

УДК 621.3

Д.А. Отряскин, Б.Б. Хлевной, И.А. Григорьева,  
М.В. Солодилов, В.Р. Гаврилов, М.Л. Самойлов

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений», Москва, Россия

## ИЗМЕРЕНИЕ ТЕРМОДИНАМИЧЕСКОЙ ТЕМПЕРАТУРЫ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫХ РЕПЕРНЫХ ТОЧЕК

Термодинамическая температура высокотемпературных реперных точек Co-C(1597,73 K), Pt-C(2011,44 K) и Re-C(2748 K) была измерена с помощью радиационного термометра и черного тела с помощью фильтровых радиометров, калиброванных по спектральной освещенности от абсолютного криогенного радиометра с помощью трэп-детектора.

**Ключевые слова:** термодинамическая температура, высокотемпературные реперные точки, трэп-детектор, фильтровый радиометр, криогенный радиометр, спектральная чувствительность, спектральный компаратор.

### Введение

Реперные точки широко используются для построения температурных шкал и практической работы в термометрии и радиометрии.

В последние годы развивается новое поколение высокотемпературных реперных точек (ВТРТ) на фазовых переходах плавления металлоуглеродных эвтектик и перитектик [1]. В том числе ВНИИОФИ принимает активное участие в создании таких ВТРТ как Co-C(1598 K), Pt-C(2011 K), Re-C (2748 K), TiC-C (3033 K), ZrC-C (3155 K), WC-C (3021 K) и HfC-C (3459 K) [2].

Температуры точек плавления Co-C, Pt-C и Re-C были недавно измерены во ВНИИОФИ с помощью радиационного яркостного термометра TSP. В настоящей статье описаны процедура и результаты калибровки термометра и измерения термодинамической температуры ВТРТ.

### 1. Метод измерения

Для определения термодинамической температуры высокотемпературных реперных точек (ВТРТ) ВНИИОФИ использует радиационный термометр TSP-типа, который калибруется по фильтровому радиометру с известной спектральной чувствительностью в режиме освещенности с помощью высокотемпературного черного тела. Весь цикл измерений показан на рис. 1 и включает в себя следующие этапы:



Рис. 1. Цикл измерения термодинамической температуры ВТРТ

– Si-фотодиод (трэп-детектор) калибруется против Криогенного радиометра по потоку;

– Трэп-детектор (ТД) оснащен точно измеренной апертурной диафрагмой и его калибровочные данные пересчитаны для спектральной чувствительности излучения;

– Спектральная чувствительность  $S_{FR}(\lambda)$  фильтрового радиометра измеряется по трэп-детектору с помощью спектрального компаратора на основе точного двойного дифракционного монохроматора Jobin-Yvon ;

– Фильтровый радиометр (ФР) и радиационный термометр TSP установлены рядом перед высокотемпературным черным телом с точной апертурной диафрагмой на одинаковом расстоянии. Температура черного тела считается по нижестоящему уравнению, зная сигналы фильтрового радиометра и радиационного термометра.

$$i_{FR} = G \frac{A}{l^2} \cdot \int_{\Lambda} L_{BB}(\lambda, T_{BB}) \cdot S_{FR}(\lambda) \cdot d\lambda.$$

Калиброванный TSP термометр затем используется для наблюдения плавления ВТРТ и, таким образом, определяется их термодинамическая температура в точках перегиба.

## 2. Оборудование

**2.1. Криогенный радиометр.** Во ВНИИОФИ криогенный радиометра не был готов к началу измерений. Таким образом, мы заимствовали из NPL трэп-детектор, с известной спектральной чувствительностью, калиброванный по криогенному радиометру.

**2.2 Трэп-детектор.** Трэп-детектор откалиброван на длинах волн лазерного излучения 406,7, 413,1, 482,5, 530,9, 568,2 и 647,1 нм с расширенной неопределенностью 0,02%. Диаметр коллимированного лазерного луча составляет примерно 4 мм. Калибровка осуществлялась при комнатной температуре  $20 \pm 1$  °С. Во ВНИИОФИ трэп-детектор использовался с водяным охлаждением и его температура стабилизируется на уровне  $20 \pm 0,2$  °С. Схема трэп-детектор показано на рис. 2.

