталонная 2-ого разряда	$\pm 0,90$	0,67
3.	ТПП, тип S	эталонная 3-его разряда	$\pm 1,80$	0,83
4.	ТНН, тип N	эталонная 3-его разряда	$\pm 3,0^*$	2,1*
5.	ТПП, тип S	техническая 1-ого класса	$\pm 1,00$	Не нормируется
6.	ТПП, тип S	техническая 2-ого класса	$\pm 2,71$	
7.	ТХА, тип К	техническая 1-ого класса	$\pm 4,34$	
8.	ТНН, тип N	техническая 1-ого класса	$\pm 4,34$	
9.	ВТС, платиновый	эталонный 1-ого разряда	$\pm 0,10$	-
10.	ВТС, платиновый	эталонный 2-ого разряда	$\pm 0,15$	-

* - предлагаемые значения

Градуировка производилась в экспериментальной печи производства ПК «ТЕСЕЙ». Платиновый термометр сопротивления, помещался внутрь кварцевого стакана диаметром 22x16 мм. Рабочие спаи поверяемых платиновых термопар закреплялись вокруг чувствительного элемента ВТС в средней его части. Кварцевый стакан вставлялся в отверстие выравнивающего никелевого блока, и затем вся сборка размещалась внутри трубчатой печи в зоне, имеющей минимальный осевой градиент температуры. Холодные спаи термопар находились в термостате с тающим льдом.

Измерение термо-э.д.с. производилось с помощью многоканального прецизионного измерителя температуры типа МИТ 8.03 после наступления регулярного режима (не менее, чем в четырех последовательных измерениях термо-э.д.с., проведенных за 1 мин., величины термо-э.д.с. отличаются друг от друга, в пересчете на градусы, не более, чем на $0,1^{\circ}\text{C}$). Градуировка термопары производилась, минимум, по 12 измерениям на трех уровнях температуры: 420 ± 20 ; 660 ± 20 и 1085 ± 20 $^{\circ}\text{C}$. Затем производился расчет отклонений термо-э.д.с. от номинальных значений для каждого измерения и определялась функция отклонения в виде полинома 2-ой степени: $\Delta E = A_0 + (A_1 * T) + (A_2 * T^2)$. Расчет коэффициентов полинома производился методом

наименьших квадратов. Расчетные значения ΔE_p приводились к температуре реперных точек и сравнивались с допустимыми отклонениями для эталонных платиновых термопар.

Погрешность градуировки термопары этим методом рассчитывалась по формулам, приведенным в табл.2 и не превышает $0,35^\circ\text{C}$. Присвоив поверенной платиновой термопаре 2 разряда погрешность $\pm 0,6^\circ\text{C}$, мы обеспечиваем метрологический запас в 40% от величины погрешности, соответствующей платиновой термопаре 1-го разряда. Таким образом, результаты доказывают принципиальную возможность серийного производства эталонных платиновых термопар с погрешностью, соответствующей 1 разряду. По этим термопарам возможна сплошная поверка рабочих платиновых термопар при выпуске их из производства.

Таблица 2

Вид погрешности	Предел. величина погрешности, $^\circ\text{C}$ при градуировке Pt термопары по ВТС 1-го разр.	Предел. величина погрешности, $^\circ\text{C}$ при градуировке термопары НН по эталонной Pt термопаре
<p>1. Суммарная систематическая погрешность</p> $\vartheta = 1.1 * \sqrt{\sum_{i=1}^m \vartheta_i^2}, \text{ в т.ч. :}$ <ul style="list-style-type: none"> - погрешность температуры опорных спаев; - предел допускаемой погрешности эталонного средства измерения в точке плавления меди; - погрешность измерения термо-э.д.с. - погрешность, вызванная дрейфом температуры за время измерений при условии разницы между показаниями термо-э.д.с. не более $0,1^\circ\text{C}$ - погрешность, вызванная перепадом температур по никелевому блоку и определенная экспериментально 	$\pm 0,31$	$\pm 0,70$
	$\pm 0,01$	$\pm 0,01$
	$\pm 0,1$	$\pm 0,6$
	$\pm 0,17$ (2 мкВ)	$\pm 0,05$ (2 мкВ)
	$\pm 0,05$	$\pm 0,05$
	$\pm 0,2$	$\pm 0,2$
<p>2. Доверительная граница случайной погрешности градуировки $\varepsilon = St * S$, где</p> <p>S – оценка среднеквадратичного отклонения измеренных значений термо-э.д.с. E_{ni} (отклонений термо-э.д.с. ΔE_{ni}), от расчетных значений E_{pi}, определенных по найденному полиному k-ой степени в i-ой точке :</p>	$\pm 0,12$	$\pm 0,29$
	$S \leq 0,05$ (область значений S, при которых результаты градуировки)	$S \leq 0,15$ (область значений S, при которых результаты градуировки)

$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (E_{ui} - E_{pi})^2}{n - (k + 1)}} ;$ <p>n - общее число измерений (по 4 измерения на каждом уровне температуры); St – коэффициент Стьюдента для n-(k+1) и доверительной вероятности 95%.</p>	<p>признаются достоверными)</p> <p>St = 2,31 для n=12; k=2</p>	<p>признаются достоверными</p> <p>St = 1,96 для n=36; k=4</p>
<p>3. Суммарное среднее квадратичное отклонение результата измерения по ГОСТ 8.207-76 :</p> $S_{\Sigma} = \sqrt{\sum_{i=1}^m \frac{g_i^2}{3} + S^2}$	<p>±0,17</p>	<p>±0,47</p>
<p>4. Суммарная погрешность результата измерения (погрешность градуировки) по ГОСТ 8.207-76:</p> $\Delta T = K * S_{\Sigma} , \text{ где } K = \frac{\varepsilon + \vartheta}{S + \sqrt{\sum_{i=1}^m \frac{g_i^2}{3}}}$	<p>±0,35 при K= 2,06</p>	<p>±0,90 при K=1,91</p>

