

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ПРОВЕРКА АЛГОРИТМА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТОЧКИ КЮРИ ЭЛЕКТРОДА ТЕРМОПАРЫ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ИЗМЕРЕНИЯ ТЕРМОЭДС

*Я.В. Кузнецова, К.А. Уманец, М.Д. Белоусов,
В.В. Дьячук, Д.А. Мирзаев, А.Л. Шестаков*

EXPERIMENTAL CHECK OF CURIE POINT DETERMINATION ALGORITHM OF THERMOCOUPLE ELECTRODE IN ACCORDANCE WITH RESULTS OF THERMOELECTRIC POWER MEASUREMENTS

*Ya.V. Kuznetsova, K.A. Umanets, M.D. Belousov,
V.V. Dyachuk, D.A. Mirzaev, A.L. Shestakov*

В предыдущих работах авторов показана принципиальная возможность создания самокалибрующихся сенсоров на основе фазовых переходов 2-го рода. В данной работе производится оценка погрешности измерения для никель-платиновой термопары по известной точке Кюри никеля.

Ключевые слова: метрологический самоконтроль, оценка собственного состояния, фазовый переход, точка Кюри

In the previous works of the authors the possibility of creation of self-calibrating sensors on the basis of phase transition of II type. In this article the evaluation of measurement accuracy for nickel-platinum thermocouple by the mentioned Curie point of nickel has been performed.

Keywords: metrological self-monitoring, evaluation of proper state, phase transition, Curie point.

Введение. Постановка задачи

Для оценки собственного состояния в средствах измерения температуры могут использоваться вещества с фазовыми переходами. Наибольшую распространённость на сегодня получили техниче-

ские решения на основе точек плавления – разновидность фазовых переходов 1-го рода [1]. Но уже проведены успешные опыты контроля показаний термопары по положению точек Кюри для фазовых переходов 2-го рода [2].

Кузнецова Яна Валерьевна – аспирант кафедры информационно-измерительной техники, Южно-Уральский государственный университет; my-dessert@mail.ru

Уманец Константин Александрович – аспирант кафедры информационно-измерительной техники, Южно-Уральский государственный университет; osh4@yandex.ru

Белоусов Михаил Дмитриевич – инженер кафедры информационно-измерительной техники, Южно-Уральский государственный университет; avangard-susu@mail.ru

Дьячук Виталий Владимирович – зав. лабораторией кафедры физической химии, Южно-Уральский государственный университет; avangard-susu@mail.ru

Мирзаев Джалал Аминулович – д-р физ.-мат. наук, профессор, заслуженный работник высшей школы, кафедра физического металловедения и физики твердого тела, Южно-Уральский государственный университет; avangard-susu@mail.ru

Шестаков Александр Леонидович – д-р техн. наук, профессор, заслуженный работник высшей школы, зав. кафедрой информационно-измерительной техники, ректор, Южно-Уральский государственный университет; admin@susu.ac.ru

Kuznetsova Yana Valerevna – Post-Graduate Student of Equipment for Information and Measuring Department, South Ural State University; my-dessert@mail.ru

Umanets Konstantin Aleksandrovich – Post-Graduate Student of Equipment for Information and Measuring Department, South Ural State University; osh4@yandex.ru

Belousov Mikhail Dmitrievich – Engineer of Equipment for Information and Measuring Department, South Ural State University; avangard-susu@mail.ru

Dyachuk Vitaly Vladimirovich – Head of Laboratory of Physical Chemistry Department, South Ural State University; avangard-susu@mail.ru

Mirzaev Dzhahal Aminulovich – Doctor of Science (Physics and Mathematics), Professor, Honored Worker of Higher School, Physical Metallurgy and Solid-State Physics Department, South Ural State University; avangard-susu@mail.ru

Shestakov Aleksandr Leonidovich – Doctor of Science (Engineering), Professor, Honored Worker of Higher School, Head of Equipment for Information and Measuring Department, Rector, South Ural State University; admin@susu.ac.ru