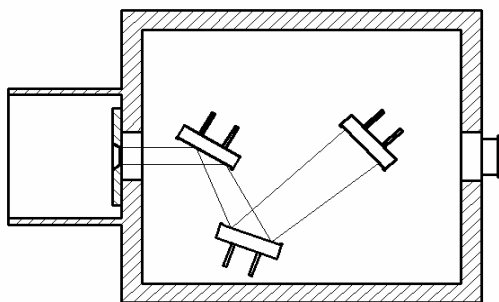


Рис. 2. Трэп-детектор

**2.3. Апертурная диафрагма трэп-детектора.** Трэп-детектор оснащён апертурной диафрагмой.

Материалом диафрагмы является золотистая бронзы. Диаметр диафрагмы измеряли во ВНИИМ и составлял 5,1212 мм со стандартной неопределенностью 0,02%. Для уменьшения эффекта переотражений отверстие было покрыто черной крышкой.

**2.4. Фильтровый радиометр.** В наших измерениях были использованы три идентичных фильтровых радиометры. Каждый был сделан на основе кремниевого фотодиода Хамамацу S1227BQ, использовались стеклянные фильтры SZS22 и ZS8 (русский национальный стандарт ГОСТ 9411-91). Спектр FR показан на рис 6. Фильтровый радиометр был собран в металлический корпус, оснащенный двух-контактным разъемом LEMO. Как и трэп-детектор фильтровые радиометры были поставлены в радиатор (рис. 3, 4). Во время использования их температура составляла  $20 \pm 0,2$  °С.

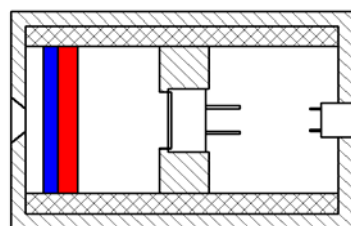


Рис. 3. Фильтровый радиометр

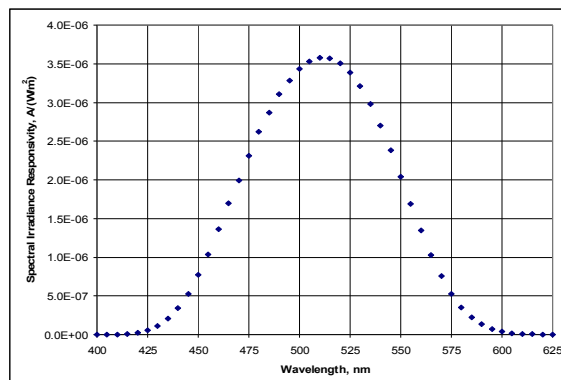


Рис. 4. Спектр фильтрового радиометра

**2.5. Спектральный компаратор.** Спектральная чувствительность измерялась путем сравнения с трэп-детектором с помощью спектральной компаратора, как показано на рис. 5.

Фильтровый радиометр 1 и 2 и трэп-детектор, установлены на подвижной платформе 3 на расстоянии 1 м от выходной щели монохроматора Входная щель монохроматора освещалась галогенной лампой 5, с использованием фокусирующей линзы. На выходной щели есть объектив 6, который образует параллельный пучок, перекрывающей отверстия фильтрового радиометра и трэп-детектора. Перед входной щелью ставится фильтровое колесо 7 и заслонка 8. Монохроматор имеет крайне низкий уровень рассеянного света ( $10^{-14}$ ) и высокую воспроизводимость длины волны ( $\leq 0,01$  нм). Все это было закрыто светозащитным кожухом.