Для подтверждения работоспособности метода была проведена поверка вблизи трех реперных точек эталонной термопары 1 разряда ППО-009, свидетельство № Н2410-1\655 от 19.01.2001 по высокотемпературному платиновому термометру сопротивления 1 разряда ВТС №0097 свидетельство №Н2410-1\148, март 2001 г. Результаты поверки представлены в таблице 3.

Таблица 3

Температура в реперной точке, °С	Значения термо-э.д.с. согласно свидетельству мВ	Значения термо-э.д.с. согласно градуировке мВ	Разность показаний термо-э.д.с., мкВ
Цинк, 419,527	3,4414	3,441	0,4
Алюминий, 660,323	5,8578	5,854	3,8
Медь, 1084,62	10,5836	10,5790	4,6 (0,38°С)

Дрейф показаний эталонной термопары остались в пределах допуска для 1-ого разряда и на уровне погрешности градуировки. При этом надо учитывать, что за время эксплуатации с момента выдачи свидетельства термопара использовалась для градуировки 21 раз в диапазоне 300-1100°С.

Аналогичным образом может быть проведена высокоточная градуировка кабельных термопар нихросил-нисил (НН). Градуировка проводится по эталонной платиновой термопаре 2 разряда с допускаемой погрешностью $0,6^{\circ}\text{C}$, поверенной по вышеописанному методу. Для термопары НН номинальная статическая характеристика $E = f(T)$ в диапазоне $300-1100^{\circ}\text{C}$ описывается полиномом 4-ой степени с точностью до 1 мкВ . Для определения индивидуальной статической характеристики требуется градуировка в возможно большем числе точек на разных уровнях температуры. Мы считаем, что достаточно провести градуировку в 9 точках диапазона (4 измерения в каждой, отличающиеся друг от друга не более, чем на $0,1^{\circ}\text{C}$) с интервалом через 100°C , включая граничные точки. Среднеквадратичное отклонение измеренных значений термо-э.д.с. от расчетной кривой в температурном эквиваленте не должно превышать $\pm 0,15^{\circ}\text{C}$ (6 мкВ). Это требование является также и критерием достоверности полученных экспериментальных данных. Доверительная граница случайной погрешности составит $\pm 0,29^{\circ}\text{C}$, систематическая погрешность $\pm 0,70^{\circ}\text{C}$ и общая погрешность градуировки $\pm 0,90^{\circ}\text{C}$ (см.табл.2).

Главным свойством, определяющим возможность применения термопар НН в качестве эталонных, является стабильность термопар при термоциклировании в диапазоне поверки $300-1100^{\circ}\text{C}$. Для проверки стабильности была проведена серия измерений термо-э.д.с. кабельных термопар КТНН наружным диаметром 3 мм в трех реперных точках температурной шкалы через каждые 10 циклов «нагрев-охлаждение» в печи МТП-2М. Истинная температура регистрировалась эталонной платиновой термопарой 1 разряда. Первые результаты представлены на графике, из которых видно, что в пределах 50 термоциклов отклонение термо-э.д.с. в точке затвердевания меди не превышает 80 мкВ , или около $2,1^{\circ}\text{C}$. А 50 термоциклов – это почти календарный квартал ежедневных поверок. Стоимость кабельной термопары нихросил-нисил – $500-700 \text{ руб.}$ за штуку против 11000 руб. эталонной платиновой термопары.

Таким образом, назначив предел погрешности эталонной кабельной термопары нихросил-нисил в $\pm 3^{\circ}\text{C}$ и рабочий ресурс в пределах 50 термоциклов в диапазоне $300-1100^{\circ}\text{C}$, мы получим недорогое эталонное средство измерения температуры для поверки технических

термопар 1 класса, не содержащих драгоценных металлов. Предельная погрешность включает как погрешность градуировки самой термопары $\pm 0,9^{\circ}\text{C}$, так и возможный дрейф в течение рабочего ресурса $\pm 2,1^{\circ}\text{C}$. Эти исследования будут продолжены для пополнения статистических данных.

Необходимо отметить, что термоциклирование платиновых термопар также ведет к заметному дрейфу термо-э.д.с. Как показали сравнительные эксперименты по термоциклированию платиновых термопар, вновь изготовленных по технологии эталонных термопар, в течение первых двадцати термоциклов выявлено снижение термо-э.д.с. на 5-6 мкВ. Снижение термо-э.д.с. относительно значений, указанных в свидетельстве, выявлено также и для эталонных термопар 2 разряда, отработавших 53 и 24 цикла поверки при максимальных температурах не менее 1000°C , а, возможно, и для ранее упоминавшейся эталонной термопары 1-ого разряда, отработавшей 21 цикл поверки. По-видимому, назначение межповерочного интервала эталонных платиновых термопар необходимо производить не в календарных днях, а в числе полных циклов поверки $300-1100^{\circ}\text{C}$.