Эталонные вещества для калибровки термометров на основе фазовых переходов 2-го рода, по сравнению с аналогичными эталонными веществами на основе точек плавления обладают важным преимуществом – они находятся в твердом состоянии при всех рабочих температурах термометра. Коэффициент диффузии вещества в твердой фазе по сравнению с коэффициентом диффузии в жидкой фазе меньше на несколько порядков, поэтому эффекты загрязнения эталонного вещества оказывают гораздо меньшее влияние на температуру фазового перехода. Важным преимуществом такого технического решения является его технологичность, в том числе при реализации в одном измерительном устройстве нескольких точек фазового перехода, используемых затем для полной самостоятельной перекалибровки датчика температуры в процессе эксплуатации. Отметим, что при фазовых переходах 2-го рода не происходит выделения и поглощения энергии, а потому не изменяется температурная инерция сенсора.

В работе [2] была показана принципиальная возможность создания сенсоров с оценкой собственного состояния в процессе работы на основе термопары, но точные значения температуры Кюри полученных сплавов не были известны заранее. Поэтому оценить погрешность измерения термопарой точки Кюри по результатам работы [2] не представлялось возможным. Целью данной работы является уточненная оценка погрешности измерения температуры Кюри на основе термоЭДС термопары, одним из электродов которой является никель высокой чистоты – металл с заранее точно известной точкой Кюри, а вторым электродом является неферромагнитная платина – инертный металл, относительно которого принято измерять термоЭДС остальных металлов.

Физическая модель

Фазовый переход 2-го рода протекает в широкой области изменения температуры, но заканчивается при строго определенной критической температуре T_c переходом в разупорядоченное состояние атомов сплава или магнитных моментов. При критической температуре происходит лишь изменение симметрии кристаллической решетки, сопровождаемое скачком производных от основных термодинамических характеристик: теплоемкости, сопротивления, термоЭДС и др. К фазовым превращениям 2-го рода относятся переходы: парамагнетик – ферромагнетик, парамагнетик – антиферромагнетик, диэлектрик – сегнетоэлектрик, сопровождающиеся появлением самопроизвольной поляризации вещества, порядок – беспорядок в расположении атомов в решетке сплавов, а также переход от нормальной проводимости к сверхпроводимости. Известно, что наклон кривых температурной зависимости сопротивления и термоЭДС при T_c изменяется так, что производные $d\rho/dT$ и dS/dT обнаруживают лямбда-пик при

T_c , то есть вблизи T_c температурное изменение этих величин можно представить одним и тем же законом [3]:

$$\frac{1}{\rho_c} \frac{d\rho}{dT} = \frac{A}{\alpha} \left(\left| \frac{T - T_c}{T_c} \right|^{-\alpha} - 1 \right) + B, \quad (1)$$

где A , B и α – константы, T_c – критическая температура. Поскольку $\alpha > 0$, то из (1) следует, что при $T \rightarrow T_c$ производные $d\rho/dT$ и dS/dT стремятся к бесконечности (пик). Но так как измерения проводятся через конечный интервал по температуре, то реально при $T = T_c$ должен наблюдаться максимум. Следует иметь в виду, что если S_a есть абсолютная дифференциальная термоЭДС электрода A , а S_b – электрода B , то измеряемая (интегральная) термоЭДС E пары $A-B$ при данной температуре T :

$$E = \int_0^T (S_a - S_b) dT. \quad (2)$$

Примем, что металл A – ферромагнитный никель, а B – неферромагнитный металл, например, платина. Тогда проинтегрировав выражение (2), найдём величину абсолютной дифференциальной термоЭДС никеля:

$$S_{Ni} = \frac{dE}{dT} + S_{Pt}. \quad (3)$$

Данные об абсолютной дифференциальной термоЭДС платины для многих температур приведены в монографии [4]. Аппроксимация численных значений полиномом третьей степени приводит к выражению:

$$S_{Pt} = \sum_{i=0}^3 A_i t^i, \text{ мкВ/К}, \quad (4)$$

где $A_0 = 2,39763$; $A_1 = -2,894000 \cdot 10^{-2}$;
 $A_2 = 1,105310 \cdot 10^{-5}$; $A_3 = -2,513250 \cdot 10^{-9}$.