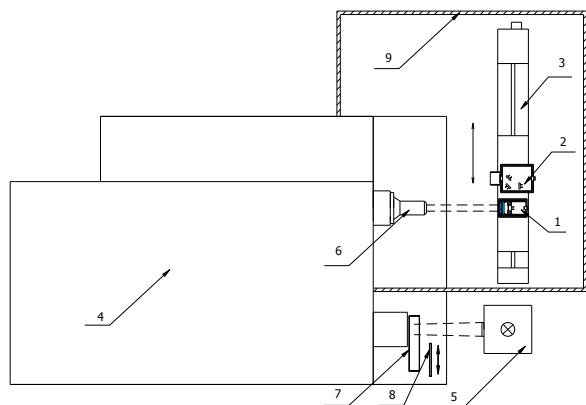


Рис. 5. Спектральный компаратор

**2.6. Радиационный термометр.** В работе мы использовали два термометра, TSP-2 и TSP-3. Оба имеют сходную структуру. TSP-3 был изготовлен незадолго до эксперимента с незначительными изменениями по сравнению с TSP-2. Тем не менее, сразу после измерения температуры ВТРТ мы поняли, что TSP-3 уходил около 0,8 К на уровне Re-C. Поэтому для оценки температуры ВТРТ мы использовали данные TSP-2. Термометр TSP-2 был собран на основе фотоприемника Si фотодиода S1337-1010BQ типа с интерференционным фильтром с центральной длиной волны 0,65 нм и полосой пропускания около 20 нм. Относительная спектральная чувствительность TSP-2 представлены на рис. 6. Рабочее положение TSP-2 было на расстоянии около 750 мм. от объекта. Пятно принимающей области на этом расстоянии было равно 1x1.5 мм. SSE термометра TSP-2 по диаметру источника колебался от 2 мм до 20 мм, а затем экстраполирован до 60 мм. Кривая SSE показано на рис. 7. Эти данные были позднее использованы для оценки коррекции SSE.

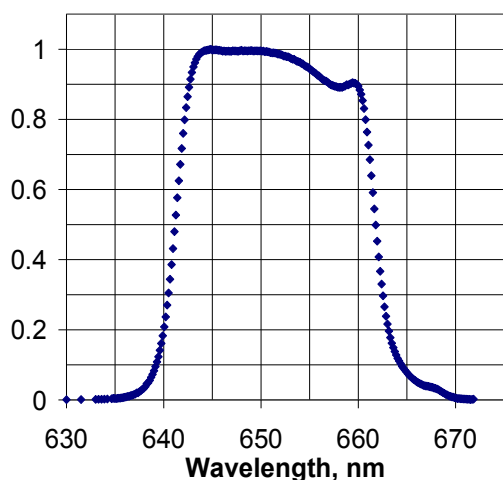


Рис. 6. Спектральная чувствительность TSP-2

**2.7. Установка для калибровки радиационного термометра.** Установка для калибровки термометров TSP показано на рис. 8. Она включает в себя следующие элементы: Фильтровый радиометр (1),

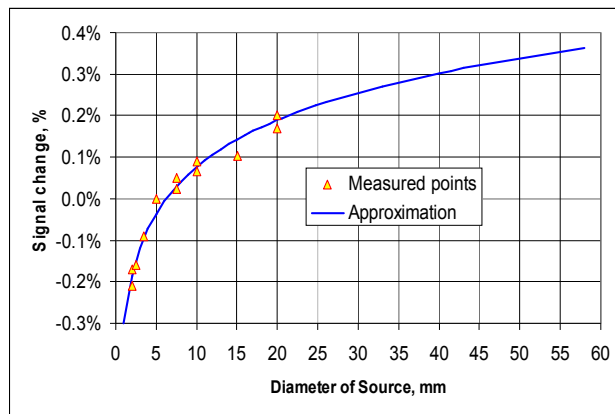


Рис. 7. SSE термометра TSP-2

радиационный термометр (2), подвижная платформа (3), высокотемпературное черное тело (4), апертурная диафрагма (5), заслонка (6), светозащитный кожух (7), микрометр для измерения расстояния между диафрагмой и фильтровым радиометром, цифровой вольтметр, усилитель, контроллер управления подвижной платформой.

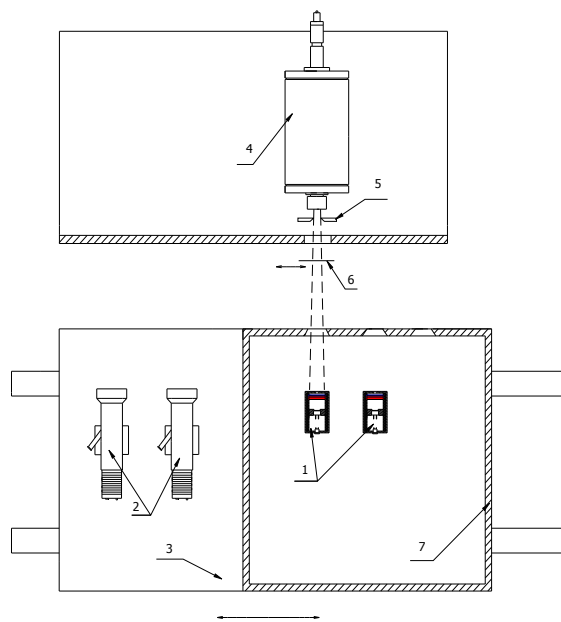


Рис. 8. Установка для калибровки радиационных термометров по фильтровым радиометрам с помощью черного тела

**2.7.1. Высокотемпературное черное тело.** В качестве излучателя использовалось высокотемпературное черное тело, типа ВВ3500М, с полостью из пиролитического графита. Диаметр полости составлял 38 мм, глубина – 200 мм, диаметр отверстия – 24 мм. Черное тела было оснащено обратной связью, поэтому можно было заставить нужным нам сигнал, температуру или ток.

