

Автоматизация государственного специального эталона «ГЭТ 67–75»

Говорится о государственном специальном эталоне единицы удельной теплоемкости твердых тел в диапазоне температур от 1337 до 1800 К, его частичной автоматизации, касающейся управления термостатами, разработанной и выполненной специалистами НПП «Эталон»



Ю.О. Малышев

ведущий инженер ОАО «Научно-производственное предприятие «Эталон» (ОАО НПП «Эталон»), г. Омск, fgup@omsketalon.ru, канд. техн. наук

Государственный специальный эталон «ГЭТ 67–75» согласно ГОСТ 8.159–75 [1] предназначен для воспроизведения и хранения единицы удельной теплоемкости твердых тел в диапазоне температур 1337...1800 К и передачи размеров единицы при помощи рабочих эталонов и образцовых средств измерений рабочим средствам измерений, применяемым в промышленности. Эталон «ГЭТ 67–75» находится в г. Екатеринбурге, в Уральском научно-исследовательском институте метрологии (ФГУП «УНИИМ»).

Эталон состоит из калориметрической установки Н-1, комплекса измерительной аппаратуры и специальной меры удельной теплоемкости из синтетического корунда по ГОСТ 9618–61.

Частичная автоматизация эталона «ГЭТ 67–75» касалась калориметрической установки Н-1 и была выполнена в 2011-м и 2012 году. Калориметрическая установка Н-1 состоит из жидкостного калориметра с изотермической оболочкой и двух высокотемпературных термостатов: один — основной — на диапазон от 1173 до 1800 К, другой — дополнительный — на диапазон от 400 до 1173 К.

Жидкостный калориметр с изотермической оболочкой представляет собой массивный жидкостный термостат объемом 70 литров, в котором располагается калориметр. Назначение термостата — поддержание в своем объеме температуры 25 °С со стабильностью $\pm 0,001$ °С в процессе измерения удельной теплоемкости меры. В качестве теплоносителя в этом термостате используется вода.

Основной термостат представляет собой вертикальную высокотемпературную печь диапазоном от 1173 до 1800 К, в которой находятся два нагревателя: охранный и основной. Охранный нагреватель обеспечивает нагрев внутреннего объема печи до температуры 1000 °С, основной — от 1000 до 1500 °С. Оба нагревателя имеют по три обмотки для обеспечения вертикального градиента температуры вдоль оси рабочего пространства термостата. Дополнительный термостат — это вертикальная печь диапазоном от 400 до 1173 К, которая имеет трехобмоточный нагреватель для обеспечения градиента в рабочем объеме.

В общем случае при измерении удельной теплоемкости меры или образца материала эталон работает следующим образом. Мера удельной теплоемкости подвешивается в рабочем объеме одного из термостатов, основного или дополнительного, на платиновой проволоке, при этом мера или образец материала помещаются в специальную ампулу. Термостат с мерой выводится на требуемую температуру, а термостат калориметра — на температурный режим 25 °С. После того как термостаты выйдут на температурный режим, платиновая проволока, на которой подвешена мера, пережигается с помощью мощного электрического тока, и мера из термостата падает в при-



ГЭТ 67–75

ключевые слова

эталон, единица удельной теплоемкости, средства измерений, калориметрическая установка

емник, расположенный в термостате калориметра. Контрольный термометр фиксирует изменение температуры в термостате калориметра, вызванное нагретой мерой, и по результатам этих измерений рассчитывается ее удельная теплоемкость.

Таким образом, точность измерения удельной теплоемкости меры или образца материала во многом зависит от градиента температуры и стабильности поддержания температуры в термостате калориметра в основном и дополнительном термостатах. Градиент температуры в термостате калориметра обеспечивается постоянным перемешиванием в нем воды, а в основном и дополнительных термостатах — за счет трех обмоток нагревателей.

Термостат калориметра должен поддерживать температуру $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ со стабильностью $\pm 0,001\text{ }^{\circ}\text{C}$ в час. Функция основного термостата — обеспечивать стабильность поддержания температуры $\pm 0,3\text{ }^{\circ}\text{C}$ в час в диапазоне от 1173 до 1800 К, функция дополнительного — $\pm 0,3\text{ }^{\circ}\text{C}$ в час в диапазоне от 400 до 1173 К.

До 2011 года регулирование температуры в термостатах калориметрической установки осуществлялось с помощью аналоговых регуляторов температуры Р-133, изготовленных в 80-е годы двадцатого века. Эти регуляторы обеспечивали пропорциональный интегрально-дифференциальный закон регулирования (ПИД-закон регулирования), но все настройки коэффициентов ПИД-закона должны были выполняться оператором вручную.