Эксперимент

Для эксперимента была изготовлена никель-платиновая термопара, использовался никель чистоты 99,999 %. «Горячий» конец термопары вместе с эталонным термометром помещали в прецизионный термостат, «холодные» концы термопары подвергали термостабилизации в водно-ледяном термостате. ТермоЭДС термопары и термосопротивление эталонного термометра измерялись с помощью прецизионного преобразователя сигналов термосопротивлений и термопар. В эксперименте использовался неравномерный шаг задаваемой температуры, уменьшающийся в точке Кюри до 0,5 К. Результаты измерений приведены в виде графиков на рис. 1.

Обработка результатов эксперимента

Переводя измеренную температуру в Кельвины, как это принято в физике, проведем численное дифференцирование термоЭДС по температуре, а на основе формулы (3) рассчитаем абсолютную

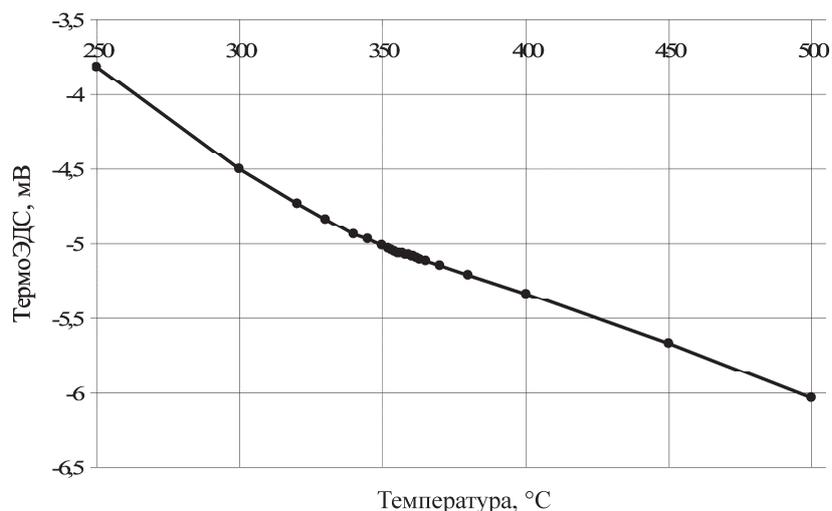


Рис. 1. Измеренная термоЭДС никель-платиновой термопары

дифференциальную термоЭДС никеля, учитывая, что абсолютная дифференциальная термоЭДС платины в [4] приведена в мкВ/К. Для повышения точности численного дифференцирования в качестве абсциссы использовали среднее значение температур соседних точек. Результаты приведены в виде графиков на рис. 2. Справочное значение точки Кюри никеля составляет 627,4 К [5].

Температура главного максимума составляет 629,68 К, а погрешность определения точки Кюри составляет соответственно 2,28 К.

На графике вблизи точки излома отчетливо наблюдается главный максимум, а также несколько локальных экстремумов. Эти экстремумы не могут быть объяснены наличием в измерительном тракте шумов, либо каких-нибудь других воздействий на измерительную аппаратуру. Природа данных экстремумов, по мнению авторов статьи, в следующем: поскольку в точке Кюри производная термоЭДС от

температуры имеет точку разрыва, то при уменьшении шага дифференцирования численные расчеты решение становится нестабильными. Данная гипотеза подтверждается тем, что при достаточном увеличении шага численного дифференцирования указанные экстремумы полностью пропадают, однако при этом точность вычисления точки Кюри становится недостаточной. Данные локальные экстремумы численного дифференцирования, по мнению авторов работы, напротив, включают в себе информацию о положении точки Кюри и должны использоваться в алгоритме её нахождения.