**2.7.2. Измерение сигнала FR.** Для измерения сигнала ФР был использован усилитель фототока и мультиметр Keithley 2000. Стандартная неопределенность измерения сигналов были:

- 0,007% на уровне Re-C (FR фототока: 4  $\mu$ );
- 0,009% на уровне Pt-C (FR фототока: 0,1  $\mu$ );
- 0,011% на уровне Co-C (FR фототока: 0,003  $\mu$ ).

**2.8. Высокотемпературное черное тело для измерения ВТРТ.** В качестве печи для ВТРТ была использована BV3200rg. Мы использовали разные графитовые держатели ячейки для различных типов ВТРТ. Распределение спектральной яркости (при 650 нм) печи измерялась при температуре Re-C, Pt-C и Co-C. Измеренные данные были использованы для оценки поправок SSE. Поправки: для Re-C -0,35 К (шаг +30 К) и -0,30 К (шаг +20 К) для Pt-C -0,25 К (шаг +20 К) и -0,22 К (шаг +10 К) по сотрудничеству с -0,20 К (шаг +20 К) и -0,15 К (шаг +10 К).

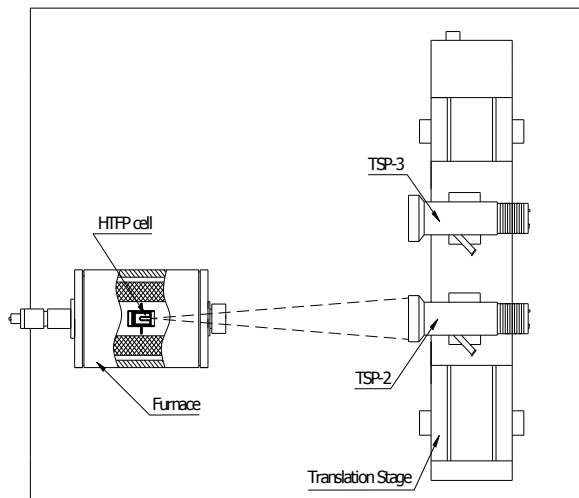


Рис. 9. Установка для измерения термодинамической температуры ВТРТ

### 3. Процедура измерения

**3.1. Измерение спектральной чувствительности ФР.** Каждый ФР измерялся следующим образом: снимался сигнал ТД во всем спектральном диапазоне, а затем измерялся темновой сигнал ТД, следующим шагом были двукратные измерения ФР с темновым сигналом и к концу цикла измерялся ТД и его темновой сигнал. Затем отношения к ФР и ТД были рассчитаны как:

$$R_{FR/TD}(\lambda) = \frac{(i_{FR}^1(\lambda) - i_{FR}^{dark1}) + (i_{FR}^2(\lambda) - i_{FR}^{dark2})}{(i_{TD}^1(\lambda) - i_{TD}^{dark1}) + (i_{TD}^2(\lambda) - i_{TD}^{dark2})}$$

и спектральная чувствительность ФР рассчитывалась как:

$$S_{FR}(\lambda) = R_{FR/TD}(\lambda) \cdot S_{TD}(\lambda) \cdot \pi \cdot d^2 / 4,$$

где  $S_{TD}(\lambda)$  является спектральной чувствительности ТД,  $d$ -диаметр диафрагмы ТД.