В 2011 году управление термостата калориметра и дополнительного термостата заменили цифровым микропроцессорным блоком управления БУ-7 производства ОАО НПП «Эталон», в 2012 году такую же замену произвели у основного термостата.

В конструкции термостата калориметра имеется два нагревателя, один основной мощный нагреватель, который обеспечивает нагрев 70 литров воды до температуры, близкой к $25\text{ }^{\circ}\text{C}$, и второй — дополнительный — нагреватель, позволяющий вывести термо-

стат на температуру $25\text{ }^{\circ}\text{C}$, но очень медленно. Поэтому в процессе работы приходилось долго ожидать режима стабильности в термостате калориметра. Применение блока управления БУ-7 позволило отказаться от использования дополнительного нагревателя и обеспечить выход на температуру $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ с требуемой стабильностью с помощью одного — основного — нагревателя.

Блок управления БУ-7 обеспечивает адаптивный алгоритм регулирования и позволяет добиться требуемой

Стабильность поддержания температуры в термостате калориметра ТС 25 (30.10.2011)

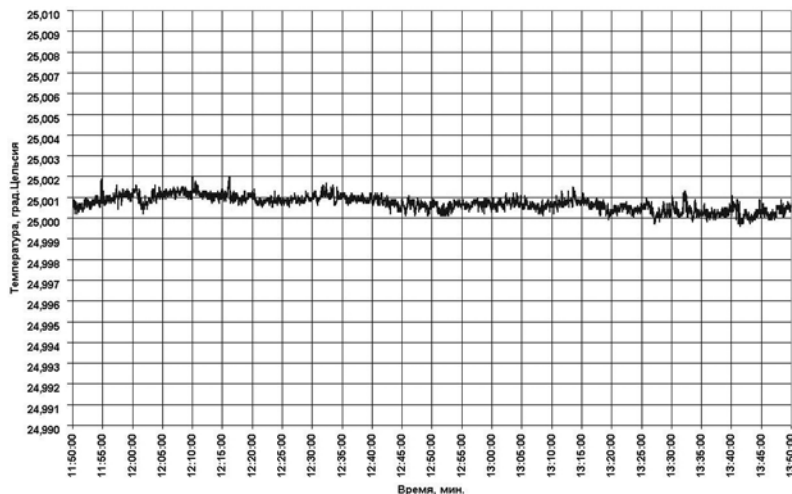


Рис. 1. Стабильность температуры в термостате калориметра

Стабильность поддержания температуры в основном термостате калориметра ТС1500 (24.04.2012)

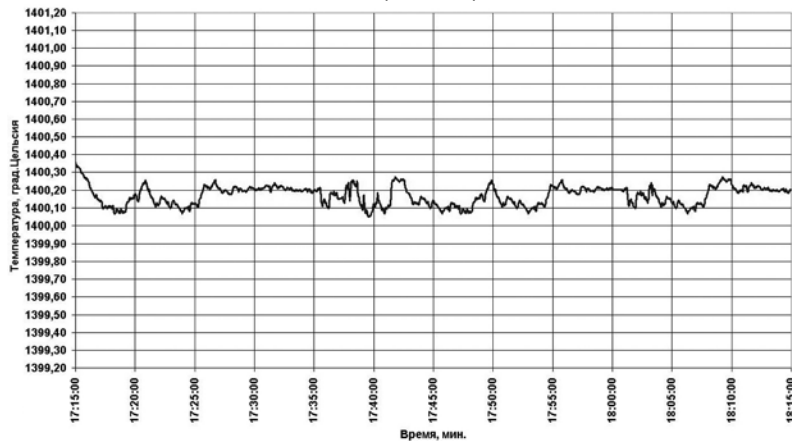


Рис. 2. Стабильность температуры в основном термостате

Стабильность поддержания температуры в дополнительном термостате
калориметра ТС1100 (29.10.2011)