Для более точного нахождения точки Кюри производится второе численное дифференцирование данных графика на рис. 2. Его результаты приведены на рис. 3.

Для повышения точности численного дифференцирования в качестве аргумента полученной зависимости также используем средние значения

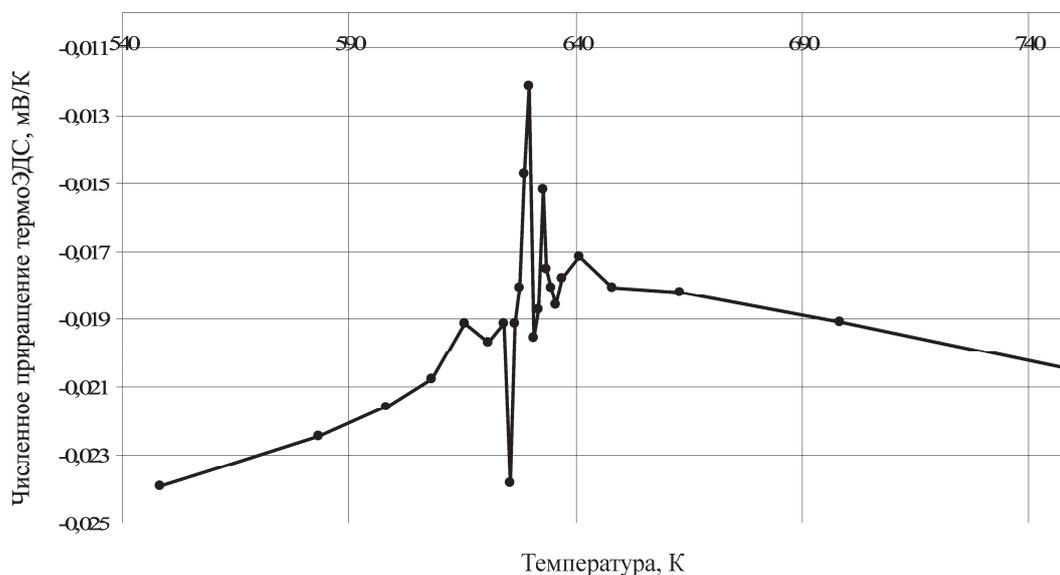


Рис. 2. Собственная термоЭДС никеля, полученная численным дифференцированием

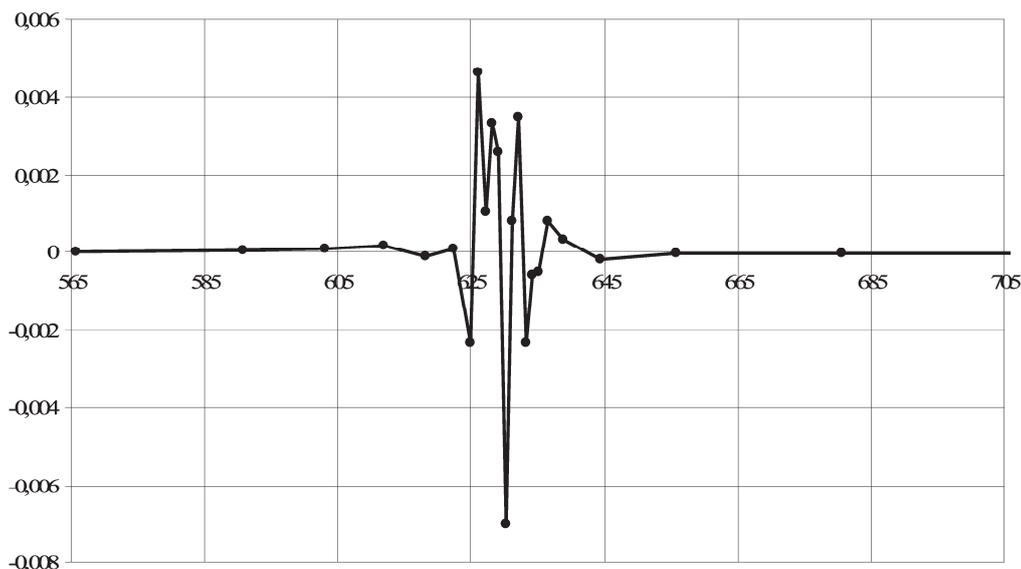


Рис. 3. Производная собственной термоЭДС никеля, полученная повторным численным дифференцированием