**3.2. Калибровка TSP.** Во время калибровки TSP (см. раздел 2.7), мы использовали одновременно два фильтровых радиометра. Таким образом, калибровку мы проводили два дня. В первый день, мы использовали радиометры FR1 и FR 3, а в другой

FR2 и FR3. Последовательность измерений была: FR1 – FR3 – TSP-2 – TSP-3 – FR3 – FR1. Первый и последний сигналы фильтрового радиометра использовались для оценки стабильности черного тела. Нестабильность была незначительной. Температура черного тела поддерживалась на уровне ВТРТ. Для каждого уровня, калибровка TSP была сделана несколько раз, каждый раз температура была разной. Изменение температуры черного тела на уровне Re-C составляла менее 10 К, менее 6 К для Pt-C и Co-C. Индивидуальные калибровки были использованы позже для оценки стандартной неопределенности типа А которые были связаны с невозможностью калибровки TSP. Эти неопределенности 0,03 К для Re-C, 0,05 К для Pt-C и 0,02 К для Co-C. Различные ФР дали разные температуры черного тела. Для калибровки радиационных термометров мы использовали средние температуры по всем трем ФР. Различия между отдельными ФР и средние значения составили:

- для FR1 0,02 К (Re-C), 0,08 К (Pt-C) и 0,03 К (Co-C);
- для FR2 0,27 К (Re-C), 0,10 К (Pt-C) и 0,11 К (Co-C);
- для FR3 -0,28 К (Re-C), -0,17 К (Pt-C) и -0,13 К (Co-C).

Разница между ФР2 и ФР3 была больше, чем можно объяснить стандартным отклонением измерений спектральной чувствительности. Таким образом, мы предполагали, что были и другие источники неопределенности в процессе измерений ФР, но мы не смогли должным образом раскрыть их. Следовательно, мы решили включить их в дополнительную неопределенность, соответствующие этим источникам. Значения этой дополнительной стандартной неопределенности, по оценкам составляла 0,2 К для Re-C, 0,1 для Pt-C и 0,08 для Co-C. Эти неопределенности в сочетании со стандартным отклонением (для  $k = 2$ ) превышает разницу между ФР.

После завершения измерения ВТРТ, калибровка TSP повторялась (с целью проверки стабильности) только с двумя ФР, ФР2 и ФР3, которые сохранялись нетронутыми. Эта проверка показала, что TSP -3 дрейфовали на -0,8 К (при Re-C уровне), а дрейф TSP-2 составил лишь 0,16 К (Re-C уровне). Поэтому мы решили использовать только данные TSP-2. Тем не менее, мы обратились долгосрочной стабильности коррекция 0,08 К для Re-C, 0,04 К для Pt-C и 0,02 К для Co-C. Стандартные неопределенности, связанные с долговременной стабильностью TSP, по оценкам, составляли 0,05 К для Re-C, 0,02 К для Pt-C и 0,01 К для Co-C

### 4. Результаты

Результаты термодинамических измерений температуры Co-C, Pt-C и Re-C представлены в табл. 1 – 3.

Таблица 1

Термодинамическая температура Co-C измеренная в ВНИИОФИ

| Измерения               | Дата     | Шаг температуры расплава | Шаг температуры замораживания | Точка перегиба (К)              | Стандартная неопределенность термодинамической температуры (К) |
|-------------------------|----------|--------------------------|-------------------------------|---------------------------------|--|
| 1                       | 23.09.10 | +20                      | -20                           | 1597.71                         | 0.18   |
| 2                       | 23.09.10 | +20                      | -20                           | 1597.71                         | 0.18   |
| 3                       | 24.09.10 | +20                      | -20                           | 1597.76                         | 0.18   |
| 4                       | 24.09.10 | +20                      | -20                           | 1597.74                         | 0.18   |
| 5                       | 24.09.10 | +10                      | -10                           | 1597.72                         | 0.18   |
| 6                       | 24.09.10 | +10                      | -10                           | 1597.73                         | 0.18   |
| 7                       | 27.09.10 | +20                      | -20                           | 1597.77                         | 0.18   |
| <b>Среднее значение</b> |          |                          |                               | <b>1597.73 К<br/>1324.58 °С</b> | <b>0.18</b>  |

Таблица 2

Термодинамическая температура Pt-C измеренная во ВНИИОФИ

| Измерения               | Дата     | Шаг температуры расплава | Шаг температуры замораживания | Точка перегиба (К)              | Стандартная неопределенность термодинамической температуры (К) |
|-------------------------|----------|--------------------------|-------------------------------|---------------------------------|--|
| 1                       | 21.09.10 | +20                      | -20                           | 2011.51                         | 0.27   |
| 2                       | 21.09.10 | +20                      | -20                           | 2011.45                         | 0.27   |
| 3                       | 22.09.10 | +20                      | -20                           | 2011.43                         | 0.27   |
| 4                       | 22.09.10 | +20                      | -20                           | 2011.43                         | 0.27   |
| 5                       | 22.09.10 | +10                      | -10                           | 2011.42                         | 0.27   |
| 6                       | 22.09.10 | +10                      | -10                           | 2011.42                         | 0.27   |
| <b>Среднее значение</b> |          |                          |                               | <b>2011.44 К<br/>1738.29 °С</b> | <b>0.27</b>  |