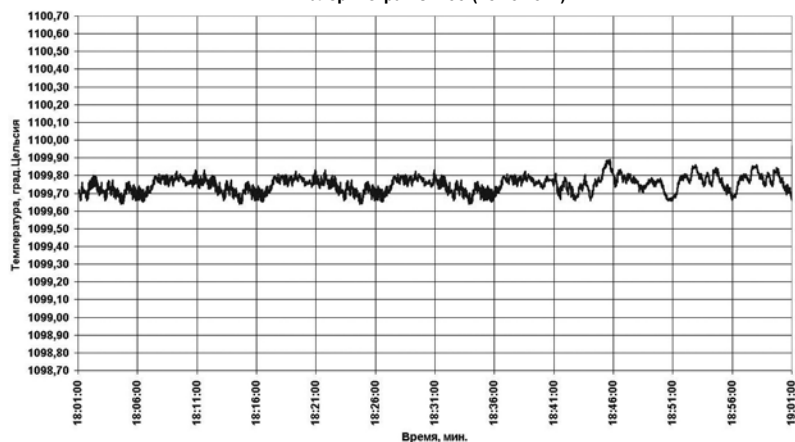


Рис. 3. Стабильность температуры в дополнительном термостате

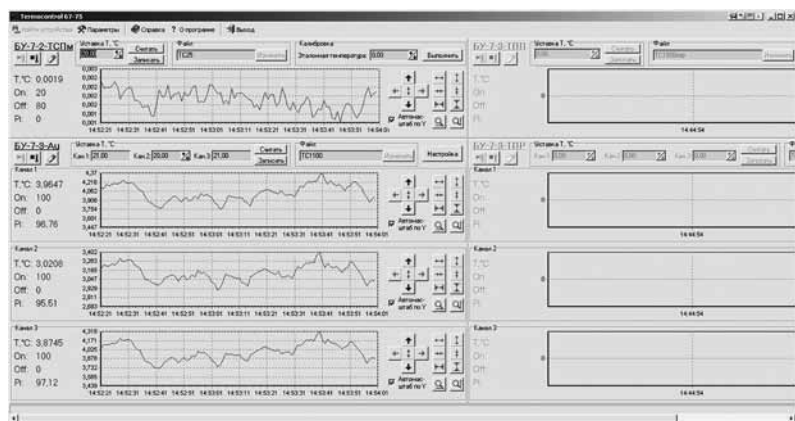
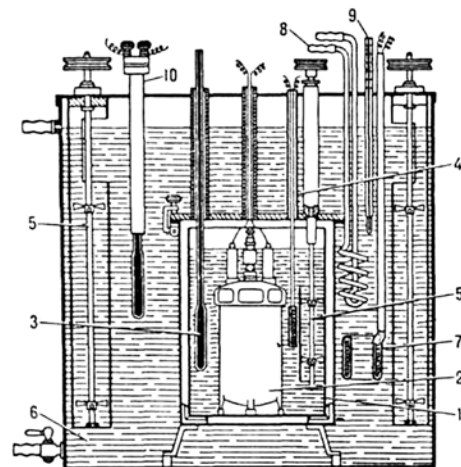


Рис. 4. Общий вид ПО для работы с термостатами «ГЭТ 67–75»

стабильности поддержания температуры в термостатах с двойным запасом.

На рис. 1 показана стабильность поддержания температуры в термостате калориметра при температуре 25 °C (стабильность не превысила $\pm 0,001$ °C за два часа работы), на рис. 2 — стабильность поддержания температуры в основном термостате при температуре 1400 °C (стабильность не превысила $\pm 0,15$ °C в час), на рис. 3 — стабильность поддержания температуры



1 — калориметрический сосуд;
2 — калориметрическая бомба;
3 и 9 — термометры калориметра и оболочки соответственно;
4 и 7 — нагреватели калориметра и оболочки соответственно;
5 — мешалки с приводом;
6 — изотермическая оболочка, заполненная водой;
8 — змеевик для охлаждения оболочки;
10 — контактный термометр для регулировки температуры оболочки

Жидкостный калориметр с изотермической оболочкой

в дополнительном термостате при температуре 1100 °C (стабильность не превысила $\pm 0,15$ °C в час).

Для удобства работы наши специалисты разработали сервисное программное обеспечение, позволяющее одновременно управлять работой всех термостатов и их нагревателей с одного персонального компьютера (рис. 4).

Таким образом, можно утверждать, что частичная автоматизация специального государственного эталона «ГЭТ 67–75», касающаяся управления термостатами, завершена успешно. В настоящее время во ФГУП «УНИИМ» ведутся работы по автоматизации процесса измерения удельной теплоемкости.

Блок управления БУ-7 показал хорошие результаты по регулированию и помехоустойчивости, поэтому с декабря 2012 года все термостаты, печи и другое метрологическое оборудование, выпускаемое нашим предприятием, комплектуются этими цифровыми микропроцессорными блоками. ■

Список литературы

1. ГОСТ 8.159–75. Государственная система обеспечения единства измерений. Государственный специальный эталон и общесоюзная поверочная схема для средств измерений удельной теплоемкости твердых тел в диапазоне температур от 400 до 1800 К.