аргументов, по которым производилось дифференцирование.

Очевидно, что точка Кюри находится в области возмущений графика на рис. 3. Среднее значение температур максимума и минимума графика даёт значение 355,03 К, а погрешность определения точки Кюри составляет соответственно 0,78 К. Среднее значение крайних экстремумов, величина которых превышает 25 % от наибольшего экстремума, составляет 355,41 К, а погрешность определения точки Кюри составляет соответственно 1,17 К.

Порядок полученных погрешностей определения точки Кюри соответствует погрешностям термопар промышленного применения при исследуемых температурах [6].

Заключение

В результате данного исследования подтверждена работоспособность алгоритмов для оценки собственного состояния термометров на основе термопар с фазовым переходом 2-го рода.

Приведенное исследование показывает, что метод термоЭДС позволяет зафиксировать температуру фазового перехода 2-го рода. Оцененные погрешности метода составляют от 0,7 до 2,2 К и соизмеримы с погрешностями термопар, наиболее распространённых в промышленных измерениях при данных температурах.

Однако, вследствие существования лямбда-пика термоЭДС, для дальнейшего уменьшения погрешности, требуются специальные методы обработки экспериментальных данных, развитие которых, с точки зрения авторов, является дальнейшей задачей исследования.

Литература

1. APPLICATION OF SELF-CALIBRATING THERMOCOUPLES WITH MINIATURE FIXED-POINT

CELLS IN A TEMPERATURE RANGE FROM 500 °C TO 650 °C IN STEAM GENERATORS [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://www.imeko.org/publications/wc-2003/PWC-2003-TC12-005.pdf>

2. Сенсоры температуры с функцией самостоятельной калибровки и градуировки в процессе работы на основе фазовых переходов 2-го рода / М.Д. Белоусов, В.В. Дьячук, Д.А. Мирзаев, А.Л. Шестаков // Труды Третьей российской конференции с международным участием «Технические и программные средства систем управления, контроля и измерения [Электронный ресурс]: труды и пленарные доклады участников конференции УКИ'12. – Электрон. дан. – М.: ИПУ РАН, 2012. – 1 электрон. опт. диск (CD-ROM). – С. 1786–1794.

3. Термоэлектродвижущая сила металлов: пер. с англ. / Ф.Дж. Блатт, П.А. Шредер, К.Л. Фойлз и др.; под ред. Д.К. Белащенко. – М.: Металлургия, 1980. – 248 с.

4. Исследования материалов с необходимыми фазовыми переходами. Разработка алгоритмов обнаружения точек фазовых переходов. Разработка макетов сенсоров с фазовыми переходами: отчет о НИР / ООО «Авангард»; ЮУрГУ; рук. Белоусов М.Д.; исполн.: Белоусов М.Д. [и др.]. – Челябинск, 2011. – 106 с. – Библиогр.: с. 86–87. – № ГР 01201172993. – Инв. № 02201159837.

5. Физические величины: справ. / А.П. Бабищев, Н.А. Бабушкина, А.М. Братковский и др.; под. ред. И.С. Григорьева, Е.З. Мейлихова. – М.: Энергоатомиздат, 1991. – 1232 с.

6. ГОСТ Р 8.585–2001. Государственная система обеспечения единства измерений. Термопары. Номинальные статистические характеристики преобразования.

Поступила в редакцию 4 декабря 2012 г.