Таблица 3

Термодинамическая температура Re-C

| Измерения               | Дата     | Шаг температуры расплава | Шаг температуры замораживания | Точка перегиба (К)              | Стандартная неопределенность термодинамической температуры (К) |
|-------------------------|----------|--------------------------|-------------------------------|---------------------------------|--|
| 1                       | 20.09.10 | +30                      | -30                           | 2748.03                         | 0.48   |
| 2                       | 20.09.10 | +30                      | -30                           | 2747.97                         | 0.48   |
| <b>Среднее значение</b> |          |                          |                               | <b>2748.00 К<br/>2474.85 °С</b> | <b>0.48</b>  |

### 5. Бюджет неопределенностей

Суммарная стандартная неопределенность температуры ВТРТ вычисляется как квадратный корень из суммы квадратов компонент неопределенности, перечисленных в табл. 4, т.е. рассчитывается по следующей формуле:

$$u_c(T_{\text{ВТРТ}}) = \left( [u(s_{\text{TD}})]^2 + [u(d)]^2 + [u(\lambda)]^2 + [u_{\text{rFR}}]^2 + [u_{\text{flux}}]^2 + [u(i_{\text{FR}})]^2 + [u_{\text{dis}}]^2 + [u_{\text{eFR}}]^2 + [u(D)]^2 + [u(l)]^2 + [u(F)]^2 + [u_{\text{nu}}]^2 + [u_{\text{eTSP}}]^2 + [u_{\text{rTSP}}]^2 + [u_{\text{rFP}}]^2 + [u_{\text{SS}}]^2 + f[u_{\text{inf1}}]^2 + [u_{\text{st}}]^2 \right)^{1/2}$$

Таблица 4

Неопределенности измерения температуры ВТРТ

| Вид неопределенности  | Символ  | Тип                | Стандартная неопределенность, К |      |      |      |
|---|---|--------------------|---------------------------------|------|------|------|
|   |   |                    | Co-C                            | Pt-C | Re-C |      |
| 1   | 2   | 3                  | 4                               | 5    | 6    | 7    |
| <b>1. Измерения спектральной чувствительности ФР <math>S_{FR}(\lambda)</math></b> |   |                    |                                 |      |      |      |
| 1.1   | Спектральная чувствительность ТД $s_{\text{TD}}(\lambda)$ (0.01%) | $u(s_{\text{TD}})$ | B                               | 0.01 | 0.02 | 0.03 |
| 1.2   | Диаметр апертуры ТД $d$ (0.02%)                                   | $u(d)$             | B                               | 0.04 | 0.06 | 0.12 |

| 1  | 2   | 3                               | 4 | 5           | 6           | 7           |
|--|---|---------------------------------|---|-------------|-------------|-------------|
| 1.3  | Установка длины волны (0.02 nm)   | $u(\lambda)$                    | B | 0.02        | 0.04        | 0.07        |
| 1.4  | Воспроизводимость спектральной чувствительности ФР                          | $u_{rFR}$                       | A | 0.07        | 0.11        | 0.2         |
| 1.5  | Неэквивалентность измерения потока  | $u_{flux}$                      | B | 0.1         | 0.16        | 0.3         |
| <b>2. Измерение температуры ВВ3500М ФР / Калибровка TSP</b>                |   |                                 |   |             |             |             |
| 2.1  | Сигнал ФР $i_{FR}$  | $u(i_{FR})$                     | A | 0.01        | 0.01        | 0.02        |
| 2.2  | Расхождение между ФР  | $u_{dis}$                       | B | 0.08        | 0.1         | 0.2         |
| 2.3  | Эффективная излучательная способность ВВ $\epsilon_{eff}$ (измерения ФР)    | $u_{\epsilon FR}$               | B | 0.02        | 0.03        | 0.05        |
| 2.4  | Диаметр апертуры ВВ $D$   | $u(D)$                          | B | 0.02        | 0.04        | 0.07        |
| 2.5  | Расстояние между апертурами ФР и ВВ   | $u(l)$                          | B | 0.02        | 0.04        | 0.06        |
| 2.6  | Поправочный коэффициент для дифракции $F(\lambda)$                          | $u(F)$                          | B | 0.02        | 0.04        | 0.07        |
| 2.7  | Неоднородность черного тела   | $u_{nu}$                        | B | 0.03        | 0.05        | 0.10        |
| 2.8  | Эффективная излучательная способность ВТРТ $\epsilon_{eff}$ (измерения TSP) | $u_{\epsilon TSP}$              | B | 0.02        | 0.03        | 0.06        |
| 2.9  | Воспроизводимость калибровки TSP  | $u_{rTSP}$                      | A | 0.02        | 0.05        | 0.03        |
| <b>3. Измерение реперных точек</b>   |   |                                 |   |             |             |             |
| 3.1  | Воспроизводимость реперной точки  | $u_{rFP}$                       | A | 0.02        | 0.02        | 0.03        |
| 3.2  | Size of source effect   | $u_{SS}$                        | B | 0.06        | 0.07        | 0.10        |
| 3.3  | Определение точки перегиба  | $u_{infl}$                      | B | 0.01        | 0.01        | 0.01        |
| 3.4  | Долговременная стабильность пирометра                                       | $u_{st}$                        | B | 0.01        | 0.02        | 0.05        |
| <b>Стандартная неопределенность определения температуры реперной точки</b> |   | <b><math>u(T_{HTFP})</math></b> |   | <b>0.18</b> | <b>0.27</b> | <b>0.48</b> |

### Заключение

Высокотемпературные реперные точки Co-C, Pt-C и Re-C являются кандидатами на введения их в международную температурную шкалу.

Создание новой температурной шкалы, предположительно, запланировано консультативным комитетом по температуре международного комитета меры и весов на 2014 год. А именно, несколько ведущих лабораторий во всем мире, в том числе ВНИИОФИ, измерив эти эвтектические ячейки, сличат их и комитет примет решение о принятия единой точки плавления.

### Список литературы

1. Proc. of Tempmeko 1999 / Y. Yamada, H. Sakate, F. Sakuma, A. Ono // Delft. – 1999. – P. 535-540.
2. Proc. of 9th Int. Symp. on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science (TEMPMEKO 2004) / B.B. Khlevnoy, V.I. Sapritsky, S.A. Ogarev, M.K. Sakharov, M.L. Samoylov, Y.A. Pikalev // Ed. by Bermanec L.G., Stasic T. and Veliki T. – Cavtat-Dubrovnik, 2004. – P. 203-208.

Поступила в редколлегию 18.08.2011

**Рецензент:** д-р техн. наук, проф. Ю.П. Мачехин, Харьковский национальный университет радиоэлектроники, Харьков.

### ВИМІРЮВАННЯ ТЕРМОДИНАМІЧНОЇ ТЕМПЕРАТУРИ ВИСОКОТЕМПЕРАТУРНИХ ТОЧОК РЕПЕРІВ

Д.А. Отряскин, Б.Б. Хлевной, І.А. Григорьева, М.В. Солодилов, В.Р. Гаврилов, М.Л. Самойлов

Термодинамічна температура високотемпературних точок реперів CO-C(1597,73 До), Pt-C(2011,44 До) і RE-C(2748 До) була заміряна за допомогою радіаційного термометра і чорного тіла за допомогою фільтрових радіометрів, що калібруються по спектральній освітленості від абсолютного криогенного радіометра за допомогою треп-детектора.

**Ключові слова:** термодинамічна температура, високотемпературні реперні точки, треп-детектор, фільтровий радіометр, криогенний радіометр, спектральна чутливість, спектральний компаратор.

### MEASURING OF THERMODYNAMICS TEMPERATURE OF HIGH-TEMPERATURE FIXED POINTS

D.A. Otryaskin, B.B. Hlevnoy, I.A. Grigor'eva, M.V. Solodilov, V.R. Gavrilo, M.L. Samoylov

The thermodynamic temperature of the high-temperatures fixed points Co-C(1597,73 K), Pt-C(2011,44 K) and Re-C(2748 K) were measured using an imaging radiation thermometer and a blackbody and a set of filter radiometers calibrated in terms of spectral irradiance responsivity against an absolute cryogenic radiometer via a trap detector.

**Keywords:** thermodynamic temperature, high-temperatures fixed points, trap detector, filter radiometers, cryogenic radiometer, spectral irradiance responsivity, spectral comparator.